



Ionische Flüssigkeiten als Abschreckmedien bei der Wärmebehandlung metallischer Werkstoffe

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

*vorgelegt von Martin Österreich geb. Beck
geboren am 13.01.1986 in Crivitz*

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler

Universität Rostock
Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik
Lehrstuhl für Werkstofftechnik

Prof. Dr.-Ing. habil. Franz Hoffmann

Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen
Werkstofftechnik I Wärmebehandlung

Abgabe: 06.06.2017 | Verteidigung: 07.11.2017

„Wir müssen unbedingt Raum für Zweifel lassen, sonst gibt es keinen Fortschritt, kein Dazulernen. Man kann nichts Neues herausfinden, wenn man nicht vorher eine Frage stellt.

Und um zu fragen, bedarf es des Zweifelns.“

Richard P. Feynman

Kurzfassung

Eines der wichtigsten Verfahren zur Einstellung von Eigenschaften metallischer Werkstoffe ist die Wärmebehandlung. Ein zentraler Bestandteil zahlreicher Wärmebehandlungen ist das Abschrecken von einer Glüh­temperatur. Es gibt verschiedene Abschreckmethoden, wobei das Tauchabschrecken dominiert. Dabei werden meist verdampfende Abschreckmedien, wie Wasser oder Öl verwendet, welche einen unerwünschten wärmeisolierenden Dampffilm auf der Probenoberfläche erzeugen können. Nicht verdampfende Abschreckmedien, wie konventionelle Salz- oder Metallschmelzen müssen aufgrund hoher Schmelztemperaturen mit großem Aufwand betrieben werden. In der vorliegenden Arbeit wird erstmals die prinzipielle Eignung ionischer Flüssigkeiten als Abschreckmedien mit Hinblick auf die Kühlleistung, Gleichmäßigkeit und Wechselwirkung mit dem Bauteil systematisch untersucht. Dafür werden Tauchabschreckungen an den Aluminiumlegierungen AlSi1MgMn, AlZn8MgCu und AlCu6Mn verschiedener Geometrien sowie den Stählen X5CrNi18-10 und 42CrMo4 durchgeführt. Die beiden untersuchten ionischen Flüssigkeiten [EMIm][NTf₂] und [EMIm][EtSO₄] weisen in reiner Form keine Filmsiedephase auf, wodurch mit Hilfe von Experimenten und Simulationen ein geringerer Bauteilverzug nachgewiesen werden kann. Die erreichbare Abschreckintensität lässt sich durch Zugabe von Wasser oder Kohlenstoffdioxid signifikant erhöhen. Die Abschreckwirkung ist ausreichend für die Erzielung der geforderten Härte hochlegierter Aluminiumwerkstoffe oder eines typischen Vergütungsstahls. Je nach abgeschrecktem Werkstoff und verwendeter ionischer Flüssigkeit werden geringe bis keine Veränderungen an den Probenoberflächen festgestellt. Die neuartige Stoffklasse der ionischen Flüssigkeiten besitzt viele Eigenschaften eines idealen Abschreckmediums.

Abstract

Heat treatment is one of the most important techniques to adjust the properties of metallic components. A key element of many heat treatments is quenching from annealing temperature. A variety of different quenching techniques is available, but immersion quenching is mainly used. Most of the quenching media are vaporising liquids, like water or oil, producing an undesired thermal insulating vapour layer on the sample surface. Non vaporising liquids like conventional molten salts or metals need to be operated with high effort caused by high melting temperatures. This work systematically investigates the applicability of ionic liquids as quenching media for the very first time. Special attention is spend on the cooling power, homogeneity and interaction between component and liquid. Therefore, immersion quenching of the aluminium alloys 6082, 7349 and 2219 with varying geometry and steels AISI 304 and AISI 4140 are carried out. The two investigated pure ionic liquids [EMIm][NTf₂] und [EMIm][EtSO₄] show no film boiling. This indicates a low potential for distortion which is proven by experiments and simulation. The cooling rates can be increased significantly by addition of water or carbon dioxide. The cooling power is sufficient to quench high alloyed aluminium and low alloy steel to desired hardness values. Depending on the quenched material and the ionic liquid minor or no changes of the component surfaces can be detected. The new substance class of ionic liquids fits many requirements for an ideal quenching medium.

1	Einleitung	1
2	Stand der Technik	3
2.1	Wärmebehandlung metallischer Bauteile	3
2.1.1	Bedeutung des Abschreckens	3
2.1.2	Abschreckmethoden	4
2.1.3	Abschreckmedien	5
2.1.3.1	Verdampfende Abschreckmedien	7
2.1.3.2	Nicht verdampfende Abschreckmedien	8
2.1.4	Wärmeübergangsmechanismen	9
2.1.5	Methoden zur Untersuchung von Abschreckvorgängen	10
2.1.5.1	Messung der Bauteiltemperatur	11
2.1.5.2	Weitere Methoden	14
2.2	Ionische Flüssigkeiten	15
2.2.1	Definition und Eigenschaften	15
2.2.2	Anwendungsgebiete	17
3	Werkstoffe und Methoden	19
3.1	Werkstoffe	19
3.1.1	Aluminiumlegierung Al Si1MgMn (6082)	19
3.1.2	Aluminiumlegierung Al Zn8MgCu (7349)	20
3.1.2.1	Zylinder 7349	21
3.1.2.2	Strangpressprofil 7349	21
3.1.3	Aluminiumlegierung Al Cu6Mn (2219)	23
3.1.4	Stahl X5CrNi18-10	23
3.1.5	Stahl 42CrMo4	25
3.2	Abschreckflüssigkeiten	26
3.2.1	Ionische Flüssigkeiten	26
3.2.1.1	[EMIm][NTf ₂]	26
3.2.1.2	[EMIm][EtSO ₄]	27

3.2.2	Leitungswasser.....	28
3.2.3	Vergleich der physikalischen Eigenschaften der verwendeten Abschreckmedien	28
3.3	Abschreckversuche.....	28
3.3.1	Versuchsaufbau.....	28
3.3.2	Versuchsdurchführung.....	32
3.3.3	Temperaturmessung.....	33
3.3.4	Videoaufnahmen.....	34
3.3.4.1	Konventionelle Videoaufnahmen.....	34
3.3.4.2	Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen.....	34
3.4	Ermittlung von Wärmeübergangskoeffizienten.....	38
3.5	Probencharakterisierung	39
3.5.1	Härteprüfung.....	39
3.5.2	Metallographische Untersuchung	40
3.5.3	Oberflächenanalyse.....	40
3.5.3.1	Rasterelektronenmikroskopie	40
3.5.3.2	Photoelektronenspektroskopie	41
3.5.4	Verzugsbestimmung.....	42
4	Ergebnisse an Aluminiumlegierungen	43
4.1	Abschreckwirkung.....	43
4.1.1	Einfluss Badtemperatur	45
4.1.2	Einfluss Wassergehalt	53
4.1.3	Einfluss Gasgehalt.....	61
4.2	Abgeschreckte Aluminiumlegierungen.....	66
4.2.1	Härte.....	66
4.2.2	Oberflächenveränderung	68
4.2.2.1	Oberflächenveränderung an AlSi1MgMn.....	70
4.2.2.2	Oberflächenveränderung an AlZn8MgCu	73
4.2.2.3	Oberflächenveränderung an AlCu6Mn	76

4.3	Verzug	79
5	Ergebnisse an Stählen	85
5.1	Abschreckwirkung	85
5.2	Abgeschreckte Stähle	92
5.2.1	Härte und Gefüge	92
5.2.2	Oberflächenveränderung	93
5.2.2.1	Oberflächenveränderung in [EMIm][NTf ₂]	94
5.2.2.2	Oberflächenveränderung in [EMIm][EtSO ₄]	100
6	Abschrecksimulation	105
6.1	Modellierung	105
6.2	Simulationsergebnisse	112
7	Diskussion	115
7.1	Abschreckwirkung	115
7.1.1	Abschreckgeschwindigkeit und Abschreckgleichmäßigkeit	115
7.1.1.1	Ermittlung der axialen Abschreckgleichmäßigkeit	116
7.1.1.2	Gegenüberstellung von Abschreckgeschwindigkeit und Abschreckgleichmäßigkeit	123
7.1.2	Badtemperatur	124
7.1.3	Wassergehalt	126
7.1.4	Gasgehalt	131
7.1.5	Wärmeübergangskoeffizient nach VDI-Wärmeatlas	132
7.2	Werkstoffstruktur und Eigenschaften	140
7.2.1	Härte Aluminium	140
7.2.2	Oberflächenveränderung Aluminium	141
7.2.3	Härte und Gefüge Stahl	143
7.2.4	Oberflächenveränderung Stahl	145
7.3	Verzug	147
7.5	Thermische Kurz-/ Langzeitstabilität/ Arbeitsschutz	157
8	Zusammenfassung	159

Selbständigkeitserklärung	I
Literaturverzeichnis.....	II
Anhang	VIII
A. Abkürzungsverzeichnis	VIII
B. Symbolverzeichnis	VIII
C. Abbildungsverzeichnis	X
D. Tabellenverzeichnis	XVII
E. Betreute studentische Arbeiten im Rahmen der Promotion	XVIII
Akademischer Lebenslauf.....	XIX

1 Einleitung

Bei der Einstellung von Fertigungs- oder Gebrauchseigenschaften metallischer Werkstoffe ist eine Wärmebehandlung meist unumgänglich. Diese beinhaltet häufig ein Abschrecken von einer Glüh Temperatur, bei welchem das Bauteil so schnell wie nötig, aber auch so langsam wie möglich abgekühlt werden soll. Das festigkeitssteigernde Potenzial soll infolge einer ausreichend hohen Kühlgeschwindigkeit möglichst ausgeschöpft, Bauteilverzug und unerwünschte Eigenspannungen aufgrund zu hoher Temperaturdifferenzen aber vermieden werden.

Das Abschrecken wird überwiegend in Bädern aus verdampfenden¹ Flüssigkeiten wie Wasser oder Öl durchgeführt. Diese Medien bieten die Vorteile eines geringen Aufwandes und einer hohen mittleren Abschreckgeschwindigkeit. Ein wesentlicher Nachteil verdampfender Abschreckmedien ist hingegen die Ungleichmäßigkeit des Wärmeüberganges aufgrund der gleichzeitigen Ausprägung mehrerer Siedephasen bis hin zu einem geschlossenen, wärmeisolierenden Dampffilm um die Bauteiloberfläche – dem sogenannten Leidenfrost-Effekt. Nichtverdampfende¹ Abschreckmedien wie konventionelle Salzschnmelzen kühlen besonders homogen, verursachen aufgrund der hohen Schmelztemperatur aber einen hohen Aufwand im Anlagenbetrieb und der Endreinigung der Bauteile. Ein „ideales“ Abschreckmedium wäre eine bei Eintauchtemperatur des Bauteils nicht verdampfende Flüssigkeit mit einer Schmelztemperatur unter oder nahe Raumtemperatur. Die im Rahmen der Wärmebehandlung bisher unbekannte Stoffgruppe der Ionischen Flüssigkeiten umfasst Salze mit einer Schmelztemperatur von weniger als 100 °C.

¹ Verdampfend bzw. nichtverdampfend bei der Eintauchtemperatur metallischer Werkstoffe: Stähle ca. 800 °C - 1200 °C, Aluminiumlegierungen ca. 500 °C

Im Rahmen dieser Arbeit werden zwei ionische Flüssigkeiten mit Schmelztemperaturen unterhalb von Raumtemperatur auf ihre prinzipielle Anwendbarkeit als Abschreckmedien bei der Wärmebehandlung metallischer Bauteile untersucht. Nach dem Entwurf und Aufbau eines geeigneten Versuchsstandes werden Tauchabschreckungen von drei Aluminiumlegierungen und zwei Stählen mit verschiedenen Probengeometrien durchgeführt. Zum Vergleich wird Wasser als Abschreckmedium verwendet. Mit Hilfe von aufgezeichneten Temperatur-Zeit-Verläufen werden Abkühlraten und Wärmeübergangskoeffizienten ermittelt, um Erkenntnisse über den Einfluss von Badtemperatur, Wassergehalt und Gasbeladung der ionischen Flüssigkeiten auf die Abschreckwirkung zu erhalten. Zusätzlich sollen konventionelle und Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen der Abschreckvorgänge ein detaillierteres Verständnis der Wärmeübergangsmechanismen ermöglichen. In ionischen Flüssigkeiten abgeschreckte Proben werden hinsichtlich ihrer Werkstoffstrukturen, Eigenschaften, Maß- und Formänderungen sowie Oberflächenveränderungen vergleichend zur Wasserabschreckung untersucht.

2 Stand der Technik

2.1 Wärmebehandlung metallischer Bauteile

Die Wärmebehandlung metallischer Bauteile besitzt eine enorme industrielle Bedeutung. Nahezu sämtliche Bauteile mit erhöhten Werkstoffanforderungen müssen wärmebehandelt werden. Die Schritte einer Wärmebehandlung sind eine Erwärmung, eine Haltedauer bei definierter Temperatur und eine abschließende Abkühlung. Die rasche Abkühlung wird auch als Abschrecken bezeichnet und stellt einen sehr wichtigen und meist hochkomplexen Bestandteil zahlreicher Wärmebehandlungen dar.

2.1.1 Bedeutung des Abschreckens

Der Abschreckvorgang besitzt einen signifikanten Einfluss auf fast alle Werkstoffeigenschaften, wie mechanische Kennwerte, aber auch Eigenspannungen und Verzug.

Insbesondere bei der Wärmebehandlung hochfester Stähle und hochfester Aluminiumlegierungen ist der Abschreckvorgang maßgebend für die erzielbaren mechanischen Eigenschaften. Ziel ist es, mit Hilfe einer ausreichend hohen Abschreckgeschwindigkeit Diffusionsvorgänge zu unterdrücken und damit einen an Fremdatomen übersättigten Mischkristall zu erzeugen. Bei der Härtung von Stählen bildet sich dabei ein martensitisches Gefüge aus, welches aufgrund der zwangsgelösten Kohlenstoffatome eine starke Verzerrung des Kristallgitters und somit eine sehr hohe Festigkeit aufweist. Bei ausscheidungshärtbaren Aluminiumlegierungen stellt ein übersättigter Mischkristall den Ausgangszustand für die nachfolgende Bildung festigkeitssteigernder Teilchen dar. Eine zu geringe Abschreckgeschwindigkeit führt zur Ausbildung von unerwünschten Mikrostrukturen mit ungenügenden mechanischen Eigenschaften.

Am Beispiel von Aluminiumlegierungen können sich bei zu langsamer Abschreckung im

relevanten Temperaturbereich vorzeitig Ausscheidungen an Korngrenzen bilden, welche neben der Festigkeit sowohl das Korrosionsverhalten als auch die Zähigkeit negativ beeinflussen [1]. Ist die Abschreckgeschwindigkeit jedoch unnötig hoch, führt dies aufgrund von Temperaturdifferenzen innerhalb des Bauteils zu erhöhten Eigenspannungen und vermeidbarem Verzug [2]. Ein dadurch verursachter Verzug kann eine kosten- und zeitintensive Nachbearbeitung des Bauteils mit sich führen und ist deshalb möglichst zu vermeiden.

Es kann allgemein geschlussfolgert werden, dass ein Bauteil bei einer Abschreckung so schnell wie nötig, aber so langsam wie möglich von der Glühtemperatur abgekühlt werden sollte.

2.1.2 Abschreckmethoden

Es existiert eine Vielzahl von Abschreckmethoden, welche je nach Art der Anforderungen zum Einsatz kommen. Eines der am häufigsten verwendeten Verfahren stellt das Tauchabschrecken dar. Dabei wird das Bauteil in ein flüssiges Abschreckmedium getaucht. Dieses Verfahren ist vergleichsweise einfach und besitzt je nach Wahl des Abschreckmediums relativ hohe mittlere Kühlraten. Bei verdampfenden Flüssigkeiten treten verschiedene Siedephasen auf, die zu einer ungleichmäßigen Abschreckung führen. Die Größe der Abschreckbecken beträgt im industriellen Maßstab meist mehrere 100 l bis mehrere 1000 l [3,4]. So sollte bspw. der Inhalt von Ölabschreckbädern in Litern mindestens das 8 bis 10fache der Masse des Abschreckgutes in kg betragen, um eine zu starke Baderwärmung zu vermeiden [5].

Eine weitere Möglichkeit stellt das Gasabschrecken dar. Dabei wird das Bauteil mittels einer Gasströmung gekühlt. Aufgrund der nicht auftretenden Phasenübergänge ist diese Methode besonders gleichmäßig und verursacht nur geringen Verzug bzw. Eigenspannungen [6]. Durch Wahl von Gasart, -geschwindigkeit, -druck und der Düsenpositionierung ist diese Abschreckmethode sehr gut steuerbar und auch lokal variierende Wärmeübergänge können bei Bedarf realisiert werden. Nachteilig sind die relativ geringen erreichbaren Kühlraten und der bspw. aufgrund der erforderlichen Düsenpositionierung hohe technische Aufwand der gesamten Abschreckanlage [7]. Aufgrund der geringen mittleren Kühlraten ist dieses Verfahren für abschreckempfindliche Werkstoffe ungeeignet.

Neben dem Tauch- und Gasabschrecken wird ferner die Methode des Sprühkühlens

angewendet [8]. Das abzuschreckende Bauteil wird dabei mit einer zerstäubten Flüssigkeit benetzt [9]. Die erreichbare mittlere Kühlrate ist unter anderem von dem Abschreckmedium und der Größe und Geschwindigkeit der zerstäubten Partikel abhängig, befindet sich aber zwischen dem Gas- und Flüssigkeitsabschrecken [10]. Der technische Aufwand dürfte annähernd vergleichbar mit dem des Gasabschreckens sein.

2.1.3 Abschreckmedien

Sämtliche Abschreckmethoden können mit der Wahl des Abschreckmediums signifikant beeinflusst werden. Im Folgenden werden Abschreckmedien betrachtet, welche insbesondere beim Tauchabschrecken verwendet werden. Die allgemeinen Vor- und Nachteile sind prinzipiell auf andere Abschreckmethoden übertragbar. In Abbildung 1 sind die Kühlverläufe einer Auswahl üblicher Abschreckmedien dargestellt. Es kann eine Einteilung in die Gruppen der verdampfenden und nicht verdampfenden Abschreckmedien durchgeführt werden. Die verdampfenden Abschreckmedien (Wasser, Öl) sind durch eine ungleichmäßige Abschreckung gekennzeichnet, die bei nichtverdampfenden Medien (Salzbad) so nicht auftritt. Ein schematischer Vergleich der Vor- und Nachteile üblicher Klassen von Abschreckmedien ist in Tabelle 1 dargestellt.

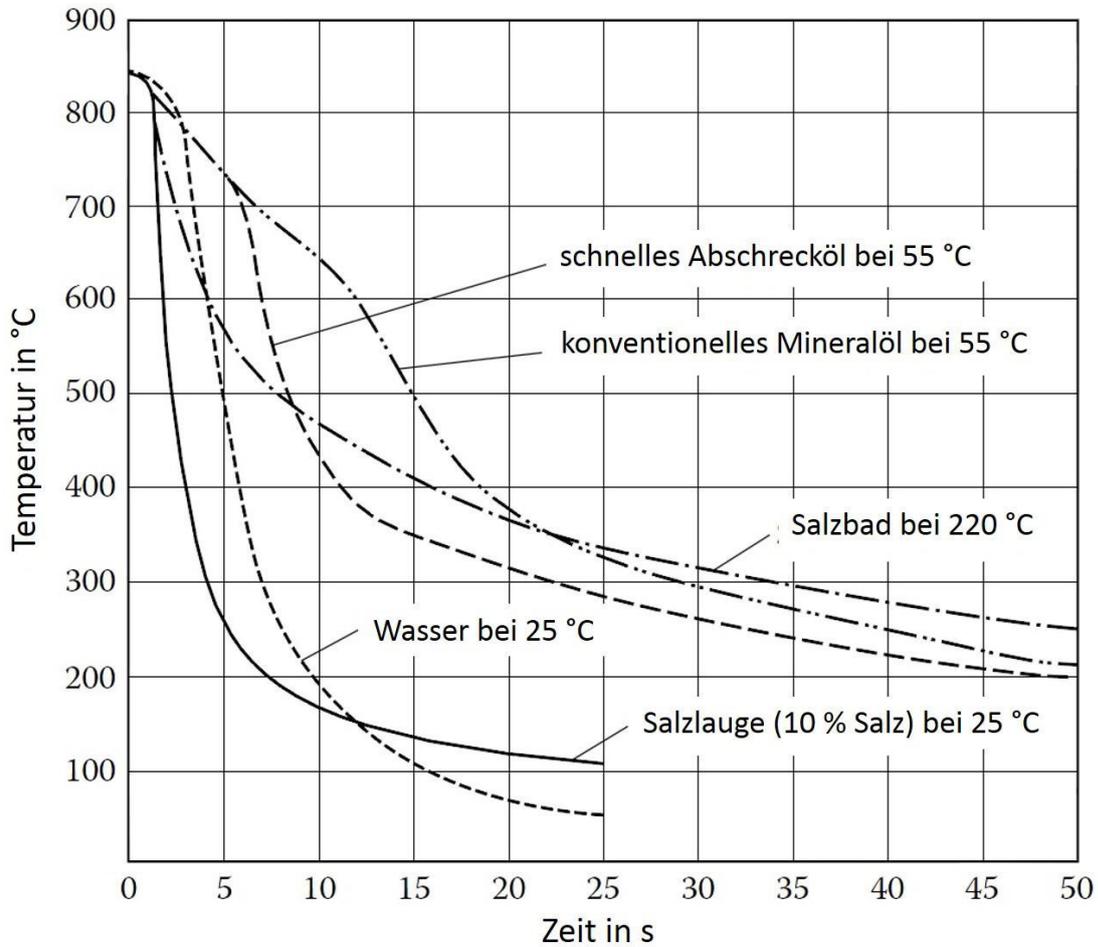


Abbildung 1: Kühlverläufe einer Auswahl von üblichen Abschreckmedien beim Tauchabschrecken [11].

Tabelle 1: Allgemeine Klassen von Abschreckmedien mit auftretenden Aggregatzuständen und Beurteilung der wesentlichen Vor- und Nachteile.

Abschreckmedium	beim Abschrecken auftretende Aggregatzustände	Abschreckintensität	Abschreckgleichmäßigkeit	geringer Aufwand
verdampfende Flüssigkeiten (Wasser, Öl)	flüssig und gasförmig	↑	↓	↑
nichtverdampfende Flüssigkeiten (Salzbad)	flüssig, Schmelztemp. >> RT	→	↑	↓
Gase	gasförmig	↓	↑	↓
„ideales“ Abschreckmedium	flüssig, Schmelztemp. ≤ RT	↑	↑	↑

2.1.3.1 Verdampfende Abschreckmedien

Beim Tauchabschrecken werden überwiegend verdampfende Flüssigkeiten verwendet. An erster Stelle steht hier Wasser, da es sehr günstig ist und eine hohe Verfügbarkeit besitzt. Eine Abschreckung in Wasser ist relativ einfach, da keine zusätzlichen Sicherheitsvorkehrungen aufgrund von toxischen Reaktionsprodukten getroffen werden müssen und keine anschließende Bauteilreinigung nötig ist. Die mittlere Kühlrate ist bei der Wasserabschreckung, je nach Temperatur des Bades und des Bauteils, relativ hoch, weshalb dieses Abschreckmedium besonders für abschreckempfindliche Werkstoffe verwendet wird. Die wesentlichen Parameter zur Steuerung der Abschreckwirkung von Wasser bilden die Badtemperatur und die Strömungsgeschwindigkeit innerhalb des Abschreckbeckens [12–14]. Nachteilig ist die ungleichmäßige Abschreckwirkung aufgrund des ausgeprägten Leidenfrost-Effektes [11]. Je mehr sich die Badtemperatur dabei dem Siedepunkt des Wassers von 100 °C annähert, desto stabiler und ausgeprägter wird die Filmsiedephase, und desto geringer ist die mittlere Kühlrate [11]. Bei Abschreckung in Wasser mit Raumtemperatur ist ein Filmsieden hingegen meist kurz [14].

Es besteht die Möglichkeit dem Wasser Polymere wie Polyalkylenglykolen (PAG) oder Polyvinylpyrrolidon (PVP) hinzuzufügen, um die Filmsiedephase dank der Bildung eines Polymerfilmes auf der Bauteiloberfläche zu verringern [14–17]. Dabei kann es zu einer explosionsartigen Wiederbenetzung, also dem Wechsel zwischen Film- und Blasensieden kommen [11,12,15]. Es wurden Polymeranteile im Wasser von bis zu 35 % erfolgreich verwendet [18]. Nachteilig sind eine eventuell nötige Reinigung des Bauteils und die Wartung des Abschreckmediums wie Kontrolle und Einstellung der Polymerkonzentration.

Neben Polymeren werden auch Wasser-Salz-Gemische (Salzlaugen) verwendet, welche ebenfalls zu einer Minimierung der Filmsiedephase führen sollen [19]. Dabei wird überwiegend das Salz Natriumchlorid mit Gehalten von bis zu 15 % verwendet [11].

Eine weitere Möglichkeit die Abschreckeigenschaften von Wasser zu beeinflussen, ist die Zugabe von Nanopartikeln basierend auf Silber, Titan, Kupfer, Gold, Aluminium, Silizium oder Kohlenstoff [20,21]. Die Partikel können als Keime für das Blasensieden dienen, wodurch die Filmsiedephase verkürzt werden soll [21–25]. Diese sogenannten „Nanofluide“ befinden sich aktuell in der Grundlagenforschung.

Jeschar et al. haben festgestellt, dass auch der Gasgehalt in Wasser einen signifikanten Einfluss auf die Filmsiedephase beim Abschrecken hat [19].

Ein neben Wasser vor allem für Stähle oft verwendetes Abschreckmedium ist Öl. Dabei gibt es eine große Variation an Abschreckölen mit verschiedenen Viskositäten und Verdampfungstemperaturen. Neben Mineralölen gibt es auch Untersuchungen an pflanzlichen Abschreckölen [26,27]. Eine Steuerung der Abschreckwirkung erfolgt bei Ölen überwiegend über die sehr stark temperaturabhängige Viskosität [11]. Generell bewirkt eine geringere Viskosität eine Erhöhung der Kühlwirkung [11]. Aufgrund der starken Temperaturabhängigkeit der Viskosität werden Abschrecköle überwiegend bei leicht erhöhten Temperaturen im Bereich von 50 °C bis 80 °C verwendet [28]. Die Siedetemperatur von Abschreckölen ist höher (ca. 230 °C - 480 °C [29]) als bei Wasser, aber der Leidenfrost-Effekt tritt prinzipiell auch hier auf [30]. Weitere Nachteile von Öl als Abschreckmedium sind nötige Schutzmaßnahmen aufgrund von gasförmigen Zersetzungsprodukten, Entflammbarkeit des Abschrecköls und der nötigen Bauteilreinigung [11].

2.1.3.2 Nicht verdampfende Abschreckmedien

Beim Tauchabschrecken werden aber auch nicht verdampfende Flüssigkeiten verwendet, welche aufgrund des nicht vorhandenen Filmsiedens sehr homogen und verzugsarm abschrecken [31]. Dazu zählen konventionelle Salz- und Metallschmelzen. Da die verwendeten Salze eine Schmelztemperatur von mind. 120 °C (45 % Natriumnitrat + 55 % Kaliumnitrat), meist mehr als 200 °C und in einigen Fällen bis zu 430 °C (GS 430²) besitzen, müssen die Abschreckbäder beheizt werden [32–35]. Dies ist sehr aufwändig und erschwert auch eine anschließende Bauteilreinigung. Die erreichbaren Kühlraten dieser Abschreckmedien sind aufgrund der hohen Badtemperaturen relativ gering, können aber durch Zugabe von Wasser und einer entsprechenden Strömungsgeschwindigkeit im Abschreckbecken erhöht werden [11,32].

Eine besondere Form des Tauchabschreckens stellt das Abschrecken in Wirbelbetten dar. Dabei besteht das Abschreckmedium aus feinen Partikeln wie bspw. Aluminiumoxid, welche mittels Gas durchströmt werden und dabei flüssigkeitsähnliche Eigenschaften annehmen [36]. Die Abschreckwirkung basiert auf der Wärmeleitung zwischen dem Bauteil und den aufgewirbelten Partikeln sowie der Kühlung über den Gasstrom. Diese Abschreckmethode ist sehr gleichmäßig und verzugsarm, da kein Sieden stattfindet [11]. Die maximalen Kühlraten sind 10 % geringer als bei konventionellen Salzschmelzen [36].

² Bezeichnung des Herstellers *Durferrit GmbH*

2.1.4 Wärmeübergangsmechanismen

Sämtliche Abschreckverfahren basieren auf den verschiedenen Wärmeübergangsmechanismen, welche für den Abtransport der Wärme eines Bauteils verantwortlich sind. In Abbildung 2 sind die möglichen Wärmeübergangsmechanismen in verdampfenden Flüssigkeiten zusammen mit einem zugehörigen Temperatur-Zeit-Verlauf dargestellt.

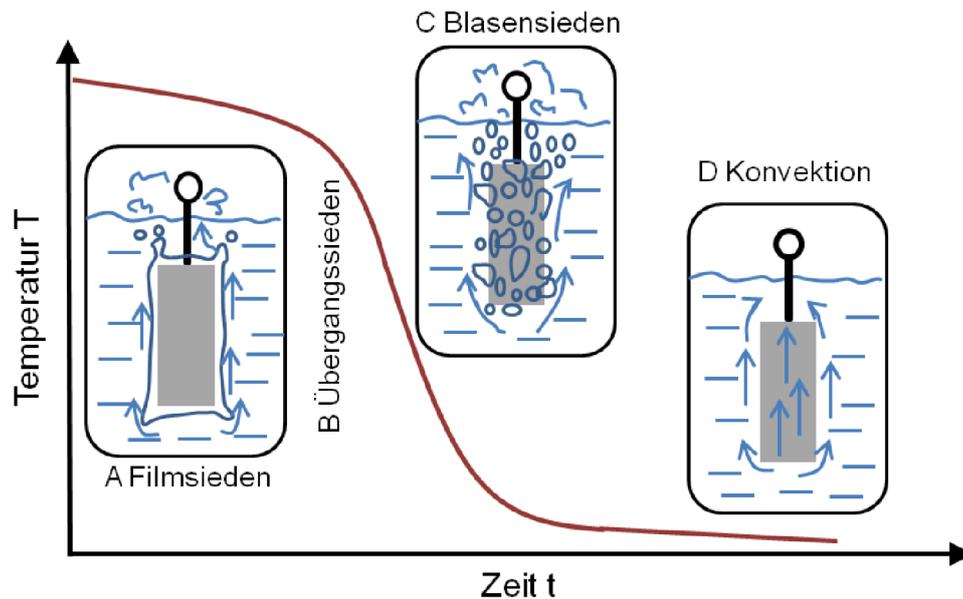


Abbildung 2: Phasen des Abschreckvorganges bei verdampfenden Flüssigkeiten [37].

Der Abschreckvorgang wurde dabei in verschiedene Phasen eingeteilt. Am Anfang der Abschreckung befindet sich die Filmsiedephase. Diese ist durch einen geschlossenen, stabilen Dampffilm gekennzeichnet, welcher das gesamte Bauteil umgibt. Dieser Film bildet sich, wenn die Temperatur der Bauteiloberfläche deutlich größer als die Siedetemperatur des Abschreckmediums ist. Während dieser Abschreckphase findet, aufgrund der wärmeisolierenden Wirkung der Dampffilms, trotz der großen Temperaturdifferenz zwischen Bauteiloberfläche und Abschreckmedium eine relativ langsame Abkühlung des Bauteils statt [13]. Dieses Phänomen wird aufgrund seines Entdeckers Johann Gottlob Leidenfrost auch Leidenfrost-Effekt genannt. Bei der Filmsiedephase können durch turbulente Dampfströmungen verursachte Wellenbewegungen auf dem Dampffilm auftreten [38]. Nach einer langsamen Abkühlung des Bauteils sinkt die Temperatur so weit, dass die Energiedichte an der Bauteiloberfläche nicht mehr ausreicht, um einen stabilen Dampffilm aufrecht zu erhalten. Bei Erreichen der sogenannten Leidenfrost-Temperatur bricht der Dampffilm zusammen und es findet eine Wiederbenetzung der Bauteiloberfläche mit dem flüssigen Abschreckmedium statt

[12,38]. Diese Wiederbenetzung erscheint meist als sogenannte Wiederbenetzungsfrent, welche über die Probenoberfläche wandert. Es können auch mehrere Wiederbenetzungsfrenten gleichzeitig auftreten [39]. Der Zusammenbruch des Dampffilms ist oft lokal und zeitlich variierend, was zu hohen Temperaturdifferenzen im Bauteil führen kann. Diese Temperaturdifferenzen sind ein Hauptgrund für die Entstehung von Eigenspannungen und vermeidbarem Verzug [2,12,40]. Abschreckmedien mit geringer Neigung zum Filmsieden bewirken eine gleichmäßigere Abschreckung und somit geringeren Verzug [40]. Die Kinetik des Aufbrechens des Dampffilms ist von vielen Faktoren wie der Oberflächenbeschaffenheit und Geometrie des Bauteils, den Strömungsverhältnissen innerhalb des Abschreckbeckens und der Temperatur und Art des Abschreckmediums abhängig [12]. Da die Oberflächentemperatur des Bauteils nach dem Zusammenbrechen des Dampffilms aber noch oberhalb der Siedetemperatur des Abschreckmediums liegt, findet Verdampfung in Form von intensiver Blasenbildung (Blasensieden) statt [33]. Diese Phase wird auch als Kochphase bezeichnet. Einige Forscher bezeichnen den Wechsel zwischen Film- und Blasensieden auch als Übergangssieden [11,41]. Die Kochphase ist aufgrund der turbulenten, lokalen Strömungen durch einen intensiven Wärmetransport und damit einer sehr hohen mittleren Kühlrate gekennzeichnet [13,33]. Wenn nach weiterer Abkühlung des Bauteils die Siedetemperatur des Abschreckmediums unterschritten wird, kommt es zu einem Übergang von Kochphase zu Konvektion [12]. Bei der Konvektion findet aufgrund der relativ geringen Strömungsgeschwindigkeit des Abschreckmediums an der Bauteiloberfläche nur eine langsame Abkühlung des Bauteils statt. Insbesondere der Übergang zwischen Blasensieden und Konvektion ist aber nicht klar abzugrenzen, da es lokal immer noch zur Bildung von Blasen kommen kann [12]. Bei realen Abschreckvorgängen treten meist alle Phasen zeitgleich, verteilt über der Probenoberfläche auf [12].

2.1.5 Methoden zur Untersuchung von Abschreckvorgängen

Bei der Untersuchung von Abschreckvorgängen ist die Ermittlung der Kühlwirkung von großer Bedeutung. Aber auch die Bestimmung und das Verständnis der Wärmeübergangsmechanismen ist insbesondere bei verdampfenden Abschreckmedien wie Wasser essentiell [12].

2.1.5.1 Messung der Bauteiltemperatur

Die am häufigsten verwendete Methode für die Untersuchung von Wärmeübergangsmechanismen beim Abschrecken ist die Temperaturmessung eines mit Thermoelementen bestückten Bauteils. Dieses Verfahren wurde bereits vor über 95 Jahren von Pilling angewendet [42]. Mit Hilfe der ermittelten Temperatur-Zeit-Kurven kann auf die verschiedenen Phasen des Wärmeübergangs geschlossen werden [43,44].

Es existieren unzählige Probengeometrien, welche für die Charakterisierung von Abschreckvorgängen entwickelt wurden. Zum Teil werden Kugeln, überwiegend aus Silber oder Kupfer, mit Durchmessern von 10 mm bis über 25 mm verwendet, welche mit einem Thermoelement im Kern bestückt sind [20,45]. Weitaus häufiger werden jedoch zylindrische Probenformen mit variierenden Abmessungen und aus verschiedenen Werkstoffen verwendet, welche vertikal positioniert werden [39,46,47]. Es besteht mit der ISO 9950 eine Norm, nach der die Abkühleigenschaften von industriellen Abschreckölen mit Hilfe von Nickelzylindern (\varnothing 13 mm x 60 mm), die mit einem Thermoelement in der Probenmitte bestückt sind, ermittelt werden [48]. Nach Tensi und Steffen ist bei einem Verhältnis von Länge zu Durchmesser zylindrischer Proben von mindestens 3:1, nach Liščić und Filetin von mindestens 4:1, der Einfluss der Stirnflächen auf die Abkühlung in axialer Probenmitte zu vernachlässigen und es kann für eine spätere Beurteilung der Wärmeströme ein langer, symmetrischer Körper mit einem definierten Radius angenommen werden [40,46].

Neben der Betrachtung von Temperatur-Zeit-Verläufen oder temperaturabhängigen Kühlraten ist auch die Ermittlung von Wärmeübergangskoeffizienten (WÜK) üblich und sinnvoll. Diese ermöglichen ebenfalls eine Beschreibung der Abschreckvorgänge und sind insbesondere bei der Simulation von Abschreckvorgängen eine unentbehrliche Eingangsgröße. Die Wärmeübergangskoeffizienten sind dabei unmittelbar von den Wärmeübergangsmechanismen und somit auch von der Position auf der betrachteten Probe abhängig (Abbildung 3) [15]. Während des Filmsiedens ist der Wärmeübergangskoeffizient sehr gering, steigt beim Übergang zum Blasensieden sehr schnell auf ein Vielfaches an und fällt anschließend im Bereich der Konvektion langsam auf ein vergleichbar niedriges Niveau wie beim Filmsieden ab.

Ein exemplarischer temperaturabhängiger Wärmeübergangskoeffizientenverlauf einer Tauchabschreckung in einem verdampfenden Medium mit erkennbarem Leidenfrost-Effekt ist in Abbildung 4 dargestellt.

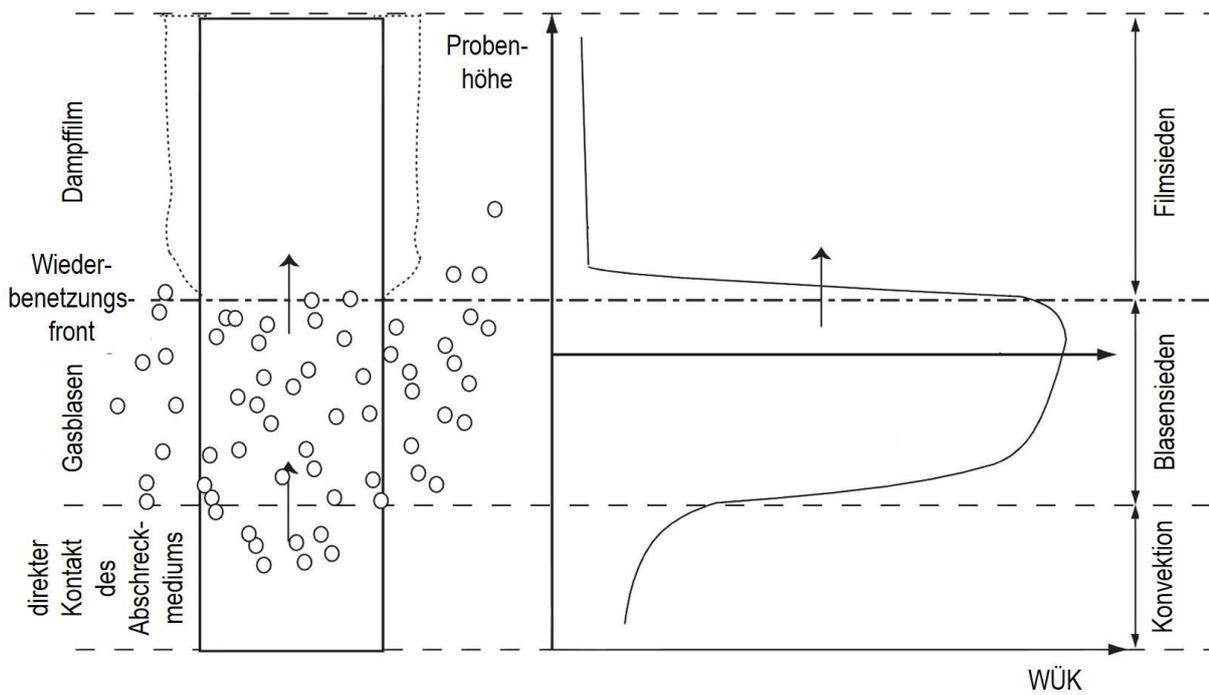


Abbildung 3: Bewegung der Wiederbenetzungsfrente und Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten von der Probenhöhe [15].

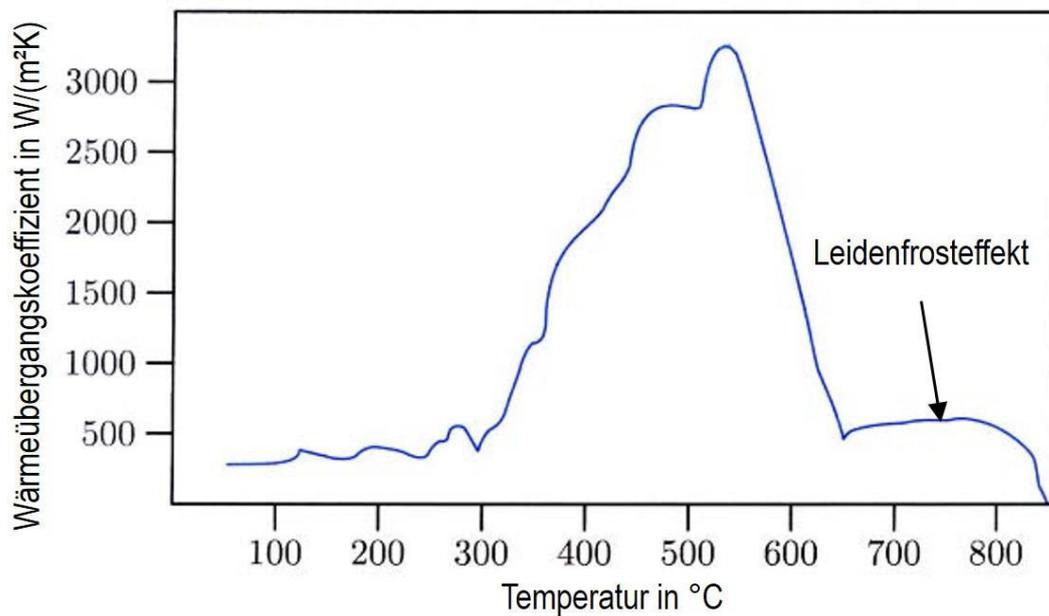


Abbildung 4: Wärmeübergangskoeffizientenverlauf der Abschreckung einer zylindrischen Probe in Abschrecköl mit erkennbarem Leidenfrost-Effekt [40].

Es existieren verschiedene Methoden für die Berechnung von Wärmeübergangskoeffizientenverläufen, welche zu unterschiedlichen Ergebnissen führen können [40,49]. Die am häufigsten angewendete Berechnung erfolgt nach der inversen Lösung der

Fourier'schen Differentialgleichung der Wärmeleitung unter Annahme eines konvektiven Wärmeübergangs [50–52].

Die Ausgangsgleichung für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten an der Mantelfläche einer zylindrischen Probe ist in Formel 2.1 dargestellt. Sie besteht aus dem Wärmeübergangskoeffizienten α , der Wärmeleitfähigkeit der Abschreckprobe λ , der Funktion der Temperatur T in Abhängigkeit des Radius r und der Temperaturdifferenz zwischen der Probenoberfläche und dem Abschreckmedium ΔT . Nach Liščić et al. besitzt dabei auch der Durchmesser der verwendeten Probe einen Einfluss auf den Wärmeübergangskoeffizienten [51,52]. Aufgrund der physikalischen Nichtlinearität des Abkühlvorgangs, kann keine geschlossene Lösung der inversen Formulierung des Wärmeleitproblems gefunden werden. Man bedient sich daher numerischer Verfahren, wie der Finite-Elemente-Methode (FEM) oder der Finite-Differenzen-Methode (FDM), um eine Näherungslösung zu erhalten [53,54].

$$\alpha = \frac{-\lambda \frac{dT}{dr}}{\Delta T} \quad 2.1 [40]$$

Ziel ist es, den Wärmeübergangskoeffizienten für die Probenoberfläche zu ermitteln. Dafür muss der Radius r dem Radius R der zylindrischen Probe entsprechen. Unter der Voraussetzung der Rotationssymmetrie kann in axialer Probenmitte eine eindimensionale Wärmeleitung angenommen und mit Hilfe von Stützstellen bei der Temperaturmessung auf die Oberflächentemperatur extrapoliert werden [37,46,49,55]. Um die Genauigkeit der Bestimmung von Wärmeübergangskoeffizienten zu erhöhen, wird bei der Positionierung der Thermoelemente versucht möglichst nah an der Probenoberfläche zu messen. Dies erfolgt in der Regel mit Hilfe von Mantelthermoelementen, welche innerhalb der Probe mit geringem Abstand zur Oberfläche (meist 1 mm) und im Probenkern positioniert sind. Aufgrund der langen zylindrischen Form der Abschreckproben, hat eine geringe Fehlpositionierung der Thermoelemente in axialer Richtung keinen Einfluss auf das Messergebnis [46].

Daneben bestehen diverse Ansätze, die Oberflächentemperatur direkt zu messen [11]. Dies kann bspw. beim Sprühkühlen von Blechen mit Hilfe einer Thermographiekamera erfolgen [9]. Dieses Verfahren ist aber relativ ungenau und für das Tauchabschrecken ungeeignet. Bei der Liščić/Nanmac-Probe soll eine direkte Messung der Oberflächentemperatur, mit Hilfe eines speziellen Thermoelementes, aus der Probe heraus erfolgen [11]. Dieser Messaufbau ist aber sehr aufwändig und kaum erprobt.

2.1.5.2 Weitere Methoden

Zusätzlich zur Temperaturmessung des abzuschreckenden Bauteils werden weitere Möglichkeiten genutzt, um Wärmeübergangsmechanismen untersuchen zu können. In den meisten Fällen wird aber eine parallele Temperaturmessung vorgenommen.

Eine sehr häufig und bereits seit mehreren Jahrzehnten angewendete Ergänzung zu Temperaturmessungen sind Videoaufnahmen des Abschreckvorganges, welche zusätzliche Informationen über die Ausbildung von Filmsiedephasen und der Kinetik von Wiederbenetzungsfronten liefern können [56–59]. Um Videoaufnahmen des Abschreckvorganges zu ermöglichen, bestehen die Abschreckbecken entweder aus transparenten Werkstoffen, wie bspw. Quarz-Gläsern, oder verfügen über transparente Sichtfenster. In den meisten Fällen werden einfache Videokameras mit Bildraten von weniger als 150 BpS (Bilder pro Sekunde) verwendet. Um die möglichen, sehr schnellen Wechsel zwischen den verschiedenen Wärmeübergangsmechanismen untersuchen zu können, sind deutliche höhere Bildraten nötig. Nach Stenzel und Schultze können detaillierte Momentaufnahmen näheren Aufschluss über Grenzflächenphänomene zwischen Bauteil und Abschreckmedium geben [38]. Dadurch erklärt sich der Nutzen der Anwendung von Hochgeschwindigkeitsvideokameras für die Untersuchung von Abschreckvorgängen. Dieses Verfahren wird aufgrund des technischen Aufwandes aber nur vereinzelt eingesetzt. Hammad et al. verwendeten eine entsprechende Kamera, um Sprühkühlexperimente mit einer Bildrate von bis zu 12400 BpS zu filmen [60]. Mori und Yabushita filmten die Wiederbenetzung von Brennstäben³ mit 2250 BpS [61].

Eine weitere Möglichkeit zur Untersuchung von Abschreckvorgängen, insbesondere zur Charakterisierung der Wiederbenetzung, sind elektrische Leitfähigkeitsmessungen zwischen der Abschreckprobe und einer Gegenelektrode. Tensi et al. untersuchten mit diesem Verfahren die Kinetik der Wiederbenetzungsfront während der Abschreckung [12].

Auch mit Hilfe akustischer Signale wird versucht, die Wärmeübergangsmechanismen ohne direkte Temperaturmessung der Probe zu identifizieren. Dabei wird ein Hydrophon innerhalb des Abschreckbeckens platziert, um die Druckwellen des Abschreckvorganges aufzuzeichnen. Dadurch gelingt es, die Art und Dauer der auftretenden Siedephasen bei verschiedenen Probengeometrien und Abschreckmedien zu identifizieren [62–65].

³ es handelt sich hierbei nicht um eine Wärmebehandlung, aber einen vergleichbaren Mechanismus der Wiederbenetzung

2.2 Ionische Flüssigkeiten

2.2.1 Definition und Eigenschaften

Ionische Flüssigkeiten (IL – Ionic Liquid) sind flüssige Salze, die per definitionem eine Schmelztemperatur von weniger als 100 °C besitzen. Innerhalb dieser Stoffklasse gibt es eine Untergruppe mit Schmelztemperaturen unterhalb von Raumtemperatur (RTIL – Room Temperature Ionic Liquids). Ihre Entdeckung geht auf die Arbeiten von Paul Walden zurück, welcher im Jahr 1914 die erste ionische Flüssigkeit dokumentiert hat [66]. In den anschließenden Jahrzehnten fand diese Stoffklasse aber keine nennenswerte Beachtung. Erst seit den frühen 1980er Jahren findet eine erneute Erforschung dieser Flüssigkeiten statt, welche sich bis heute rasant beschleunigt hat [67]. Ein Indiz für das gestiegene Interesse an ionischen Flüssigkeiten ist die Anzahl an Veröffentlichungen zu dieser Stoffklasse (Abbildung 5).

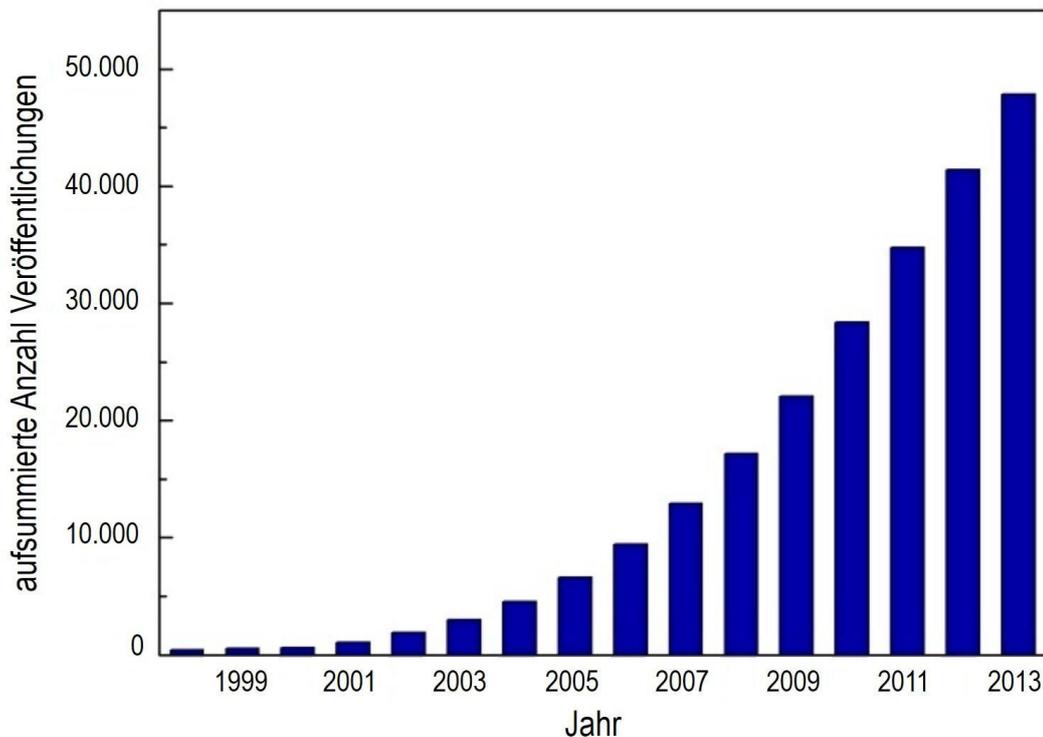


Abbildung 5: Aufsummierte Anzahl der wissenschaftlichen Veröffentlichungen über ionische Flüssigkeiten vom Jahr 1998 bis 2013 [68].

Die Synthese-Methoden wurden weiterentwickelt, wodurch neue Arten ionischer Flüssigkeiten mit hoher Reinheit und geringerem Aufwand hergestellt werden können. Ionische Flüssigkeiten bestehen aus einem Kation und einem Anion. Wesentliche übergeordnete Eigenschaften dieser Flüssigkeitsklasse sind eine geringe Gitterenergie,

kleine Anionen sowie Kationen mit geringer Symmetrie (Abbildung 6) [67].

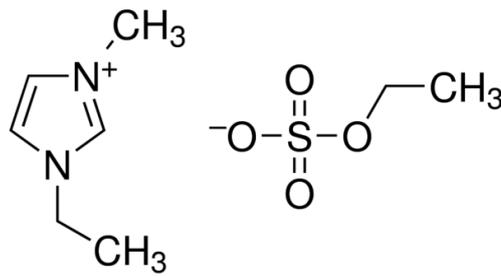


Abbildung 6: Strukturformel einer Ionischen Flüssigkeit ([EMIm][EtSO₄]) mit kleinen Anionen sowie Kationen mit geringer Symmetrie.

Die Kombinationsmöglichkeiten von Anion und Kation sind dabei nahezu unbegrenzt, wodurch die Anzahl an verschiedenen Ionischen Flüssigkeiten extrem hoch ist. Aufgrund dieser hohen Variabilität können auch die Eigenschaften von Ionischen Flüssigkeiten entsprechend stark verändert werden. Einige Eigenschaften, wie bspw. ein extrem geringer Dampfdruck [67], werden von nahezu allen Ionischen Flüssigkeiten geteilt. Ahrenberg et al. konnten durch Dampfdruckuntersuchungen an der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] mittels dynamischer Differenzkalorimetrie eine Siedetemperatur von ca. 850 °C ermitteln [69]. Die meisten thermophysikalischen Eigenschaften, welche in der Literatur dokumentiert sind, beziehen sich auf Imidazolium-basierte Ionische Flüssigkeiten [70]. Die Ursache dafür sind ihre kommerzielle Verfügbarkeit, ihre weit verbreitete Verwendung und ihre vergleichsweise hohe thermische Stabilität [71]. Einige Imidazolium-basierte Ionische Flüssigkeiten besitzen für diese Stoffklasse sehr hohe Zersetzungstemperaturen von über 400 °C [72]. Dabei ist jedoch anzumerken, dass die Ermittlung der Zersetzungstemperaturen von Ionischen Flüssigkeiten üblicherweise mittels Thermogravimetrie, also dem temperatur- und zeitabhängigen Massenverlust einer Probe, bestimmt wird. Dabei werden relativ geringe Heizraten von um die 10 K/min [72,73] verwendet, wodurch sich keine Aussagen über kurzzeitige Temperaturstabilität treffen lassen. Darüber hinaus besteht je nach Ionischer Flüssigkeit die Frage, ob bei sehr schneller Erwärmung eher eine Verdampfung oder eine Zersetzung eintritt. Bei hochdynamischer Temperaturbelastung der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] mit Heizraten von 10000 K/s konnte auch bei einer Temperatur von 477 °C keine deutliche Zersetzung festgestellt werden [74]. Bis auf die Zersetzungstemperatur beziehen sich nahezu sämtliche veröffentlichten thermophysikalischen Eigenschaften zu Ionischen Flüssigkeiten auf einen sehr engen Temperaturbereich nahe den

Umgebungsbedingungen [70].

Je nach Paarung von Anion und Kation können Ionische Flüssigkeiten teilweise oder vollständig mit Wasser mischbar sein. Dies hat großen Einfluss auf nahezu alle thermophysikalischen Eigenschaften wie Dichte, Viskosität und spezifischer Wärmekapazität [75,76]. Eine quantitative Bestimmung des Wassergehaltes erfolgt dabei üblicherweise mit Hilfe der Karl-Fischer-Titration mit einer Genauigkeit von ca. 100 ppm [75,77]. Je nach Art der Ionischen Flüssigkeit kann auch eine Löslichkeit von Gasen wie Kohlenstoffdioxid bestehen, welche in der Regel aber mit steigender Temperatur abnimmt [78].

2.2.2 Anwendungsgebiete

Aufgrund der hohen Variabilität der Eigenschaften von Ionischen Flüssigkeiten ist grundsätzlich eine Vielzahl von Anwendungen mit jeweils maßgeschneiderten Flüssigkeiten denkbar.

Die Zahl an möglichen Anwendungsgebieten von Ionischen Flüssigkeiten hat in den letzten Jahren stark zugenommen. Einige Anwendungsmöglichkeiten mit sehr intensiven, aktuellen Forschungen sind bspw. Lösemittel oder Elektrolyte in Batterien und Solarzellen. Ionische Flüssigkeiten werden aufgrund ihres extrem geringen Dampfdrucks oft als „grüne“ Lösemittel bezeichnet [67]. In den letzten Jahren wurde ihr Anwendungsgebiet auch im ingenieurtechnischen Bereich in Form von Schmiermitteln oder Sperrflüssigkeiten erweitert [67,79,80]. Es gibt Tests mit Ionischen Flüssigkeiten als Flüssigkolben für die Gasverdichtung oder zur Gasspeicherung [67]. Darüber hinaus bestehen Überlegungen Ionische Flüssigkeiten als Arbeitsflüssigkeit in Absorberkühlschränken anzuwenden [81]. Viele dieser Anwendungen befinden sich aber noch im Bereich der Grundlagenforschung oder bestehen als Pilotprojekte. Bereits in industrieller Anwendung sind Ionische Flüssigkeiten unter anderem als Katalysator in der chemischen Produktion, für die Reinigung von sehr empfindlichen Oberflächen, als Spülmittel für Säuren und in der Pharmazie [80,82]. Nach Valkenburg et al. sind Ionische Flüssigkeiten prinzipiell auch als Medien für die Wärmeübertragung geeignet [83].

3 Werkstoffe und Methoden

3.1 Werkstoffe

Es werden Tauchabschreckungen an den Aluminiumlegierungen AlSi1MgMn, AlZn8MgCu verschiedener Geometrien und AlCu6Mn sowie den Stählen X5CrNi18-10 und 42CrMo4 durchgeführt.

3.1.1 Aluminiumlegierung Al Si1MgMn (6082)

Die Aluminiumlegierung AlSi1MgMn (EN AW-6082) gehört zur Gruppe der 6xxxer Aluminiumlegierungen und gilt als Universallegierung im Maschinenbau mit mittlerer Festigkeit [84]. Sie ist meerwasserbeständig und sehr gut schweißbar [85,86].

Dieser Werkstoff lag im Ausgangszustand als Rund-Voll-Profil mit einem Durchmesser von 30 mm im Zustand T6 vor. Eine metallographische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand ist in Abbildung 7 dargestellt. Die mittlere Korngröße beträgt zwischen 4 μm und 5 μm . Es besteht nahezu kein Unterschied der Korngröße zwischen Rand und Kernbereich des Profils. Die Härte beträgt im Ausgangszustand (100 ± 1) HV1. Die mit Hilfe der optischen Emissionsspektroskopie (OES) ermittelten Legierungselementanteile dieser Charge sind in Tabelle 2 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung befindet sich innerhalb der normativen Grenzen.

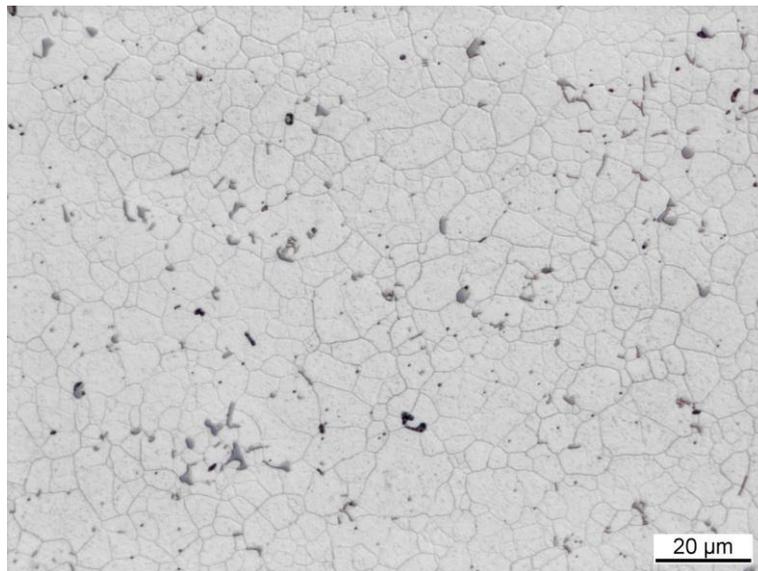


Abbildung 7: Querschliff des Ausgangsgefüges von AlSi1MgMn (Ätzung nach Weck [87]).

Tabelle 2: Legierungselementanteile der Charge AlSi1MgMn.

<i>in Ma.-%</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>	<i>Cr</i>	<i>Zn</i>	<i>Ti</i>
OES	0,9	0,43	0,03	0,40	0,7	0,01	0,07	0,02
EN AW-6082 (DIN EN 573-3)	0,7-1,3	≤ 0,50	≤ 0,10	0,4-1,0	0,6-1,2	≤ 0,25	≤ 0,20	≤ 0,10

3.1.2 Aluminiumlegierung Al Zn8MgCu (7349)

Die Aluminiumlegierung AlZn8MgCu gilt als Speziallegierung mit höchsten Festigkeitseigenschaften im Bereich der Aluminiumlegierungen [88]. Es sind Zugfestigkeiten von bis zu 700 N/mm² möglich [88]. Anwendung findet diese Legierung überwiegend in Flugzeugstrukturen [84].

Von diesem Werkstoff wurden zwei verschiedene Chargen verwendet. Beide Chargen tragen die Bezeichnung „7349“. Nach Herstellerangaben bezieht sich diese auf die amerikanische Bezeichnung AA7349, welche mit der europäischen Norm EN AW-7049A zu vergleichen ist. Eine Charge lag in Form eines Rund-Voll-Profiles vor und wurde für die Herstellung von Zylinderproben verwendet. Die andere Charge lag als annähernd T-förmiges Strangpressprofil vor, welches für Verzugsuntersuchungen verwendet wurde.

3.1.2.1 Zylinder 7349

Ausgangsmaterial dieser Charge waren Voll-Rund-Profile mit einem Durchmesser von 53 mm. Die Bezeichnung nach Herstellerangabe lautet 7349-F. Eine metallographische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand ist in Abbildung 8 zu sehen. Die mittlere Korngröße beträgt im Ausgangszustand ca. 11 μm . Die Härte beträgt im Ausgangszustand (96 ± 1) HV1. Die mit Hilfe der optischen Emissionsspektroskopie (OES) ermittelten Legierungselementanteile dieser Charge sind in Tabelle 3 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung befindet sich innerhalb der normativen Grenzen.

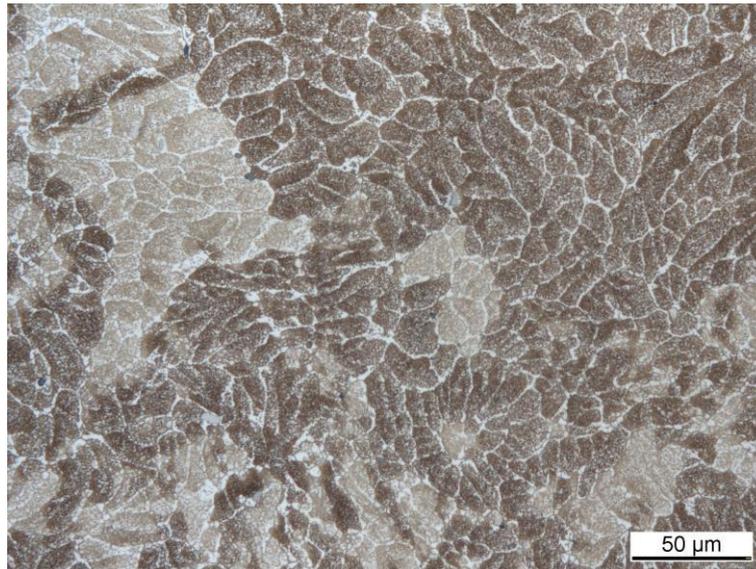


Abbildung 8: Querschliff des Ausgangsgefüges eines Zylinders 7349 (AlZn8MgCu) (Ätzung nach Weck [87]).

Tabelle 3: Legierungselementanteile der Zylinder aus 7349.

<i>in Ma.-%</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>	<i>Cr</i>	<i>Zn</i>
OES	0,06	0,08	1,6	0,17	2,5	0,17	7,8
Int. Reg. Rec. AA 7349	$\leq 0,12$	$\leq 0,15$	1,4-2,1	$\leq 0,20$	1,8-2,7	0,10-0,22	7,5-8,7

3.1.2.2 Strangpressprofil 7349

Diese Charge lag als Strangpressprofil mit einer T-ähnlichen Querschnittsgeometrie vor (Abbildung 9). Die Bezeichnung nach Herstellerangabe lautet 7349-T76511. Eine metallographische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand ist in Abbildung 10 zu sehen. Die Härte im dicksten Schenkel des Profils beträgt im Ausgangszustand (195 ± 1) HV1. Die mit Hilfe der optischen Emissionsspektroskopie (OES) ermittelten

Legierungselementanteile dieser Charge sind in Tabelle 4 dargestellt.

Die chemische Zusammensetzung befindet sich innerhalb der normativen Grenzen.

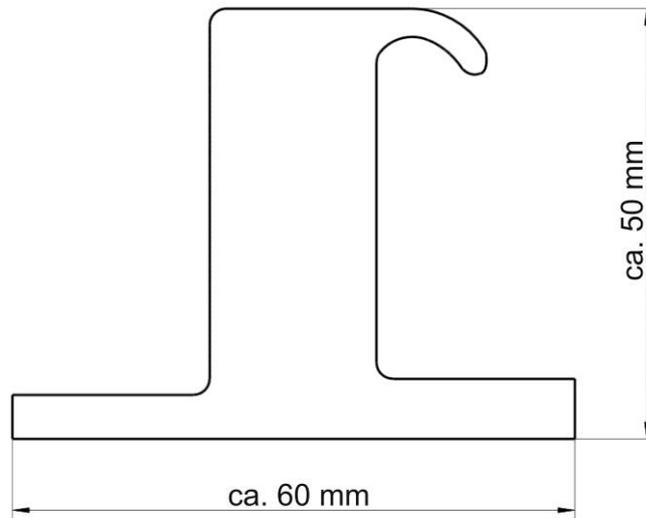


Abbildung 9: Querschnittsgeometrie des Strangpressprofils 7349.

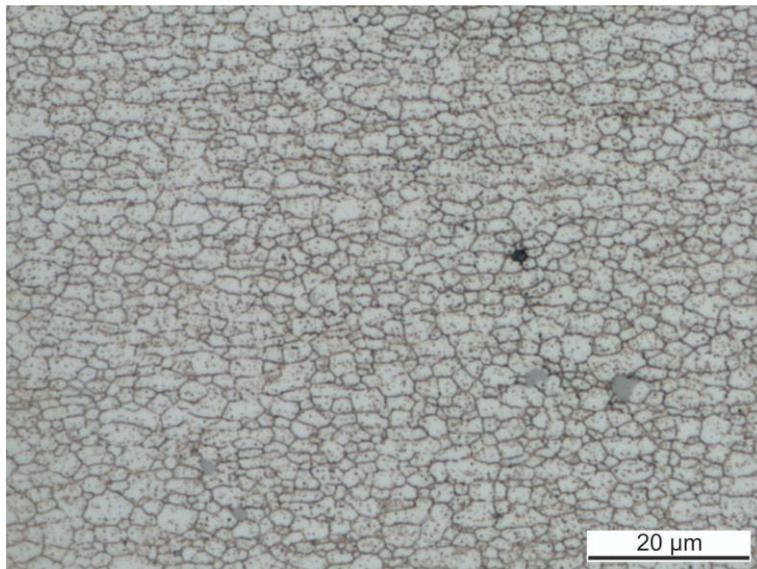


Abbildung 10: Querschliff des Ausgangsgefüges eines Strangpressprofils 7349 (AlZn8MgCu) (Ätzung nach Weck [87]).

Tabelle 4: Legierungselementanteile der Charge des Profils aus 7349.

<i>in Ma.-%</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>	<i>Cr</i>	<i>Zn</i>
OES	0,06	0,10	1,8	0,18	2,4	0,17	7,8
Int. Reg. Rec. AA 7349	≤ 0,12	≤ 0,15	1,4-2,1	≤ 0,20	1,8-2,7	0,10-0,22	7,5-8,7

3.1.3 Aluminiumlegierung Al Cu6Mn (2219)

Die Legierung AlCu6Mn (EN AW-2219) zählt zu den hochfesten Aluminiumlegierungen. Sie besitzt eine sehr gute Warmfestigkeit und Schweißbarkeit [88]. Sie findet unter anderem Anwendung in Flugzeugstrukturen und in der Weltraumtechnik [84,89].

Ausgangsmaterial dieser Charge waren Platten mit 8 mm Dicke. Eine metallographische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand ist in Abbildung 11 dargestellt. Die mittlere Korngröße dieser Legierung beträgt im Lieferzustand über die gesamte Probendicke zwischen 22 μm und 25 μm und die Härte (121 ± 1) HV1. Die mit Hilfe der optischen Emissionsspektroskopie (OES) ermittelten Legierungselementanteile dieser Charge sind in Tabelle 5 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung befindet sich innerhalb der normativen Grenzen.

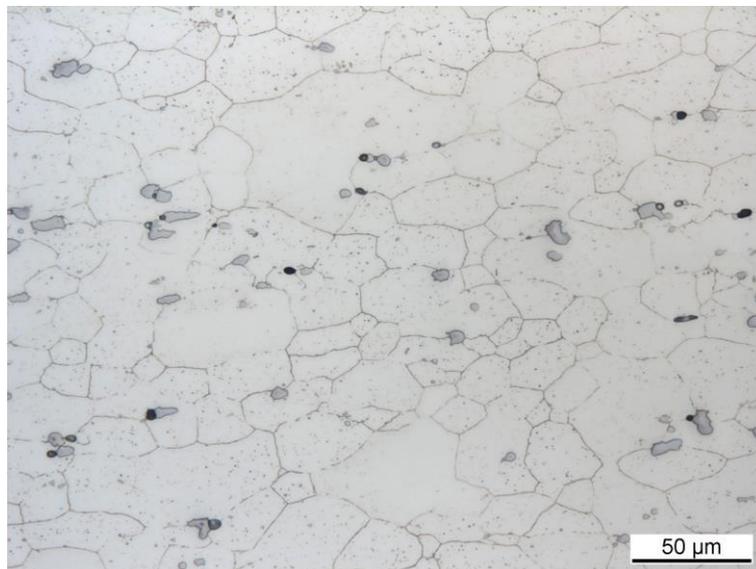


Abbildung 11: Querschliff des Ausgangsgefüges von AlCu6Mn (Ätzung nach Weck [87]).

Tabelle 5: Legierungselementanteile der Charge AlCu6Mn.

<i>in Ma.-%</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>	<i>Zn</i>	<i>Ti</i>	<i>V</i>
OES	0,04	0,09	6,4	0,30	0,01	0,03	0,03	0,07
EN AW-2219 (DIN EN 573-3)	$\leq 0,2$	$\leq 0,3$	5,8-6,8	0,20-0,40	$\leq 0,02$	$\leq 0,10$	0,02-0,10	0,05-0,15

3.1.4 Stahl X5CrNi18-10

Der Stahl X5CrNi18-10 (1.4301) ist einer der am häufigsten verwendeten austenitischen Stähle, der sich, aufgrund des Chrom-Gehaltes, bei den meisten Anwendungen durch eine hohe Korrosionsbeständigkeit auszeichnet. Darüber hinaus ist er schweißbar, gut

polierbar, sehr gut tiefziehbar und auch für die Anwendung bei Tieftemperaturen geeignet [90,91]. Er wird unter anderem im Apparate- und Gerätebau der Nahrungsmittelindustrie verwendet [90]. Dieser Stahl wandelt in der Regel nicht martensitisch um. Er dient im Rahmen dieser Arbeit als Modellwerkstoff für umwandelnde Stähle. Die Temperaturmessung von Abschreckvorgängen wird somit nicht von Umwandlungswärme beeinflusst.

Diese Charge Stahls X5CrNi18-10 lag als gezogener Rundstab mit einem Durchmesser von 30 mm vor. Eine metallographische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand ist in Abbildung 12 zu sehen. Die Härte beträgt im Ausgangszustand (261 ± 1) HV1. Die mit Hilfe einer Schmelzanalyse ermittelten Legierungselementanteile dieser Charge sind in Tabelle 6 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung befindet sich innerhalb der normativen Grenzen.

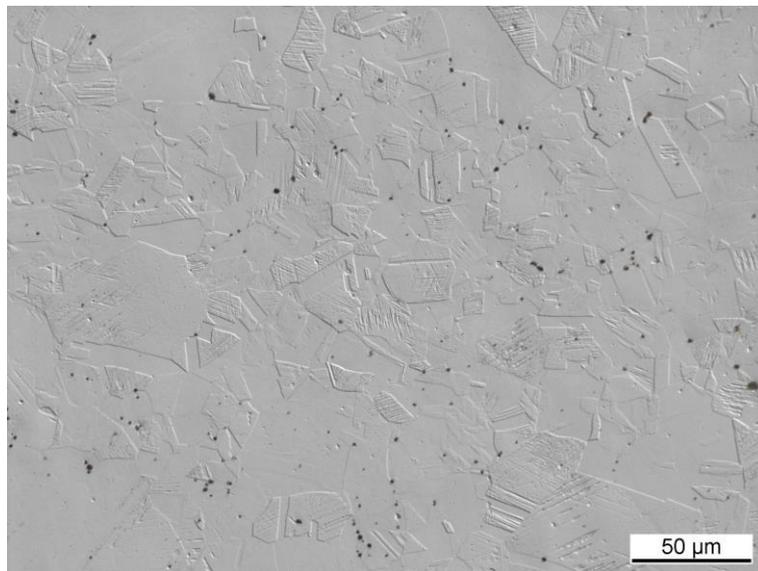


Abbildung 12: Querschliff des Ausgangsgefüges von X5CrNi18-10 senkrecht zur Ziehrichtung (Ätzung mit V2A-Beize [92]).

Tabelle 6: Legierungselementanteile der Charge X5CrNi18-10.

<i>in Ma.-%</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>N</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>
Schmelzanalyse	0,026	0,40	1,72	0,036	0,029	0,079	18,20	8,09
DIN EN 10088-1	≤ 0,07	≤ 1,00	≤ 2,00	≤ 0,045	≤ 0,030 ⁴	≤ 0,11	17,5-19,5	8,0-10,5

⁴ nur gültig für Langerzeugnisse

3.1.5 Stahl 42CrMo4

Der Stahl 42CrMo4 (1.7225) ist ein typischer Vergütungsstahl, welcher über eine sehr hohe Zähigkeit verfügt. Er wird deshalb besonders im Automobil- und Flugzeugbau, bspw. für Achsschenkel, Pleuelstangen, Achsen, Kurbelwellen, Ritzel oder Zahnräder, eingesetzt [90]. Die verwendete Charge des Stahls 42CrMo4 lag als gewalzter Rundstab mit einem Durchmesser von 30 mm im vergüteten Zustand vor. Eine metallographische Aufnahme des Kerngefüges im Ausgangszustand ist in Abbildung 13 dargestellt. Die Härte beträgt im Kern (351 ± 13) HV1 und im Rand (368 ± 2) HV1. Die mit Hilfe optischer Emissionsspektroskopie (OES) ermittelten Legierungselementanteile dieser Charge sind in Tabelle 7 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung befindet sich innerhalb der normativen Grenzen.

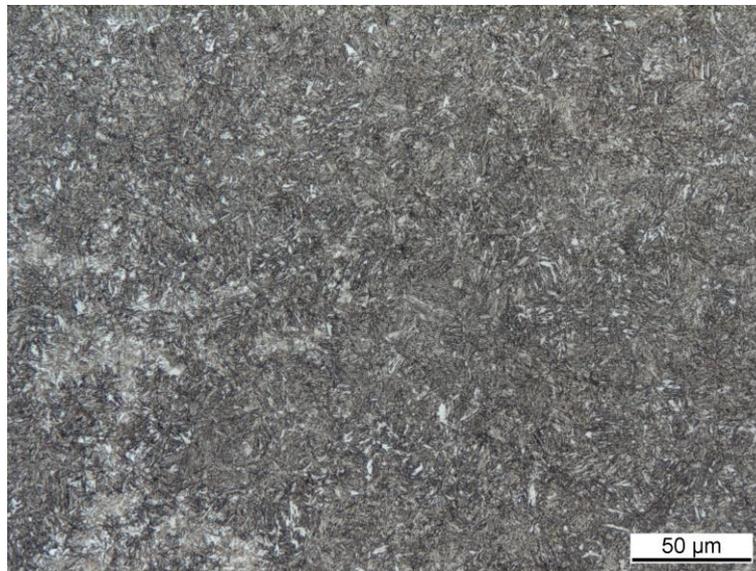


Abbildung 13: Querschliff des Ausgangsgefüges von 42CrMo4 im Kern (Ätzung mit Nital [92]).

Tabelle 7: Legierungselementanteile der Charge 42CrMo4.

<i>in Ma.-%</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>
OES	0,39	0,25	0,7	0,009	0,02	1,1	0,21
DIN EN 10083-3	0,38-0,45	≤ 0,40	0,60-0,90	≤ 0,025	≤ 0,035	0,90-1,20	0,15-0,30

3.2 Abschreckflüssigkeiten

3.2.1 Ionische Flüssigkeiten

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Ionische Flüssigkeiten untersucht, welche Schmelztemperaturen unter Raumtemperatur besitzen (sogenannte RTIL – Room Temperature Ionic Liquids). Es handelt sich um die Imidazolium-basierten [EMIm][NTf₂] und [EMIm][EtSO₄]. Die meisten veröffentlichten thermophysikalischen Eigenschaften von Ionischen Flüssigkeiten beziehen sich auf Imidazolium-basierte [70]. Die Reinheit der verwendeten Ionischen Flüssigkeiten beträgt nach Herstellerangaben mehr als 98 %. Die Wassergehalte der Ionischen Flüssigkeiten wurden durch Zugabe von entionisiertem Wasser bzw. Trocknung in einem Rotationsverdampfer variiert. Eine Kontrolle der Wassergehalte erfolgte über eine Probenentnahme aus dem Abschreckbecken und anschließender Messung mittels Karl-Fischer-Titration [77]. Es erfolgten auch Versuche mit Kohlenstoffdioxid-Beladung. Dabei wurde die Ionische Flüssigkeit bei Raumtemperatur in einem handelsüblichen Trinkwassersprudler des Typs *Soda Club* bis zum dreimaligen Auslösen des integrierten Überdruckventils beladen.

3.2.1.1 [EMIm][NTf₂]

Die Kurzbezeichnung [EMIm][NTf₂] bezieht sich auf die Ionische Flüssigkeit 1-Ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethylsulfonyl)amid. Dabei gibt es verschiedene Varianten der Kurzbezeichnungen. Die CAS-Nummer⁵ dieser Ionischen Flüssigkeit lautet 174899-82-2 und die entsprechende Strukturformel ist in Abbildung 14 dargestellt. Die Ionische Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] wurde aufgrund ihrer sehr hohen Zersetzungstemperatur von über 400 °C⁶ ausgewählt [72]. Darüber hinaus ist diese Ionische Flüssigkeit als hydrophob zu bezeichnen und besitzt eine maximale Wasserlöslichkeit von ca. 2 Ma.-% [93,94]. Aufgrund eines stets vorhandenen Restwassergehaltes wird diese Ionische Flüssigkeit mit Anteilen von weniger als 0,3 Ma.-% Wasser im Folgenden als „rein“ bezeichnet.

⁵ CAS (Chemical Abstracts Service) - eine Nummer, mit der jeder registrierte chemische Stoff genau zugeordnet werden kann

⁶ ermittelt durch Thermogravimetrie mit einer Heizrate von 10 K/min

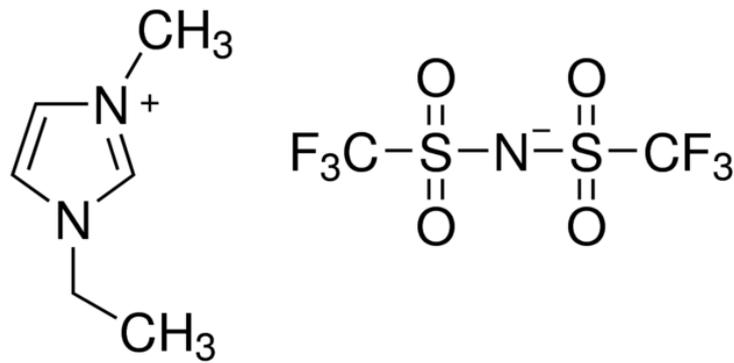


Abbildung 14: Strukturformel von [EMIm][NTf₂].

3.2.1.2 [EMIm][EtSO₄]

Die Kurzbezeichnung [EMIm][EtSO₄] bezieht sich auf die Ionische Flüssigkeit 1-Ethyl-3-methylimidazolium ethylsulfat. Es existieren verschiedene Varianten der Kurzbezeichnungen. Die CAS-Nummer dieser Ionischen Flüssigkeit lautet 174899-82-2 und die entsprechende Strukturformel ist in Abbildung 15 dargestellt. Die Ionische Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] wurde im Rahmen dieser Arbeit verwendet, da sie gut verfügbar ist, einen relativ niedrigen Preis hat und ihre thermophysikalischen Eigenschaften bereits größtenteils charakterisiert wurden. Die Ionische Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] gilt als hydrophil und ist vollständig wasserlöslich [95,96]. Die Zersetzungstemperatur liegt mit mindestens 340 °C⁷ [73,97] etwas unterhalb der von [EMIm][NTf₂]. Diese Ionische Flüssigkeit gilt toxikologisch für den menschlichen Körper als unbedenklich und besitzt in den USA eine Zulassung zur Anwendung in Nahrungsmitteln [98,99]. Aufgrund eines stets vorhandenen Restwassergehaltes wird sie mit Anteilen von weniger als 0,3 Ma.-% Wasser im Folgenden als „rein“ bezeichnet.

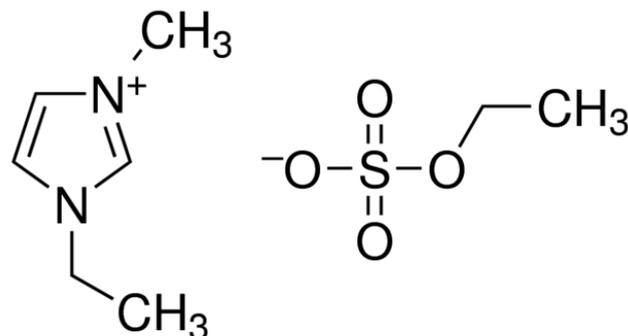


Abbildung 15: Strukturformel von [EMIm][EtSO₄].

⁷ ermittelt durch Thermogravimetrie mit einer Heizrate von 10 K/min

3.2.2 Leitungswasser

Sämtliche Wasserabschreckungen wurden in Rostocker Leitungswasser durchgeführt. Dieses Wasser ist mit einer Gesamthärte von 3,0 mmol/l und einer elektrischen Leitfähigkeit von ca. 745 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (Stand März 2015) als hart zu bezeichnen [100].

3.2.3 Vergleich der physikalischen Eigenschaften der verwendeten Abschreckmedien

Ein Vergleich ausgewählter thermophysikalischer Stoffdaten der beiden verwendeten ionischen Flüssigkeiten und Wasser ist in Tabelle 8 dargestellt.

Tabelle 8: Auflistung ausgewählter physikalischer Eigenschaften der verwendeten Abschreckmedien.

Medium	[EMIm][NTf ₂]	[EMIm][EtSO ₄]	Wasser
Zersetzungstemperatur	417 °C [72]	> 340 °C [73,97]	-
Schmelzpunkt	- 9 °C [101]	< -30 °C [97]	0 °C
Flammpunkt	> 200 °C [101]	176,0 °C [97]	-
Dichte (bei 20 °C)	1,5236 g/cm ³ [101]	1,2405 g/cm ³ [97]	0,9982 g/cm ³ [102]
dynamische Viskosität (bei 20 °C)	38,6 mPa·s [103]	122 mPa·s [97]	1,002 mPa·s [102]
Dampfdruck (bei 20 °C)	keine Angaben	< 0,000001 hPa [97]	23,4 hPa [102]
Wasserlöslichkeit	mischbar (Sättigung bei ca. 2 Ma.-% Wasser bei 20 °C) [93,94]	vollständig mischbar [97]	-

3.3 Abschreckversuche

3.3.1 Versuchsaufbau

Der entwickelte Versuchsaufbau ist in Abbildung 16 dargestellt. Einen zentralen Bestandteil des Versuchsaufbaus stellt die Abschreckprobe dar. Die reguläre Abschreckprobe zur Ermittlung der Wärmeübergangskoeffizienten ist zylinderförmig mit einem Durchmesser von 29,5 mm und einer Länge von 120 mm und wurde in Anlehnung an Schöne und Steuer konstruiert [7,37]. Sie besitzt eine mittlere Rauhtiefe R_z von 2,4 μm bis 3,2 μm an der gedrehten Mantelfläche und verfügt über mindestens zwei mittels

Senkerodieren über die obere Stirnfläche eingebrachte Thermolementbohrungen mit einem Durchmesser von 0,7 mm. Diese Bohrungen enden auf mittlerer Probenhöhe im Kern und in 1 mm Randabstand zur Oberfläche (Abbildung 17). Die Probe verfügt darüber hinaus über eine zentrale Gewindebohrung an der oberen Stirnfläche für die Montage eines Probenhalters. Die Thermolemente (Typ K, Ø 0,5 mm) wurden mit Draht am Probenhalter fixiert, um ein Herausrutschen aus den Thermolementbohrungen während des Abschreckversuchs zu verhindern. Der Probenhalter wird mit Hilfe eines Bajonettverschlusses an einen Halter mit Griffstücken gekoppelt, welcher über eine Führungsschiene fest mit dem Rahmen des Versuchsstandes verbunden werden kann. Dadurch ist eine definierte Positionierung der Probe innerhalb des Abschreckbeckens möglich. Über dem Versuchsstand befindet sich ein Abluftrohr, mit dem die Absaugung möglicher gasförmiger Produkte während des Abschreckvorganges realisiert wird.

Es wurden Versuche in zwei verschiedenen Abschreckbecken durchgeführt. Das kleinere Becken mit einer Füllung von 0,9 l ist in Abbildung 16 zu sehen. Es besitzt eine annähernd zylindrische Grundfläche mit einem Innendurchmesser von 98 mm und einer flachen Sichtscheibe im Frontbereich. Die flache Sichtscheibe wurde mittels Hochtemperatursilikon mit dem restlichen Becken verklebt und dient der optischen Aufnahme des Abschreckvorganges mit Hilfe einer Videokamera. Das Becken steht auf einem heizbaren Magnetprüfer, welcher eine Erwärmung des Abschreckmediums ermöglicht.

Am Boden des Abschreckbeckens befindet sich ein magnetischer Rührstab, über den eine definierte Badumwälzung des Abschreckmediums erfolgen kann. Der heizbare Magnetprüfer steht auf einem höhenverstellbaren Labortisch.

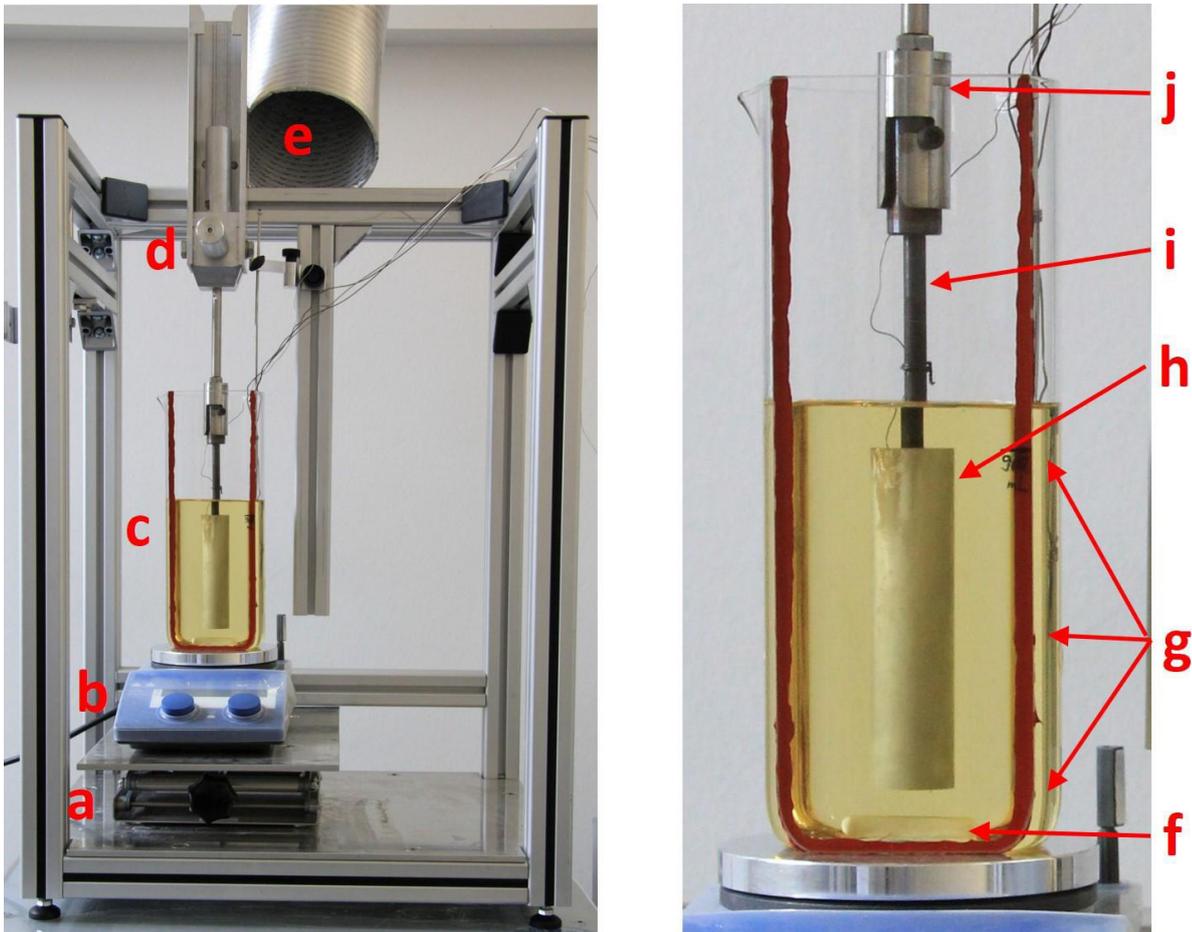


Abbildung 16: Versuchsaufbau für Abschreckexperimente im kleinen Abschreckbecken. a höhenverstellbarer Labortisch, b heizbarer Magnetrührer, c Abschreckbecken (0,9 l), d Probenhalterung mit Griffstücken in Führungsschiene, e Abluftrohr, f magnetischer Rührstab, g Thermoelemente (Typ K, \varnothing 1,0 mm) in Höhe der oberen Probenkante/ Probenmitte/ unterer Probenkante, h Abschreckprobe mit Thermoelement(en), i mit Abschreckprobe verschraubter Probenhalter aus X5CrNi18-10 mit Bajonettstecker, j Bajonethülse.

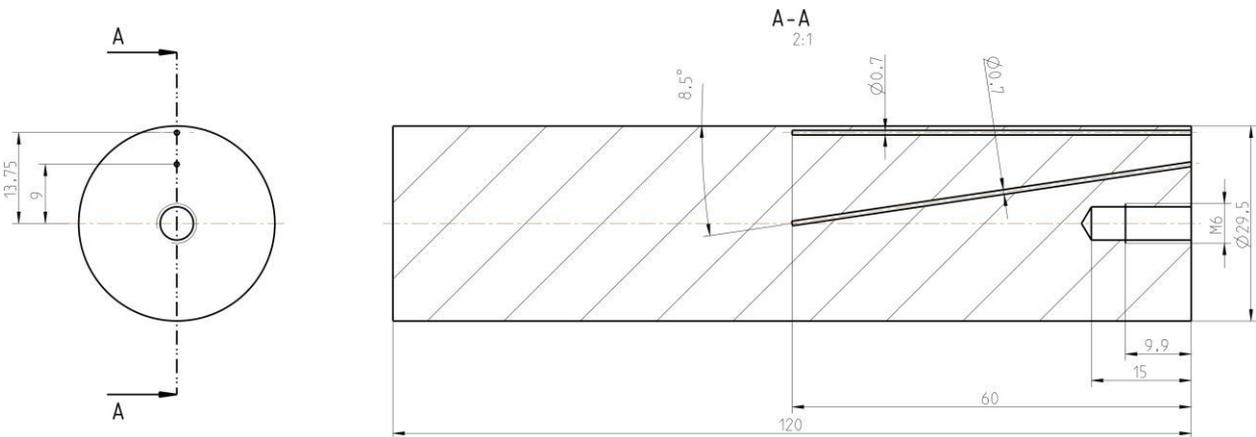


Abbildung 17: Technische Zeichnung der Standardabschreckprobe zur Ermittlung der Wärmeübergangskoeffizienten.

Es wurden ebenfalls Versuche mit einem größeren quaderförmigen Abschreckbecken mit einer Füllung von 15 l durchgeführt (Abbildung 18). Dieses befindet sich unmittelbar auf dem höhenverstellbaren Labortisch und eine Baderwärmung erfolgt mit Hilfe eines Tauchsieders. Die Badumwälzung wird hier durch einen mittels Laborrührer angetriebenen Propellerstab ermöglicht. Eine Kontrolle der Gleichmäßigkeit der Badtemperatur erfolgt in beiden Becken über drei in verschiedenen Höhen montierte Thermoelemente (Typ K, \varnothing 1,0 mm) am jeweiligen Beckenrand.

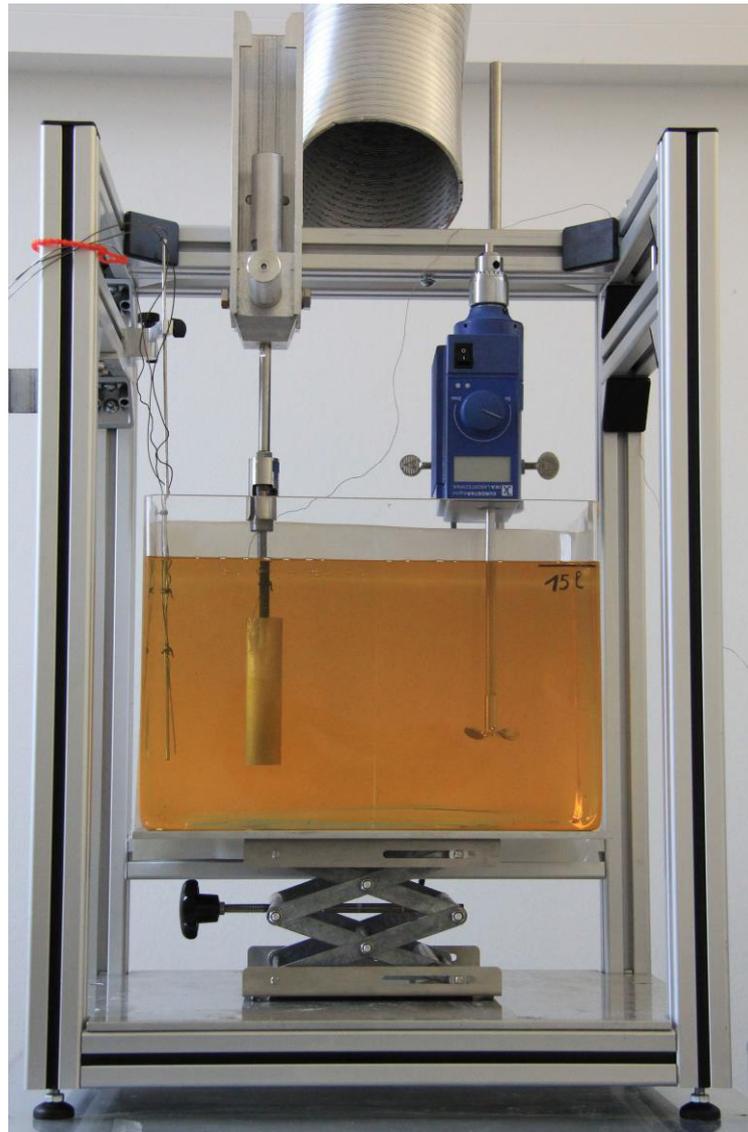


Abbildung 18: Versuchsaufbau für Abschreckexperimente im großen Abschreckbecken (15 l) mit Laborrührer und Propellerstab (rechts).

Für die Probenerwärmung wurden drei verschiedene Öfen verwendet. Die meisten Aluminiumproben zur Charakterisierung der Abschreckwirkung und sämtliche

Aluminiumproben für spätere Verzugs-, Eigenspannungs- und Oberflächenuntersuchungen wurden in einem Umluft-Schachtofen des Typs *S120/65A der Fa. Nabertherm* mit einem Volumen von 120 l und einer Kammerhöhe von 600 mm erwärmt. In diesem Ofen erfolgte stets eine vertikal hängende Probenlagerung. Da dieser Ofen eine Temperaturbegrenzung von 650 °C besitzt, wurden die Wärmebehandlungen der Stahlproben aus X5CrNi18-10 in einem Muffelofen vom Typ *MLW des Kombinat Medizin- und Labortechnik* durchgeführt. In diesem Ofen erfolgte eine auf Keramikrohren liegende Probenlagerung. Die Wärmebehandlungen in beiden Öfen wurden in Luftatmosphäre durchgeführt. Die Proben aus 42CrMo4 wurden in einem Schutzgasofen des Typs *VMK-39-S der Fa. Linn Therm GmbH* unter Stickstoffatmosphäre geglüht und dabei ebenfalls liegend gelagert.

3.3.2 Versuchsdurchführung

Alle Abschreckmedien ohne Kohlenstoffdioxid-Beladung wurden bei aktivierter Badumwälzung bis zur Zieltemperatur erwärmt. Anschließend erfolgte ggf. eine Probenentnahme des Abschreckmediums für weitere Untersuchungen (bspw. Wassergehaltsbestimmung bei ionischen Flüssigkeiten). Eine optionale Kohlenstoffdioxid-Beladung der ionischen Flüssigkeiten wurde maximal 5 min vor dem Abschreckversuch durchgeführt. Im Fall einer Kohlenstoffdioxid-Beladung erfolgten Versuche mit und ohne Badumwälzung. Bei Versuchen mit Badumwälzung wurde diese erst unmittelbar vor der Abschreckung aktiviert, um möglichst wenig Kohlenstoffdioxid entweichen zu lassen. Die Einstellung der Ausgangsbadtemperatur erfolgte mit einer angezeigten Genauigkeit von $\pm 1,5$ K.

Die Abschreckprobe wurde samt montiertem Probenhalter im Ofen bis auf Lösungsglühtemperatur erwärmt. Bei Erreichen der Zieltemperatur im Probenkern (bzw. nach Abschluss des Lösungsglühens) wurde die Probe über eine Bajonettkupplung entnommen und über eine Führungsschiene manuell in das Abschreckmedium eingetaucht. Die Überführungszeit zwischen Entnahme aus dem Ofen und Eintauchen ins Abschreckbecken betrug weniger als 10 s. Bis auf Ausnahmefälle erfolgten mindestens drei Versuche je Parametersatz. Außer Abschreckungen in Wasser wurden sämtliche Versuche mit aktivierter Abluftanlage durchgeführt, um mögliche entstehende Dämpfe abzuführen. Während der Abschreckung werden die Temperaturverläufe gemessen und Videos aufgezeichnet.

Nach jeder Abschreckung in ionischer Flüssigkeit wurde die Abschreckprobe gereinigt.

Dabei wurde die Probe mehrfach in ein Becken mit entionisiertem Wasser getaucht und anschließend mit Ethanol abgespült. Anschließend wurden die Thermoelemente und der Probenhalter entfernt und die Bohrungen ebenfalls mit Ethanol gespült.

Durch das geringe Badvolumen fand eine starke Erwärmung des Abschreckmediums während der Abschreckung statt. Deshalb war eine nachträgliche Kühlung nötig, welche, je nach Beckengröße, auf zwei unterschiedliche Arten erfolgte. Das große Abschreckbecken (15 l) wurde mit Hilfe eines Tauchkühlers abgekühlt. Das kleinere Abschreckbecken wurde aus dem Versuchsstand entnommen und in einem Wasserbad gekühlt.

3.3.3 Temperaturmessung

Für die Temperaturmessung wurden ausschließlich Mantelthermoelemente vom Typ K (Ni-CrNi), Klasse 1 nach DIN EN 60584-1 mit isoliert verschweißten Messstellen und einer korrosionsbeständigen Nickelbasislegierung als Ummantelung verwendet. Um eine möglichst schnelle Reaktionszeit zu erreichen, wurden bei der Ermittlung von Kühlkurven im Innern der Abschreckproben Thermoelemente mit einem Manteldurchmesser von 0,5 mm genutzt. Für eine Kontrolle der Lösungsglühtemperatur und der Temperatur der Abschreckmedien wurden stabilere und langlebigere Thermoelemente mit einem Manteldurchmesser von 1,0 mm verwendet. Die Grenzabweichung der verwendeten Thermoelemente beträgt nach DIN EN 60584-2 das 0,004fache der gemessenen Temperatur in Grad Celsius, aber mindestens 1,5 °C.

Die Messwerte aller Thermoelemente wurden mit Hilfe einer Datenschnittstelle vom Typ *NI-cDAQ 9174* der Fa. *National Instruments* und des Programms *LabVIEW Signal Express 2011* der Fa. *National Instruments* mit einer Messrate von 50 Hz aufgenommen.

3.3.4 Videoaufnahmen

3.3.4.1 Konventionelle Videoaufnahmen

Eine Videoaufzeichnung von nahezu sämtlichen Abschreckversuchen erfolgte durch eine, mittels Stativ fixierte, Digitalkamera vom Typ *EOS 60D* der Fa. *Canon* mit einer Bildrate von bis zu 60 BpS (Bilder pro Sekunde).

3.3.4.2 Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen

Ausgewählte Versuche wurden zusätzlich zur Digitalkamera mit einer Hochgeschwindigkeitsvideokamera aufgezeichnet. Dabei wurden zwei verschiedene Typen von Hochgeschwindigkeitsvideokameras verwendet.

Die meisten Versuche wurden mit einer *HotShot 512 sc* der Fa. *NAC Image Technology Inc.* aufgezeichnet. Diese Kamera verfügt über eine maximale Auflösung von 512 x 512 Pixeln und eine maximale Aufnahmezeit von 200000 BpS. Überwiegend wurde jedoch eine an die Probengeometrie angepasste Auflösung von 256 x 512 Pixeln bei einer Bildrate von 2000 BpS verwendet. In Einzelfällen wurden Videos mit Bildraten von 4000 BpS aufgenommen. Die maximale Speicherkapazität der Kamera beträgt 2 GB, wodurch bei einer Auflösung von 256 x 512 Pixeln und einer Bildrate von 2000 BpS eine maximale Aufnahmedauer von ca. 8,0 s ermöglicht wird.

Die zweite verwendete Hochgeschwindigkeitsvideokamera ist eine *HHC X6* der Fa. *MEGASPEED* mit einer maximalen Auflösung von ebenfalls 512 x 512 Pixeln und einer Speicherkapazität von 16 GB.

Beide Hochgeschwindigkeitsvideokameras arbeiten ausschließlich monochrom und besitzen eine Vielzahl einstellbarer Parameter. Die meisten dieser Parameter wurden auf den Werks- bzw. Standardeinstellungen belassen, da ihr Einfluss auf die Videoaufnahme oft minimal ist und eine Änderung zum Teil zu einer Verringerung der Aufnahmequalität führen kann. Die wichtigsten Parameter, welche variiert wurden, waren die Belichtungsdauer, die Bildrate und bei der Kamera *HotShot 512 sc* der sog. *digital shift*, welcher eine zusätzliche Möglichkeit darstellt, die Lichtempfindlichkeit zu variieren. In Abbildung 19 ist beispielhaft die Abhängigkeit der Helligkeit von der Bildrate dargestellt. Bei höheren Bildraten verringert sich die maximal mögliche Belichtungsdauer und dadurch erscheinen die Einzelbilder dunkler.

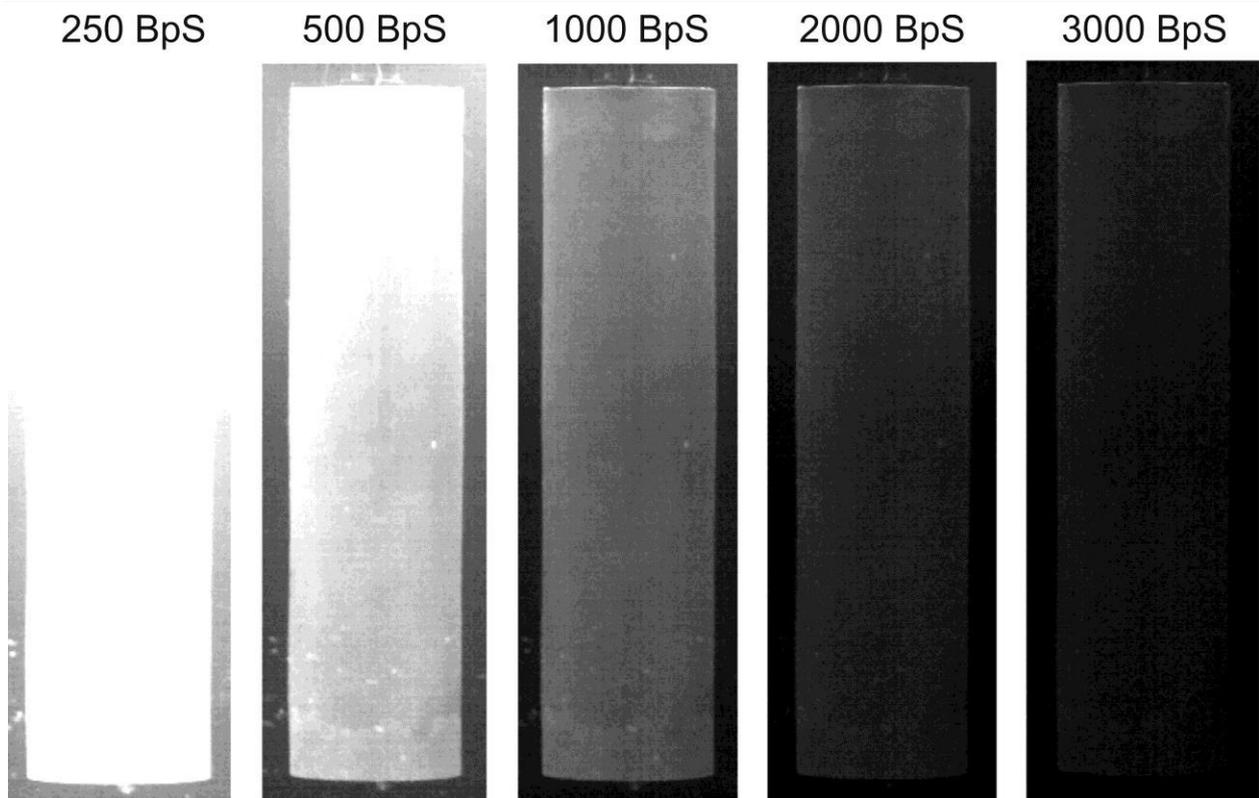


Abbildung 19: Einfluss der Bildrate von Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen auf die Helligkeit (sämtliche weitere Parameter identisch) [104].

Beide Hochgeschwindigkeitsvideokameras wurden mit verschiedenen Objektiven verwendet. Für lichtsensitive Aufnahmen mit besonders hohen Bildraten wurde ein sehr lichtstarkes Objektiv des Typs *EF 50 mm f/1.4 USM* der Fa. Canon verwendet. Mit diesem Objektiv konnten bei dem gegebenen Versuchsaufbau aber lediglich ca. 95 % der gesamten Probenlänge von 120 mm aufgenommen werden. Deshalb wurde darüber hinaus auch ein Objektiv des Typs *EF 24-105 mm f/4L IS USM* der Fa. Canon verwendet, welches eine Aufnahme der gesamten Probenhöhe ermöglicht. Der Nachteil dieses Objektivs ist die geringere Lichtstärke, wodurch die aufgenommenen Videos deutlich dunkler erscheinen.

Aufgrund der sehr kurzen Belichtungsdauern pro Einzelbild wird bei Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen immer eine ausreichende Beleuchtung benötigt. Die Beleuchtung der Abschreckprobe wurde mit Hilfe von bis zu sechs Hochleistungs-LED-Spotlights (10 W pro Spotlight) realisiert. Aufgrund des begrenzten Platzes in der Abschreckeinrichtung wurden möglichst kompakte Lichtquellen gewählt. Aufgrund der variierten Bildraten, der unterschiedlichen Lichtdurchlässigkeit der Abschreckmedien und der verschiedenen verwendeten Objektive musste die Lichtintensität ebenfalls variiert werden können. Dies erfolgte zum Teil indirekt über eine Anpassung der

Belichtungsdauer der Hochgeschwindigkeitsvideokameras. Eine direkte Steuerung der Intensität der Lichtquellen erfolgt üblicherweise durch einen Dimmer mit Pulsweitenmodulation, also einem wiederholenden Wechsel zwischen ein- und ausgeschalteter LED. Dabei sollte die verwendete Frequenz jedoch oberhalb der kritischen Flicker-Fusions-Frequenz⁸ liegen, um bei nachträglicher Betrachtung des Videos Helligkeitsschwankungen zu vermeiden. Beim Menschen liegt diese Frequenz bei ungefähr 60 Hz [105]. Daraus folgt, dass die Pulsweitenmodulation bei einem Video mit einer Aufnahme rate von bspw. 2000 BpS und einer Abspielgeschwindigkeit von 25 BpS (80fache Verlangsamung) mindestens 4800 Hz betragen muss. Die für die verwendeten Lichtquellen verfügbaren Dimmer besaßen aber lediglich eine Frequenz von 600 Hz und wurden somit nicht verwendet. Es wurde eine optische Regulation der Lichtintensität mit Hilfe von halbtransparenten Abdeckungen der Lichtquellen realisiert. Diese Abdeckungen erzeugen zusätzlich ein diffuses Licht, wodurch optische Reflexe auf der Probenoberfläche (bei Zylinderproben meist linienförmig) minimiert werden. Für eine optimale Ausleuchtung der Probe wurden die Lichtquellenpositionen variiert (Abbildung 20). Dabei zeigte sich, dass eine Beleuchtung der Probenrückseite einen sehr guten Kontrast im Randbereich der Probe erzeugt (vgl. Abbildung 20 B, C und D). Für Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen wurden ausschließlich die Varianten D und E in Abbildung 20 verwendet. Die Farbe der Hintergrundfläche wurde ebenfalls variiert. Es wurde für sämtliche Versuche ein schwarzer Hintergrund gewählt, aufgrund des maximalen Kontrastes.

Für eine Korrelation der Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen mit dem gemessenen Temperaturverlauf erfolgte eine Synchronisation über den Eintauchzeitpunkt der Probe. Dafür wurden die Eintauchgeschwindigkeit der Probe und die Reaktionszeit der Thermoelemente betrachtet. Die optisch bestimmte Eintauchgeschwindigkeit betrug zwischen 0,3 m/s und 0,6 m/s. Das bedeutet, die Dauer zum Eintauchen der halben Probenhöhe (60 mm) beträgt zwischen 0,1 s und 0,2 s. Auf der halben Probenhöhe befinden sich auch die Thermoelemente innerhalb der Probe. Um den Eintauchzeitpunkt zu ermitteln, wurde eine Aluminiumprobe zusätzlich mit einer Bohrung (\varnothing 0,7 mm) versehen, welche in halber Probenhöhe aus der Probenoberfläche austritt. Diese Bohrung wurde mit einem Thermoelement (Typ K, \varnothing 0,5 mm) versehen, welches 1,0 mm aus der Probenoberfläche herausragt. Der Beginn der Kühlkurve beim Abschrecken dieser Probe zeigt, dass das oberflächennahe Thermoelement innerhalb der Probe

⁸ obere Grenze für eine mit dem Auge wahrnehmbare optische Frequenz

ca. 0,10 s bis 0,15 s nach dem herausragenden Thermoelement reagiert (Abbildung 21). Diese Reaktionszeit entspricht ungefähr der Eintauchdauer der halben Probenhöhe. Somit können das Hochgeschwindigkeitsvideo und die Kühlkurve einfach miteinander korreliert werden. Der Zeitpunkt, in dem die Probe ihre endgültige Position im Abschreckbecken eingenommen hat, wird dabei als 0,0 s definiert.

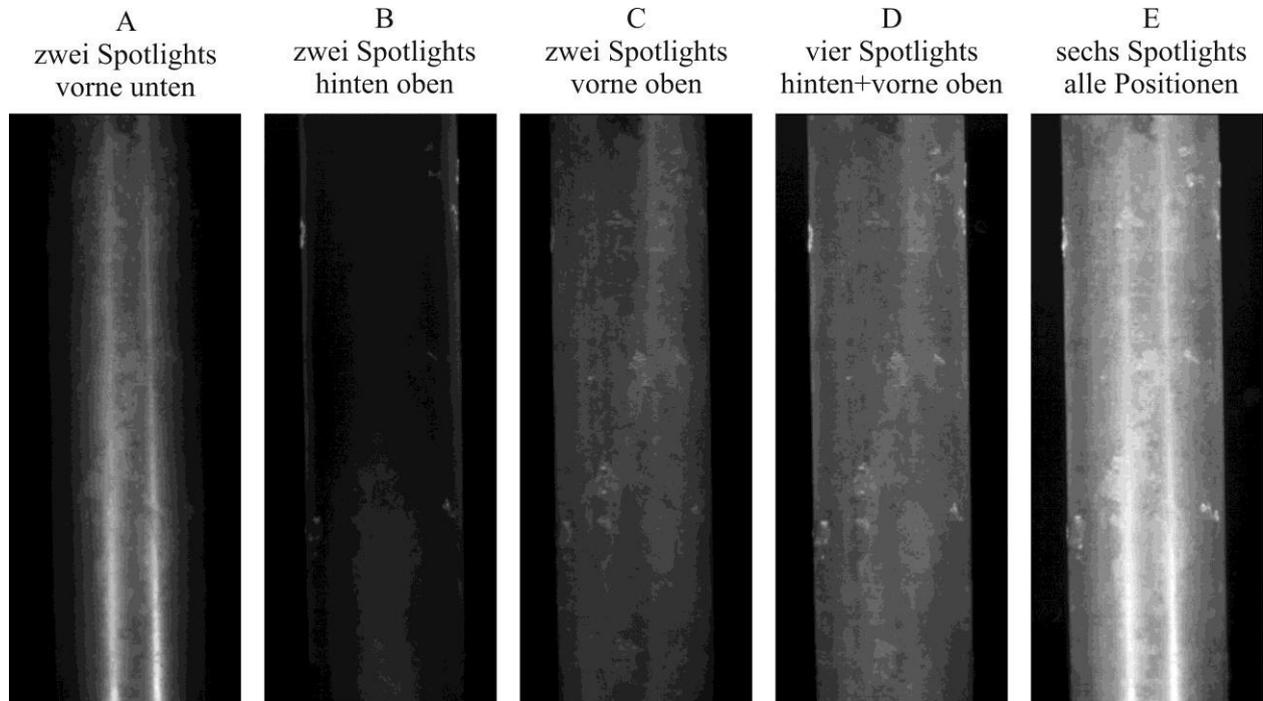


Abbildung 20: Einfluss von Anzahl und Position der Spotlights auf die Ausleuchtung der Probe (sämtliche weitere Parameter identisch) [104].

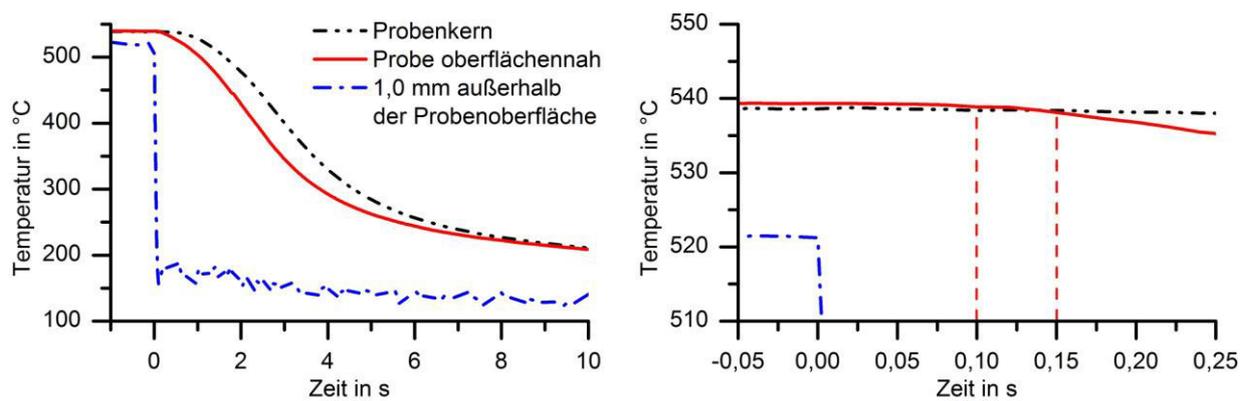


Abbildung 21: Temperaturverläufe einer Abschreckprobe und eines Thermoelementes 1,0 mm außerhalb der Probenoberfläche [104].

3.4 Ermittlung von Wärmeübergangskoeffizienten

Für eine Beurteilung der Abschreckwirkung und spätere Simulation des Abschreckvorganges ist die Ermittlung der Wärmeübergangskoeffizienten sinnvoll und eine übliche Vorgehensweise [50,55,106].

Die Wärmeübergangskoeffizienten wurden aus den ermittelten Kühlkurven mit Hilfe einer inversen thermischen Simulation bestimmt. Dafür wurde ein Programm nach Lübben et al. genutzt [51,52]. Für die Berechnung wurden sowohl die Kühlkurve des Thermoelements im Probenkern, als auch des randnahen Thermoelementes (Oberflächenabstand 1,0 mm) verwendet. Die Erwärmung des Abschreckmediums während des Versuchs wurde gemessen und diente ebenfalls als Eingangsgröße für die Berechnung der Wärmeübergangskoeffizienten. Die dafür benötigten Stoffdaten sind die Wärmeleitfähigkeit, Dichte und spezifische Wärmekapazität der Abschreckproben.

Bei der Aluminiumlegierung AlSi1MgMn wurden die Dichte ρ und Wärmeleitfähigkeit λ der Materialdatenbank der Finite-Elemente-Software *Sysweld® 2010 Version 12.0* entnommen (Tabelle 9). Die spezifische Wärmekapazität c_p wurde an einer EN AW-6082-Legierung einer anderen Charge mit Hilfe der Differential Scanning Calorimetry an dem Gerät *Pyris 1 der Fa. Perkin Elmer* ermittelt⁹ (Tabelle 9) [37]. Aus diesen Stoffdaten kann die Temperaturleitfähigkeit χ nach Formel 3.1 berechnet werden.

$$\chi = \frac{\lambda}{\rho c_p} \quad 3.1$$

Tabelle 9: Thermophysikalische Stoffdaten von AlSi1MgMn in einem Temperaturbereich von 50 °C bis 550 °C [37].

T in °C	c_p in $\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$	ρ in kgm^{-3}	λ in $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$	χ in $10^{-5}\text{m}^2\text{s}^{-1}$
50	906	2744	175	7,04
100	923	2734	170	6,74
250	997	2704	180	6,68
350	1040	2681	180	6,46
450	1095	2657	170	5,84
550	1175	2447	172	5,98

⁹ Messung durch Step-Scan-Methode mit 10 K/min Kühlrate und 5 K Schrittweite in AG Polymerphysik (Prof. Schick), Institut für Physik, Universität Rostock

Die benötigten thermophysikalischen Eigenschaften des Stahls X5CrNi18-10 wurden auch aus der Materialdatenbank der Finite-Elemente-Software *Sysweld® 2010 Version 12.0* entnommen (Tabelle 10). Die Ermittlung der Temperaturleitfähigkeit erfolgte ebenfalls nach Formel 3.1.

Tabelle 10: Thermophysikalische Stoffdaten von X5CrNi18-10 in einem Temperaturbereich von 0 °C bis 850 °C [37].

T in °C	c_p in $Jkg^{-1}K^{-1}$	ρ in kgm^{-3}	λ in $Wm^{-1}K^{-1}$	χ in $10^{-6}m^2s^{-1}$
0	7912	511	16,0	4,0
100	7876*	527*	17,1*	4,1
200	7840	542	18,3*	4,3
300	7796*	559*	19,4*	4,5
400	7752	575	20,5	4,6
500	7704*	590*	21,7*	4,8
600	7656	605	23,0*	5,0
700	7608*	618*	24,2*	5,2
800	7560	630	25,5*	5,4
850	7534*	636*	26,1*	5,5

* durch lineare Interpolation ermittelt

Aus den ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten wurden stichprobenartig, mit Hilfe einer FE-Berechnung, Kühlkurven simuliert, welche wiederum mit den gemessenen Kühlkurven verglichen wurden. Dies ermöglicht eine Verifizierung der ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten.

3.5 Probencharakterisierung

3.5.1 Härteprüfung

Die Härteprüfung ist ein einfaches Verfahren, um Rückschlüsse auf mechanische Eigenschaften eines Werkstoffes zu ermöglichen. Es wurden Härteprüfungen an drei Aluminiumlegierungen (AlSi1MgMn, AlZn8MgCu, AlCu6Mn) und einem Stahl (42CrMo4) durchgeführt.

Die Härteprüfung der Aluminiumlegierungen und des Stahls X5CrNi18-10 erfolgte mit

jeweils fünf Eindrücken in der Probenmitte nach Vickers HV1, entsprechend der DIN EN ISO 6507-1, an einem Mikrohärteprüfer *HMV-2 der Fa. Shimadzu*.

Für Härteprüfungen an dem Stahl 42CrMo4 wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 29,5 mm und einer Länge von 120 mm verwendet. Die Prüfungen erfolgten im Probenquerschnitt in mittlerer Probenhöhe (60 mm) mit variierenden radialen Abständen vom Rand bis zum Kern in einer Schrittweite von 1 mm nach Vickers HV20, entsprechend der DIN EN ISO 6507-1, und wurden an einem Härteprüfer *DIATRONIC 2RC der Fa. Wolpert* durchgeführt.

3.5.2 Metallographische Untersuchung

Um Aussagen über Werkstoffstrukturen treffen zu können, sind metallographische Untersuchungen unerlässlich. Sämtliche metallographisch untersuchte Proben wurden mit Siliziumkarbid-Nassschleifpapier geschliffen. Die Körnung wurde schrittweise von 320 auf 2500 erhöht. Anschließend wurden die Proben mit 6 µm und 3 µm Diamantsuspension poliert. Eine Endpolitur erfolgte mit Oxid-Poliersuspension.

Um einen ausreichenden Kontrast zwischen Korngrenzen und Kornflächen einzustellen, wurden die Aluminiumlegierungen anschließend mit einer Farbätzung nach Weck [87] und der Stahl X5CrNi18-10 mit einer V2A-Beize [92] behandelt.

Bei dem Stahl 42CrMo4 wurden von jeder Probe in mittlerer Probenhöhe jeweils nah am Rand und im Kernbereich Querschliffe angefertigt. Um das Gefüge sichtbar zu machen, wurden die Schliffe für ca. 5 s mit dreiprozentiger alkoholischer Salpetersäure (Nital) geätzt [92].

3.5.3 Oberflächenanalyse

3.5.3.1 Rasterelektronenmikroskopie

Für detaillierte Oberflächenuntersuchungen ist die Rasterelektronenmikroskopie ein sehr geeignetes Verfahren. Im Rahmen dieser Arbeit wurde sie verwendet, um durch Abschreckvorgänge in verschiedenen Flüssigkeiten verursachte Veränderungen der Probenoberfläche zu untersuchen. Dabei kamen drei verschiedene Mikroskope zum Einsatz. Dies waren Geräte des Typs *Supra 25 der Fa. Zeiss* mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV, des Typs *Quanta FEG 250 der Fa. Fei* mit Beschleunigungsspannungen von 3 kV und 5 kV und des Typs *DSM 960 A der Fa. Zeiss*

mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV. Sämtliche Aufnahmen wurden im Sekundärelektronen-Modus durchgeführt.

3.5.3.2 Photoelektronenspektroskopie

Die Photoelektronenspektroskopie ist ein Verfahren, welches sowohl die quantitative als auch qualitative chemische Zusammensetzung von Oberflächenschichten im Bereich weniger nm ermöglicht [107]. Dabei wird die Probenoberfläche mit Hilfe von monochromatischer Röntgenstrahlung (Al K α mit 1486,6 eV) angeregt. Dies führt zur Emission von Photoelektronen, deren Energien bestimmt werden. Dadurch ist es möglich, sowohl auf die Art des Elementes, als auch den Bindungszustand zu schließen. Für dieses Analyseverfahren wurden Proben aus X5CrNi18-10 mit den Abmaßen von 20 x 20 x 7 mm³ verwendet. Diese Proben wurden spiegelglänzend poliert und anschließend jeweils mit einem ebenfalls aus X5CrNi18-10 hergestellten Probenhalter mit den Abmaßen von 30 x 30 x 120 mm³ rückseitig verschraubt (Abbildung 22), auf 850 °C erwärmt und anschließend in beiden Ionischen Flüssigkeiten (0,9 l und 30 °C Ausgangsbadtemperatur) abgeschreckt.

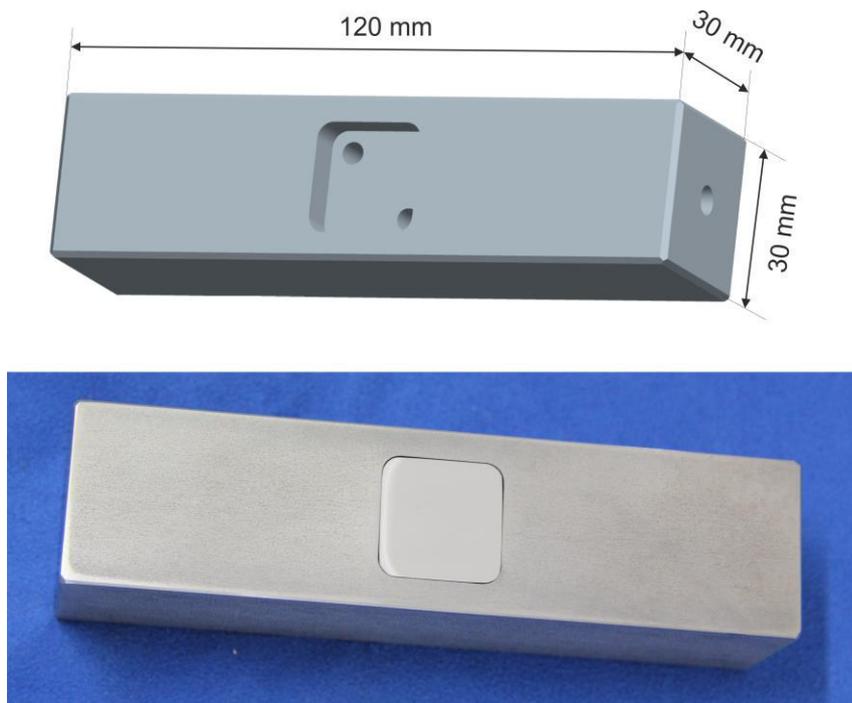


Abbildung 22: Halter für die Wärmebehandlung von XPS-Proben. Oben 3D-Modell. Unten: Photographie mit montierter XPS-Probe.

In [EMIm][NTf₂] wurden auf der polierten Stahlprobe keine fest haftenden Schichten erzeugt. Daher wurde der Versuch mit einer geschliffenen Probe wiederholt. Die folgende

Analyse beider Proben mittels Photoelektronenspektroskopie wurde von der Fa. Tascon GmbH durchgeführt und von Herrn Dr. Mehner (Stiftung Institut für Werkstofftechnik, Bremen) ausgewertet.

3.5.4 Verzugsbestimmung

Der Verzug ist eine maßgebende Größe zur Beurteilung des Abschreckvorganges. Dafür wurde ein 3D Koordinatenmessgerät der Typs *Crysta-Apex C574* der Fa. Mitutoyo verwendet. Ausgewählte Flächen wurden in einem Punktraster mit 5 mm Schrittweite taktil vermessen. Bei der größeren vermessenen Bodenfläche (ca. 60 x 120 mm²) des Profils aus 7349 ergeben sich daraus 12 x 24 Punkte (Abbildung 23, blau). Diese Fläche wurde jeweils sowohl vor als auch nach der Wärmebehandlung vermessen. Es wurde ebenfalls eine weitere Seitenfläche (ca. 35 x 120 mm²) mit 7 x 24 Punkten vermessen (Abbildung 23, rot). Insgesamt konnten die Messdaten von drei Proben im Falle der Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und vier Proben bei Wasserabschreckung für die spätere Verzugsuntersuchung verwendet werden. Die Messpunkte wurden hinsichtlich der Formabweichung Ebenheit ausgewertet.

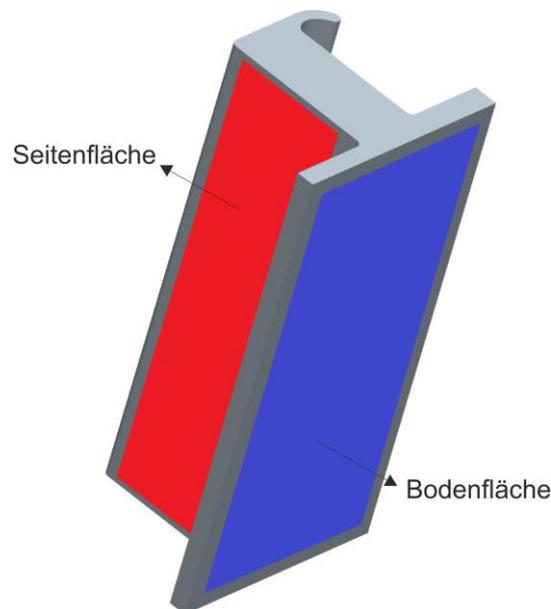


Abbildung 23: Profil aus 7349 mit für Verzugsbestimmungen markierten Flächen (Bodenfläche in blau, Seitenfläche in rot).

4 Ergebnisse an Aluminiumlegierungen

4.1 Abschreckwirkung

Die Abschreckwirkung wird durch eine Vielzahl von Faktoren beeinflusst. Bei der Darstellung der Ergebnisse und der späteren Diskussion werden im Wesentlichen die Parameter Temperatur, Wassergehalt, Gasgehalt und Badumwälzung der Abschreckmedien betrachtet. Eine Übersicht der Variation der wesentlichen Versuchsparameter zur Untersuchung der Abschreckwirkung befindet sich in Tabelle 11. Die folgenden Ergebnisse wurden durch Abschreckung von Aluminiumzylindern aus AlSi1MgMn mit einer Lösungsglüh­temperatur von 540 °C ermittelt. Für die Ermittlung der Kühlraten wurden die gemessenen Temperatur-Zeit-Verläufe (Messrate 50 Hz) mit einem gleitenden Durchschnitt von sechs Werten geglättet und anschließend differenziert.

Tabelle 11: Versuchsübersicht zur Untersuchung der Abschreckwirkung mit Aluminiumzylindern.

Medium	Vol. in l	Temp. in °C	Wassergehalt in Ma.-%	Kohlenstoffdioxid-Zusatz	Badumwälzung	
[EMIm][NTf ₂]	0,9	30	< 0,1	-	X	
				-	-	
				X	X	
				X	-	
			< 0,15	-	X	
			< 0,3	-	X	
			> 1,4	-	X	
			> 1,5	X	X	
			2,0	-	-	
			3,5	-	X	
		10,0	-	X		
		60	2,0	-	X	
		85	< 0,15	-	X	
			1,9	-	X	
[EMIm][EtSO ₄]	0,9	30	< 0,3	-	X	
			2,5	-	X	
			3,4	-	X	
			6,6	-	X	
			10,0	-	X	
			16,5	-	X	
			17,5	-	X	
		85	< 0,35	-	X	
		15	25	2,0	-	X
			30	2,7	-	X
Leitungswasser	0,9	30	-	-	X	
		85	-	-	X	
	15	25	-	-	X	
		30	-	-	X	
		85	-	-	X	

4.1.1 Einfluss Badtemperatur

Die Variation der Badtemperatur ist eine der einfachsten Möglichkeiten, die Abschreckwirkung beim konventionellen Tauchabschrecken zu beeinflussen. Bei den nachfolgend dargestellten Kühlverläufen in Ionischen Flüssigkeiten lagen die ermittelten Wassergehalte in [EMIm][NTf₂] unterhalb von 0,2 Ma.-% und in [EMIm][EtSO₄] unterhalb von 0,3 Ma.-%. Die Reproduzierbarkeit der Kühlkurven ist am Beispiel von vier Abschreckungen in [EMIm][NTf₂] in Abbildung 24 dargestellt.

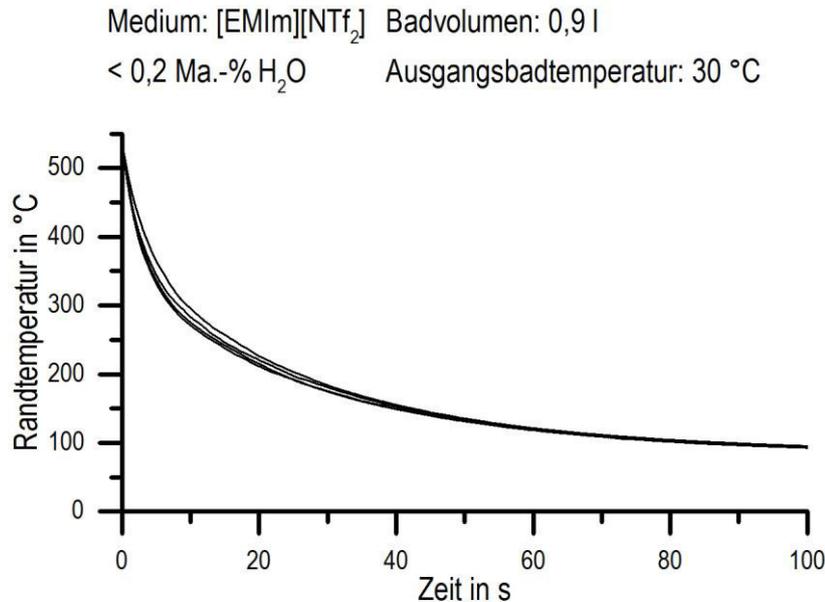


Abbildung 24: Reproduzierbarkeit der Kühlkurven am Beispiel der Abschreckung in [EMIm][NTf₂] bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C:

In Abbildung 25 sind die randnahen Kühlkurven bei Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C (durchgezogen) und 85 °C (gestrichelt) dargestellt. Keine der Kühlkurven weist zu Beginn der Abschreckung Filmsieden auf. Unterhalb von 400 °C findet bei höherer Ausgangsbadtemperatur eine langsamere Abkühlung statt. Zusätzlich sind in Abbildung 25 beispielhaft die am Beckenrand gemessenen Badtemperaturen in mittlerer Probenhöhe dargestellt. Bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C kommt es während der Abschreckung zu einer Baderwärmung um ca. 50 K auf fast 80 °C. Bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C erwärmt sich das Abschreckbecken um etwa 40 K auf 125 °C. Die Kurvenverläufe der Baderwärmung sind dabei sehr ähnlich. Diese signifikante Baderwärmung wird durch das geringe Badvolumen verursacht und würde in größeren Bädern so nicht auftreten.

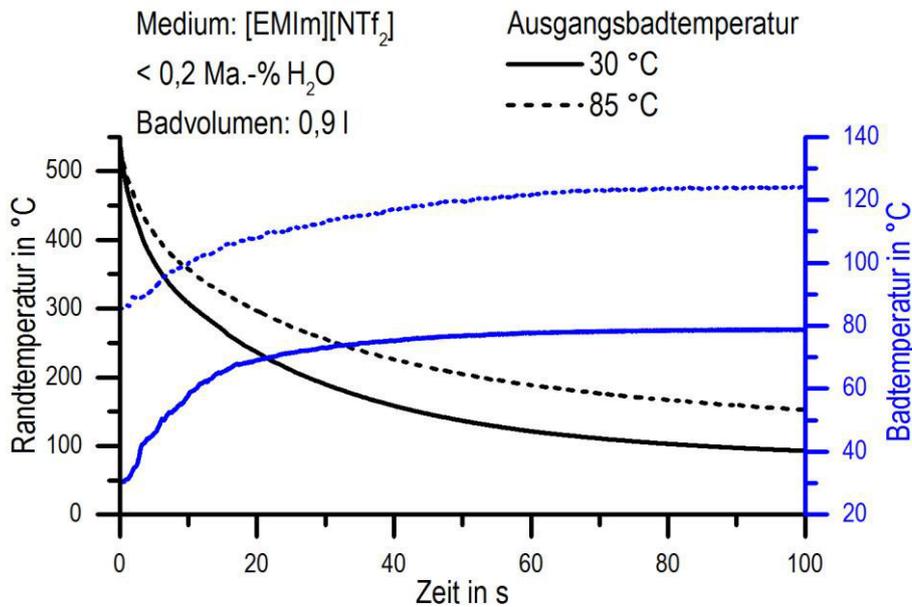


Abbildung 25: Kühlkurven und Entwicklung der Badtemperaturen bei Abschreckung in [EMIm][NTf₂] bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C.

In Abbildung 26 sind die Kühlkurven bei Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] dargestellt. Auch bei dieser ionischen Flüssigkeit zeigt sich kein Filmsieden zu Beginn des Abschreckvorganges. Die Kühlkurven verlaufen bei unterschiedlichen Ausgangsbadtemperaturen bis unter 200 °C sehr ähnlich. Erst unterhalb von etwa 200 °C findet bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C eine langsamere Abkühlung statt. Die Badtemperaturen weisen eine nahezu gleiche maximale Erwärmung wie in [EMIm][NTf₂] auf. Die Kurvenverläufe der Badtemperaturen unterscheiden sich aber deutlich voneinander. Während es bei der Ausgangsbadtemperatur von 85 °C innerhalb von etwa 13 s nach Beginn des Abschreckvorganges zu einer Baderwärmung um ca. 35 K auf fast 120 °C kommt, findet bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C eine vergleichsweise langsame, kontinuierliche Baderwärmung um 45 K innerhalb von 70 s statt.

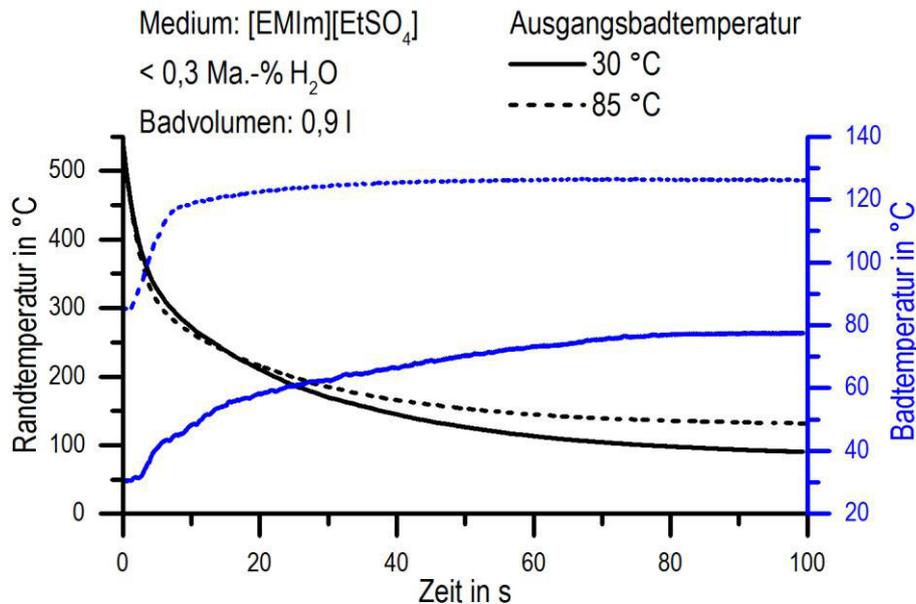


Abbildung 26: Kühlkurvenvariation und Entwicklung der Badtemperaturen bei Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C.

In Abbildung 27 sind repräsentative Kühlkurven, Kühlratenverläufe und Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten und Leitungswasser bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C vergleichend dargestellt. Die Abkühlung der Wasserabschreckung bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C verläuft deutlich schneller als die Abschreckungen in Ionischen Flüssigkeiten (Abbildung 27 a). Die Zeitdauer zwischen Abschreckbeginn und Unterschreiten von 200 °C beträgt etwa 1,5 s. Bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C tritt bei Wasserabschreckung deutliches Filmsieden auf. Dadurch verläuft die Abkühlung innerhalb der ersten 20 s in Wasser langsamer als in Ionischen Flüssigkeiten. Die Zeitdauer zwischen Abschreckbeginn und Unterschreiten von 200 °C beträgt hier wie bei [EMIm][EtSO₄] mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur ca. 22 s. Bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C benötigt die Ionische Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] ca. 3 s mehr, um 200 °C zu unterschreiten. Die Ionische Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] kühlt die Probe bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C innerhalb von 27 s und bei 85 °C innerhalb von 52 s auf 200 °C ab. Es ist zu beachten, dass die Wasserabschreckung bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C in einem 15 l Abschreckbecken durchgeführt wurde. Dies erfolgte aufgrund der ansonsten starken Baderwärmung und der damit einhergehenden sehr langen Filmsiedephase, die keinen realistischen Vergleich zur Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit ermöglicht hätte. Dennoch tritt auch bei der Wasserabschreckung im großen Becken ausgeprägtes Filmsieden auf. Die ermittelten Kühlraten sind in Abbildung 27 b

und c dargestellt. Die Abschreckung in Leitungswasser besitzt bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur ein Maximum von ca. 750 K/s bei einer Temperatur zwischen 350 °C und 400 °C. Bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C verringert sich die maximale Kühlrate auf ca. 80 K/s bei 200 °C. Die Kühlratenmaxima der Ionischen Flüssigkeiten befinden sich zwischen 480 °C und 540 °C und verringern sich bei erhöhter Badtemperatur bei [EMIm][NTf₂] von ca. 90 K/s auf 80 K/s und bei [EMIm][EtSO₄] von ca. 75 K/s auf etwa 60 K/s. In Abbildung 27 d und e sind die ermittelten Wärmeübergangskoeffizientenverläufe der Abschreckungen abgebildet. Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] beträgt der maximale Wärmeübergangskoeffizient bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur ca. 2200 W/(m²K) bei ca. 470 °C und bei 85 °C Ausgangsbadtemperatur ca. 1800 W/(m²K) bei ca. 510 °C. Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] beträgt der maximale Wärmeübergangskoeffizient bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur ca. 3100 W/(m²K) bei ca. 450 °C und bei 85 °C Ausgangsbadtemperatur ca. 4000 W/(m²K) bei ca. 410 °C. Nach dem Erreichen des Maximums fallen alle Wärmeübergangskoeffizienten der Ionischen Flüssigkeiten ab ca. 300 °C auf 500 W/(m²K) bis 700 W/(m²K) ab und sinken mit weiter abnehmender Temperatur relativ konstant um ca. 100 W/(m²K) bis etwa 100 °C. Es wird deutlich, dass in den Ionischen Flüssigkeiten kein Filmsieden auftritt.

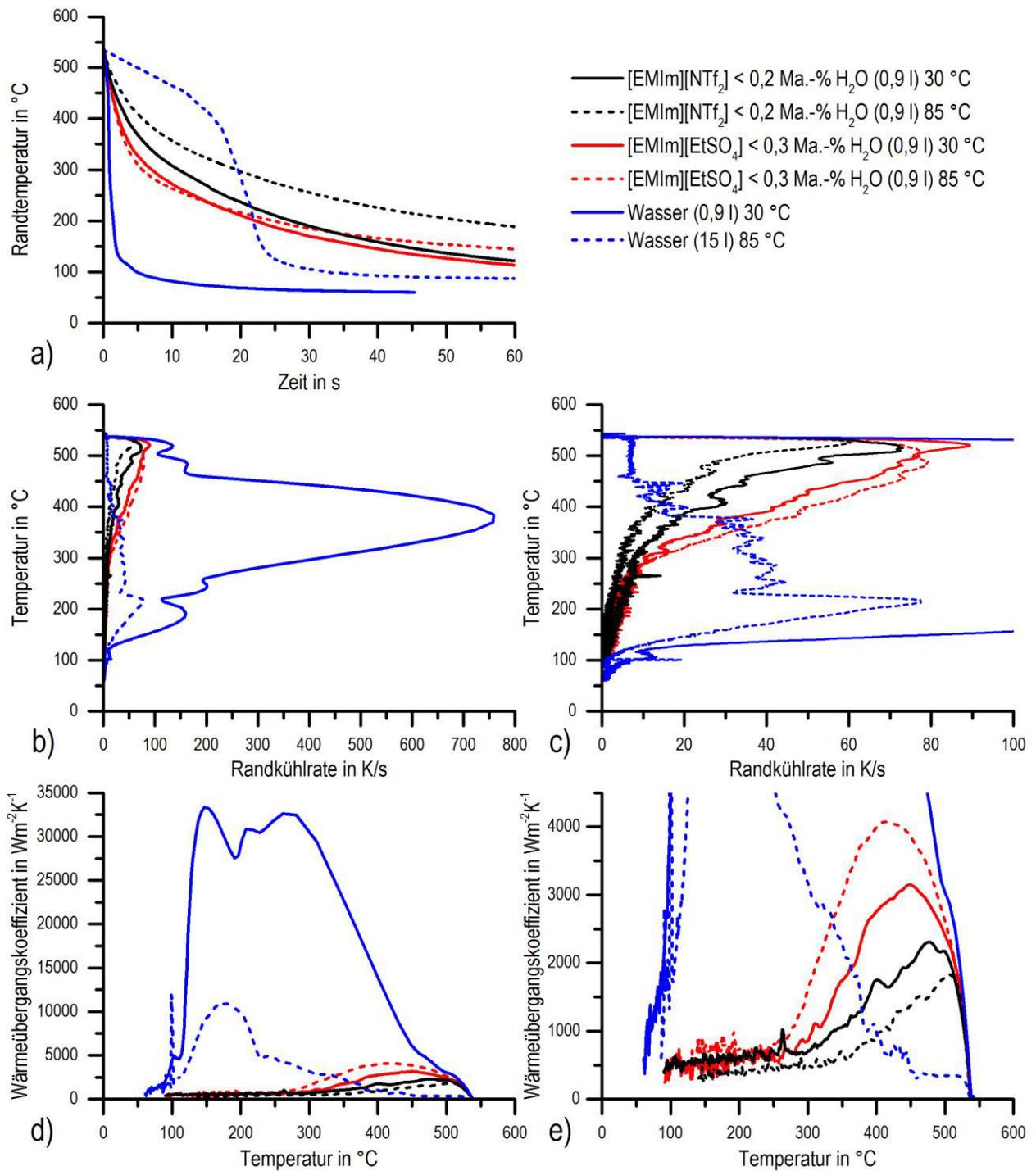


Abbildung 27: (a) Kühlkurven, (b,c) Kühlratenverläufe und (d,e) Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten und Leitungswasser bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C [108].

Momentaufnahmen der Abkühlversuche in den ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser zu verschiedenen Zeitpunkten nach Beginn der Abschreckung und bei variierten Ausgangsbadtemperaturen sind in Abbildung 28 dargestellt. Bei den ionischen Flüssigkeiten zeigt sich zu Beginn der Abschreckung eine leichte Blasenbildung an der Probenoberfläche, welche nach 5 s deutlich reduziert und nach 10 s nahezu beendet ist (Abbildung 28 a, b). Bei der Abschreckung in Leitungswasser und einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C ist nach 1 s eine Blasenbildung erkennbar, welche nach 5 s vollständig verschwunden ist (Abbildung 28 c). Bei erhöhter Ausgangsbadtemperatur von 85 °C liegt zu Beginn der Abschreckung ein die gesamte Probe umgebender Dampffilm vor. Nach ca. 16 s reißt der Film von der Probenunterkante beginnend auf. Nach 20 s ist der Dampffilm fast vollständig zusammengebrochen und im oberen Drittel der Probe ist eine intensive Blasenbildung erkennbar.

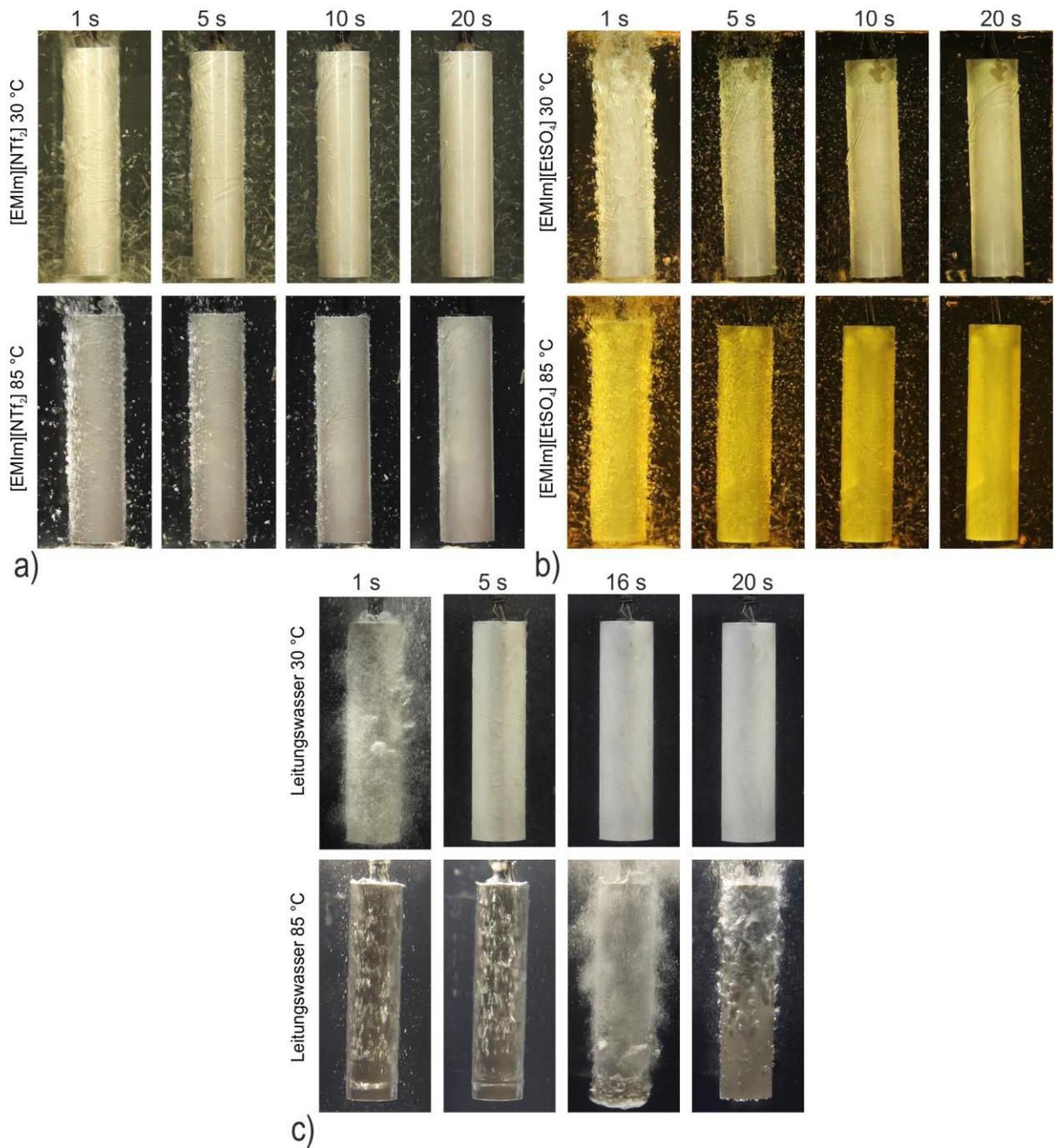


Abbildung 28: Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche mit variiertem Ausgangsbadtemperatur in a) 0,9 l $[EMIm][NTf_2]$, b) 0,9 l $[EMIm][EtSO_4]$ und c) 15 l Leitungswasser.

Zur detaillierteren Untersuchung der Wärmeübergangsmechanismen wurde der Beginn der Abschreckung in reinen Ionischen Flüssigkeiten mit einer Hochgeschwindigkeitsvideokamera aufgezeichnet. Beispielhafte Momentaufnahmen des Eintauchvorganges bis zur Endposition der Probe im Abschreckbecken (0,0 s) sind in Abbildung 29 für [EMIm][NTf₂] und in Abbildung 30 für [EMIm][EtSO₄] dargestellt.

Bei [EMIm][NTf₂] zeigen sich kurz nach Beginn des Eintauchvorganges (-0,2 s) kleine, fein verteilte Blasen auf der gesamten Probenoberfläche. Diese werden bei Erreichen der Endposition (0,0 s) der Probe nur unwesentlich größer.

Bei [EMIm][EtSO₄] und 30 °C Ausgangsbadtemperatur ist kurz nach Beginn des Eintauchvorganges (-0,205 s) eine die Probenoberfläche umgebende Schicht erkennbar, welche sehr schnell beginnt aufzureißen (-0,2 s) und nach wenigen Millisekunden (-0,19 s) verschwunden ist. Dies ist durch die beim Eintauchvorgang in das Abschreckbecken eingetragene Luft zu erklären. Es zeigt sich auch hier die Bildung von kleinen, fein verteilten Blasen auf der gesamten Probenoberfläche (-0,19 s), welche bis zum Erreichen der Probenendposition deutlich größer werden (0,0 s). Bei einer Ausgangsbadtemperatur von 85 °C sind keine signifikanten Unterschiede zu 30 °C erkennbar. Somit sind auch anhand von Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen in den Ionischen Flüssigkeiten keine Filmsiedephasen erkennbar.

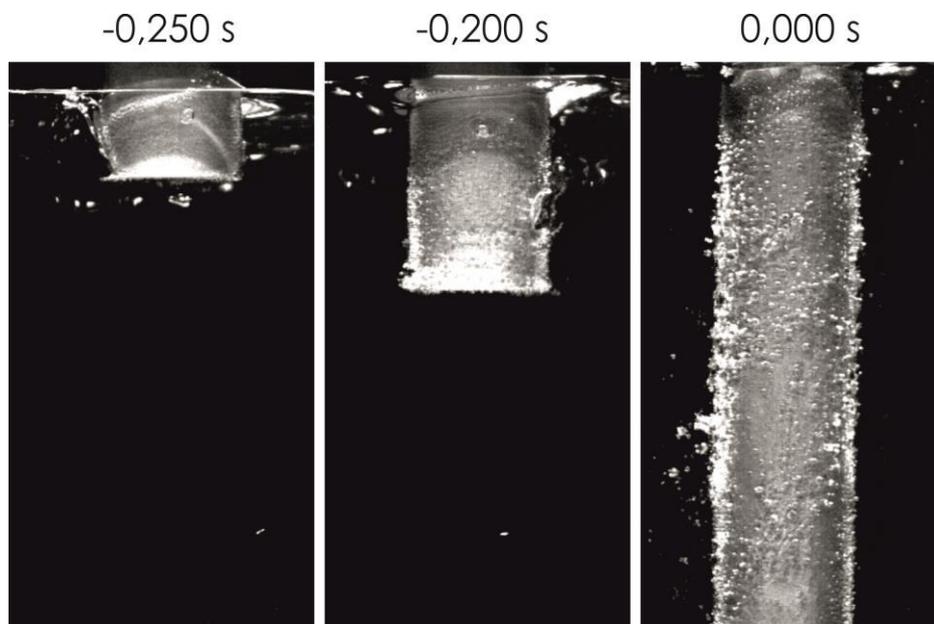


Abbildung 29: Hochgeschwindigkeitsaufnahmen eines Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][NTf₂] mit 0,1 Ma.-% Wasser mit einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C.

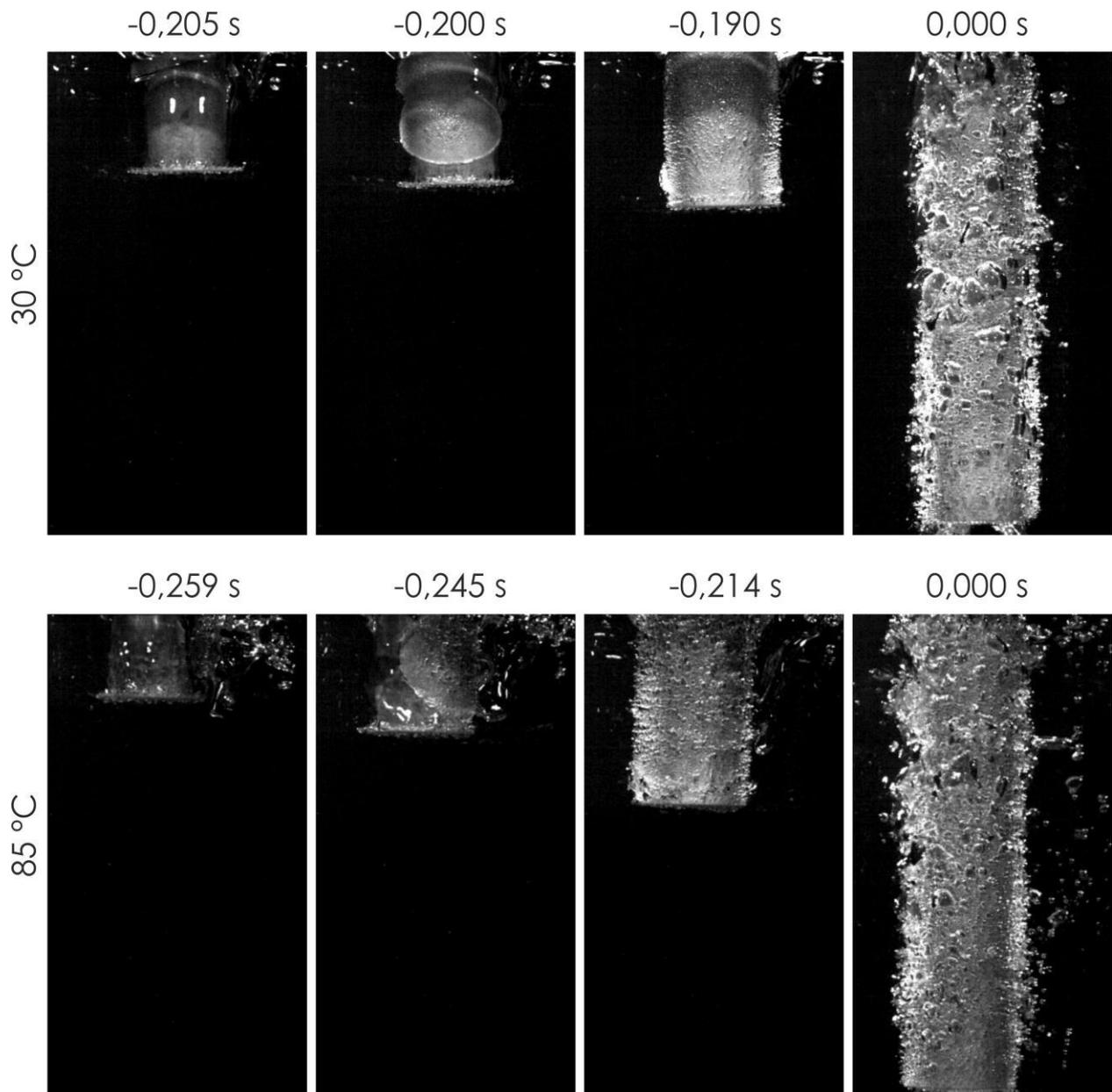


Abbildung 30: Hochgeschwindigkeitsaufnahmen des Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][EtSO₄] mit 0,3 Ma.-% Wasser mit einer Ausgangsbadtemperatur von oben: 30 °C und unten: 85 °C.

4.1.2 Einfluss Wassergehalt

Eine weitere Möglichkeit, die Abschreckwirkung der verwendeten Ionischen Flüssigkeiten zu steuern, besteht in der Zugabe einer verdampfenden Flüssigkeit. Aufgrund der einfachen Handhabbarkeit, der toxikologischen Unbedenklichkeit und der hohen Verdampfungsenthalpie wurde entionisiertes Wasser als Zusatz verwendet.

In Abbildung 31 sind repräsentative randnahe Kühlkurven und die Badtemperaturen von [EMIm][NTf₂] mit weniger als 0,3 Ma.-% Wasser (reine Ionische Flüssigkeit) bis 10 Ma.-% Wasser dargestellt. Die Bestimmung des Wassergehaltes von 1,4 Ma.-% erfolgte in

diesem Fall nach dem Abschreckversuch. Die Wassergehalte von 3,5 Ma.-% (Emulsion) und 10 Ma.-% (auf Abschreckmedium abgesetzte Wasserschicht) sind aus der Menge des zur reinen Ionischen Flüssigkeit zugegebenen Wassers errechnete Werte. Die reine Ionische Flüssigkeit mit einem Wassergehalt von maximal 0,3 Ma.-% weist die geringste Kühlwirkung auf. Die Kühlkurven mit Wasserzugabe fallen deutlich schneller ab, ohne dabei untereinander signifikante Unterschiede aufzuweisen. Die Zeitdauer zwischen Abschreckbeginn und Unterschreiten von 200 °C beträgt bei reiner Ionischer Flüssigkeit ca. 26 s und bei erhöhtem Wassergehalt zwischen 9 s und 10 s. Die in blau dargestellten Kurven stellen die Badtemperatur während des Abschreckversuches dar. Dabei wurden aufgrund einer besseren Übersichtlichkeit ausschließlich die Kurven von [EMIm][NTf₂] mit 0,3 Ma.-% Wasser und 10 Ma.-% Wasser dargestellt. Die abgebildeten Temperaturverläufe wurden von einem Thermoelement am Beckenrand in mittlerer Probenhöhe aufgezeichnet. Das Erreichen der Maximaltemperatur der wasserarmen Ionischen Flüssigkeit benötigt mehr als 60 s. Bei einem Wassergehalt von 10 Ma.-% sind es ca. 30 s. Die maximale Beckentemperatur während des Abschreckversuches beträgt bei geringem Wassergehalt etwa 78 °C, bei 10 Ma.-% sind es 70 °C.

In Abbildung 32 sind repräsentative Kühlkurven und Badtemperaturen von [EMIm][EtSO₄] mit Wassergehalten von weniger als 0,3 Ma.-% (reine Ionische Flüssigkeit) bis 17,5 Ma.-% dargestellt. Je höher der Wassergehalt, desto schneller fallen die Kühlkurven kontinuierlich ab. Einzige Ausnahme bildet die Kühlkurve mit einem Wassergehalt von 10 Ma.-%, bei der sich Filmsieden andeutet. Die Zeitdauer vom Beginn der Abschreckung bis zum Erreichen von 200 °C beträgt bei reiner Ionischer Flüssigkeit etwa 22 s und nimmt mit zunehmendem Wassergehalt über 10 s bei 3,4 Ma.-%, 6 s bei 6,6 Ma.-% und 10 Ma.-% bis zu 5 s bei 17,5 Ma.-% ab. Die in blau dargestellten Verläufe der Badtemperaturen sind aufgrund der Übersichtlichkeit ausschließlich für die Wassergehalte von weniger als 0,3 Ma.-% und 17,5 Ma.-% angegeben. Bei geringem Wassergehalt von weniger als 0,3 Ma.-% wird die maximale Badtemperatur von ca. 77 °C nach mehr als 80 s erreicht. Bei erhöhtem Wassergehalt von 17,5 Ma.-% beträgt die maximale Badtemperatur ca. 71 °C, welche bereits nach ca. 10 s erreicht wird.

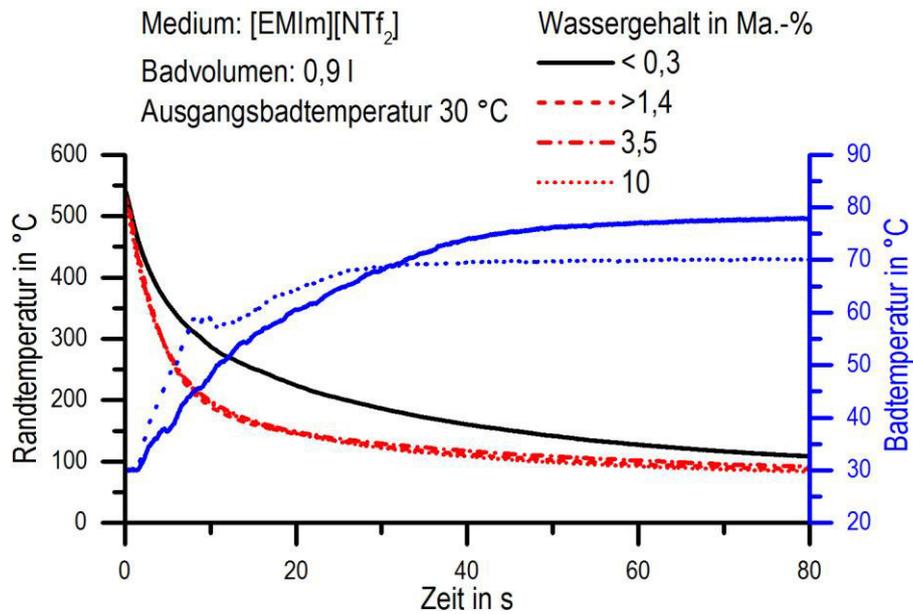


Abbildung 31: Repräsentative Kühlkurven und Badtemperaturen (blau) bei Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit variierendem Wassergehalt.

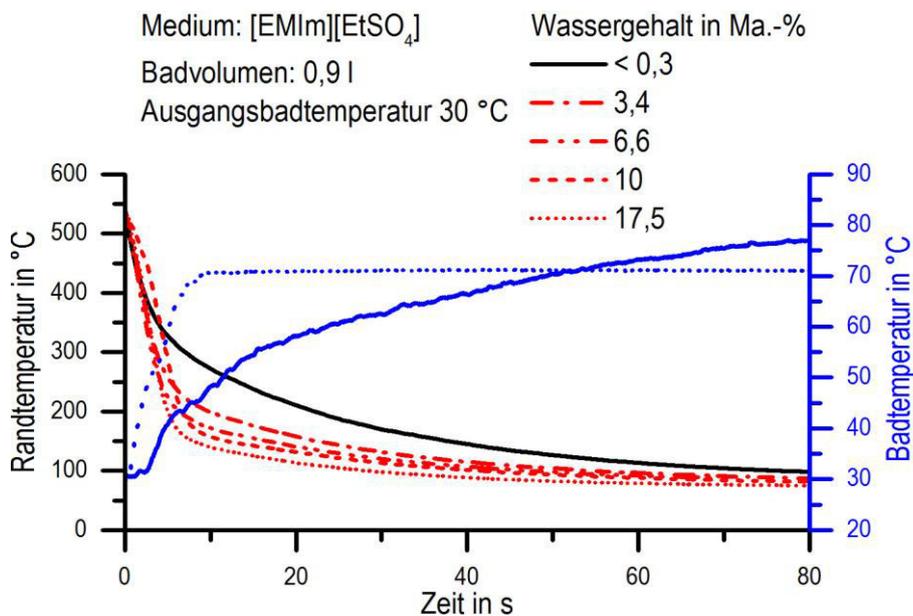


Abbildung 32: Repräsentative Kühlkurven und Badtemperaturen (blau) bei Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] mit variierendem Wassergehalt.

Ein Vergleich der Abschreckwirkung von reiner Ionischer Flüssigkeit, Ionische Flüssigkeit /Wasser-Gemisch und reinem Leitungswasser ist in Abbildung 33 dargestellt. Die Ionische Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] weist in reinem Zustand eine maximale Randkühlrate von etwa 60 K/s und mit 1,4 Ma.-% Wasser ca. 75 K/s auf. Bei [EMIm][EtSO₄] sind es sowohl in reinem Zustand, als auch mit Wasserzusatz ca. 90 K/s. Die maximalen Wärmeübergangskoeffizienten betragen bei reinem [EMIm][NTf₂] ca.

2300 W/(m²K) und bei reinem [EMIm][EtSO₄] ca. 3000 W/(m²K). Durch Wasserzugabe erhöhen sich diese Werte bei [EMIm][NTf₂] mit 1,4 Ma.-% Wasser auf ca. 3500 W/(m²K) und bei [EMIm][EtSO₄] mit 6,6 Ma.-% Wasser auf über 5000 W/(m²K). Die Maxima der Wärmeübergangskoeffizienten werden zu tieferen Temperaturen verschoben.

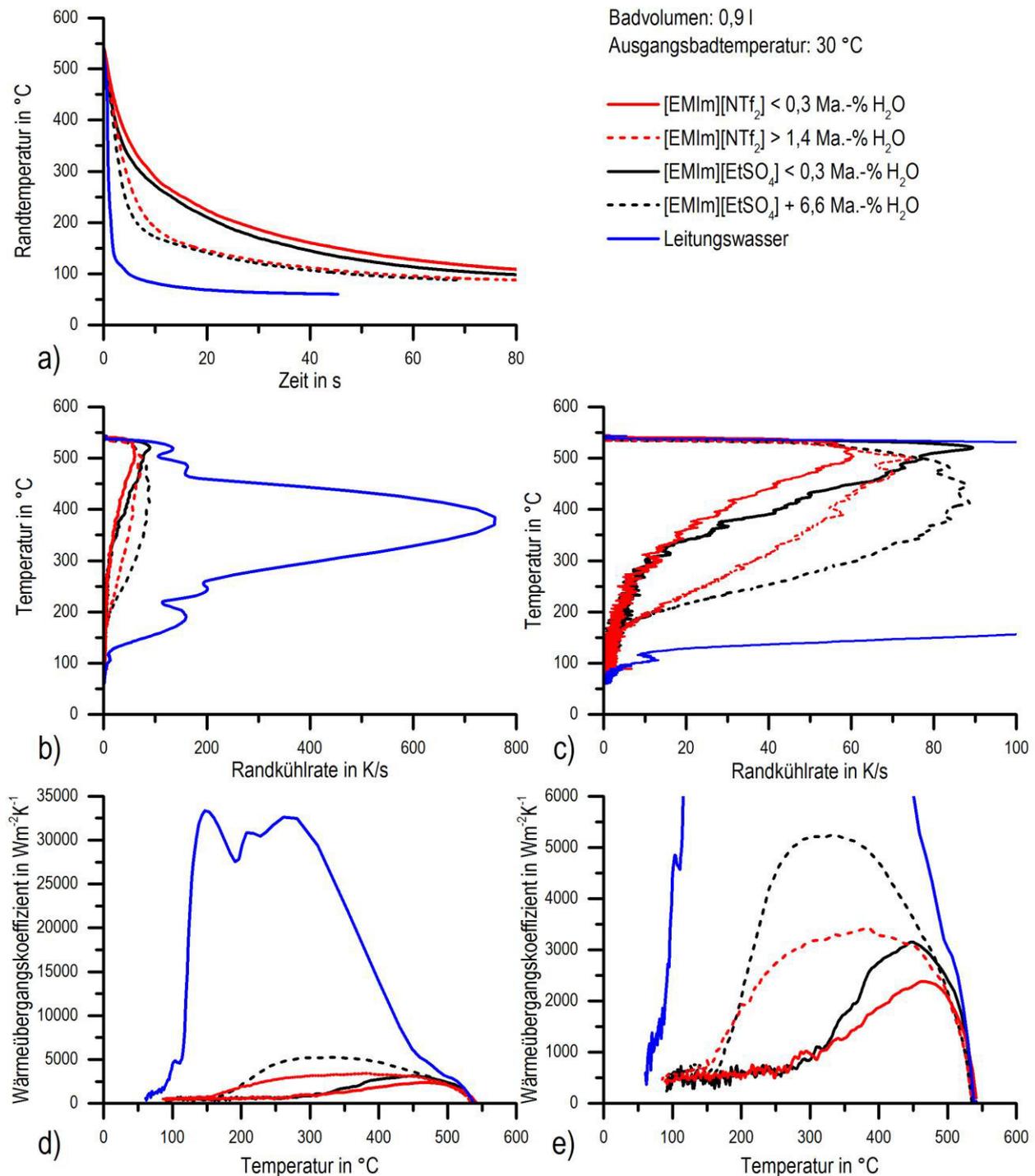


Abbildung 33: (a) Kühlkurven, (b,c) Kühlratenverläufe und (d,e) Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten mit variierenden Wassergehalten und Leitungswasser [108].

In Abbildung 34 sind Momentaufnahmen der Abkühlversuche in Ionischen Flüssigkeiten mit variiertem Wassergehalt und reinem Leitungswasser zu verschiedenen Zeitpunkten nach Beginn der Abschreckung dargestellt. Besonders zu Beginn der Abschreckung verursacht eine Wasserzugabe eine deutlich intensivere Blasenbildung als bei reiner ionischer Flüssigkeit. Nach 1 s ist in den Momentaufnahmen kein Anzeichen für Filmsieden erkennbar. Innerhalb der ersten 5 s verringert sich die Blasenbildung deutlich und nach spätestens 10 s ist die Blasenbildung minimal und in den Momentaufnahmen kaum ein Unterschied zur Abschreckung in reiner ionischer Flüssigkeit erkennbar.

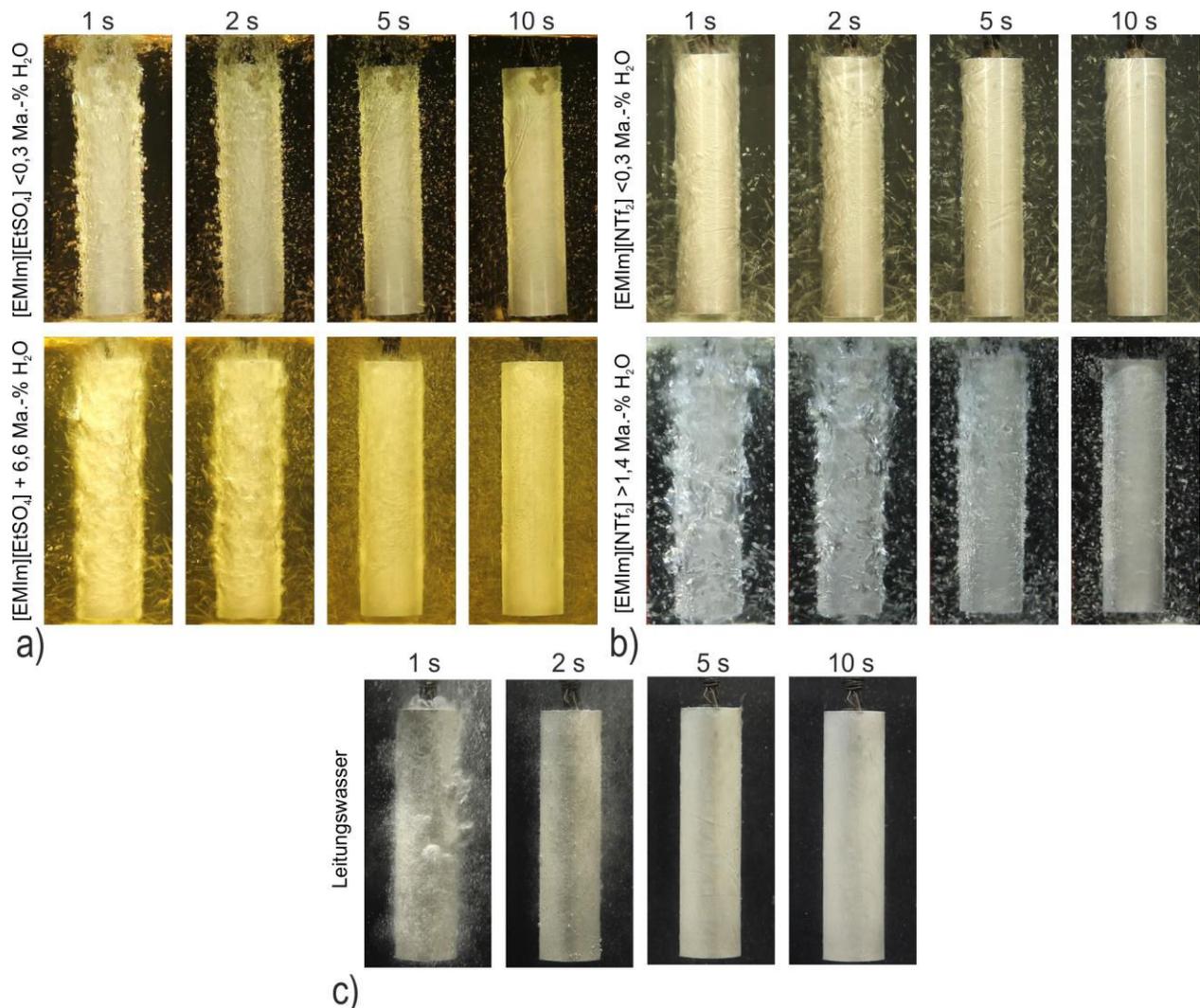


Abbildung 34: Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche bei $30 \text{ }^\circ\text{C}$ Ausgangsbadtemperatur und variiertem Wassergehalt in a) $0,9 \text{ l } [EMIm][EtSO_4]$, b) $0,9 \text{ l } [EMIm][NTf_2]$ und c) 15 l Leitungswasser.

Ausgewählte Versuche wurden mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitsvideokamera gefilmt. In Abbildung 35 sind Momentaufnahmen eines Hochgeschwindigkeitsvideos der Abschreckung in $[\text{EMIm}][\text{NTf}_2]$ mit einem Wassergehalt von mehr als 1,4 Ma.-% dargestellt. Zu dem Zeitpunkt $-0,094$ s ist der in das Abschreckmedium eingetauchte Proben teil von einem Film umgeben, welcher bei $-0,075$ s bereits zur Hälfte aufgebrochen und kurze Zeit später vollständig verschwunden ist. Dieser Film ist durch die beim Eintauchvorgang eingetragene Luft zu erklären. Bei Erreichen der Endposition der Probe ($0,0$ s) findet auf der Probenoberfläche ausschließlich Blasenbildung statt.

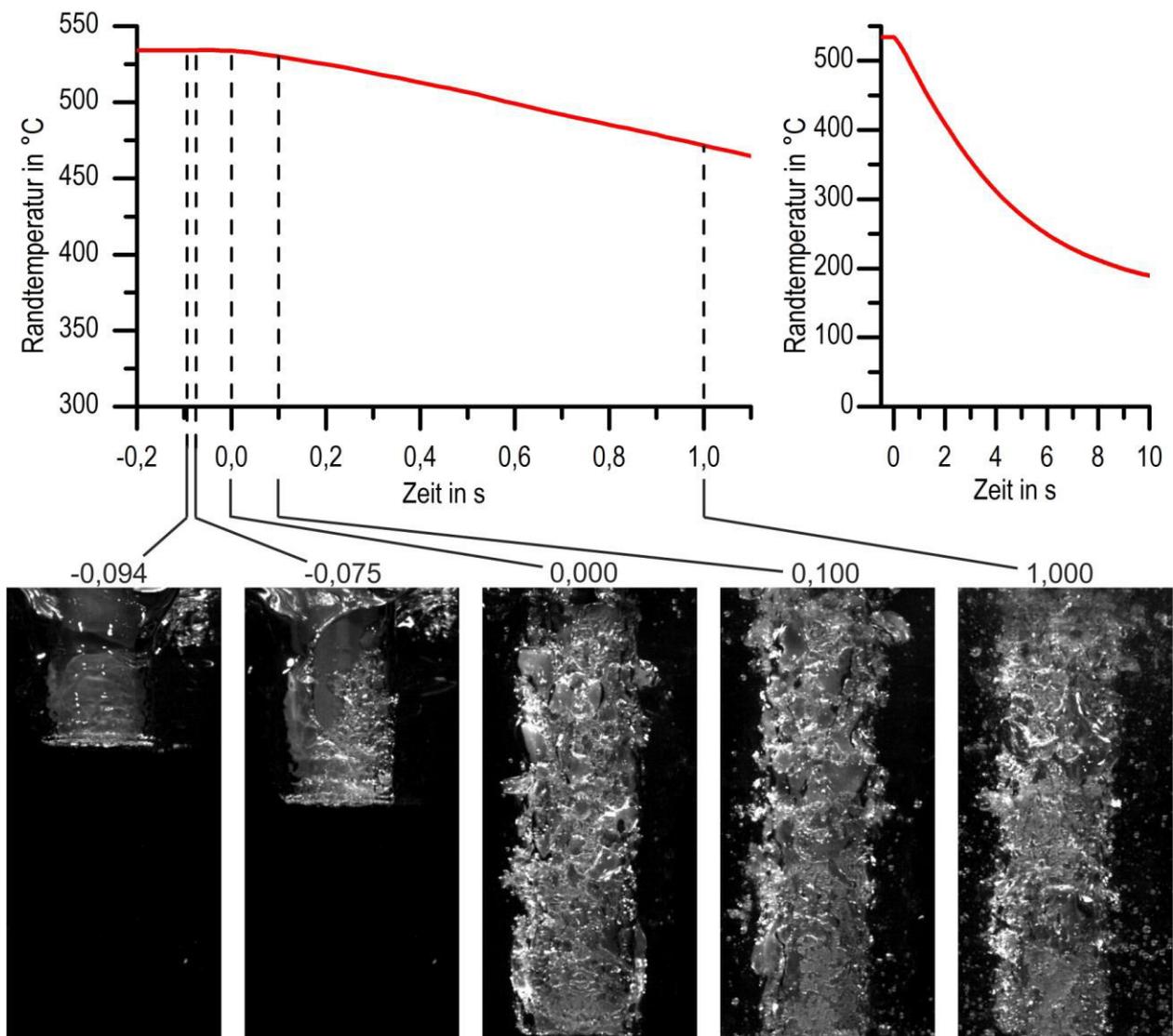


Abbildung 35: Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Abschreckung in $0,9$ l $[\text{EMIm}][\text{NTf}_2]$ mit $>1,4$ Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur [104].

In Abbildung 36 sind die Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen von einer Abschreckung in $[\text{EMIm}][\text{EtSO}_4]$ mit 6,6 Ma.-% Wasser dargestellt. Während des Eintauchvorganges bei -0,1 s kommt es im oberen Probenbereich zur Bildung einer Dampfhaut an der Probenoberfläche, während zeitgleich im unteren Probenbereich eine Blasenbildung vorliegt. Zum Zeitpunkt des Erreichens der Endposition der Probe im Abschreckbecken bei 0,0 s ist die Oberfläche der oberen Probenhälfte mit einer Dampfhaut bedeckt. Nach 0,08 s ist die Dampfhaut zusammengebrochen und es liegt an der gesamten Probenoberfläche eine Blasenbildung vor, welche mehrere Sekunden anhält.

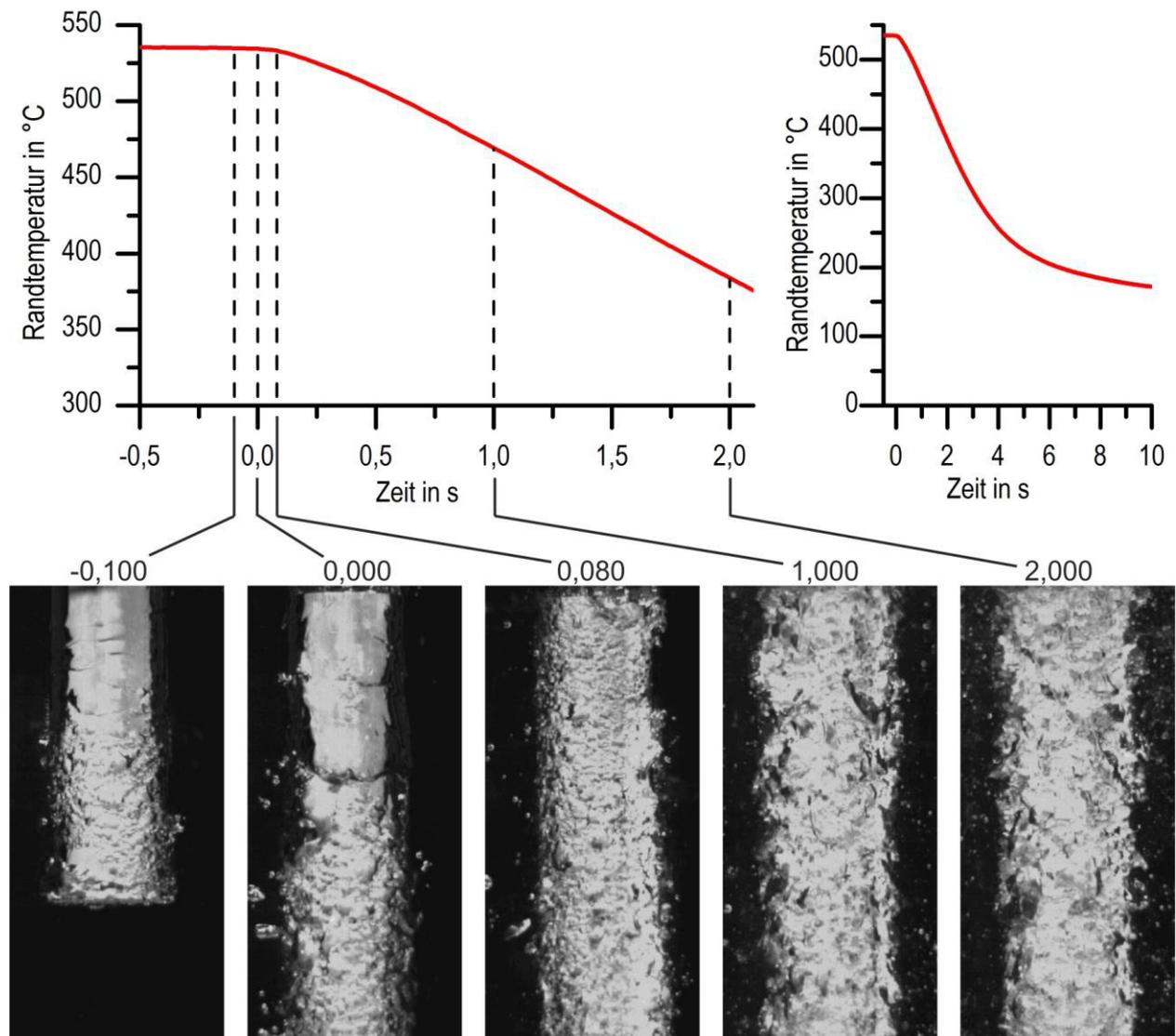


Abbildung 36: Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Abschreckung in 0,9 l $[\text{EMIm}][\text{EtSO}_4]$ mit 6,6 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

In Abbildung 37 sind die Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen der Abschreckung in $[\text{EMIm}][\text{EtSO}_4]$ mit 16,5 Ma.-% Wasser dargestellt. Es ist erkennbar, dass unmittelbar nach dem vollständigen Eintauchen nahezu die gesamte Probe von einem Dampffilm umschlossen ist. Nach ca. 0,27 s ist dieser Dampffilm fast vollständig zusammengebrochen und nach 1,0 s ist ausschließlich Blasensieden erkennbar. Bei zu hohen Wassergehalten kann also in ionische Flüssigkeit /Wasser-Gemischen kurzzeitiges Filmsieden auftreten. Dieses Filmsieden ist so kurzzeitig, dass es bei Temperatur-Zeit-Verläufen nicht erkennbar ist.

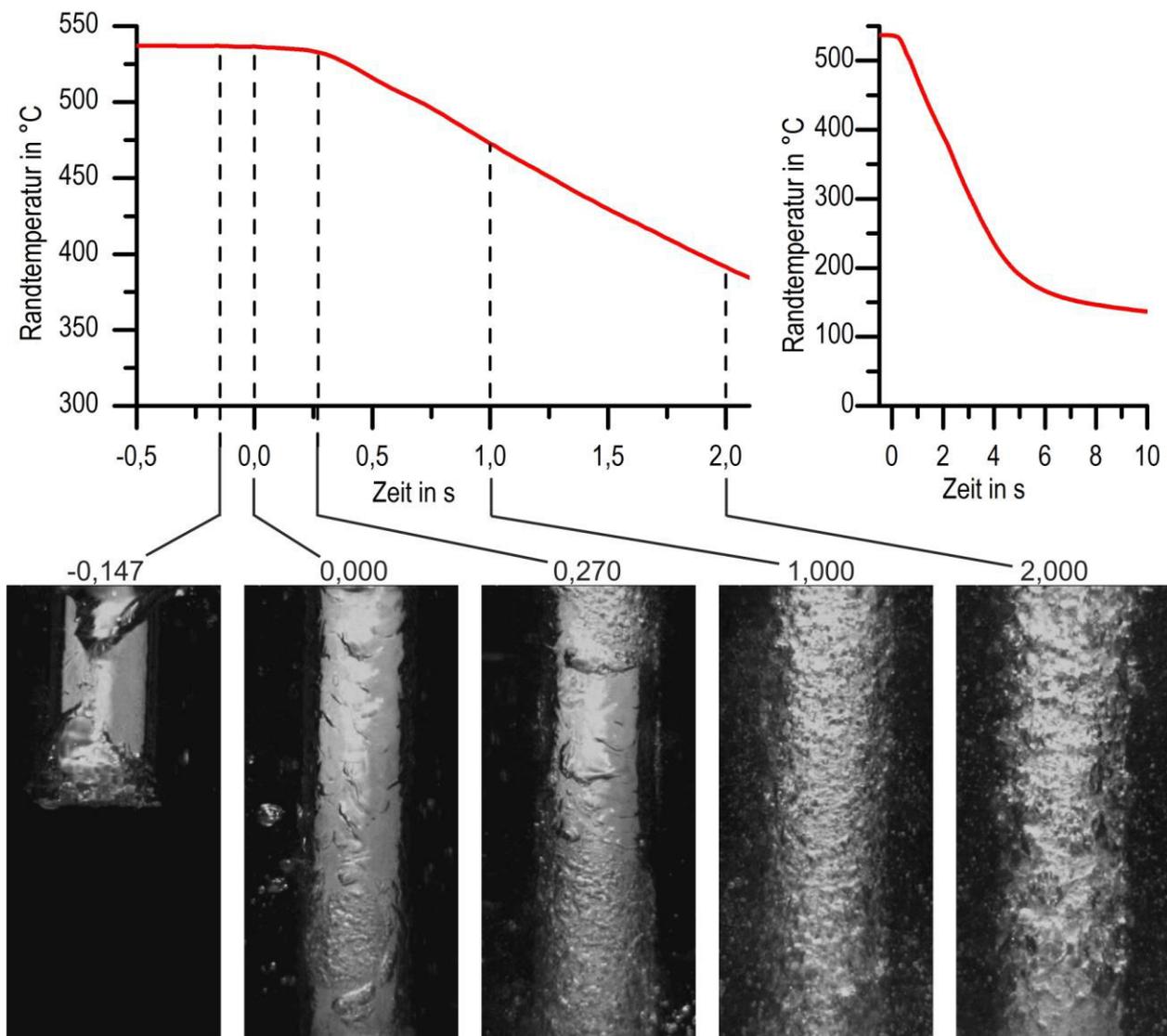


Abbildung 37: Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Abschreckung in 0,9 l $[\text{EMIm}][\text{EtSO}_4]$ mit 16,5 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur [104].

4.1.3 Einfluss Gasgehalt

Als weitere Möglichkeit neben der Zugabe eines verdampfenden Mediums zur Ionischen Flüssigkeit wurde der Einfluss einer Gasbeladung untersucht. Dabei wurde die Ionische Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] mit Kohlenstoffdioxid versetzt. Der Wassergehalt aller nachfolgend in diesem Kapitel dargestellten Ergebnisse für die reine Ionische Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] mit und ohne Gasbeladung betrug weniger als 0,1 Ma.-%.

In Abbildung 38 sind die randnahen Kühlkurven der Abschreckung von reiner Ionischer Flüssigkeit, Ionischer Flüssigkeit mit Kohlenstoffdioxid-Beladung, Ionischer Flüssigkeit mit Wasserzusatz und Ionischer Flüssigkeit mit kombinierter Kohlenstoffdioxid-Beladung und Wasserzusatz dargestellt. Alle dargestellten Kurven fallen kontinuierlich ab. Die Kühlkurven mit Zusätzen fallen deutlich schneller ab, wobei sich die verschiedenen Zusätze in ihrer Kühlwirkung kaum unterscheiden. Bei den Einzelzusätzen Kohlenstoffdioxid und Wasser sind die Kühlkurven nahezu identisch. Lediglich der kombinierte Zusatz aus beidem weist eine geringfügig höhere Kühlwirkung unterhalb von 200 °C auf. Die Kühldauern von Abschreckbeginn bis zum Erreichen von 200 °C betragen bei der dargestellten reinen Ionischen Flüssigkeit ca. 30 s, mit Kohlenstoffdioxid-Zusatz ca. 11 s, mit Wasserzusatz ca. 9 s und mit dem kombinierten Zusatz von Kohlenstoffdioxid und Wasser ca. 8 s.

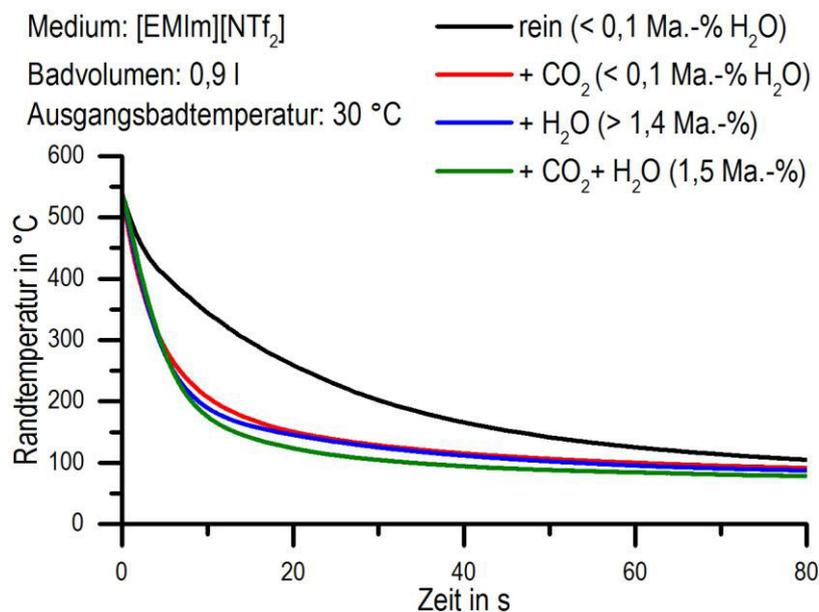


Abbildung 38: Kühlkurven der Abschreckung in [EMIm][NTf₂] rein und mit variierenden Zusätzen.

In Abbildung 39 sind Momentaufnahmen der Abkühlversuche in reiner [EMIm][NTf₂] und mit variierten Zusätzen von Kohlenstoffdioxid und/oder Wasser zu verschiedenen Zeitpunkten nach Beginn der Abschreckung dargestellt. Bei der Zugabe von Kohlenstoffdioxid ist eine intensive Blasenbildung im gesamten Abschreckbecken erkennbar, welche innerhalb der ersten 20 s der Abschreckung kaum abnimmt. Ein Großteil der Blasenbildung tritt bereits vor Beginn der Abschreckung auf und stellt wahrscheinlich eine aufgrund der Badumwälzung verursachte Entgasung von in der ionischen Flüssigkeit gebundenem Kohlenstoffdioxid dar. Diese intensive Blasenbildung wird durch eine kombinierte Zugabe von Kohlenstoffdioxid und Wasser verstärkt und es tritt eine zusätzliche Trübung des Abschreckmediums auf, welche sich erst ca. 20 s nach Abschreckbeginn auflöst.

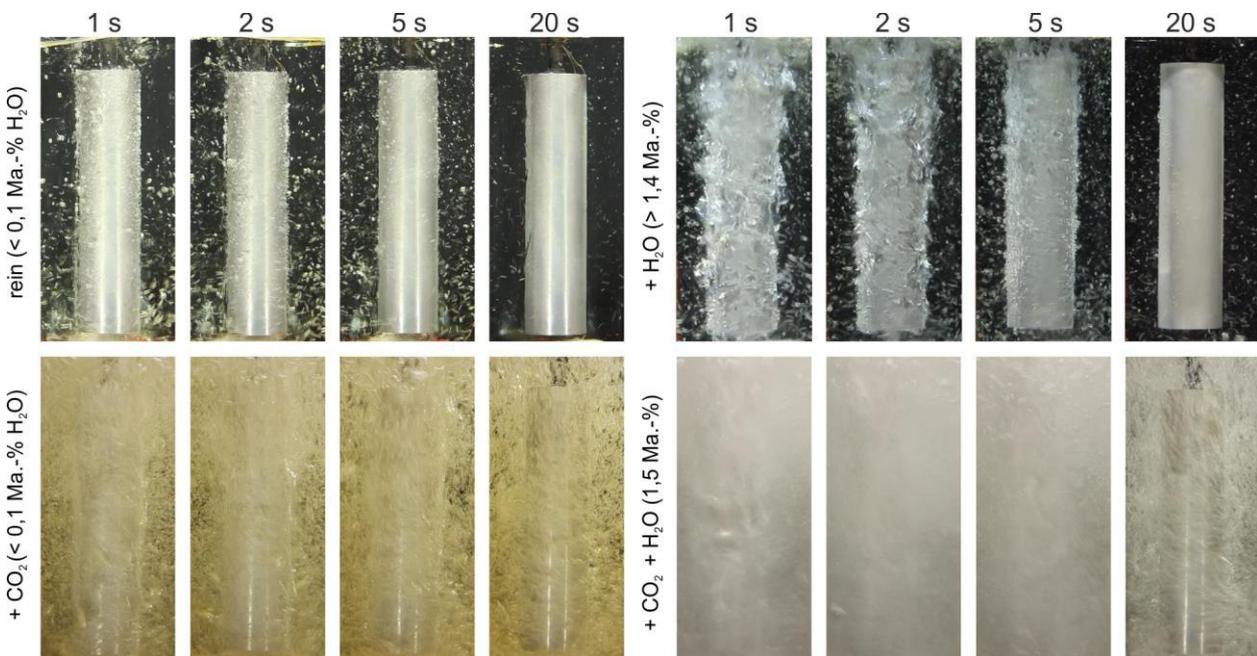


Abbildung 39: Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur in 0,9 l reiner [EMIm][NTf₂] und mit Kohlenstoffdioxid/Wasser-Zusatz.

Sämtliche Abschreckversuche, die den Einfluss des Gasgehaltes auf die Abschreckwirkung klären sollen, wurden mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitsvideokamera aufgenommen. Diese Versuche wurden teilweise ohne eine aktivierte Badumwälzung während der Abschreckung durchgeführt, um die Bildung der Blasen nicht zu beeinflussen. In Abbildung 40 sind drei Kühlkurven in [EMIm][NTf₂] dargestellt, welche mit Kohlenstoffdioxid beladen wurden. Bei der gestrichelten Kühlkurve war eine Badumwälzung aktiviert. Alle drei Kurven fallen kontinuierlich ab und liegen nahezu aufeinander.

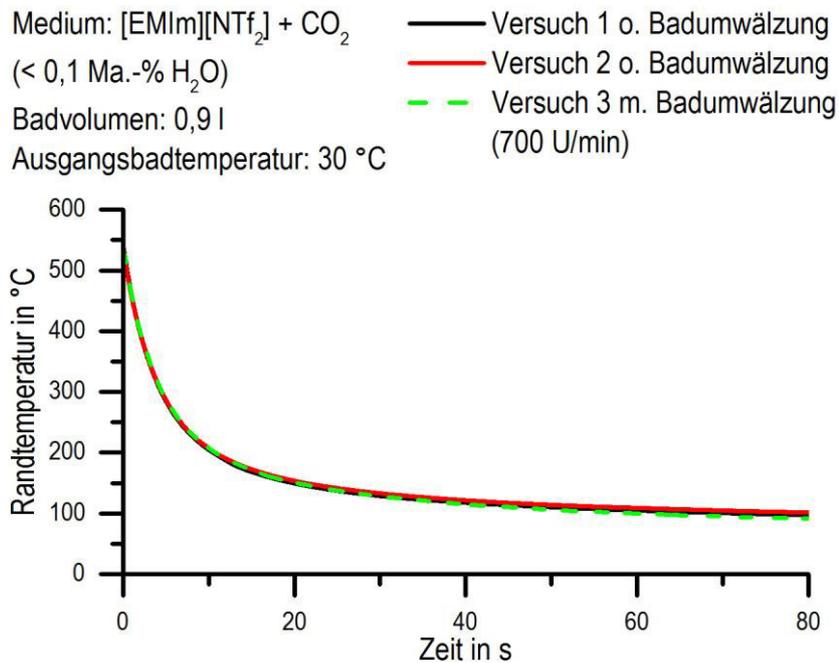


Abbildung 40: Kühlkurven der Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit und ohne Badumwälzung bei vorheriger Kohlenstoffdioxid-Beladung.

In Abbildung 41 ist der Abschreckbeginn in [EMIm][NTf₂] mit und ohne Kohlenstoffdioxid-Beladung gegenübergestellt. Zu Beginn ist in beiden Fällen ein die Probenoberflächen umgebender eingeschleppter Luftfilm erkennbar, welcher zum jeweils zweiten dargestellten Zeitpunkt beginnt aufzureißen. Ab etwas mehr als der halben eingetauchten Probenlänge (-0,19 s) sind in der oberen Bilderreihe (IL ohne Kohlenstoffdioxid) feinverteilte Blasen auf der Probenoberfläche erkennbar. Diese Blasen behalten ihre Form, Anzahl und Verteilung auch bis 1,0 s nach dem Erreichen der Endposition der Probe im Abschreckbecken bei. In der unteren Bilderreihe (IL mit Kohlenstoffdioxid) sind bei ca. der halben eingetauchten Probenlänge (-0,28 s) im Vergleich zur oberen Bilderreihe größere Blasen auf der Probenoberfläche erkennbar.

Vereinzelte Blasen scheinen im Verlauf der weiteren Abschreckung anzuwachsen und aufzusteigen (0,0 s), um sich teilweise im oberen Beckenbereich anzusammeln (1,0 s). Insgesamt wirkt die Blasenbildung bei Kohlenstoffdioxid-Beladung deutlich intensiver und turbulenter.

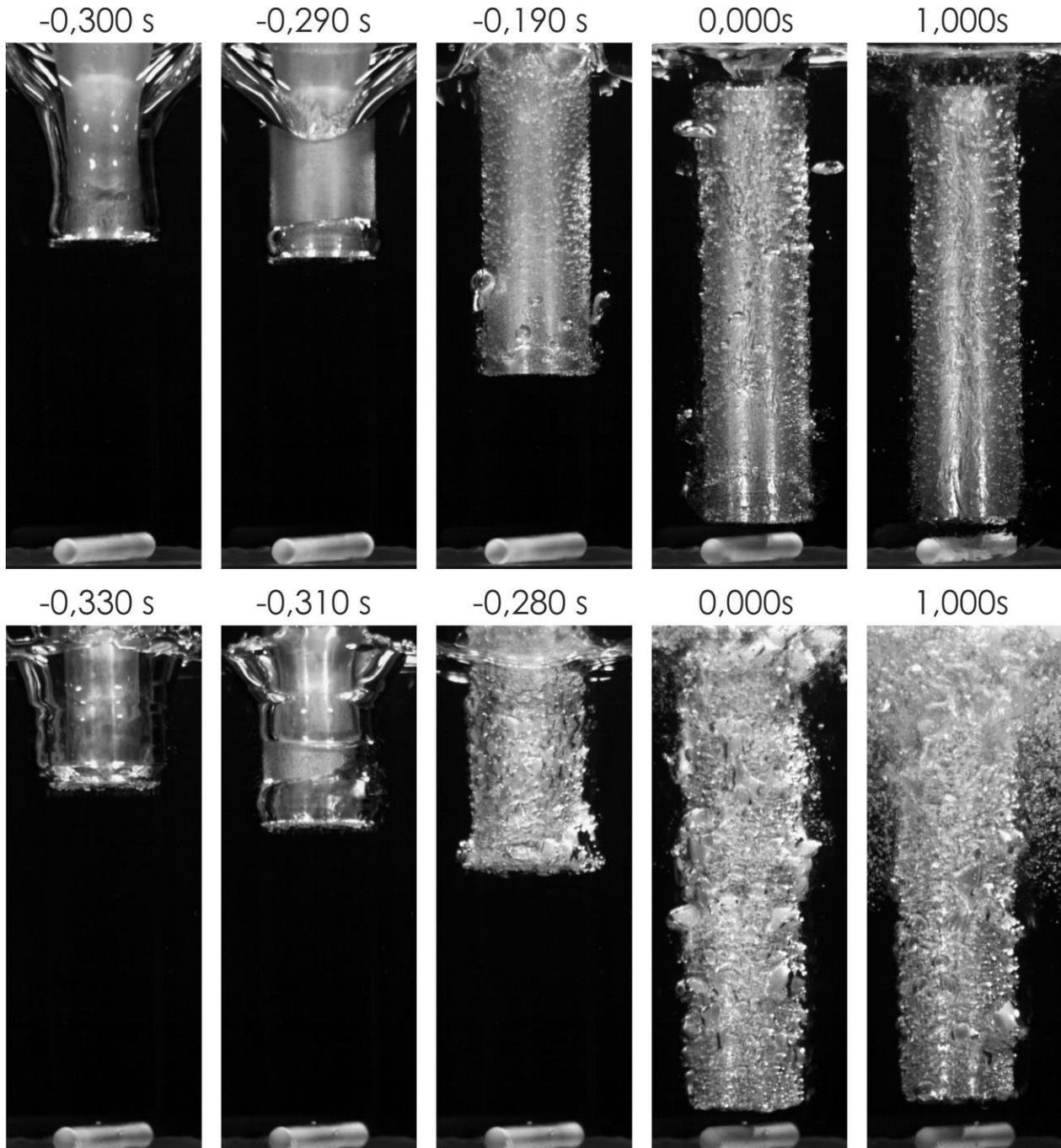


Abbildung 41: Hochgeschwindigkeitsaufnahmen eines Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][NTf₂] (< 0,1 Ma.-% Wasser) mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur ohne aktivierte Badumwälzung. Oben: reines [EMIm][NTf₂], unten: [EMIm][NTf₂] mit Kohlenstoffdioxid beladen.

Zur besseren Beurteilung der Blasenbildung wurden Nahaufnahmen mehrerer Abschreckungen im oberen Probenbereich durchgeführt (Abbildung 42). Da die zeitliche Bestimmung des Erreichens der Endposition der Probe im Abschreckbecken bei diesen Aufnahmen nicht möglich ist, wurde der Beginn des Eintauchens der Probe in das Abschreckmedium als Zeitpunkt 0,0 s definiert. In beispielhaften Momentaufnahmen von reiner ionischer Flüssigkeit ohne Kohlenstoffdioxid-Beladung (Abbildung 42 oben) ist unmittelbar nach dem Entweichen des durch den Eintauchvorgang eingetragenen Luftfilms die Bildung sehr kleiner und feinverteilter Blasen auf der benetzten Probenoberfläche erkennbar (0,078 s), welche innerhalb der ersten 150 ms bis 200 ms bis zu einer relativ ähnlichen Größe von ca. 1 mm anwachsen. Diese Blasengröße nimmt im Verlauf des weiteren Abschreckvorganges bis auf ein maximales Niveau von ca. 2 mm nach einer Sekunde zu, wobei die Blasenanzahl während der gesamten Abschreckung deutlich abnimmt. Aufnahmen der Abschreckung in ionischer Flüssigkeit mit Kohlenstoffdioxid-Beladung (Abbildung 42 mitte) zeigen kurz nach dem Kontakt der ionischen Flüssigkeit mit der Probenoberfläche (0,063 s) sehr kleine, fein verteilte Blasen auf der Probenoberfläche, welche innerhalb der folgenden Millisekunden deutlich anwachsen. Nach 200 ms sind unregelmäßige blasenartige Gebilde mit einer stark variierenden Größe von bis zu mehreren Millimetern erkennbar. Nach 1,0 s haben sich besonders im oberen Bereich des Abschreckbeckens Blasen im Abschreckmedium abgesetzt. Vergleichend ist in Abbildung 42 (unten) eine beispielhafte Bilderserie der Abschreckung in einem ionischen Flüssigkeit /Wasser-Gemisch ohne Kohlenstoffdioxid-Beladung dargestellt. Zu Beginn der Abschreckung (0,085 s) ist ein beidseitiges Aufbrechen des eingetragenen Luftfilms erkennbar. Im oberen dargestellten Probenbereich ist bis ca. 0,1 s ein partieller Film auf der Probenoberfläche zu sehen, während im unteren dargestellten Probenbereich Blasen auf der Probenoberfläche vorliegen. Der Film ist nach 0,13 s verschwunden und es sind teilweise formlose Blasengebilde mit einer zunehmenden Größe von bis zu einigen Millimetern erkennbar. Nach 0,2 s sind die Blasengebilde nochmals auf Größen von bis über 10 mm angewachsen. Nach 1,0 s sind Blasen in naher Probenumgebung im Abschreckmedium vorhanden, wodurch keine optische Abgrenzung zwischen Probe und Abschreckmedium mehr möglich ist.

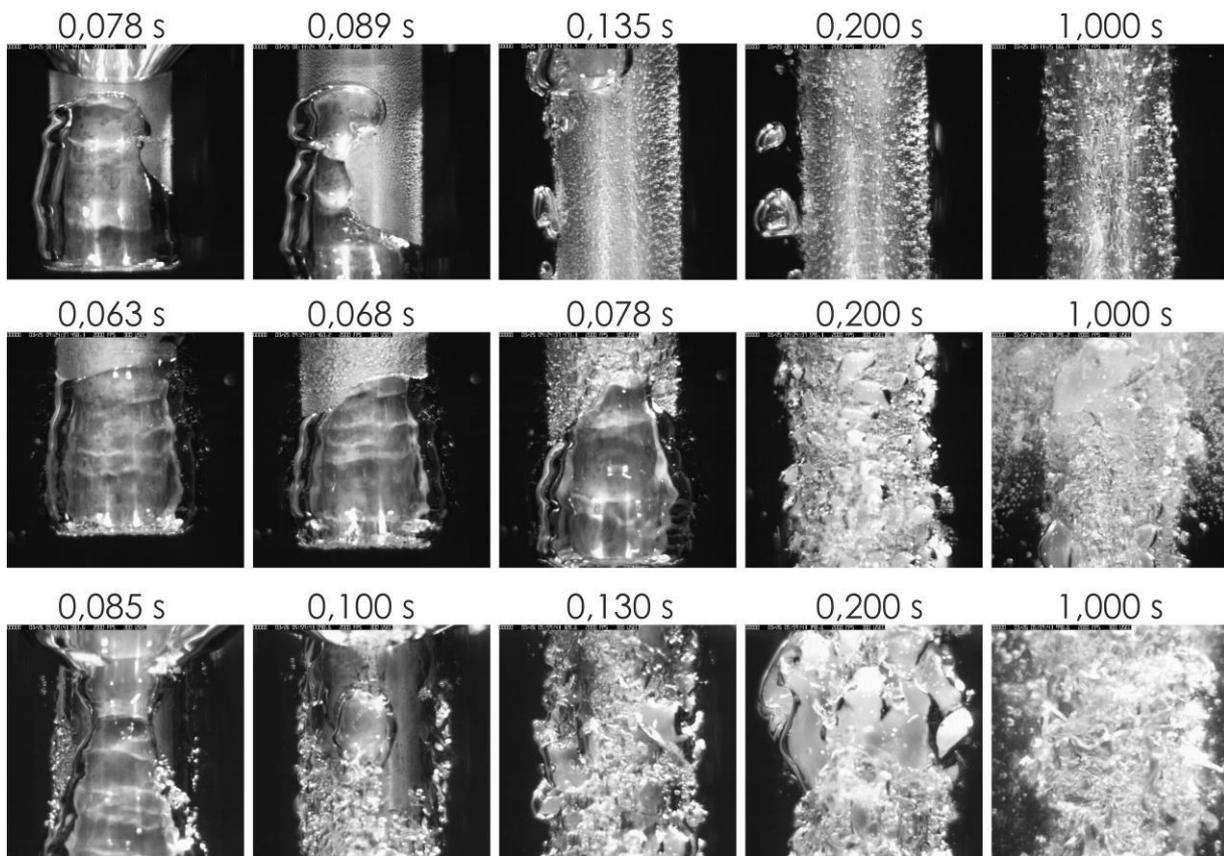


Abbildung 42: Hochgeschwindigkeitsaufnahmen eines Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][NTf₂] mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur ohne aktivierte Badumwälzung. Oben: kein Kohlenstoffdioxid, < 0,1 Ma.-% Wasser; Mitte: mit Kohlenstoffdioxid, < 0,1 Ma.-% Wasser; unten: kein Kohlenstoffdioxid, 2,0 Ma.-% Wasser.

4.2 Abgeschreckte Aluminiumlegierungen

4.2.1 Härte

Aushärtbare Aluminiumlegierungen besitzen kritische Abkühlraten, welche nötig sind, um einen möglichst vollständig übersättigten Mischkristall nach dem Abschrecken zu erhalten. Nur dann sind bei anschließender Auslagerung maximale Festigkeiten möglich. Um zu untersuchen, ob das Abschrecken in ionischen Flüssigkeiten zum Erreichen hoher Festigkeiten schnell genug ist, wurden drei unterschiedliche aushärtbare Aluminiumlegierungen in [EMIm][EtSO₄] und zum Vergleich in Leitungswasser abgeschreckt.

Die Probengeometrie der Aluminiumlegierungen AlSi1MgMn und AlZn8MgCu waren Zylinder mit einem Durchmesser von 29,5 mm und einer Länge von 120 mm. Die Proben der Legierung AlCu6Mn waren Platten mit den Abmaßen 80 mm x 55 mm mit einer Dicke von 8 mm. Alle Proben wurden durch eine Bohrung (Ø 1,2 mm) mit einem Thermoelement Typ K (Ø 1,0 mm) nahe der Probenmitte ausgestattet. Die Aluminiumlegierungen wurden in 15 l [EMIm][EtSO₄] bzw. 15 l Leitungswasser mit jeweils

30 °C Ausgangsbadtemperatur abgeschreckt. Der Wassergehalt der Ionischen Flüssigkeit lag bei 2,5 -2,9 Ma.-%. Die Wärmebehandlung an insgesamt sechs Proben wurde folgendermaßen durchgeführt:

- AlSi1MgMn: 540 °C, 30 min / Abschrecken / Raumtemperatur, 20 min / 180 °C, 4 h
- AlZn8MgCu: 470 °C, 30 min / Abschrecken / Raumtemperatur, 20 min / 120 °C, 24 h
- AlCu6Mn: 535 °C, 60 min / Abschrecken / Raumtemperatur, 20 min / 210 °C, 4 h

Die nach dem Auslagern erzielten Härten im Zustand T6 sind in Tabelle 12 dargestellt. Es wurden zusätzlich die erzielten mittleren Kühlraten im Probenkern bis zu einer Temperatur von 200 °C und die aus der Literatur bekannten kritischen Kühlraten für die vollständige Ausscheidungsunterdrückung während des Abschreckens angegeben. Es ist zu erkennen, dass die erreichten Kühlraten bei der Legierung AlCu6Mn aufgrund der geringen Plattendicke am höchsten sind. Bei den beiden anderen Legierungen weist AlSi1MgMn nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit eine höhere und nach Abschreckung in Wasser, aufgrund von höherer Eintauchtemperatur verursachten intensiven Filmsiedens, eine geringere Kühlrate als AlZn8MgCu auf. Die ermittelten Kühlraten befinden sich bei AlSi1MgMn und AlCu6Mn im Bereich der kritischen Kühlraten. Bei AlZn8MgCu liegen die ermittelten Kühlraten unterhalb der kritischen Kühlrate dieser Legierung. Die erreichten Härtewerte sind bei den Legierungen AlSi1MgMn und AlCu6Mn unabhängig vom Abschreckverfahren.

Bei der Legierung AlZn8MgCu liegt die erreichte Härte nach Abschreckung in Wasser bei ca. 207 HV1 und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit etwa 5 % niedriger bei ca. 197 HV1. In allen Fällen konnten normgerecht hohe Härten erzielt werden.

Tabelle 12: Härte im Zustand T6 vergleichend zwischen Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Wasser.

Werkstoff		AlSi1MgMn		AlZn8MgCu		AlCu6Mn	
		IL	Wasser	IL	Wasser	IL	Wasser
Härte (T6) in HV1		124 ± 2	117 ± 1	197 ± 2	207 ± 1	132 ± 2	131 ± 1
Härte (T6) in HV10 nach Norm		100 ¹⁰		180 ¹¹		110 ¹²	
mittlere Kühlrate im Kern bis 200 °C in K/s	Proben für Härteprüfung	23	49*	14	71	39	110
	vergleichbare Abschreckungen	18 – 23	49 – 82	10 – 18	71 – 78	31 – 39	110 – 117
kritische Kühlrate in K/s		17 – 133 [109]		ca. 300 [110]		20 – 60 [111]	

*intensives Filmsieden aufgetreten

4.2.2 Oberflächenveränderung

Während des Abschreckens sollte möglichst keine schädliche Veränderung der Oberfläche des Bauteils auftreten. Bei der Abschreckung in Ionischen Flüssigkeiten wird dies mit Hilfe von REM-Aufnahmen der Probenoberfläche untersucht. Dafür wurden Proben der Legierungen AlSi1MgMn (Zylinder: Ø 29,5 mm x 120 mm; 540 °C), AlZn8MgCu (Zylinder: Ø 29,5 mm x 120 mm; 470 °C) und AlCu6Mn (Platten: 80 x 55 x 8 mm³; 535 °C) in den Ionischen Flüssigkeiten [EMIm][NTf₂] und [EMIm][EtSO₄] wiederholt abgeschreckt. Es wurden je Legierung und Ionischer Flüssigkeit 20 Abschreckungen an derselben Probe durchgeführt. Dies ist nicht praxisüblich, wurde aber so durchgeführt, um mögliche Oberflächenveränderungen zu verstärken. Nach unterschiedlicher Anzahl von Abschreckungen wurden REM-Aufnahmen eines vorher festgelegten Bereiches auf der jeweiligen Probenoberfläche vorgenommen. Aufgrund der Verwendung von insgesamt drei verschiedenen Mikroskopen kann es zu Unterschieden in der Bildhelligkeit und den Kontrasten kommen. Eine detaillierte Übersicht, welche Aufnahmen an welchem Mikroskop entstanden, ist in Tabelle 13 dargestellt.

¹⁰ Härte von EN AW-6082 nach DIN EN 755-2:2008-06 Tabelle 47/ Umwertung ISO 18265 – 100 HV10 – F.5 – HB

¹¹ Härte von EN AW-7049A nach DIN EN 755-2:2008-06 Tabelle 56/ Umwertung ISO 18265 – 180 HV10 – F.5 – HB

¹² Härte von AL-P2219-T6 nach DIN EN 4100/ Umwertung ISO 18265 – 110 HV10 – F.5 – HB

Zur besseren Übersichtlichkeit wurden bei den folgenden Oberflächenaufnahmen neben dem jeweiligen Ausgangszustand und einmaliger Wasserabschreckung die einmaligen und 20fachen Abschreckungen in beiden Ionischen Flüssigkeiten abgebildet.

Tabelle 13: Übersicht zum Einsatz der Rasterelektronenmikroskope zu verschiedenen Versuchszeitpunkten. Die Zahlen im unteren Tabellenabschnitt kennzeichnen die Anzahl durchgeführter Abschreckungen zum Zeitpunkt der Aufnahme.

<i>Legierung</i>	<i>Abschreckmedium</i>	<i>ZEISS SUPRA 25 (10 kV Beschl. Spannung)</i>	<i>FEI QUANTA FEG 250 (3 kV bzw. 5 kV Beschl. Spannung)</i>	<i>ZEISS DSM 960 A (10 kV Beschl. Spannung)</i>
EN AW-XXXX	Ausgangszustand	6082	2219, 7049A	-
	Leitungswasser	-	6082, 2219, 7049A	-
EN AW-6082	[EMIm][NTf ₂]	-	1, 2, 5	10, 20
	[EMIm][EtSO ₄]	1, 2, 5, 10, 15, 20	-	-
EN AW-2219	[EMIm][NTf ₂]	-	1, 2, 5	10, 20
	[EMIm][EtSO ₄]	-	1, 2	5, 10, 20
EN AW-7049A	[EMIm][NTf ₂]	-	1, 2, 5	10, 20
	[EMIm][EtSO ₄]	-	1, 2	5, 10, 20

4.2.2.1 Oberflächenveränderung an AlSi1MgMn

In Abbildung 43 sind Aufnahmen der Probenoberfläche von AlSi1MgMn im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in beiden ionischen Flüssigkeiten und in Leitungswasser in jeweils zwei Vergrößerungen dargestellt. In nahezu allen Aufnahmen sind vertikale Riefen von der Probenfertigung erkennbar. Im Ausgangszustand sind vereinzelt kleine Krater mit einem Durchmesser von 1 µm bis 6 µm zu sehen. Nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂] erscheint die Probenoberfläche weitgehend unverändert. Nach einmaliger Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] ist eine unebene Probenoberfläche mit vielen fein verteilten Kratern mit einem Durchmesser von überwiegend zwischen 5 µm und 6 µm, vereinzelt bis zu 10 µm erkennbar. Nach einmaliger Abschreckung in Leitungswasser sind gleichmäßig verteilte Partikel mit einem Durchmesser von ca. 1 µm bis 2 µm, vereinzelt auch über 7 µm auf der Probenoberfläche erkennbar. Hierbei handelt es sich wahrscheinlich um Kalkablagerungen.

In Abbildung 44 sind REM-Aufnahmen nach 20facher Abschreckung von Zylindern aus AlSi1MgMn in [EMIm][NTf₂] und [EMIm][EtSO₄] dargestellt. Bei der ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] ist kaum ein Unterschied zur einmaligen Abschreckung erkennbar. Nach 20facher Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] sind lokal deutliche Vertiefungen und Erhebungen mit relativ kompakter Morphologie und einer Größe von durchschnittlich 25 µm erkennbar. Diese Größe entspricht etwa dem fünffachen der Korngröße dieser Legierung im Lieferzustand.

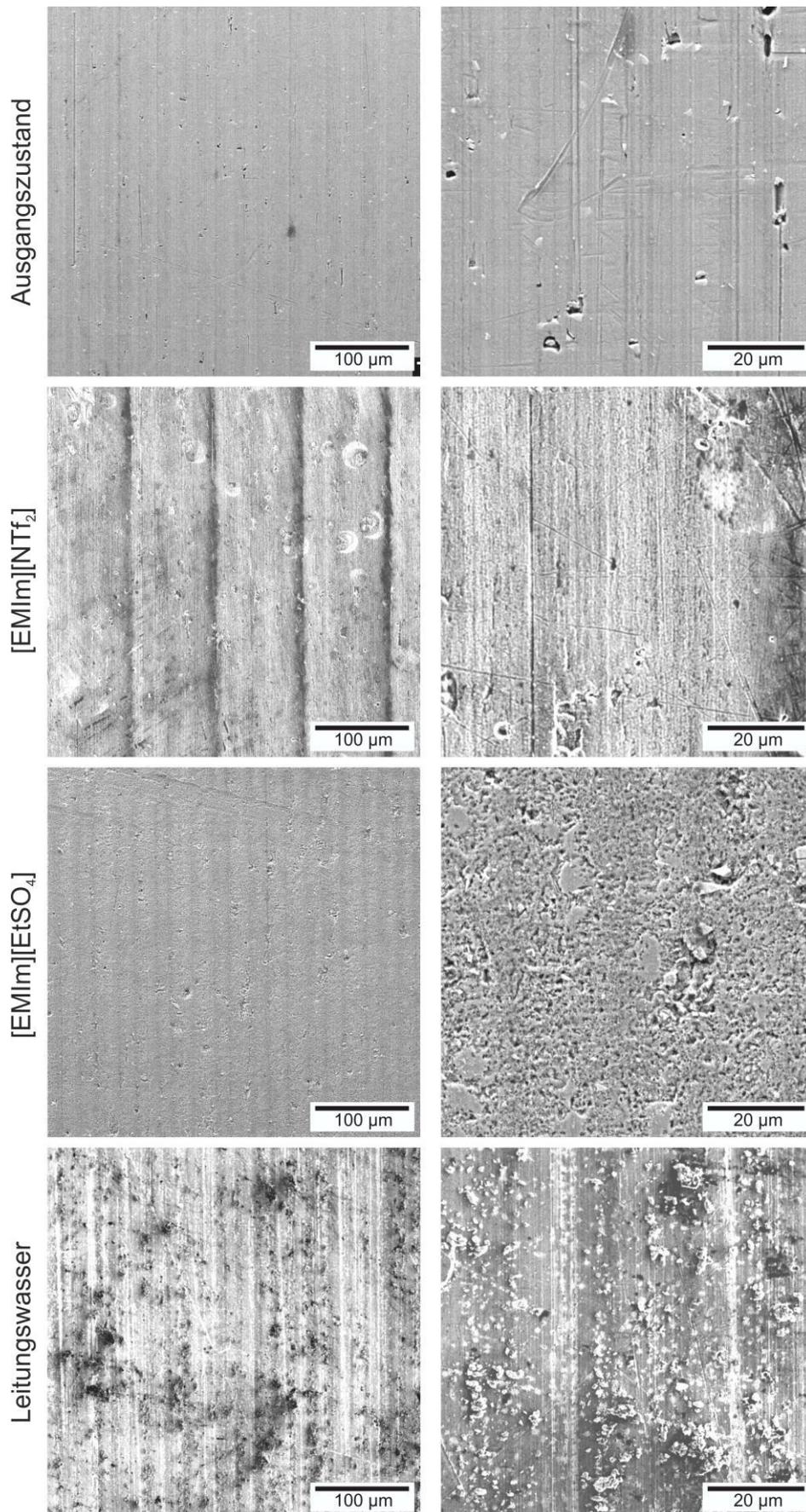


Abbildung 43: REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlSi1MgMn im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser.

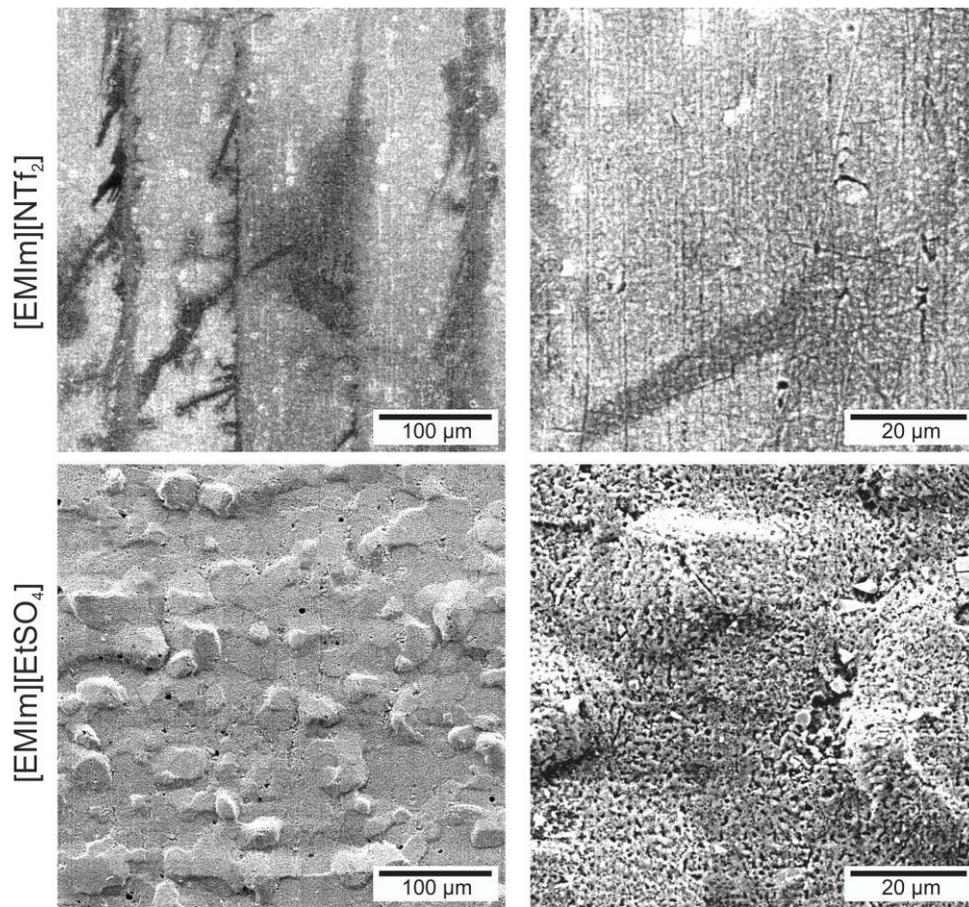


Abbildung 44: REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlSi1MgMn nach 20facher Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten.

4.2.2.2 Oberflächenveränderung an AlZn8MgCu

In Abbildung 45 sind Aufnahmen der Oberfläche von Zylindern aus AlZn8MgCu des Ausgangszustandes und nach einmaliger Abschreckung in beiden Ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser in jeweils zwei Vergrößerungen dargestellt. Im Ausgangszustand und auch bei allen weiteren Aufnahmen nach einmaliger Abschreckung sind Riefen mit überwiegend vertikaler Orientierung von der Probenfertigung erkennbar. Nach einmaliger Abschreckung in den beiden Ionischen Flüssigkeiten sind keine signifikanten Veränderungen gegenüber dem Ausgangszustand erkennbar. Nach einmaliger Abschreckung in Leitungswasser sind besonders bei der höheren Vergrößerung in der rechten Spalte gleichmäßig verteilte Partikel mit einer Größe von überwiegend 1 µm bis 2 µm zu sehen. Bei diesen Partikeln handelt es sich wahrscheinlich um Kalkablagerungen aus dem Leitungswasser.

Nach 20facher Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] ist bei der Legierung AlZn8MgCu keine Oberflächenschädigung festzustellen. Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] sind nach 20facher Abschreckung leichte Oberflächenveränderungen erkennbar.

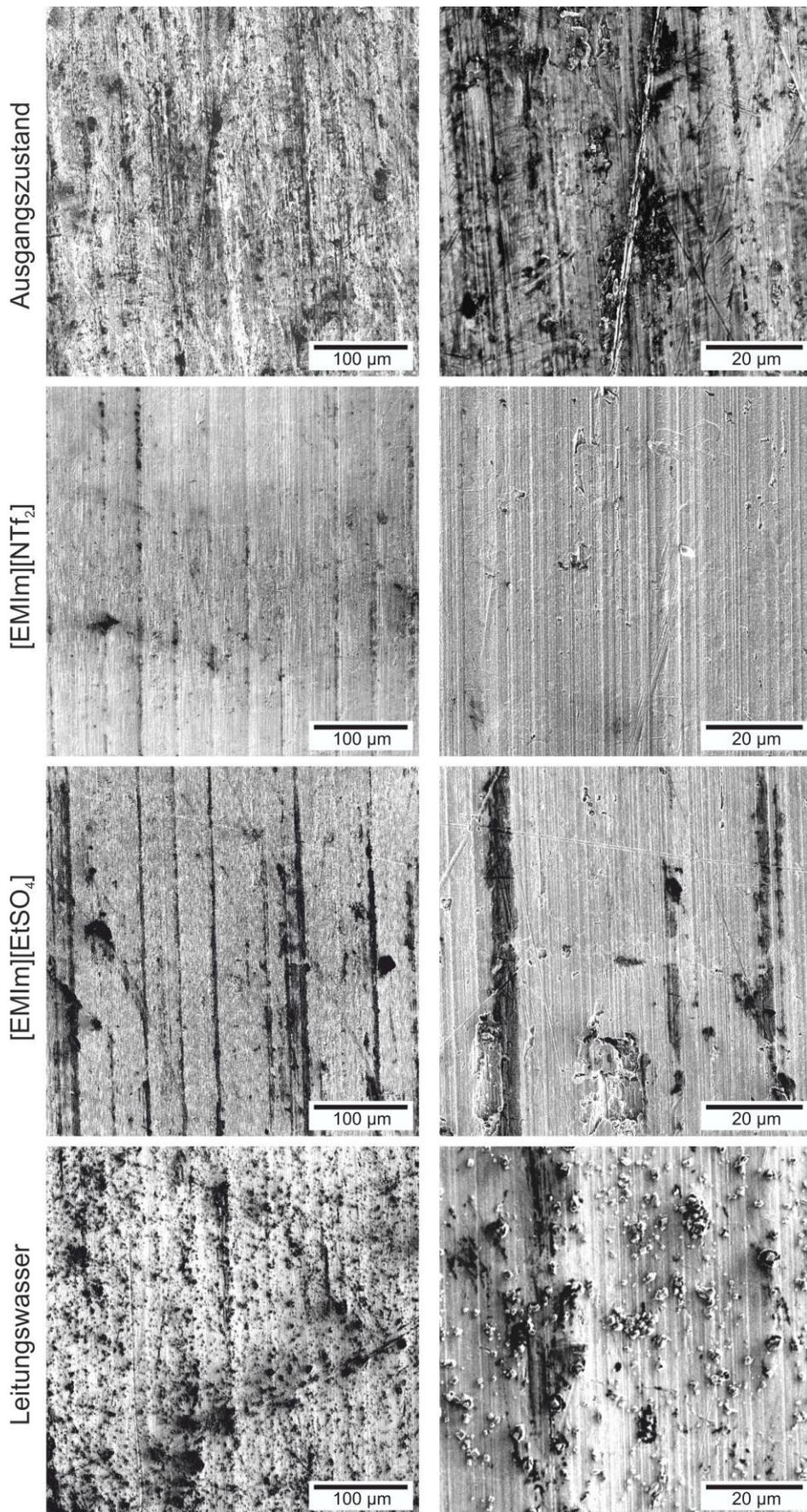


Abbildung 45: REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in zwei Ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser.

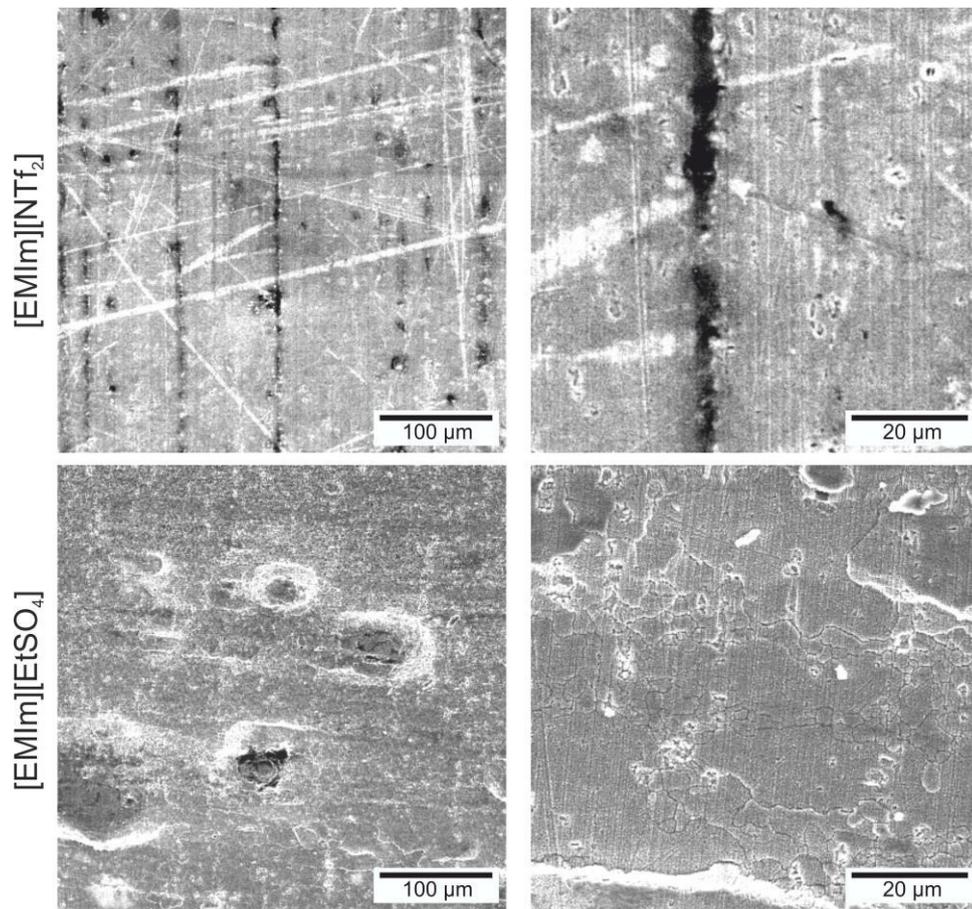


Abbildung 46: REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlZn8MgCu nach 20facher Abschreckung in zwei Ionischen Flüssigkeiten.

4.2.2.3 Oberflächenveränderung an AlCu6Mn

In Abbildung 47 sind Aufnahmen der Oberfläche von Platten aus AlCu6Mn des Ausgangszustandes und nach einmaliger Abschreckung in beiden Ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser in jeweils zwei Vergrößerungen dargestellt. Im Ausgangszustand und auch bei allen weiteren Aufnahmen sind nach einmaliger Abschreckung Riefen mit überwiegend vertikaler Orientierung aus der Probenfertigung zu sehen. Nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂] sind kaum Oberflächenveränderungen zu sehen. Nach Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] sind gleichmäßig verteilte kompakte schwarze Verfärbungen mit einer Größe von durchschnittlich 1 µm bis 2 µm zu erkennen. Nach Abschreckung in Leitungswasser sind keine signifikanten Veränderungen auf der Probenoberfläche erkennbar.

Nach 20facher Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] sind bei der Legierung AlCu6Mn einige wenige schwarze Verfärbungen mit einer Größe von 3 µm bis 5 µm festzustellen. Bei 20facher Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] treten Krater mit einer Größe von 2 µm bis 5 µm auf. Daneben sind großflächige kantige Erhebungen und Vertiefungen mit einer überwiegenden Größe von ca. 50 µm bis 80 µm zu sehen. Diese Größe entspricht dem zwei- bis dreifachen der mittleren Korngröße im Lieferzustand.

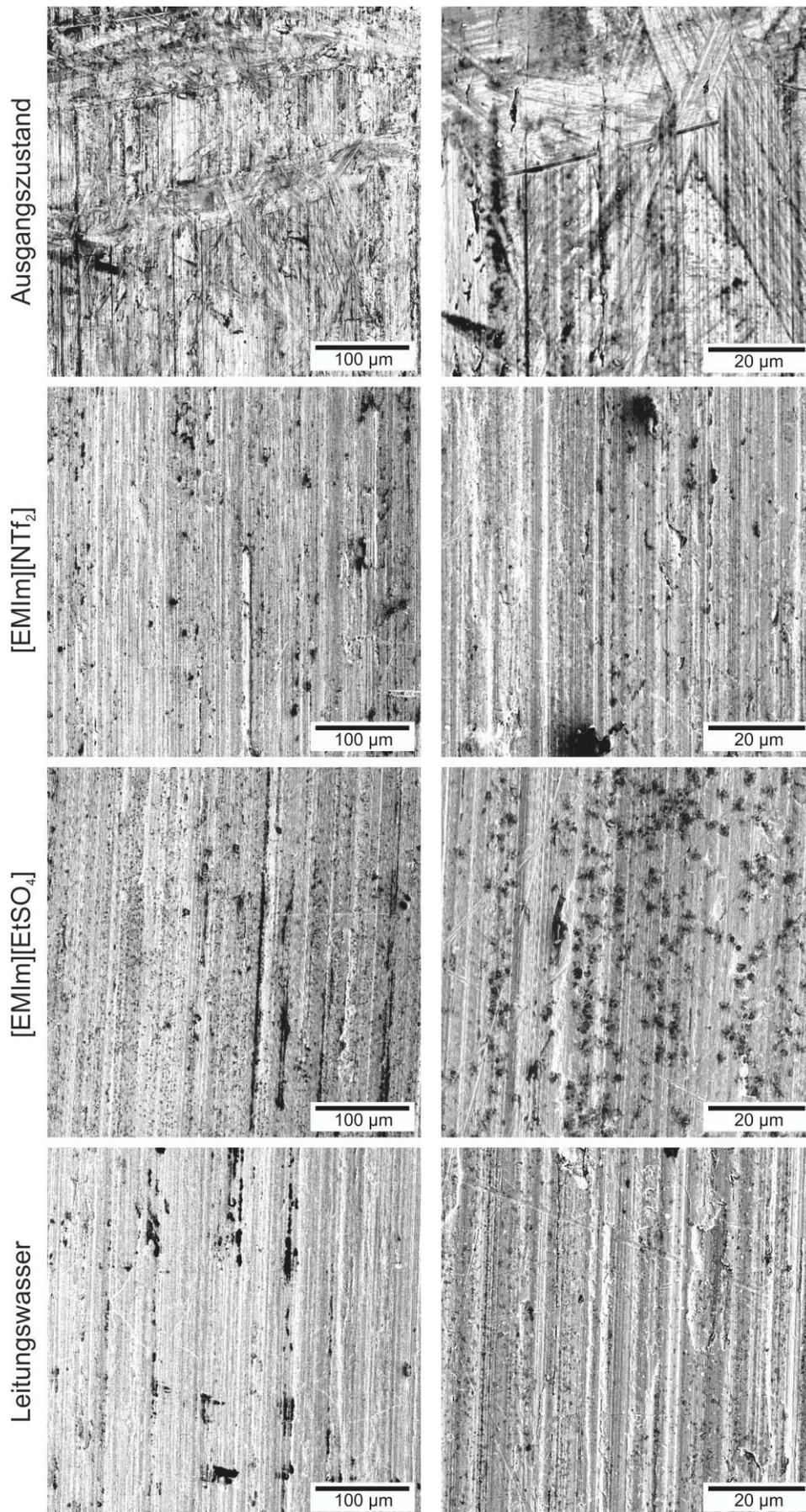


Abbildung 47: REM-Aufnahmen der Oberfläche an Platten aus AlCu6Mn im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser.

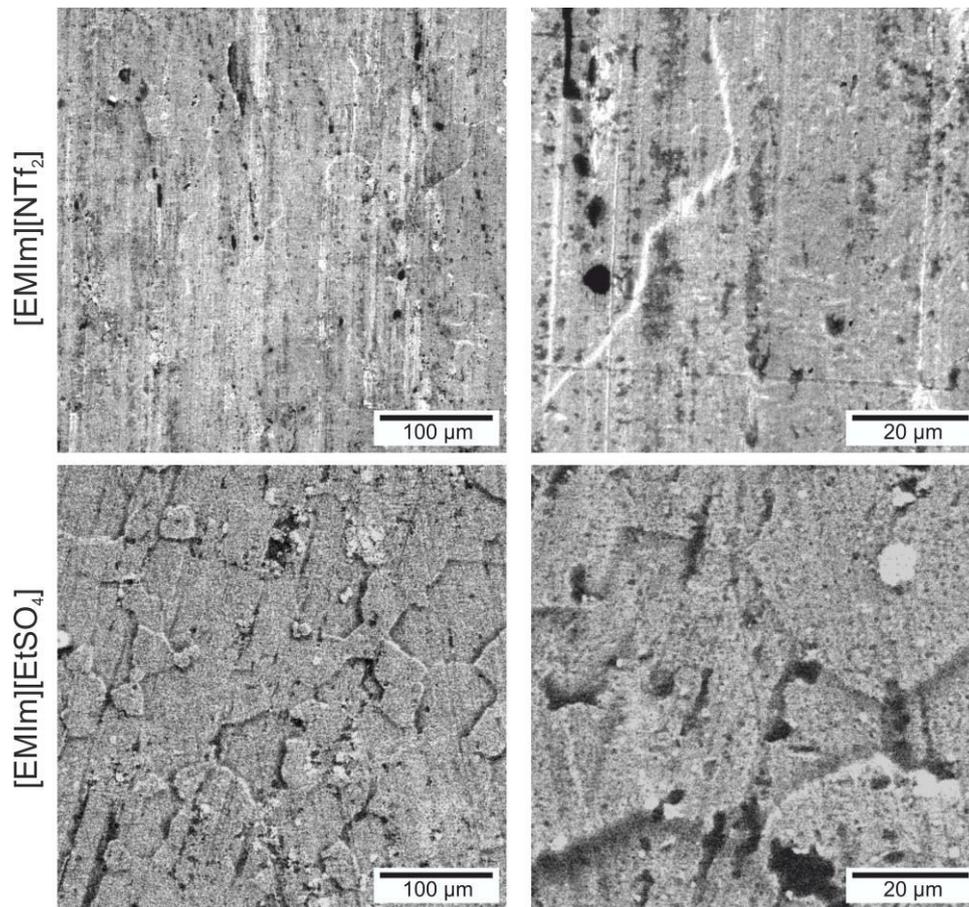


Abbildung 48: REM-Aufnahmen der Oberfläche an Platten aus AlCu6Mn nach 20facher Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten.

4.3 Verzug

Um die Gleichmäßigkeit der Abschreckwirkung von Ionischen Flüssigkeiten zu beurteilen, wurden Verzugsuntersuchungen an 120 mm langen Strangpressprofilen mit einer „T“-ähnlichen Querschnittsfläche aus der Legierung AlZn8MgCu durchgeführt. Eine derartige Probengeometrie reagiert vergleichsweise verzugsempfindlich auf eine ungleichmäßige Abschreckung. Die Bodenfläche (Abbildung 23, S. 42) aller verwendeten Proben wurde im Ausgangszustand mittels Koordinatenmessgerät vermessen. Anschließend wurden die Proben auf 470 °C erwärmt und in 15 l der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] (mit ca. 2,7 Ma.-% Wasser) und 15 l Leitungswasser mit Ausgangsbadtemperaturen von 25 °C abgeschreckt. Sämtliche folgende Ebenheitsdarstellungen sind auf eine jeweils besteingepasste Ebene bezogen.

Im Ausgangszustand liegt eine leichte relativ gleichmäßige Krümmung um die Probenlängsachse (y-Achse) vor, welche nahezu unabhängig von der Probenhöhe ist (Abbildung 49). Nach der Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit ist eine sehr ähnliche Verkrümmung erkennbar, welche aber etwas ungleichmäßiger über der Probenhöhe (y-Richtung) verläuft (Abbildung 50). Nach Abschreckung in Leitungswasser ist der Verzug deutlich ungleichmäßiger (Abbildung 51). Es ist erkennbar, dass sich besonders die obere linke und untere rechte Ecke der vermessenen Fläche relativ stark in die Bildebene hinein biegen.

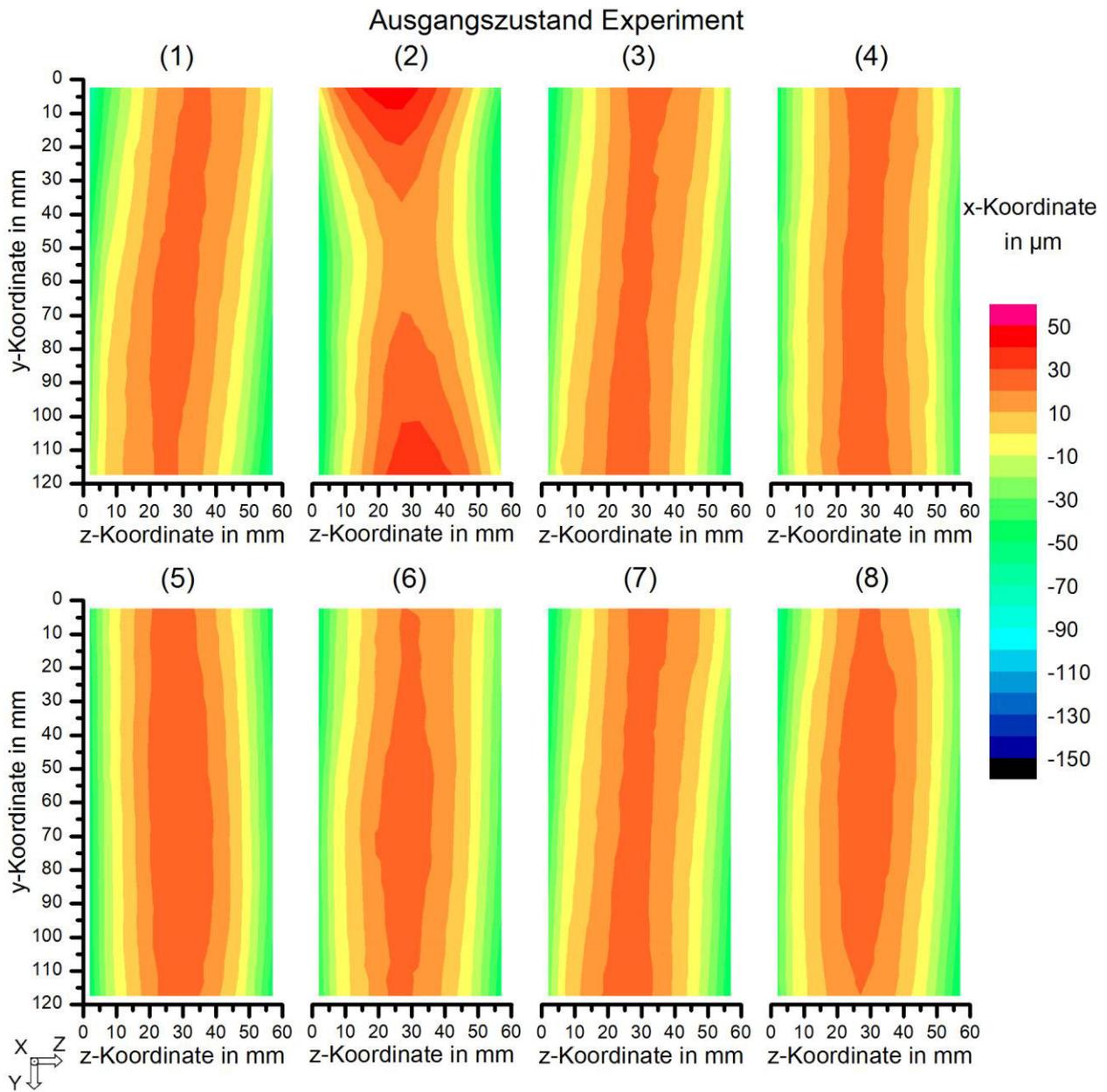


Abbildung 49: Verformung der Bodenfläche der Verzugprofile im Ausgangszustand.

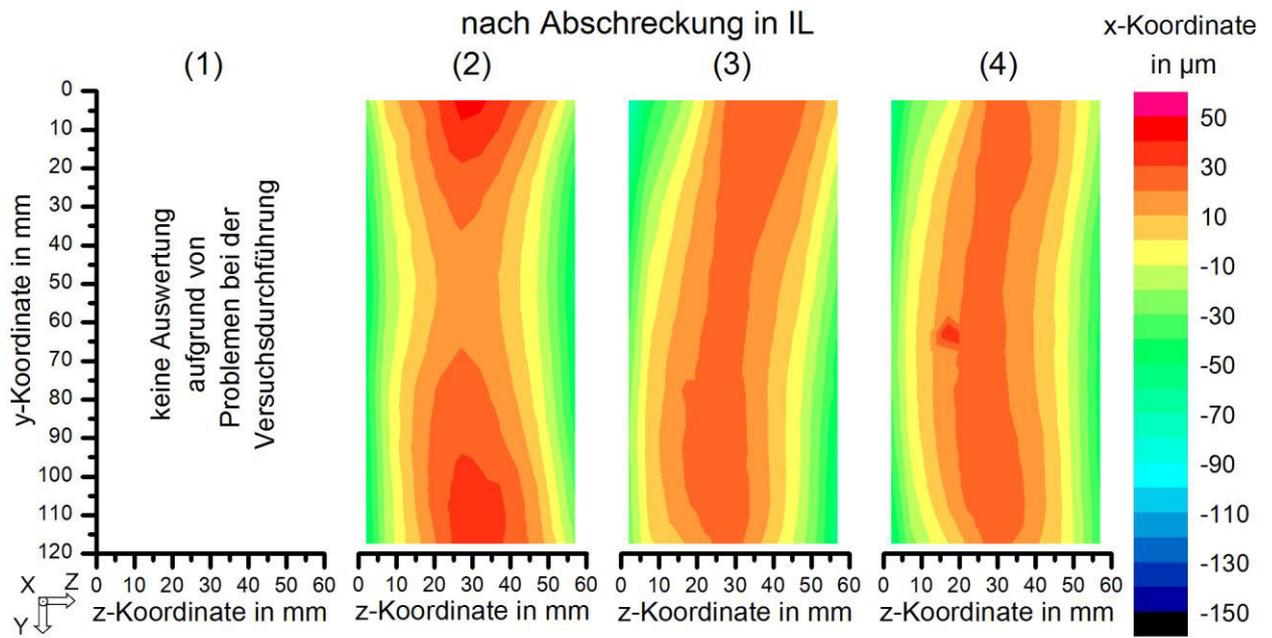


Abbildung 50: Verformung der Bodenfläche der Verzugsprofile nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit.

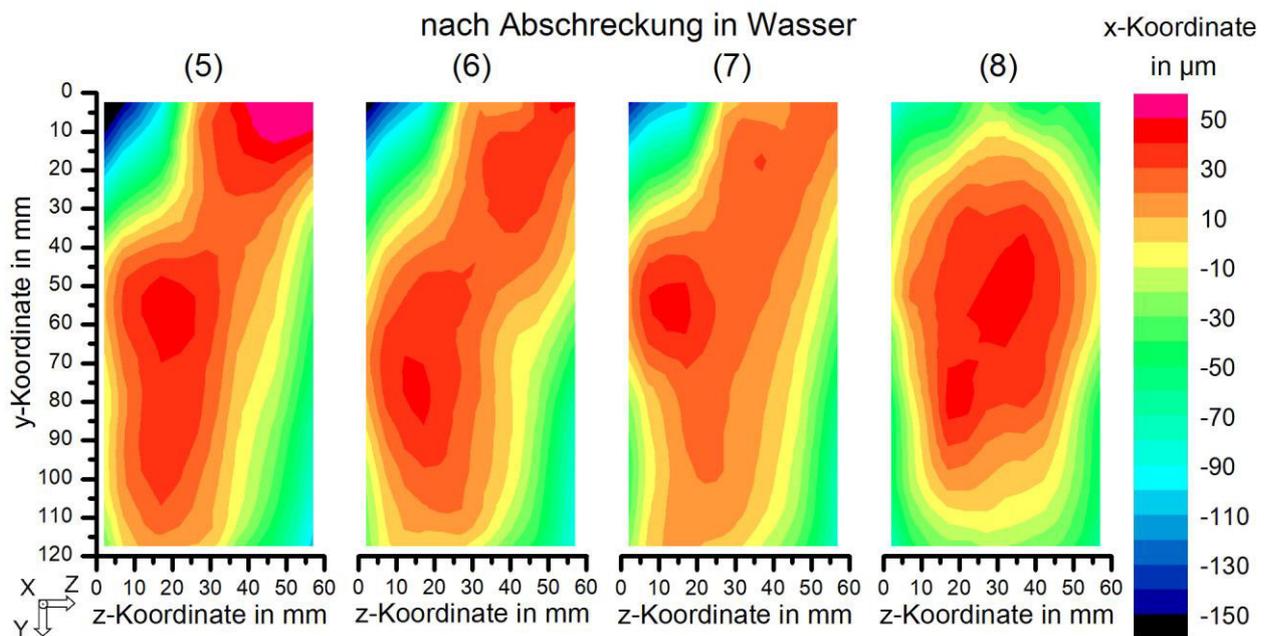


Abbildung 51: Verformung der Bodenfläche der Verzugsprofile nach Abschreckung in Leitungswasser.

Zusätzlich erfolgte an den abgeschreckten Profilen die Vermessung einer Seitenfläche. Darüber hinaus wurde die gleiche Fläche an vier nicht wärmebehandelten Proben vermessen, um den Ausgangszustand darzustellen und mit den abgeschreckten Proben vergleichen zu können. Im Ausgangszustand ist eine minimale Verkrümmung um die Y-

Achse erkennbar (Abbildung 52). Nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit ist neben einer leichten Zunahme der Verkrümmung um die Y-Achse eine weitere leichte Verkrümmung um die x-Achse zu sehen (Abbildung 53).

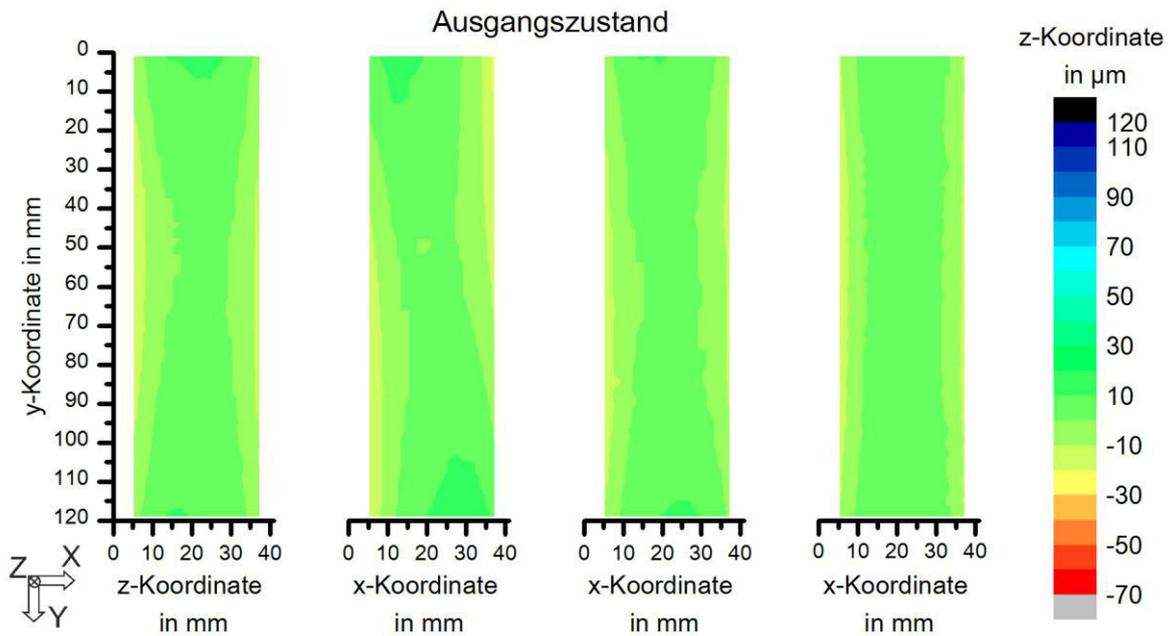


Abbildung 52: Verformung der Seitenfläche von Verzugsprofilen im Ausgangszustand.

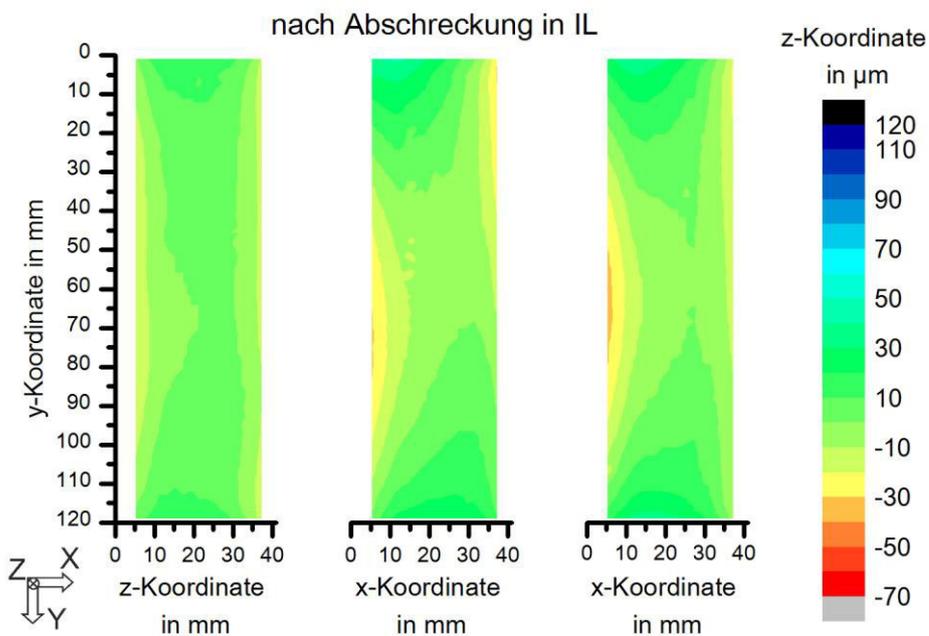


Abbildung 53: Verformung der Seitenfläche von Verzugsprofilen nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit.

Nach Abschreckung in Wasser treten beide Verkrümmungen verstärkt auf, wobei die Verkrümmung um die x-Achse dominiert (Abbildung 54). Die oberen und unteren Enden der Seitenfläche biegen sich dabei in die Bildebene hinein.

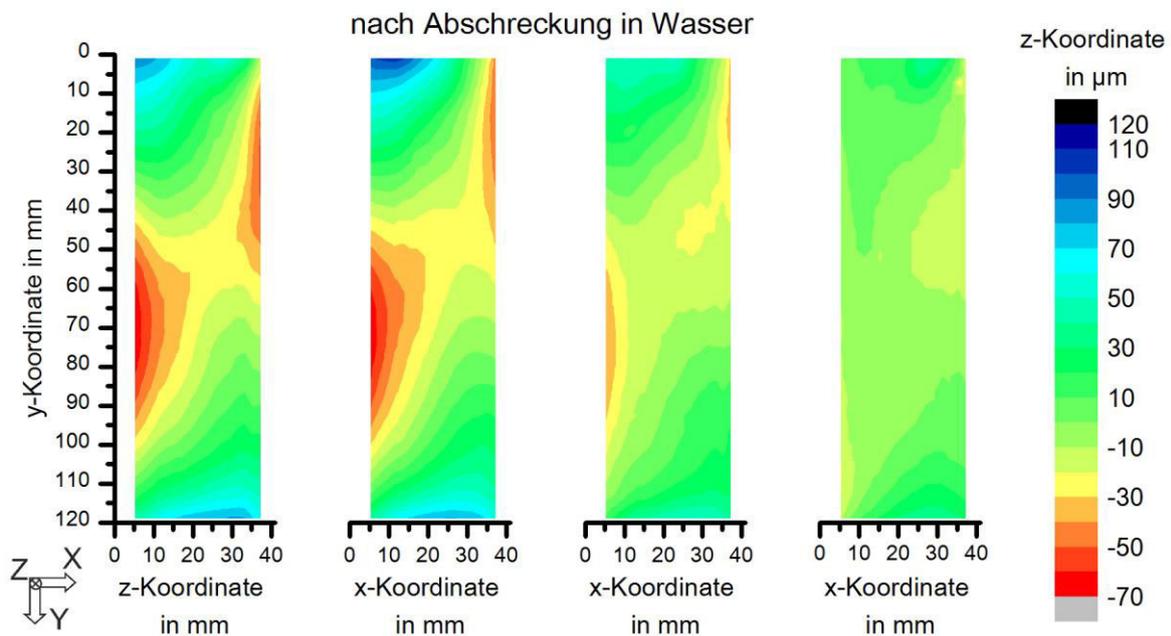


Abbildung 54: Verformung der Seitenfläche von Verzugsprofilen nach Abschreckung in Leitungswasser.

Um einen quantitativen Einfluss der Abschreckmedien auf den Verzug zu ermitteln, wurden die Ebenheiten der vermessenen Flächen bestimmt (Abbildung 55). Bei der Bodenfläche beträgt die mittlere Ebenheit im Ausgangszustand (80 ± 10) μm , nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit (94 ± 1) μm und nach Abschreckung in Wasser (167 ± 31) μm . Bei der vermessenen Seitenfläche beträgt die mittlere Ebenheit im Ausgangszustand (30 ± 5) μm , nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit (66 ± 24) μm und nach Abschreckung in Leitungswasser (129 ± 55) μm . Die Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit führt also zu deutlich geringeren Formänderungen.

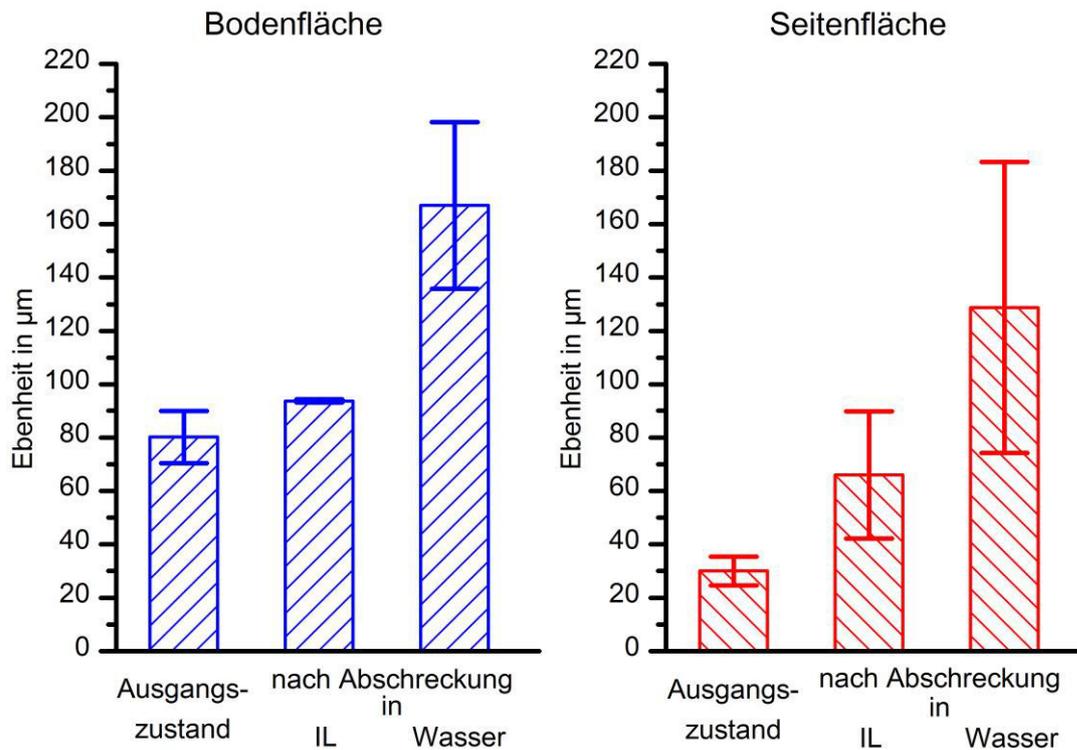


Abbildung 55: Experimentelle Ebenheiten der Bodenfläche (links) und der Seitenfläche (rechts) des Profils aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser mit Mittelwert und Standardabweichung [112].

5 Ergebnisse an Stählen

Aufgrund der vielversprechenden Ergebnisse an Aluminiumproben wurden Abschreckversuche mit verschiedenen Stählen durchgeführt, um die prinzipielle Anwendbarkeit und eventuelle Grenzen von ionischen Flüssigkeiten als Abschreckmedien zu untersuchen. Hierfür wurden für ionische Flüssigkeiten ausschließlich kleine Abschreckbecken mit einem Volumen von 0,9 l bis 1,1 l verwendet.

5.1 Abschreckwirkung

Um die Abschreckwirkung in ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser zu untersuchen, wurden Zylinder des Stahls X5CrNi18-10 (\varnothing 29,5 mm x 120 mm) mit einer Glühtemperatur von 850 °C verwendet. Aufgrund der vermuteten sehr starken Baderwärmung wurden ausschließlich Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C gewählt. Für die Ermittlung der Kühlraten wurden die gemessenen Temperatur-Zeit-Verläufe (Messrate 50 Hz) mit einem gleitenden Durchschnitt von sechs Werten geglättet und anschließend differenziert. In Tabelle 14 ist eine Übersicht der durchgeführten Abschreckversuche dargestellt.

In Abbildung 56 sind die Kühlkurven und Wärmeübergangskoeffizienten nach unterschiedlicher Anzahl von Stahlabschreckungen in der ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] zu sehen. Es ist keine Ausprägung eines Filmsiedens erkennbar. Zwischen der ersten und dritten Abschreckung ist eine geringfügige Verringerung der Abschreckleistung ab einer Temperatur von ca. 500 °C erkennbar. Die Kühlkurven und Wärmeübergangskoeffizienten der dritten und sechsten Abschreckung sind nahezu identisch. Es scheint keine signifikante Alterung der ionischen Flüssigkeit in Bezug auf die Abschreckwirkung bei wiederholten Stahlabschreckungen aufzutreten.

Bei einer Stahlabschreckung in 0,9 l [EMIm][NTf₂] tritt eine Baderwärmung von 30 °C auf über 140 °C auf.

Tabelle 14: Versuchsübersicht zur Untersuchung der Abschreckwirkung mit Stahlzylindern.

Medium	Vol. in l	Temp. in °C	Wassergehalt in Ma.-%	Kohlenstoffdioxid-Zusatz	Badumwälzung
[EMIm][NTf ₂]	0,9	30	0,1	X	X
			0,1	X	-
			0,2	-	X
	1,0	30	7	X	-
	1,1	30	13	-	X
[EMIm][EtSO ₄]	0,9	30	0,2	-	X
			> 0,2	-	-
			0,2	X	-
			4,7	-	X
			5,6	-	X
			6,2	-	X

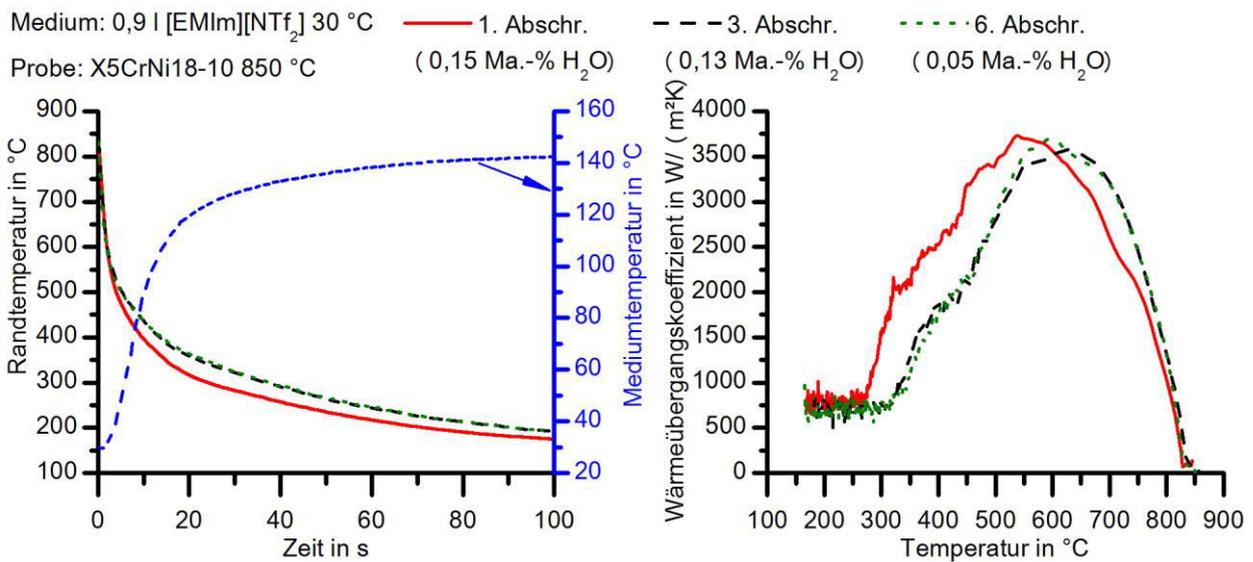
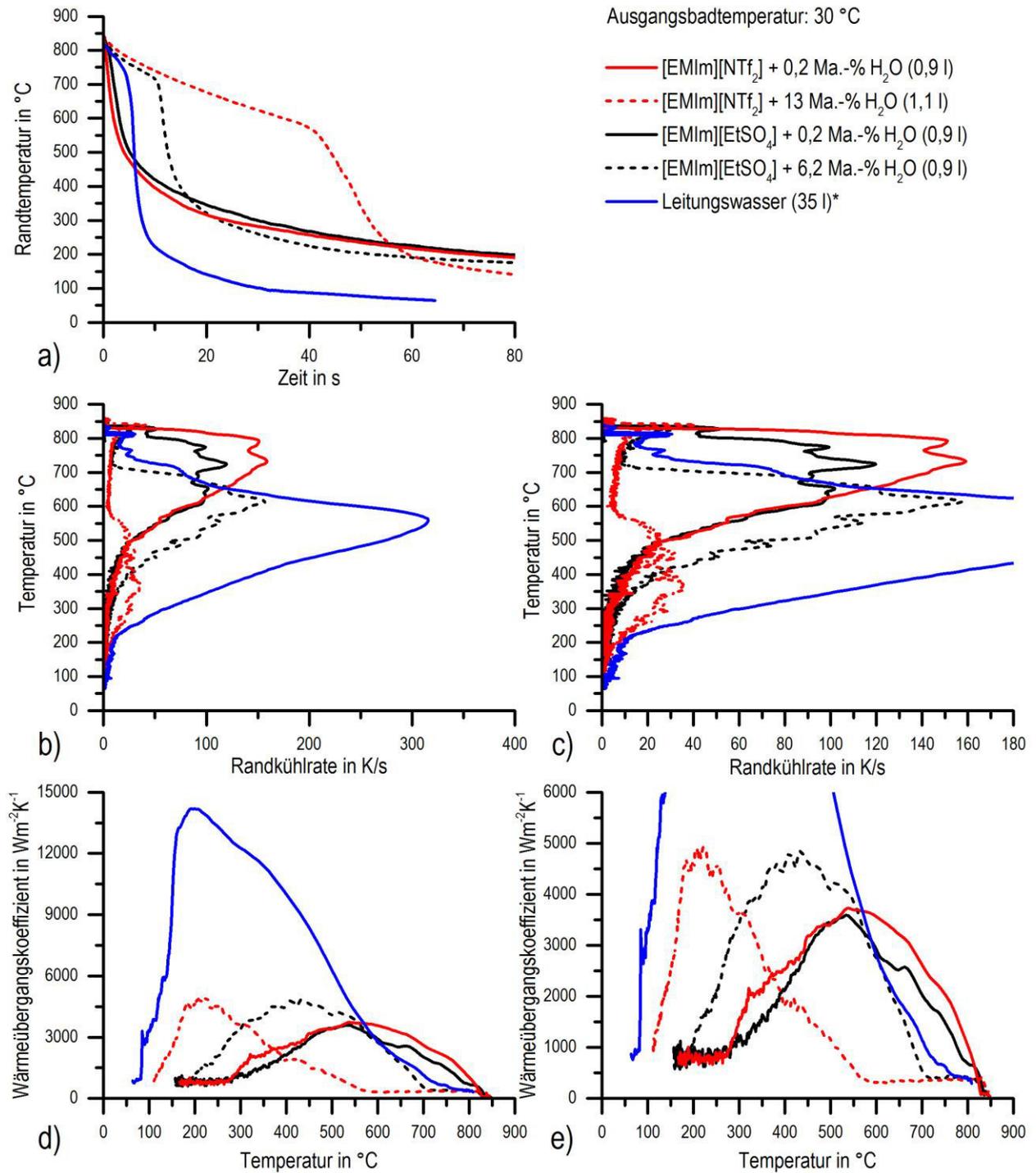


Abbildung 56: Kühlkurven mit beispielhafter Baderwärmung und Wärmeübergangskoeffizienten nach unterschiedlicher Anzahl von Stahlabschreckungen in [EMIm][NTf₂].

In Abbildung 57 ist ein Vergleich der Abschreckwirkung von reiner Ionischer Flüssigkeit, Ionische Flüssigkeit /Wasser-Gemischen und Leitungswasser dargestellt.



* Kühlkurve von Steuer [37]

Abbildung 57: (a) Kühlkurven, (b,c) Kühlratenverläufe und (d,e) Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten mit variierenden Wassergehalten und Leitungswasser bei Abschreckung von Stahlproben.

Bei Abschreckung in ionischer Flüssigkeit mit sehr geringem Wassergehalt ist keine Filmsiedephase erkennbar. Bei erhöhtem Wassergehalt weisen beide ionische Flüssigkeiten / Wassergemische ein deutliches Filmsieden zu Beginn der Abschreckung auf.

Bei [EMIm][NTf₂] mit 13 Ma.-% Wasser (Wasserschicht auf Abschreckmedium abgesetzt) besitzt die Filmsiedephase eine Dauer von 42 s und die Leidenfrosttemperatur befindet sich bei ca. 560 °C. Die Filmsiededauer beträgt bei [EMIm][EtSO₄] mit 6,2 Ma.-% Wasser 10 s und die Leidenfrosttemperatur ca. 710 °C. Vergleichend dazu tritt bei Abschreckung in 35 l Leitungswasser ein Filmsieden von ca. 5 s Dauer ein und die Leidenfrosttemperatur beträgt ca. 720 °C. Die maximalen Randkühlraten betragen bei reinem [EMIm][NTf₂] ca. 159 K/s und mit 13 Ma.-% Wasser ca. 36 K/s. Bei [EMIm][EtSO₄] sind es im reinen Zustand ca. 120 K/s und mit 6,2 Ma.-% Wasser ca. 157 K/s.

Bei reiner ionischer Flüssigkeit betragen die maximalen Wärmeübergangskoeffizienten zwischen 3600 W/(m²K) und 3700 W/(m²K). Mittels Wasserzugabe können die maximalen Wärmeübergangskoeffizienten auf bis zu 4900 W/(m²K) erhöht werden. Die Maxima werden zu tieferen Temperaturen verschoben. In Leitungswasser werden maximale Wärmeübergangskoeffizienten von ca. 14000 W/(m²K) erreicht. In Tabelle 15 ist ein Vergleich der t_{8/5}-Zeiten (also der Kühldauer zwischen 800 °C und 500 °C) im randnahen Probenbereich dargestellt. Abschreckungen in ionischen Flüssigkeiten mit geringen Wassergehalten weisen etwas geringere t_{8/5}-Zeiten als eine Abschreckung in Wasser auf.

Tabelle 15: Vergleich der erzielbaren t_{8/5}-Zeiten bei Stahlabschreckung in ionischer Flüssigkeit und Wasser.

Medium	Volumen	Wassergehalt in Ma.-%	t _{8/5} -Zeit
[EMIm][NTf ₂]	0,9 l	0,2	3,5 s
[EMIm][NTf ₂]	1,1 l	13	41 s
[EMIm][EtSO ₄]	0,9 l	0,2	4 s
[EMIm][EtSO ₄]	0,9 l	6,2	11 s
Leitungswasser	35 l	-	5 s

Die zu den Kühlkurven gehörenden Momentaufnahmen der Stahlabschreckungen sind in Abbildung 58 dargestellt. Bei der Abschreckung in reinem [EMIm][NTf₂] ist kein Filmsieden erkennbar. Die Bildung von Blasen an der Probenoberfläche reduziert sich innerhalb der ersten 10 s und es ist ab 1 s beginnend im oberen Beckenbereich eine

leichte gelbliche Verfärbung des Abschreckmediums zu sehen. Ein Wasseranteil von 13 Ma.-% in [EMIm][NTf₂] führt zu einer intensiven Trübung des Abschreckmediums, wodurch die Probe nicht bzw. erst nach mehreren 10 s schemenhaft erkennbar ist.

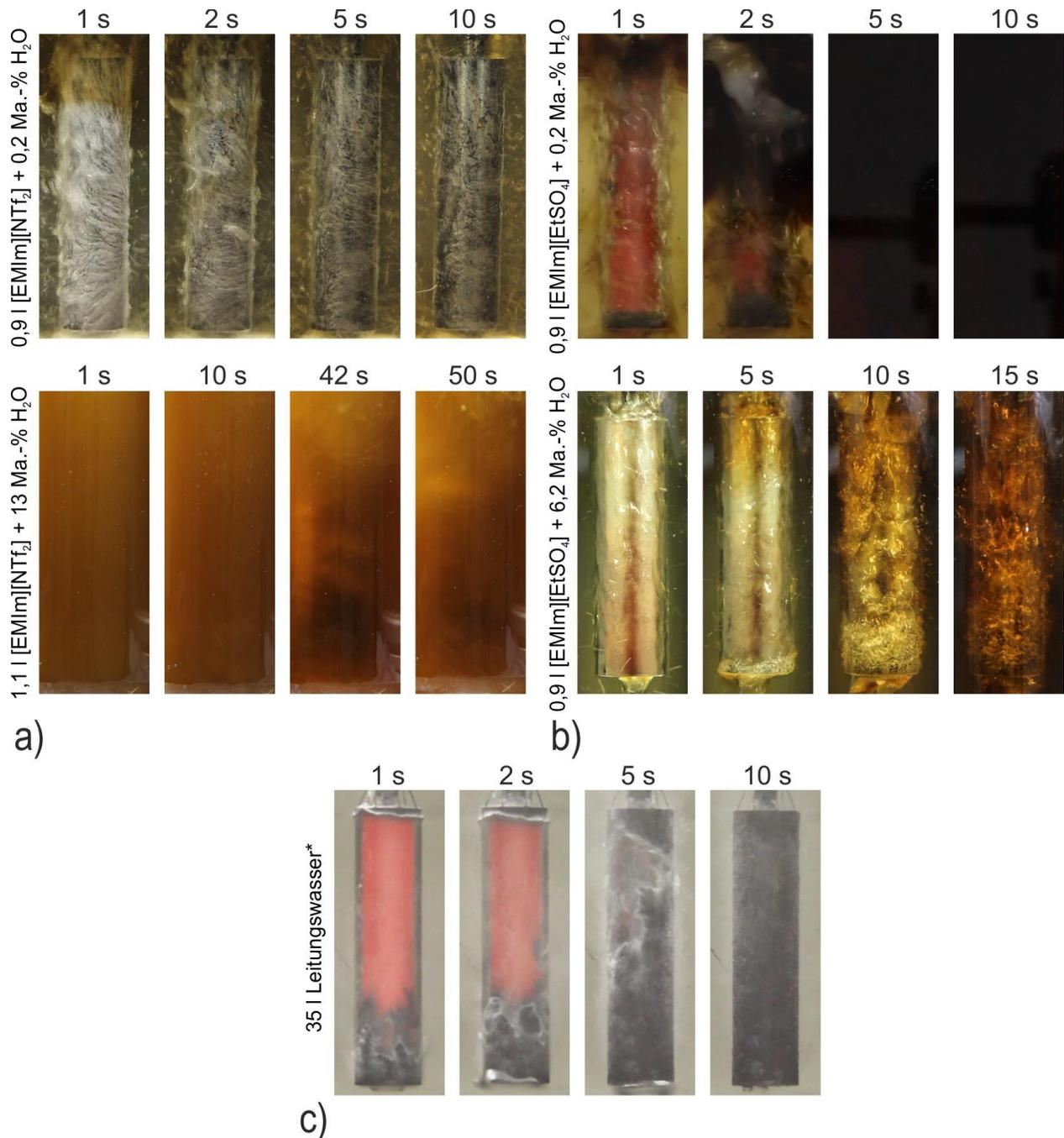


Abbildung 58: Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur und variiertem Wassergehalt in a) [EMIm][NTf₂], b) [EMIm][EtSO₄] und c) Leitungswasser (*Abschreckvideo von Steuer [113]) bei Abschreckung von Stahlproben.

In reinem [EMIm][EtSO₄] ist eine Filmsiedephase mit einer teilweise beginnenden Blasenbildung 1 s nach Beginn der Abschreckung erkennbar. Im oberen Bildbereich

findet eine Schwarzfärbung der Ionischen Flüssigkeit statt, welche nach 2 s die Hälfte der Probenlänge bedeckt. Beim noch erkennbaren unteren Teil der Probe ist kein Dampffilm mehr vorhanden. Nach etwa 3 s ist die Ionische Flüssigkeit im gesamten Abschreckbecken schwarz verfärbt und die Abschreckprobe ist nicht mehr erkennbar. Bei einem Wassergehalt von 6,2 Ma.-% in [EMIm][EtSO₄] ist 1 s nach Abschreckbeginn ein geschlossener Dampffilm um die gesamte Probe herum erkennbar. Nach ca. 5 s beginnt der Dampffilm an der unteren Probenkante aufzureißen. Gleichzeitig ist im oberen Probenbereich eine leichte bräunliche Verfärbung zu sehen. Nach 10 s ist nur noch ein kleiner Probenbereich mit einem Dampffilm bedeckt und es überwiegt Blasensieden. Aufgrund einer zunehmenden Braunfärbung der Ionischen Flüssigkeit ist die Probenkontur 15 s nach Abschreckbeginn kaum noch erkennbar. Zu diesem Zeitpunkt findet auf der Probenoberfläche ausschließlich Blasensieden statt. Bei allen Stahlabschreckungen in Ionischen Flüssigkeiten wurde eine Rauchentwicklung oberhalb des Abschreckbeckens festgestellt. Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] fand zusätzlich eine sofortige, ca. 20 s andauernde, Flammenbildung statt. Bei einer vergleichenden Abschreckung in Leitungswasser ist die Probe zu Beginn von einem geschlossenen Dampffilm umgeben. Nach 1 s sind am oberen und unteren Probenende Benetzungsfronten erkennbar, welche zur Probenmitte wandern. Nach ca. 5 s erreichen die Benetzungsfronten die Probenmitte, sodass dort ein Wechsel von Film- zu Blasensieden stattfindet. Nach einer Abschreckdauer von 10 s ist nahezu keine Blasenbildung an der Probenoberfläche mehr erkennbar.

In Abbildung 59 sind die Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen von der Abschreckung einer Stahlprobe in 0,9 l [EMIm][NTf₂] mit 0,2 Ma.-% Wasser dargestellt. Während des Eintauchvorganges zum Zeitpunkt -0,2 s besitzt die Probe eine rotglühende Oberfläche und erscheint deshalb auf der Hochgeschwindigkeitsaufnahme sehr hell. Zum Zeitpunkt des Erreichens der Endposition der Probe im Abschreckbecken bei 0,0 s ist eine intensive Gasbildung auf der gesamten Probenoberfläche erkennbar. Innerhalb der sich bildenden Gaswolken mit Größen von mehr als 10 mm befindet sich heller aufsteigender Rauch. Die Bildung dieser Gaswolken nimmt nach 0,1 s bereits deutlich ab und nach 0,5 s ist überwiegend die Bildung von Blasen mit einem Durchmesser von bis zu 5 mm an der Probenoberfläche erkennbar. Die Helligkeit der Probe nimmt innerhalb der ersten Sekunde nach Abschreckbeginn deutlich ab. Sowohl die Hochgeschwindigkeitsaufnahmen als auch die zugehörige Kühlkurve weisen keine Filmsiedephase auf.

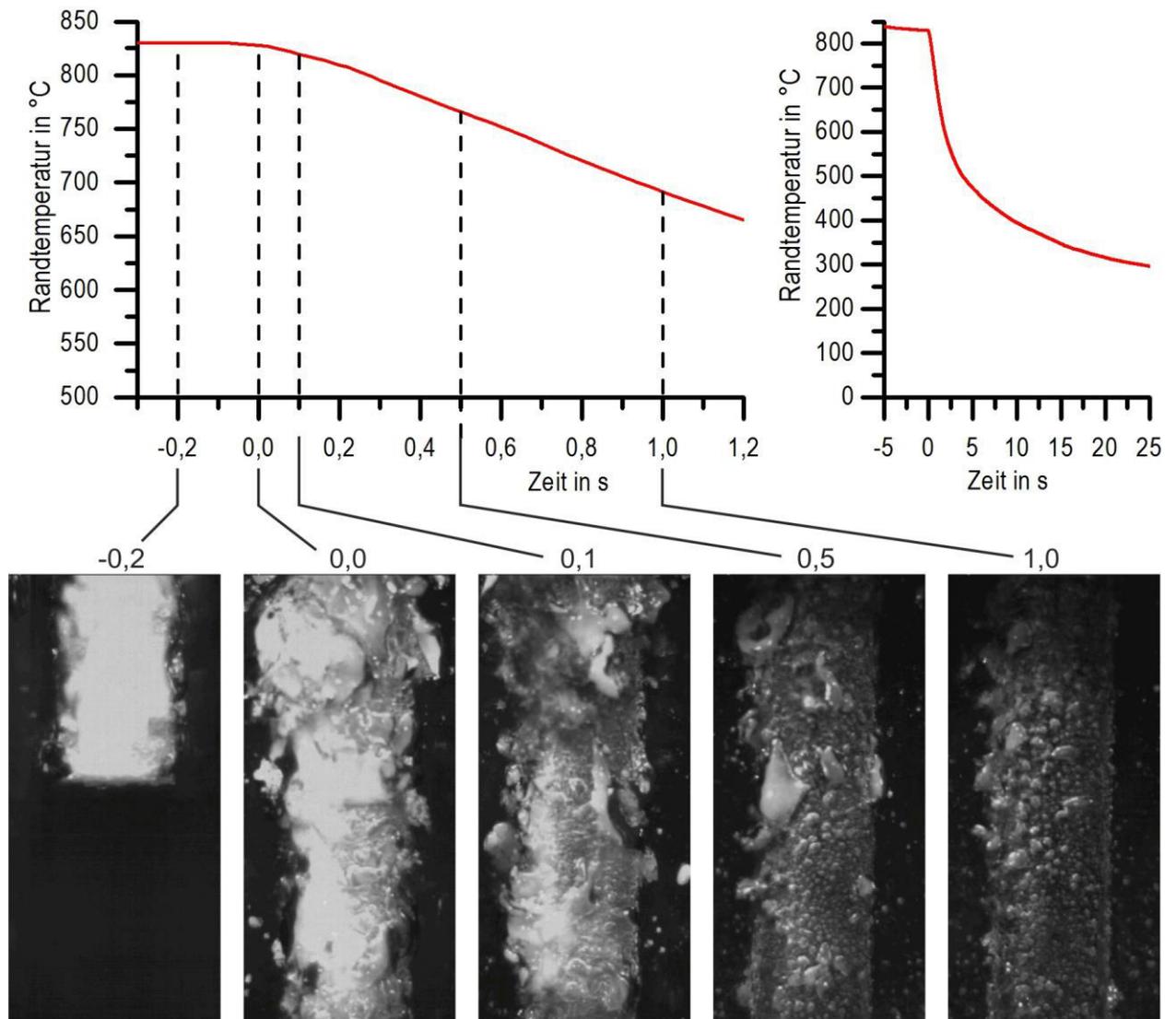


Abbildung 59: Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Stahlabschreckung in 0,9 l [EMIm][NTf₂] mit 0,2 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

5.2 Abgeschreckte Stähle

5.2.1 Härte und Gefüge

Um zu überprüfen, ob Ionische Flüssigkeiten prinzipiell für die Härtung von Stählen verwendet werden können, wurden drei Zylinder des Vergütungsstahls 42CrMo4 für 20 min bei 850 °C in Stickstoffatmosphäre geglüht und anschließend in 0,9 l [EMIm][NTf₂] mit einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C abgeschreckt. Der Wassergehalt hat sich aufgrund der Abschreckungen von 1,5 Ma.-% vor der ersten über 0,6 Ma.-% vor der zweiten bis auf 0,25 Ma.-% vor der dritten Abschreckung verringert. In Abbildung 60 sind die Härteverläufe nach Abschreckung in Abhängigkeit des Randabstandes der Zylinder dargestellt. Die Härte liegt unabhängig vom Randabstand bei allen Proben in einem Bereich zwischen 570 HV20 und 660 HV20.

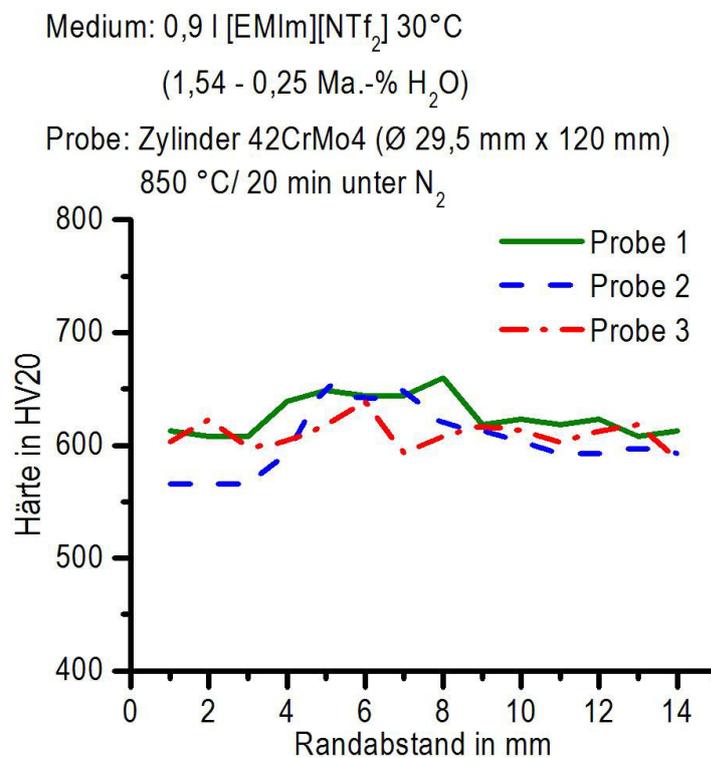


Abbildung 60: Härteverlauf vom Rand zum Kern von drei abgeschreckten Zylindern des Stahls 42CrMo4 nach Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂].

In Abbildung 61 ist das im Lichtmikroskop sichtbare Gefüge im Kern eines Zylinders (Probe 3) dargestellt. Es ist nahezu ausschließlich martensitisches Gefüge erkennbar.



Abbildung 61: Gefügebild im Kern eines Zylinders (\varnothing 29,5 mm) des Stahls 42CrMo4 nach Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] (Probe 3) (Ätzung mit Nital [92]).

5.2.2 Oberflächenveränderung

Zur Untersuchung der Oberflächenveränderung bei Stählen wurden beispielhaft Zylinder des austenitischen Stahls X5CrNi18-10 verwendet. Diese wurden bei einer Lösungsglüh-temperatur von 850 °C in 0,9 l der beiden Ionischen Flüssigkeiten [EMIm][EtSO₄] und [EMIm][NTf₂] abgeschreckt. Alle Proben wurden mittels REM und EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie) untersucht. Um eine XPS-Untersuchung¹³ zu ermöglichen, wurden gesondert Proben in einem speziellen Probenhalter (Abbildung 22, S. 41) (beides aus X5CrNi18-10) der gleichen Wärmebehandlung unterzogen.

¹³ Die gesamte Auswertung aller XPS-Analysen erfolgte durch Herrn Dr. Mehner (Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen)

5.2.2.1 Oberflächenveränderung in [EMIm][NTf₂]

Eine einmalige Abschreckung des Stahls X5CrNi18-10 in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] führt bei hohem Wassergehalt (ca. 13 Ma.-% mit abgesetzter Wasserschicht auf Abschreckmedium) zu einer leichten (Abbildung 62 b) und bei geringem Wassergehalt (0,15 Ma.-%) zu einer starken Verfärbung von einem Teilbereich der Probenoberfläche (Abbildung 62 c).

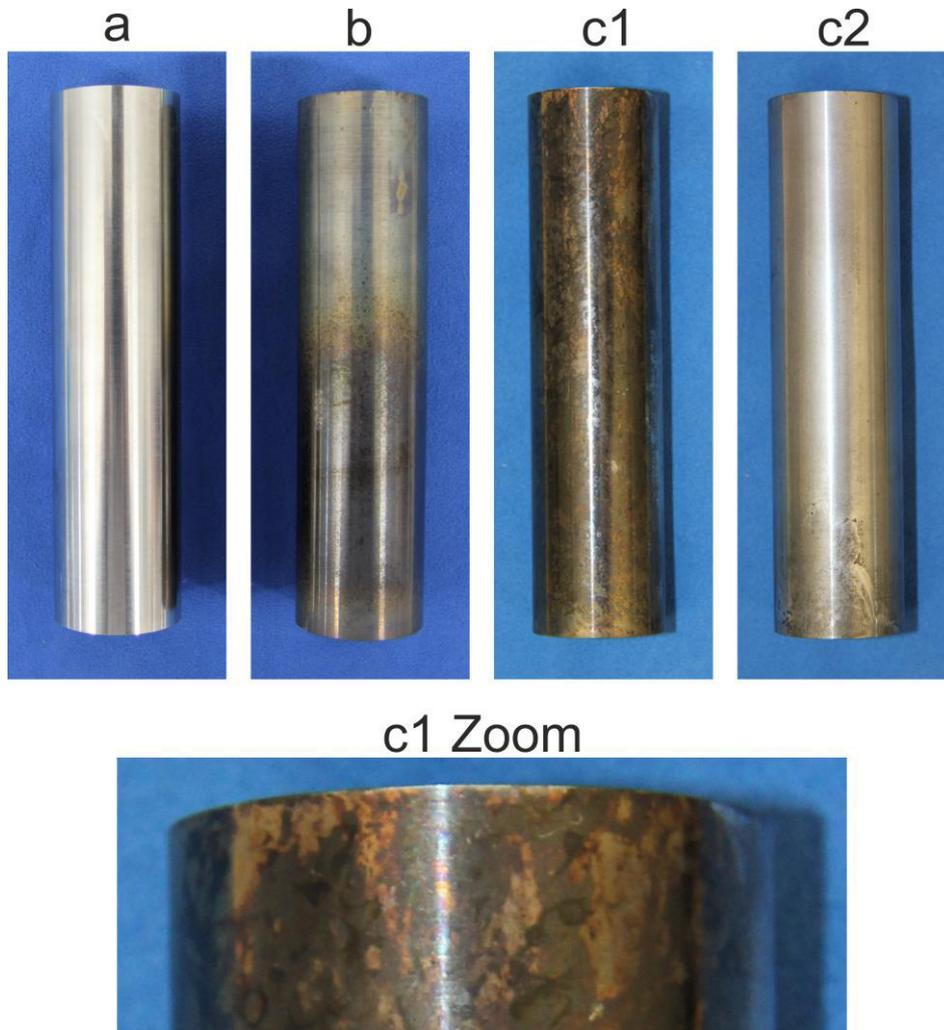


Abbildung 62: Probenoberfläche eines Zylinders (Länge 120 mm) vor und nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂]. a: Ausgangszustand b: nach Abschreckung in 1,1 l Ionischer Flüssigkeit mit ca. 13 Ma.-% Wasser c: nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit mit 0,15 Ma.-% Wasser (c1: untere Probenseite während horizontaler Lösungsglühung, c2: obere Probenseite während horizontaler Lösungsglühung).

Dabei ist anzumerken, dass die Proben liegend in einem Muffelofen bis 850 °C erwärmt und anschließend abgeschreckt wurden. Die Probenseite, welche im Ofen oben gelegen hat, wies nach der Abschreckung nur eine sehr geringe Verfärbung der Probenoberfläche auf (Abbildung 62 c2). Auf der Nahaufnahme der Probenoberfläche sind marmorierte

Bereiche mit verschiedenen Verfärbungen von nahezu schwarz bis goldbraun erkennbar (Abbildung 62 c1 Zoom). Ein metallischer Glanz der Probenoberfläche ist auch nach der Abschreckung noch erkennbar.

Vor und nach Abschreckung der Stahlzylinder in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] wurden REM-Aufnahmen der Probenoberflächen angefertigt (Abbildung 63).

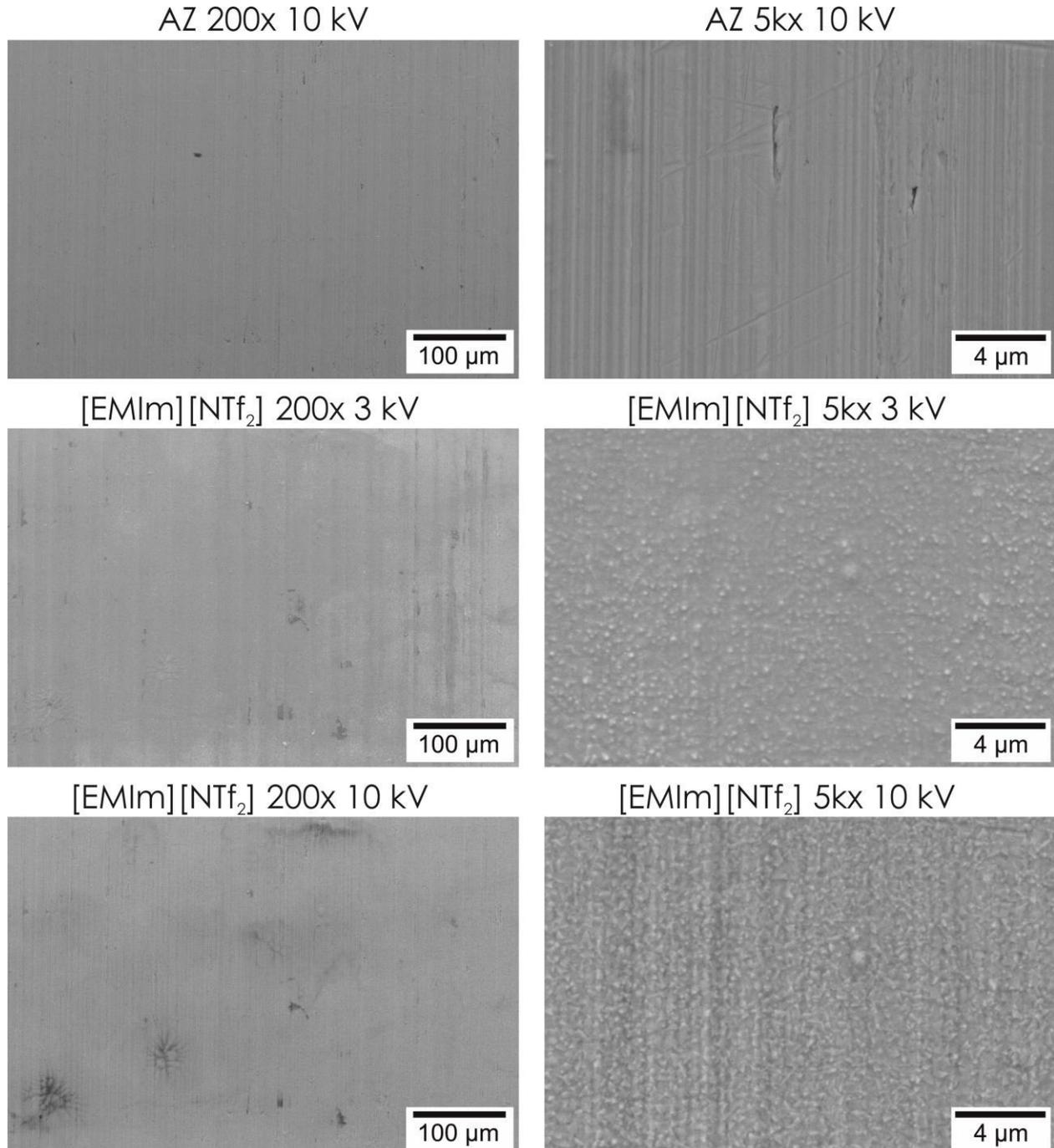


Abbildung 63: REM-Aufnahmen der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 vor und nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit unterschiedlichen Vergrößerungen und Beschleunigungsspannungen.

Vor der Abschreckung sind überwiegend vertikale Riefen von der Probenfertigung auf der Probenoberfläche erkennbar. Nach der Abschreckung sind ebenfalls vergleichbare Riefen zu sehen. Bei hoher Vergrößerung sind fein verteilt kompakte, helle Partikel erkennbar. Mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV sind deutlich mehr dieser Partikel zu sehen, welche auf dem gesamten dargestellten Bildausschnitt verteilt vorliegen.

In Abbildung 64 (oben) ist die Probenoberfläche nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit einer nochmals erhöhten Vergrößerung (10 kx) mit 3 kV Beschleunigungsspannung dargestellt. Die hellen Partikel besitzen eine Größe von durchschnittlich etwa 0,5 µm und weisen eine relativ regelmäßige Morphologie auf, welche überwiegend der eines Tetraeders ähnelt. Alle analysierten Elemente liegen gleichmäßig über der betrachteten Probenoberfläche verteilt vor (siehe Abbildung 64). Das Spektrum einer EDX-Analyse der betrachteten Fläche ist in Abbildung 65 dargestellt.

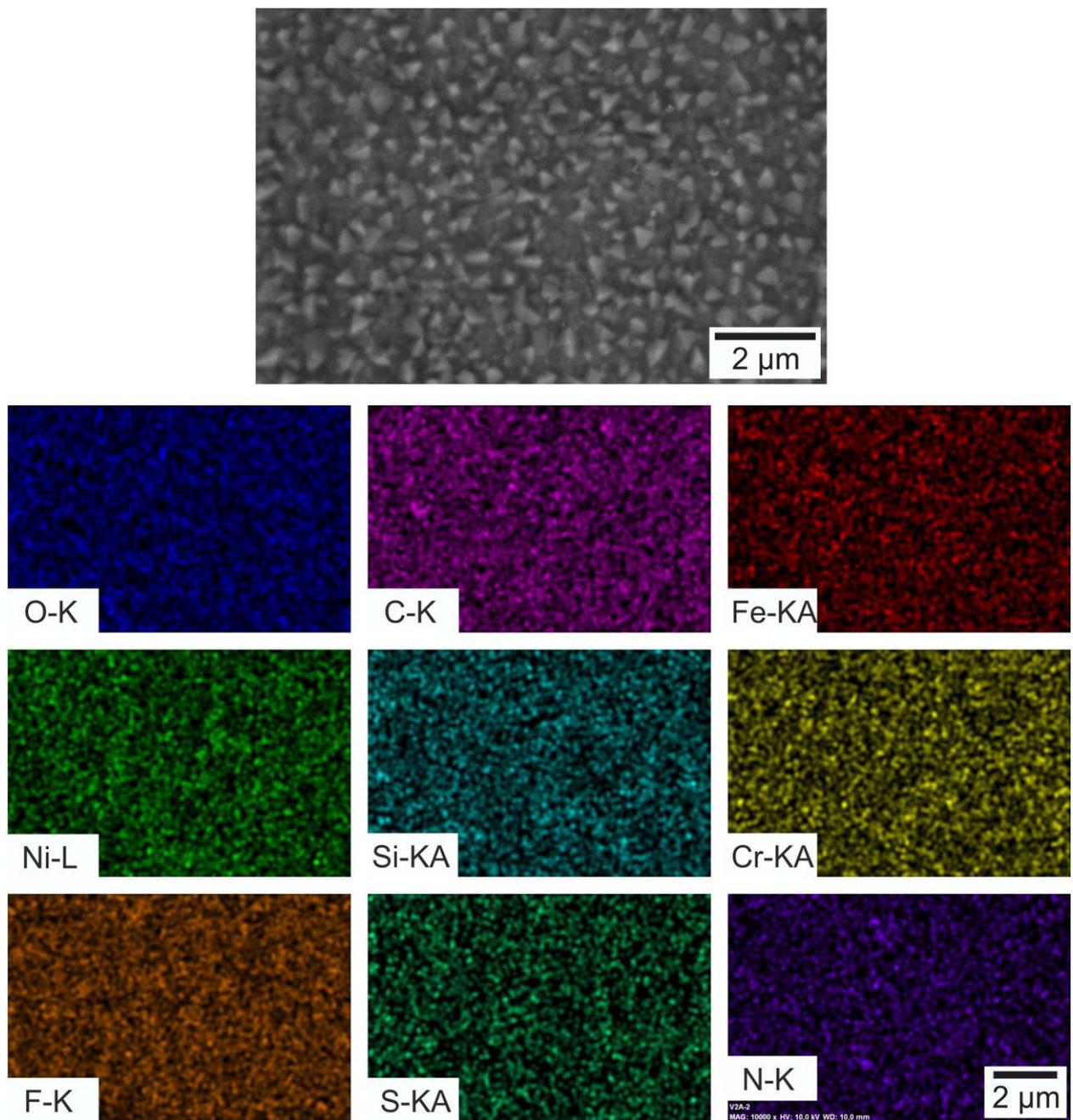


Abbildung 64: REM-Aufnahme (oben, 3 kV) und Elementverteilungen nach EDX-Analyse der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 abgeschreckt in [EMIm][NTf₂].

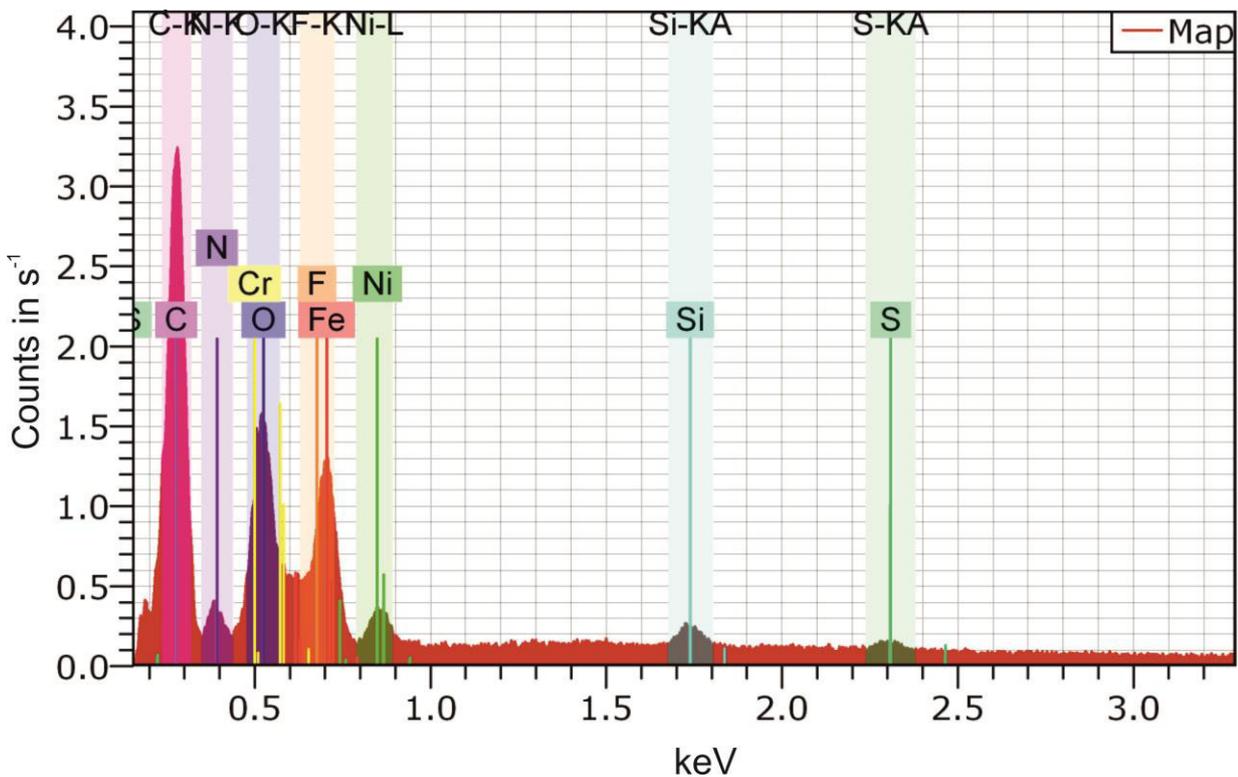


Abbildung 65: Probenoberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂]. Oben: REM-Aufnahme. Unten: EDX-Spektrum der dargestellten Fläche bei 10 kV Beschleunigungsspannung.

Die quantitative Auswertung der EDX- und XPS-Analyse ist in Tabelle 16 gegenübergestellt. Es konnten ca. 36 At.-% Kohlenstoff, 19 At.-% Stickstoff, 15,5 At.-% Eisen, 13,5 At.-% Sauerstoff und 9 At.-% Chrom detektiert werden. Darüber hinaus wurden geringe Anteile an Nickel (3 At.-%) und Fluor (1 At.-%) sowie Spuren von Silizium und Schwefel festgestellt.

Um weitere Informationen über die chemische Zusammensetzung der Oberflächenschicht zu erhalten, wurde eine XPS-Probe samt Probenhalter in [EMIm][NTf₂] abgeschreckt. In diesem Fall wurde eine geschliffene Probenoberfläche verwendet, weil auf der polierten Probenoberfläche keine fest haftenden Schichten erzeugt wurden. Die semiquantitativen Ergebnisse einer XPS-Analyse der Probenoberfläche nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂] sind ebenfalls in Tabelle 16 enthalten. Es wurde mit 76 At.-% ein überwiegender Anteil an Kohlenstoff festgestellt, welcher zur Hälfte als C-C Einfachbindung vorliegt. Der restliche Kohlenstoff liegt zu 43 At.-% als C-O bzw. C-N Bindung und zu 7 % als Carbonylgruppe vor. Das Element Sauerstoff besitzt mit 15,5 At.-% den zweithöchsten mittels XPS detektierten Anteil in der Probenoberfläche. Es befindet sich zu 46 At.-% in Hydroxidionen, zu 33 At.-% in Verbindungen wie organischen Carbonylgruppen oder Kristallwasser und zu 21 At.-% in

Eisenoxiden. Der detektierte Stickstoff besitzt einen Anteil von ca. 6 At.-% und liegt ausschließlich gebunden als Amin oder Imin vor. Der Anteil an Eisen beträgt nach XPS 1,4 At.-% und liegt in Form von Eisenoxid und Eisenhydroxid vor. Schwefel besitzt mit 1,2 At.-% den geringsten detektierten Elementanteil. Es liegt zu 61 At.-% organisch gebunden und zu 39 At.-% als Eisensulfat vor.

Tabelle 16: Chemische Zusammensetzung der Oberflächenschicht nach Abschreckung in [EMIm][NTf₂] ermittelt durch EDX und XPS.

Element	EDX	XPS	
	in At.-%	in At.-%	Bindungsanteil in At.-%
C	36,3	76,0	50,5 (C-C) 42,5 (C-O, -CN) 7,0 (-C=O)
N	19,4	5,9	65,5 (-C-NH ₂ , -C=NH) 34,5 (-C-N)
Fe	15,5	1,4	100 (Fe ₂ O ₃ , FeOOH)
O	13,5	15,5	46,0 (OH-) 32,9 (-C=O, Wasser) 21,1 (FeO, Fe ₂ O ₃)
Cr	9,6	-	
Ni	3,4	-	
F	1,1	-	
Si	0,8	-	
S	0,4	1,2	60,9 (S, C-S-O) 39,1 (Fe(SO ₄))

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die thermische Belastung der Ionischen Flüssigkeit bei der Stahlabschreckung kurzzeitig deutlich oberhalb ihrer thermischen Langzeitstabilität liegt. Dies hat auf die Abschreckwirkung zunächst keine negativen Auswirkungen, scheint aber zu verstärkten Wechselwirkungen zwischen Ionischer Flüssigkeit und der Stahloberfläche zu führen.

5.2.2.2 Oberflächenveränderung in [EMIm][EtSO₄]

Wie in Abbildung 66 erkennbar, führt eine Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] zu einer Schwarzfärbung der Probenoberfläche mit einer leichten Marmorierung unter Beibehaltung des metallischen Glanzes. Die dargestellte Probe wurde nach dem Abschrecken mehrfach in destilliertes Wasser getaucht und anschließend mit Ethanol abgespült. Diese Reinigungsmaßnahmen führten zu keiner optischen Veränderung der Probenoberfläche. Auch nach manueller Reinigung mit in Ethanol getränkten Papiertüchern war keine Änderung der Probenoberfläche erkennbar.



Abbildung 66: Probenoberfläche eines Zylinders (Länge 120 mm) vor (links) und nach (rechts) Abschreckung in [EMIm][EtSO₄].

Die Probenoberfläche wurde vor und nach der Abschreckung mittels Rasterelektronenmikroskopie untersucht. Es wurden REM-Aufnahmen mit verschiedenen Vergrößerungen und Beschleunigungsspannungen durchgeführt (Abbildung 67). Im Ausgangszustand (Abbildung 67 oben) sind überwiegend vertikale Riefen von der Probenfertigung auf der Probenoberfläche erkennbar.

Nach Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit ist auf nahezu der gesamten abgebildeten Fläche bei geringer Vergrößerung eine Deckschicht erkennbar (Abbildung 67 links mitte & unten). Bei erhöhter Vergrößerung sind zusätzlich ungleichmäßig verteilte helle Partikel auf der Probenoberfläche zu sehen.

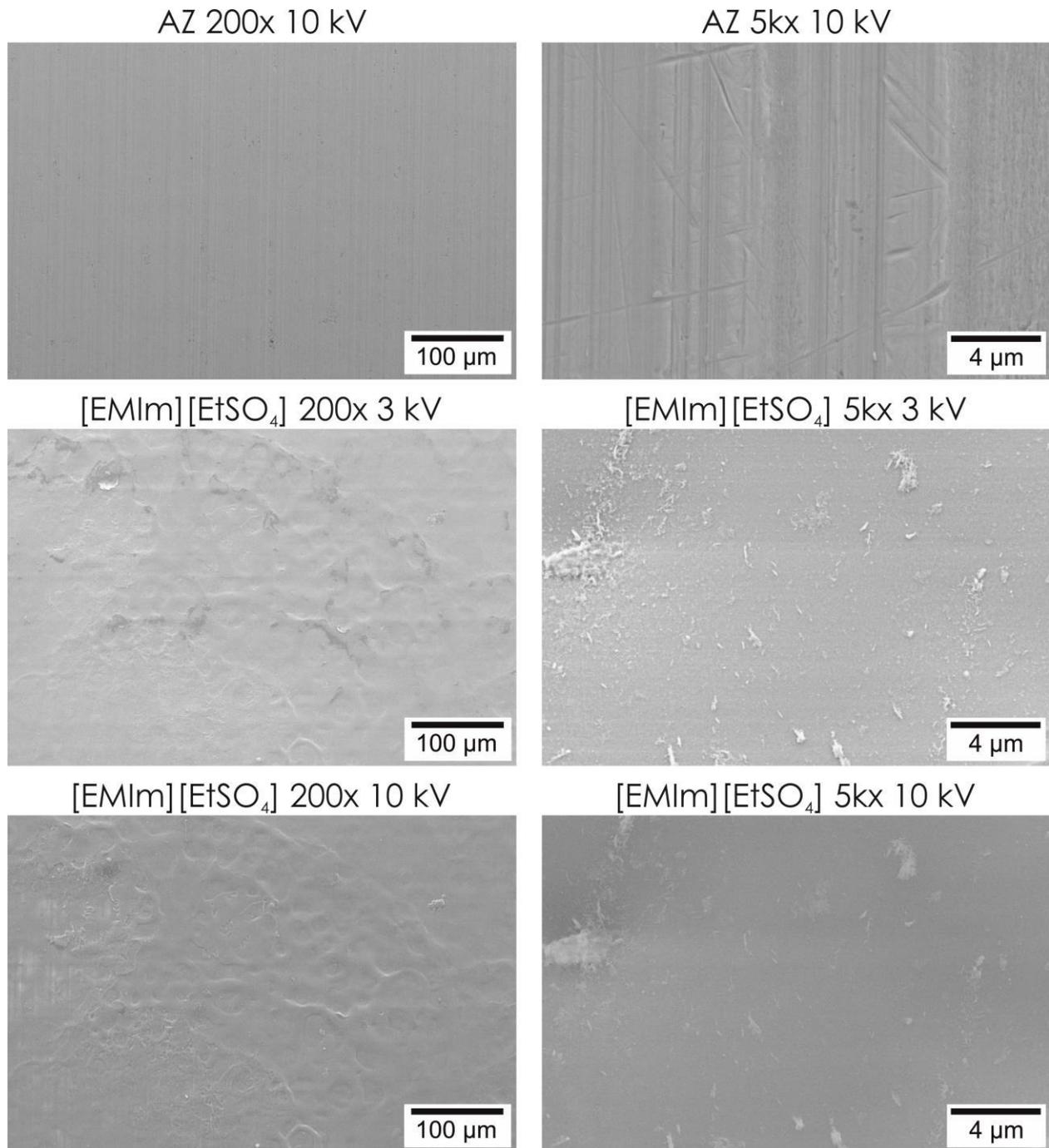


Abbildung 67: REM-Aufnahmen der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 vor (AZ) und nach Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] mit unterschiedlichen Vergrößerungen und Beschleunigungsspannungen.

Aufgrund der intensiven Verfärbung der Probenoberfläche wurde eine EDX-Untersuchung an einer ausgewählten Fläche (Mapping) durchgeführt. Es konnten die Elemente Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und Sauerstoff nachgewiesen werden, welche gleichmäßig über der untersuchten Probenoberfläche verteilt vorliegen (siehe Abbildung 68). Das Spektrum dieser Messung ist in Abbildung 69 dargestellt.

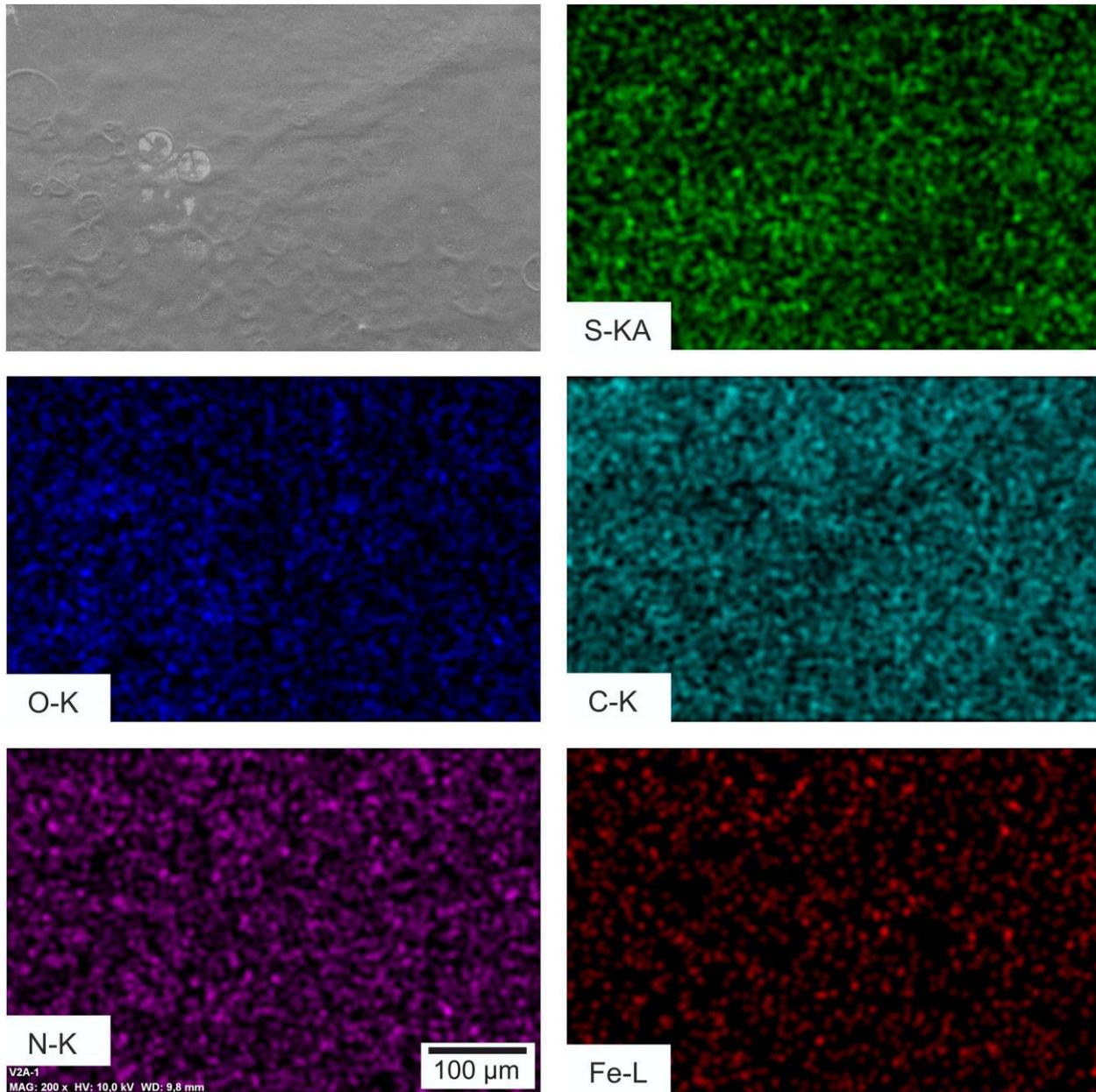


Abbildung 68: REM-Aufnahme (oben links, 3 kV) und Elementverteilungen (10 kV) nach EDX-Analyse der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 abgeschreckt in [EMIm][EtSO₄].

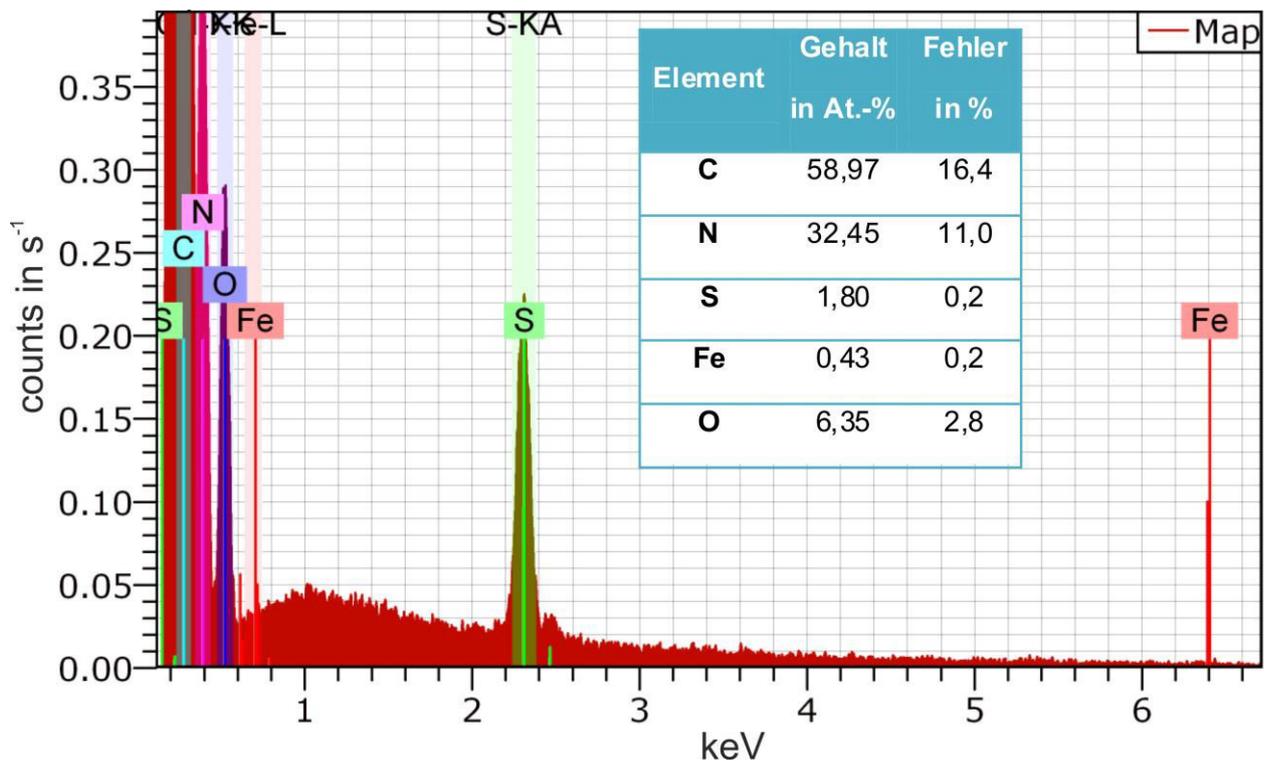


Abbildung 69: Probenoberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 nach Abschreckung in [EMIm][EtSO₄]. Oben: REM-Aufnahme. Unten: EDX-Spektrum mit quantitativer Auswertung der dargestellten Fläche bei 10 kV Beschleunigungsspannung.

Die Ergebnisse der quantitativen Analyse mittels EDX und XPS sind in Tabelle 17 dargestellt. Eisen ist lediglich als Vergleichswert für den Grundkörper mit aufgeführt. Die Elemente Kohlenstoff und Stickstoff machen zusammen mehr als 90 At.-% der analysierten Oberfläche aus. Wohingegen Sauerstoff einen Anteil von ca. 6 At.-% und Schwefel ca. 2 At.-% besitzt.

Um eine genauere Betrachtung der obersten Schicht der Probenoberfläche zu ermöglichen, wurde eine XPS-Analyse durchgeführt. Die Informationstiefe beträgt dabei ca. 10 nm. Die semiquantitative Auswertung der XPS-Analyse und die jeweiligen Bindungen, in welchen die Elemente vorliegen, sind ebenfalls in Tabelle 17 dargestellt. Kohlenstoff ist mit ca. 78 At.-% das mit Abstand am häufigsten detektierte Element. Er liegt zu ca. 73 At.-% als C-C Einfachbindung, zu 23 At.-% als C-O bzw. C-N Bindung und zu einem kleinen Anteil von ca. 3 At.-% als Carbonylgruppe vor. Die Elemente Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel sind zu ca. 12 At.-%, 6 At.-% und 3 At.-% in der Oberflächenschicht vorhanden. Mit 42 At.-% kann ein Großteil des Sauerstoffs auf Hydroxidionen zurückgeführt werden. Ein nur geringfügig kleinerer Anteil von 35 At.-% des Sauerstoffs könnte in Verbindungen wie organischen Carbonylgruppen, Sulfatgruppen oder Kristallwasser enthalten sein. Die restlichen 23 At.-% sind in Form von Eisenoxiden gebunden. Der Stickstoff liegt fast vollständig organisch gebunden als

Imin ($>C=NH$) bzw. Amin ($>C-NH_2$) vor. Schwefel kommt überwiegend organisch gebunden und als Sulfat vor. Ein sehr kleiner Anteil ist vermutlich auf Eisensulfid zurückzuführen. Der mit 1,1 At.-% geringe Anteil an detektiertem Eisen ist in Form von Eisen(III)-oxid und Eisen(III)-oxidhydroxid in der Oberflächenschicht enthalten.

Tabelle 17: Chemische Zusammensetzung der Oberflächenschicht nach Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] ermittelt durch EDX und XPS.

Element	EDX	XPS	
	in At.-%	in At.-%	Bindungsanteil in At.-%
C	59,0	78,2	73 (C-C) 23 (C-O, -CN) 3 (-C=O)
N	32,4	6,2	70 ($>C=NH$) 30 ($>C-NH_2$)
O	6,4	11,8	42 (OH-) 35 ($>C=O$, FeSO ₄ , Wasser) 23 (FeO, Fe ₂ O ₃)
S	1,8	2,7	48 (S-C) 37 (Fe ₂ (SO ₄) ₃) 13 (C-S-O) 2 (FeS)
Fe	0,4	1,1	100 (Fe ₂ O ₃ , FeOOH)

6 Abschrecksimulation

Die Wärmebehandlungssimulation hat sich in den vergangenen Jahren zu einer anerkannten Methode für die Berechnung von Eigenspannungen und Verzug entwickelt [15] und ist somit auch für eine zielgerichtete Auswahl von Abschreckmedien geeignet. Ziel ist es, ein FE-Modell eines komplexen Aluminiumprofils zu erstellen und anschließend den Abschreckvorgang zu simulieren. Die simulativen und experimentellen Ergebnisse werden verglichen, um die Simulation zu verifizieren. Mit einem derartigen Modell lassen sich der Einfluss neuer Bauteilgeometrien oder geänderter Prozessparameter auf die späteren Bauteileigenschaften ohne aufwändige experimentelle Untersuchungen abschätzen.

6.1 Modellierung

Die thermomechanische Finite-Elemente-Simulation wurde in Anlehnung an Reich und Keßler mit Hilfe eines 3D-Modells des vollständigen Verzugsprofils durchgeführt [114]. Die für die Simulation verwendete Software war *marc mentat der Fa. MSC Software GmbH*. Dabei werden das thermische und das mechanische Modell sequentiell gekoppelt berechnet. Die temperatur- und gefügeabhängigen Fließkurven werden experimentell bestimmt und dem mechanischen Modell als Stoffwerte hinterlegt.

Für das thermische und das mechanische Modell werden folgende Stoffwerte der verwendeten Legierung AlZn8MgCu benötigt:

- thermische Leitfähigkeit
- Dichte
- spez. Wärmekapazität
- thermischer Ausdehnungskoeffizient
- Elastizitätsmodul
- Querkontraktionszahl
- Fließkurven im unterkühlten Zustand

Die thermische Leitfähigkeit und die Dichte wurden als temperaturunabhängig mit 154 W/(mK) [115] und 2,85 g/cm³ [116] angenommen.

Die spezifische Wärmekapazität der verwendeten Charge von AlZn8MgCu wurde mit Hilfe eines dynamischen Differenzkalorimeters des Typs *Pyris 1 der Fa. Perkin Elmer* über eine „Three-Step-Methode“ mit einer Kühlrate von 1 K/s bestimmt [117]. Die Ergebnisse dieser Analyse sind in Abbildung 70 dargestellt. Dabei ist anzumerken, dass die Wärmekapazität durch exotherme Ausscheidungsreaktionen beeinflusst wird [118,119]. In erster Näherung wurde der Einfluss der Ausscheidungen auf die Wärmekapazität vernachlässigt und der dargestellte Kurvenfit verwendet.

Für die mechanische Simulation wurde der thermische Ausdehnungskoeffizient in einem Abschreck- und Umformdilatometer des Typs *DIL 805 der Fa. Bähr* ermittelt. Dies erfolgte an zylindrischen Proben (Ø 4 mm, l 10 mm) nach DIN 51045 mit einer Aufheizrate von 5 K/min (Abbildung 71). Auch die thermische Ausdehnung wird aufgrund von Phasenumwandlungen beeinflusst. In Aluminiumlegierungen ist dieser Einfluss zwar gering, aber messbar [120]. Für das Modell wurde die umwandlungsbedingte Volumenänderung vernachlässigt und der dargestellte Kurvenfit verwendet.

Der temperaturabhängige Elastizitätsmodul von polykristallinem Aluminium wurde von McLellan et al. ermittelt [121].

Da die Querkontraktionszahl kaum von der Temperatur beeinflusst wird, wurde diese mit einem Wert von 0,33 als konstant betrachtet [122,123].

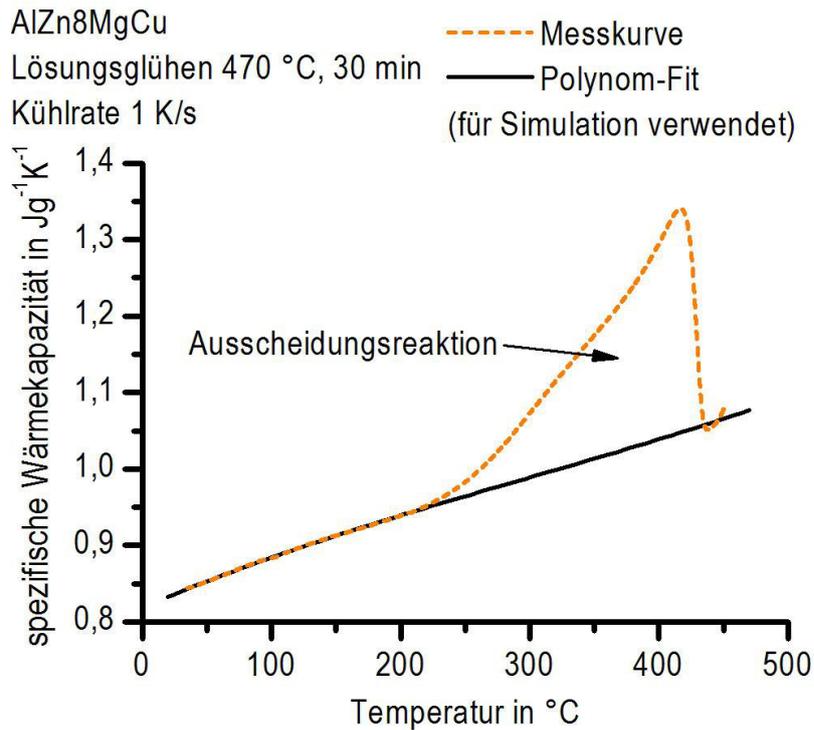


Abbildung 70: Spezifische Wärmekapazität von AlZn8MgCu.

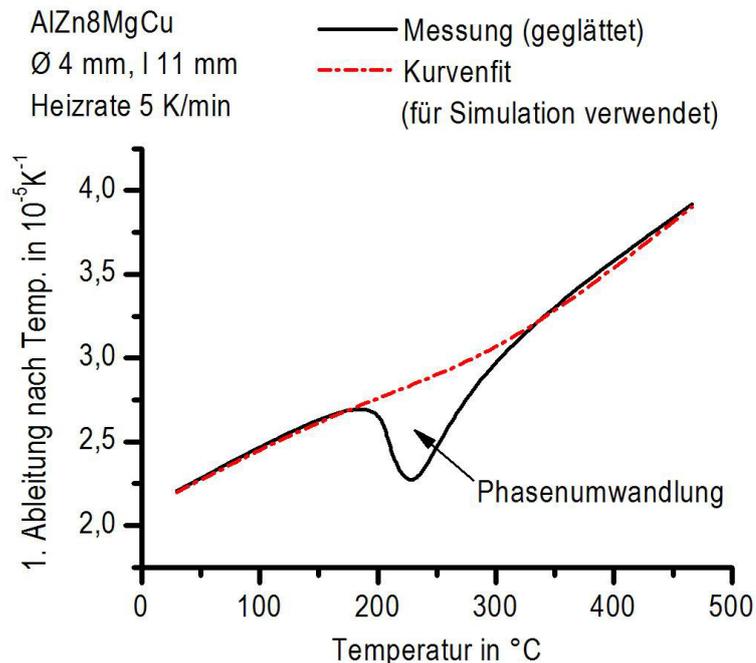


Abbildung 71: Thermischer Ausdehnungskoeffizient von AlZn8MgCu.

Die Fließspannung des unterkühlten Zustands der verwendeten Charge von AlZn8MgCu wurde ebenfalls in einem Abschreck- und Umformdilatometer des Typs *DIL 805 der Fa. Bähr* ermittelt. Die Kühlrate nach dem Lösungsglühen hat bei aushärtbaren

Aluminiumlegierungen einen großen Einfluss auf die Fließspannung [114]. Um eine möglichst realitätsnahe Bestimmung der Fließspannung dieses Werkstoffes zu gewährleisten, wurde der Abschreckvorgang im Abschreck- und Umformdilatometer angenähert. Dafür wurde nach dem Lösungsglühen eine geregelte Newtonsche Abkühlung durchgeführt, welche auf einem theoretisch rein konvektiven Wärmeübergang basiert [124–130].

Für die eindeutige Beschreibung einer Newtonschen Kühlkurve werden die Starttemperatur des Körpers ϑ_S , die Temperatur des umgebenden Mediums ϑ_∞ und die Kühldauer $t_{[\vartheta_S, \vartheta_{end}]}$ bis zum Erreichen einer frei wählbaren Temperatur ϑ_{end} zwischen den genannten benötigt (Gleichung 6.1) [131].

$$\vartheta(t) = \vartheta_\infty + (\vartheta_\infty - \vartheta_S) \cdot \left(\frac{\vartheta_{end} - \vartheta_\infty}{\vartheta_\infty - \vartheta_S} \right)^{\frac{t}{t_{[\vartheta_S, \vartheta_{end}]}}} \quad 6.1$$

In dem Fall der vorliegenden Legierung AlZn8MgCu wurde in Anlehnung an Zohrabyan et al. der ausscheidungsrelevante Temperaturbereich zwischen 470 °C und 150 °C gewählt [132]. Gerätebedingt ist aber nur eine Eingabe der von Stahlabschreckungen bekannten $t_{8/5}$ -Zeit (fiktive Kühldauer zwischen 800 °C und 500 °C) möglich, welche der Vollständigkeit halber auch mit angegeben wird. Die $t_{8/5}$ -Zeiten und Abkühlauern von 470 °C auf 150 °C können mittels Gleichung 6.1 ineinander umgerechnet werden. Der Einfluss der Abkühlung nach dem Lösungsglühen auf die Fließspannung von AlZn8MgCu ist in Abbildung 72 dargestellt. Die Fließspannung nimmt mit sinkender Abkühlgeschwindigkeit ab.

Da die experimentellen Kühlbedingungen bei den untersuchten Profilen relativ nah an einer Abkühlung von 470 °C bis 150 °C in 23 s liegen, wurde die entsprechende Newtonsche Kühlkurve verwendet, um die Fließspannungen zwischen 30 °C und 470 °C mittels Stauchversuch an jeweils mindestens drei Proben unter Stickstoffatmosphäre zu ermitteln (Abbildung 73). Die Fließspannung nimmt mit sinkender Temperatur zu. Diese Fließkurven wurden auch als Eingangsgröße für die thermomechanische Simulation genutzt.

Die für die Simulation des Abschreckvorganges nötigen Wärmeübergangskoeffizienten wurden mit Hilfe von erstmalig abgeschreckten Zylindern aus AlSi1MgMn mit einer Lösungsglüh-temperatur von 470 °C ermittelt (Abbildung 74, Abbildung 75). Dabei wird auch ein bei Wasserabschreckung auftretender Leidenfrost-Effekt innerhalb der ersten zwei Sekunden bis ca. 400 °C berücksichtigt.

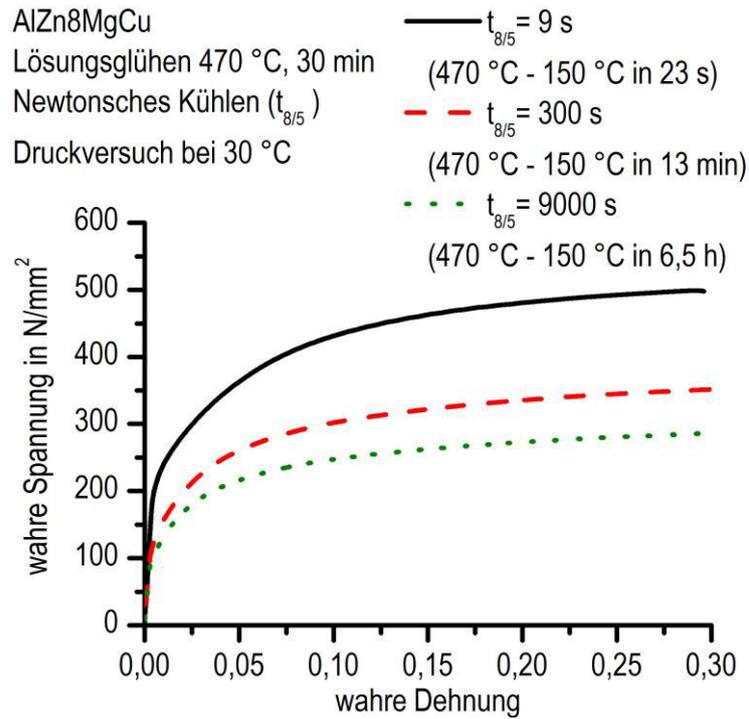


Abbildung 72: Fließkurven von AlZn8MgCu bei 30 °C nach Lösungsglühen und anschließender variierender Newtonscher Abkühlung [133].

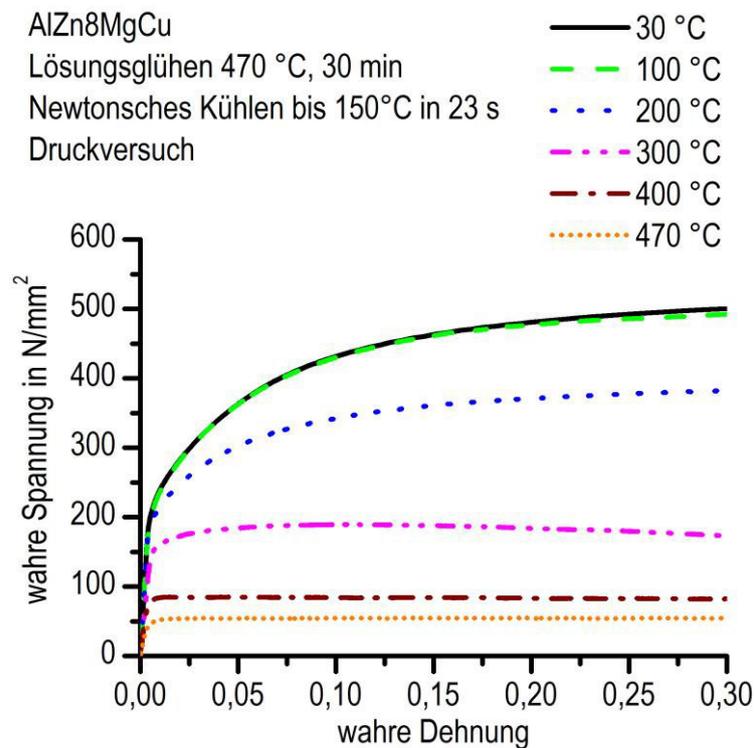


Abbildung 73: Temperaturabhängige Fließkurven von AlZn8MgCu nach Lösungsglühen und anschließender Newtonscher Abkühlung [133].

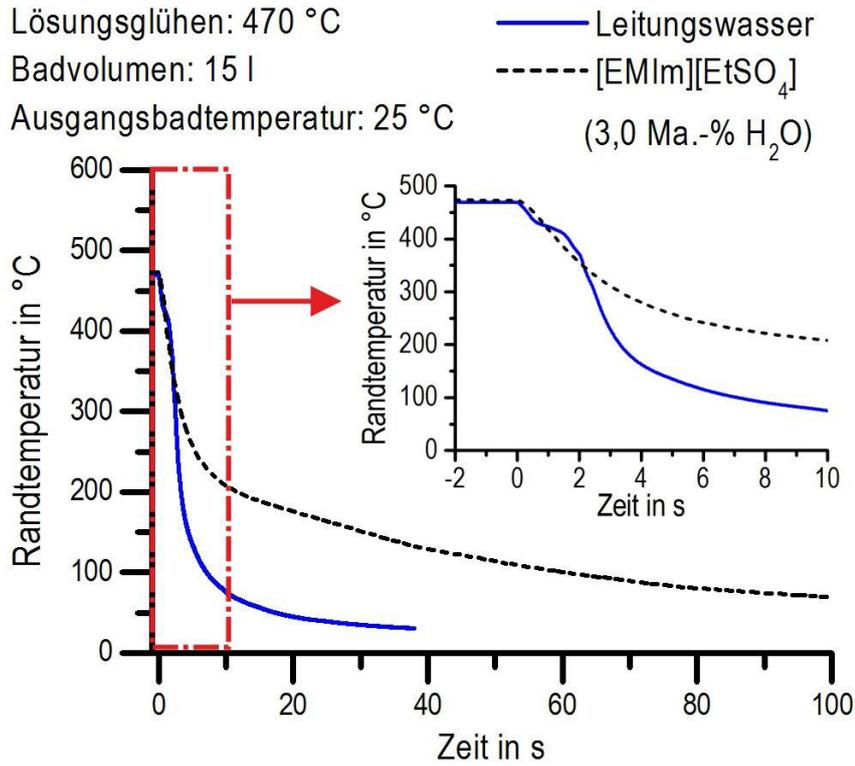


Abbildung 74: Kühlkurven bei erstmaliger Abschreckung von Zylindern aus AlSi1MgMn in Leitungswasser und ionischer Flüssigkeit [133].

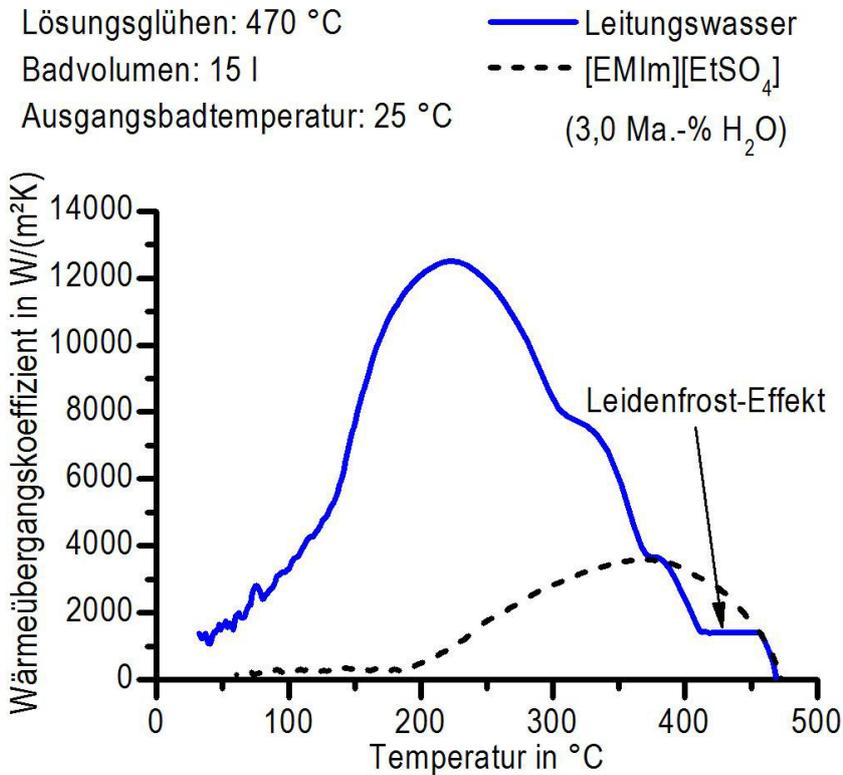


Abbildung 75: Für die FEM-Simulation bei Abschreckung in Leitungswasser und ionischer Flüssigkeit verwendete Wärmeübergangskoeffizienten [133].

Für die geometrische Modellierung des Bauteils wurden die Messungen des Ausgangszustandes der Bodenfläche am Verzugprofil berücksichtigt. Aufgrund der relativ gleichmäßigen Vorverkrümmung der Bodenfläche wurde die Krümmung in mittlerer Probenhöhe mit Hilfe eines Polynoms dritter Ordnung beschrieben (Abbildung 76). Daraus ergab sich für das Simulationsmodell ein in Abbildung 77 dargestellter Ausgangszustand.

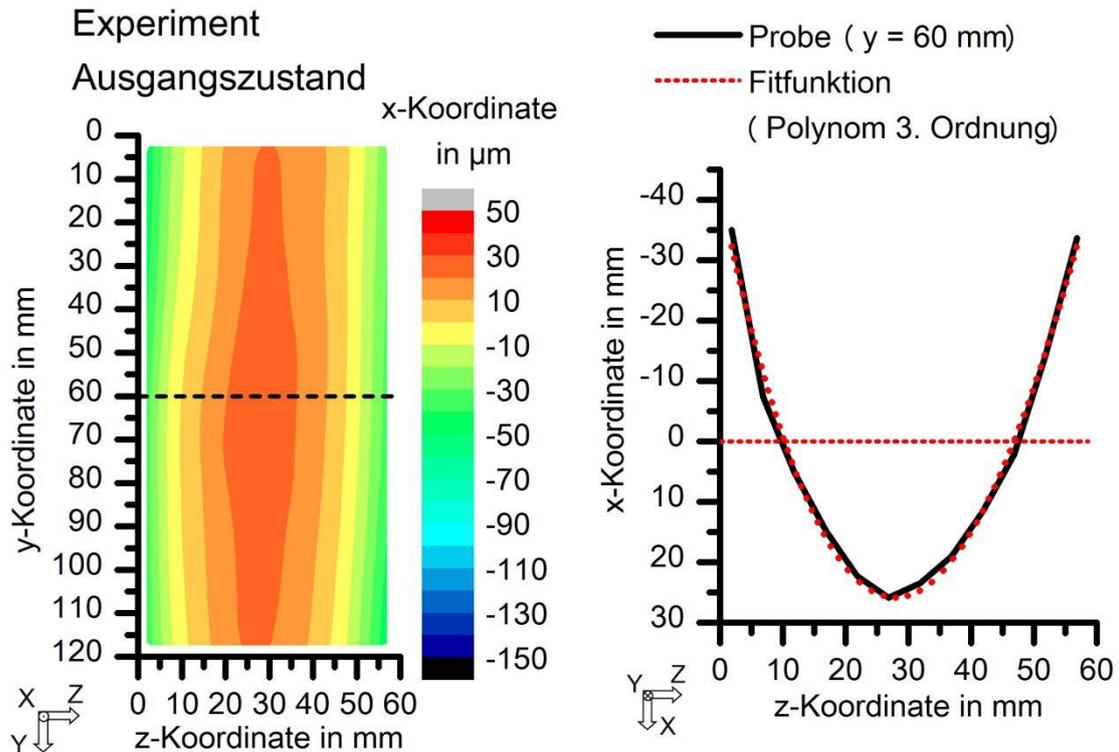


Abbildung 76: Ermittlung der Vorverkrümmung der Bodenfläche. Links: Beispielfarther experimenteller Ausgangszustand. Rechts: Fitfunktion der Verkrümmung in mittlerer Probenhöhe.

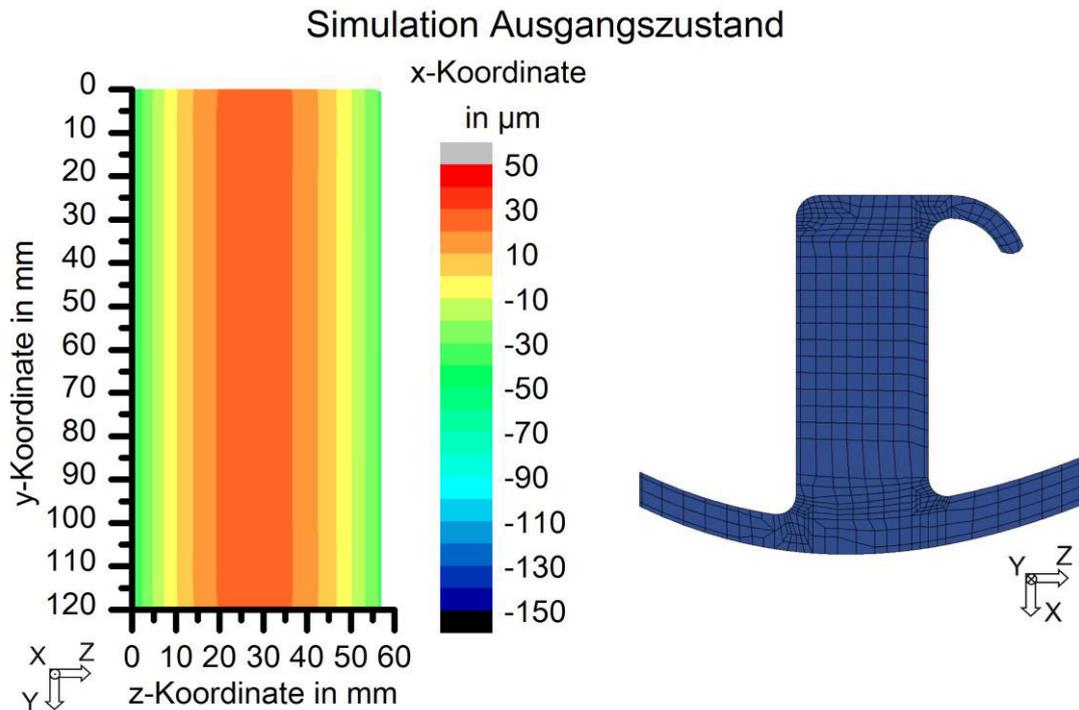


Abbildung 77: Ausgangszustand für Simulation. Links: angenommene höhenunabhängige Vorverkrümmung der Bodenfläche. Rechts: gesamter Profilquerschnitt des Simulationsmodells mit 100fach überhöhter Vorverkrümmung.

6.2 Simulationsergebnisse

In Abbildung 78 sind die simulierten Verformungen der Bodenfläche vor und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser dargestellt. Die Simulation nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit weist im Vergleich zum Ausgangszustand nur eine geringe zusätzliche Verkrümmung der Bodenfläche auf. Die Simulation nach Abschreckung in Leitungswasser zeigt eine zusätzliche Verkrümmung der Bodenfläche um die z-Achse. Die Ecken der Bodenfläche neigen sich dabei in die Bildebene hinein.

Neben der Bodenfläche wurde auch die Verformung einer Seitenfläche des Verzugprofils simuliert (Abbildung 79). Im Ausgangszustand wurde keine Vorverformung angenommen. Nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit ist eine leichte Verkrümmung des Profils um die x-Achse erkennbar. Die obere und untere Probenkante biegen sich dabei in die Bildebene. Nach Abschreckung in Wasser ist eine deutlich größere Verkrümmung in gleicher Richtung erkennbar.

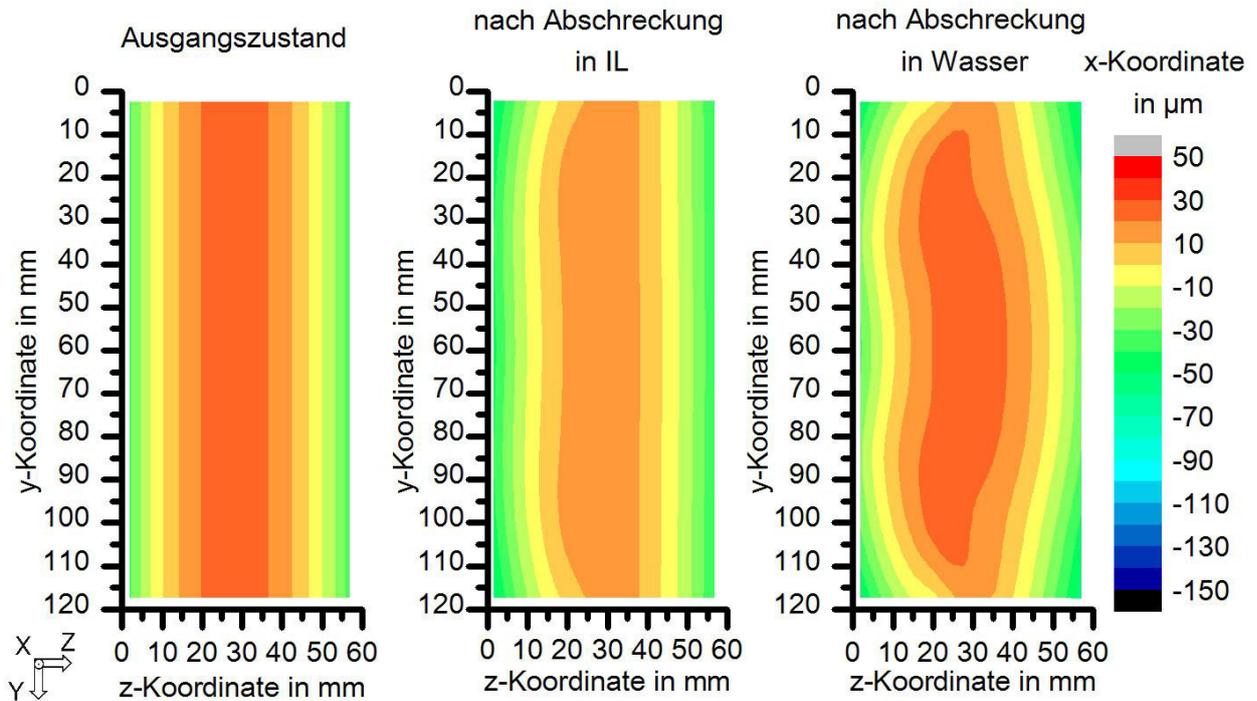


Abbildung 78: Simulierte Verformungen der Bodenfläche des Verzugsprofils im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.

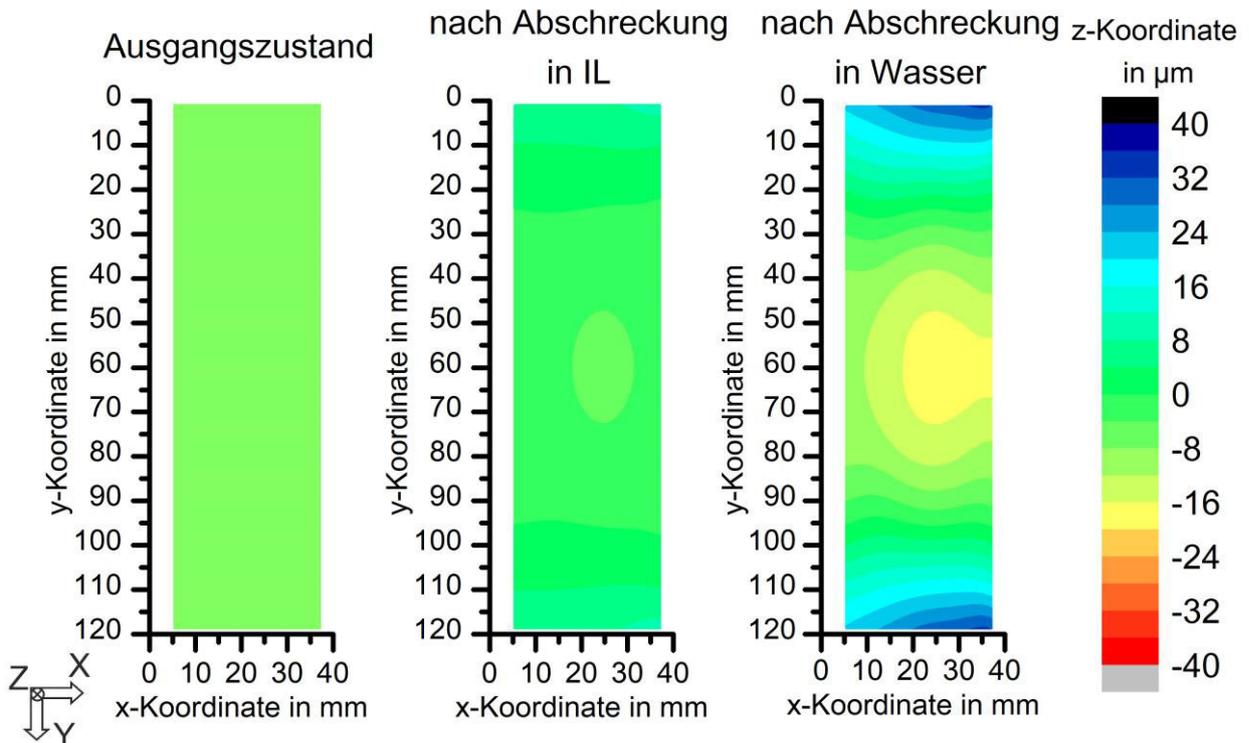


Abbildung 79: Simulierte Verformungen der Seitenfläche des Verzugsprofils im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.

Für eine quantitative Beurteilung der Verformungen wurden die simulierte Verformung der Bodenfläche und der Seitenfläche vor und nach Abschreckung hinsichtlich der Ebenheit ausgewertet (Abbildung 80). Die Ebenheit der Bodenfläche beträgt nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit 71 μm und nach Abschreckung in Wasser 84 μm . Daraus ergibt sich eine Zunahme zum Ausgangszustand von 12 μm in ionischer Flüssigkeit und 25 μm in Wasser. Die Ebenheit der Seitenfläche beträgt nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit 15 μm und nach Abschreckung in Wasser 53 μm . Bei der Seitenfläche wurde im Ausgangszustand der Simulation keine Vorverkrümmung angegeben, weshalb die Ebenheit in diesem Fall bei null liegt.

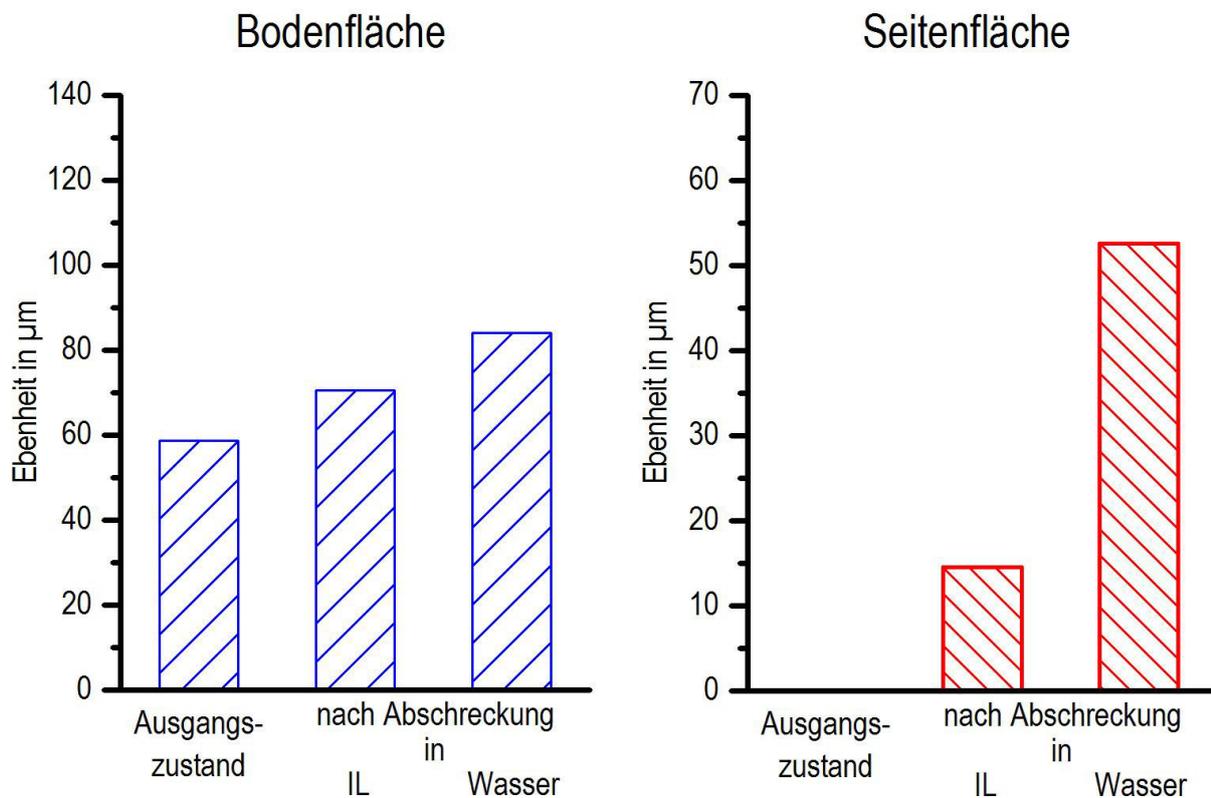


Abbildung 80: Simulierte Ebenheiten der Bodenfläche (links) und der Seitenfläche (rechts) des Profils aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.

7 Diskussion

7.1 Abschreckwirkung

7.1.1 Abschreckgeschwindigkeit und Abschreckgleichmäßigkeit

Ein optimales Abschreckmedium sollte ein Bauteil ausreichend schnell, aber auch möglichst gleichmäßig abkühlen, um die erforderlichen mechanischen Werkstoffeigenschaften sicherzustellen und gleichzeitig eine mögliche Nachbearbeitung aufgrund von Bauteilverzug zu minimieren. Für einen direkten Vergleich von ionischen Flüssigkeiten mit Leitungswasser werden daher die Abschreckgeschwindigkeit und Abschreckgleichmäßigkeit von Aluminiumproben herangezogen und direkt miteinander verglichen. Dabei wird eine Variation der Prozessparameter, Art des Abschreckmediums, Ausgangsbadtemperatur und Wassergehalt berücksichtigt.

Als Maß für die Abschreckgeschwindigkeit dient die mittlere Kühlrate im Probenkern im ausscheidungsrelevanten Temperaturbereich von 540 °C bis 200 °C [134]. Die Gleichmäßigkeit der Abschreckung wird über den Vergleich von randnahen Temperaturen, 1 mm unter der Probenoberfläche in drei verschiedenen Höhen (30 mm, 60 mm, 90 mm) eines Zylinders (AlSi1MgMn Ø 29,5 mm x 120 mm) ermittelt. Als Maß für die Gleichmäßigkeit wird die maximale axiale Temperaturdifferenz ΔT_{max} zwischen den drei randnahen Messstellen während des Abschreckens definiert. Ein geringes ΔT_{max} bedeutet demnach eine hohe Abschreckgleichmäßigkeit. Da gleichzeitige Temperaturmessungen in verschiedenen Probenhöhen nur für ausgewählte Versuche durchgeführt wurden, wird die Abschreckgleichmäßigkeit mit Hilfe einer thermischen Simulation des Abschreckvorganges ermittelt und durch experimentelle Ergebnisse verifiziert.

7.1.1.1 Ermittlung der axialen Abschreckgleichmäßigkeit

Der experimentelle Versuchsumfang für die Ermittlung der Abschreckgleichmäßigkeit umfasst je drei Abschreckungen in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser. Exemplarische Kühlkurven dieser Versuche sind in Abbildung 81 dargestellt.

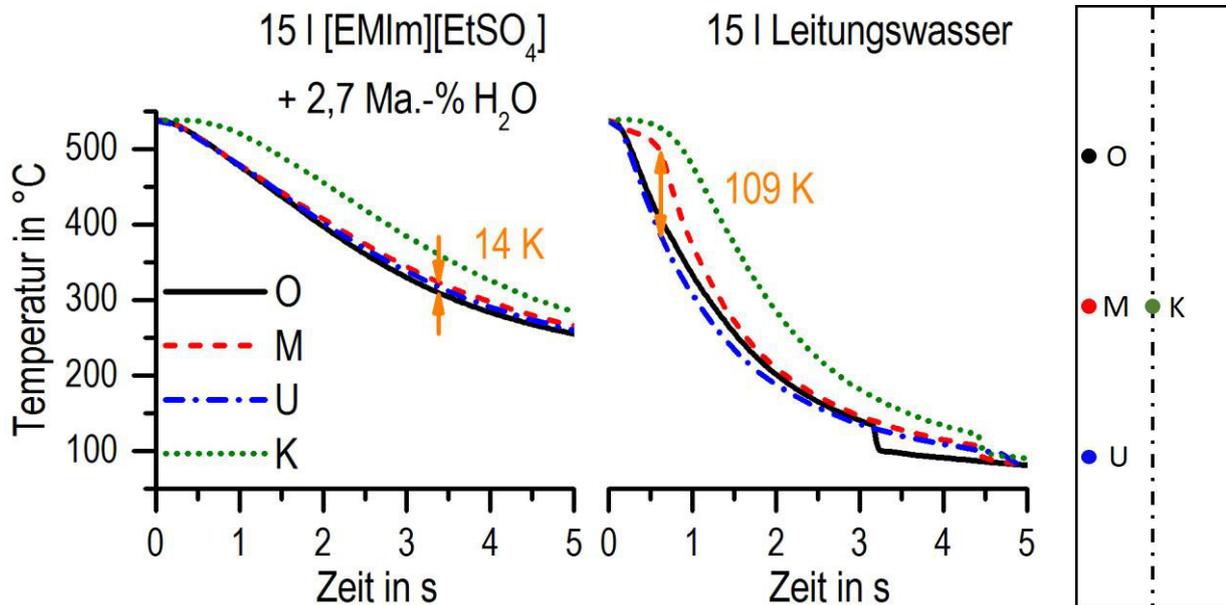


Abbildung 81: Kühlkurven von randnahen Thermoelementen (1 mm Randabstand) eines Zylinders in drei axialen Messhöhen (30 mm, 60 mm, 90 mm) bei Abschreckung in 15 l Ionischer Flüssigkeit und 15 l Leitungswasser bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur [112].

Bei Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit tritt ein aus drei Versuchen ermitteltes ΔT_{max} von durchschnittlich $(13 \pm 1,5)$ K auf. Bei drei Abschreckungen in Leitungswasser ergibt sich ein ΔT_{max} von durchschnittlich $(93 \text{ K} \pm 30)$ K. Das deutlich größere ΔT_{max} bei Wasserabschreckung ist mit der Filmsiedephase zu erklären, welche im Bereich der Probenmitte am stabilsten ist. Aus den durchgeführten Versuchen ist nicht einheitlich abzuleiten, zwischen welchen Messstellen sich das ΔT_{max} ausbildet.

Mit Hilfe von experimentell ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten und den Stoffdaten des Aluminiumzylinders wurden vier thermische Simulationen des Abkühlverhaltens durchgeführt (Tabelle 18).

Tabelle 18: Übersicht der durchgeführten thermischen Simulationen.

	Abschreckmedium	Wärmeübergangskoeffizient
(1)	Wasser 30 °C	homogen über Zylinderhöhe
(2)	Wasser 30 °C	inhomogen über Zylinderhöhe
(3)	[EMIm][EtSO ₄] 30 °C	homogen über Zylinderhöhe
(4)	[EMIm][EtSO ₄] 30 °C	inhomogen über Zylinderhöhe

(1) Bei Abschreckung in Wasser sind die simulierten ΔT_{max} deutlich geringer als im Experiment (Abbildung 82).

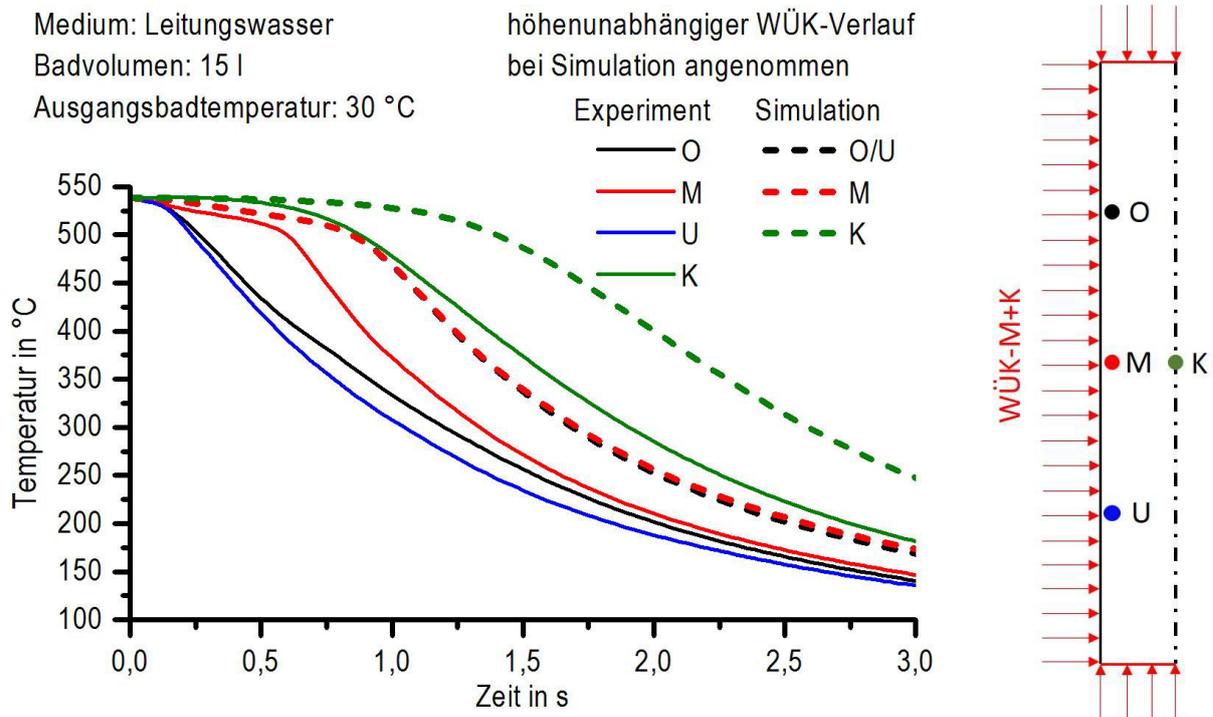


Abbildung 82: Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme eines höhenunabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverlaufes bei Abschreckung in 15 l Leitungswasser mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

Als wesentliche Ursache für diese Diskrepanz wird ein in der Simulation angenommener ortsunabhängiger Wärmeübergangskoeffizienten vermutet, welcher mit Hilfe von Temperaturmessstellen in ausschließlich mittlerer axialer Probenhöhe ermittelt wurde. Diese Annahme verursacht besonders im Fall der Wasserabschreckung aufgrund der

wandernden und nur lokal auftretenden Benetzungsfront eine große Abweichung von den experimentellen Werten. Grundsätzlich wird ein Filmsieden in der Simulation berücksichtigt, welches jedoch nahezu gleichmäßig innerhalb der betrachteten Probenhöhe beendet wird, wodurch nahezu keine axiale Temperaturdifferenz zwischen den verglichenen Messpositionen entsteht. Es ist davon auszugehen, dass in Abhängigkeit der Probenhöhe besonders zu Beginn der betrachteten Wasserabschreckung deutlich unterschiedliche Wärmeübergangskoeffizienten vorliegen. (2) Dies konnte mit Hilfe der Ermittlung der höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufe bestätigt werden. Im oberen und unteren Probenbereich konnten für die Ermittlung der Wärmeübergangskoeffizienten nur randnahe Temperaturmessstellen herangezogen werden. Dies erscheint ausreichend, da eine zusätzliche Berücksichtigung der Kerntemperaturmessstelle in mittlerer axialer Probenhöhe (M+K) nur in geringen Veränderungen des Wärmeübergangskoeffizientenverlaufes bei unterhalb von 300 °C resultiert und somit nicht zu einer Veränderung des ΔT_{max} bei oberhalb von 500 °C beiträgt. Es zeigt sich ausschließlich in axialer Probenmitte ein bis 515 °C anhaltender Leidenfrost-Effekt (Abbildung 83). Dieser verursacht die maximale ermittelte Temperaturdifferenz in der Probe, wodurch signifikante axiale Wärmeströme entstehen [54,59].

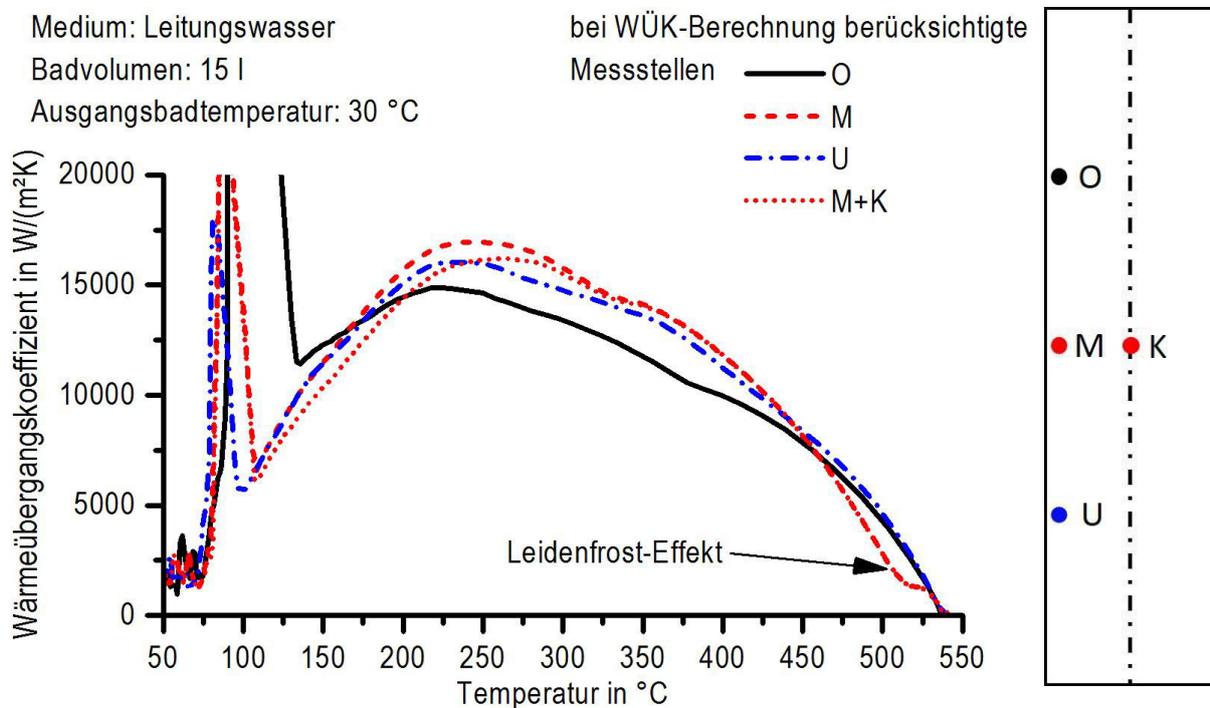


Abbildung 83: Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Probenhöhe und der verwendeten Temperaturmessstellen bei Abschreckung in 15 l Leitungswasser mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten im oberen und unteren Probenbereich steigen aufgrund des an diesen Positionen kaum auftretenden Leidenfrost-Effekts zu Beginn der Abschreckung auf doppelt so hohe Werte wie in der Probenmitte. Die unterhalb von 450 °C etwas geringeren Wärmeübergangskoeffizienten der Messstelle im oberen Probenbereich könnten aufgrund einer zunehmenden Erwärmung des in unmittelbarer Nähe der Probenoberfläche aufsteigenden Wassers und der damit geringeren Temperaturdifferenz zur Probenoberfläche zu erklären sein. Die schlagartigen Anstiege der Wärmeübergangskoeffizientenverläufe zwischen 130 °C und 70 °C resultieren vermutlich aus dem Kondensieren von Wasserdampf im Spalt zwischen Thermoelement und Thermoelementbohrung, wie es bereits von Steuer bei vergleichbaren Versuchen beschrieben wurde [37]. Dieser Messeffekt wird bei der Simulation nicht berücksichtigt.

Die nach thermischer Simulation ermittelten Kühlkurven bei Wasserabschreckung unter Berücksichtigung der höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten sind zusammen mit den experimentell ermittelten Kühlkurven in Abbildung 84 zu sehen. Die simulierten Kühlkurven liegen nah an den experimentellen und das simulativ ermittelte ΔT_{\max} liegt mit 86 K im Bereich der experimentellen Daten von (93 ± 30) K.

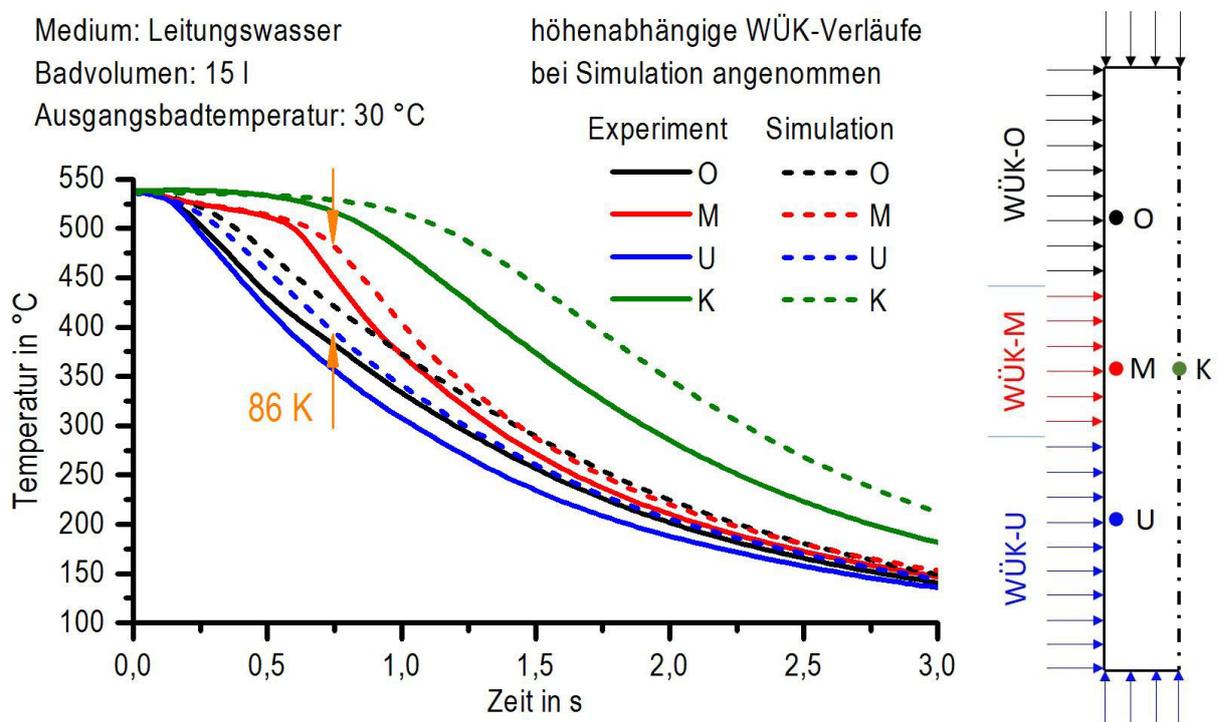


Abbildung 84: Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme von höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufen bei Abschreckung in 15 l Leitungswasser mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

(3) Bei einer Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit werden aufgrund des fehlenden Filmsiedens keine großen höhenabhängigen Differenzen der Wärmeübergangskoeffizientenverläufe erwartet. Bei höhenunabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufen beträgt die simulierte ΔT_{max} 7 K und befindet sich somit in der gleichen Größenordnung der experimentellen ΔT_{max} von $(13 \pm 1,5)$ K (Abbildung 85).

Medium: [EMIm][EtSO₄] + 2,7 Ma.-% H₂O höhenunabhängiger WÜK-Verlauf
 bei Simulation angenommen
 Badvolumen: 15 l
 Ausgangsbadtemperatur: 30 °C

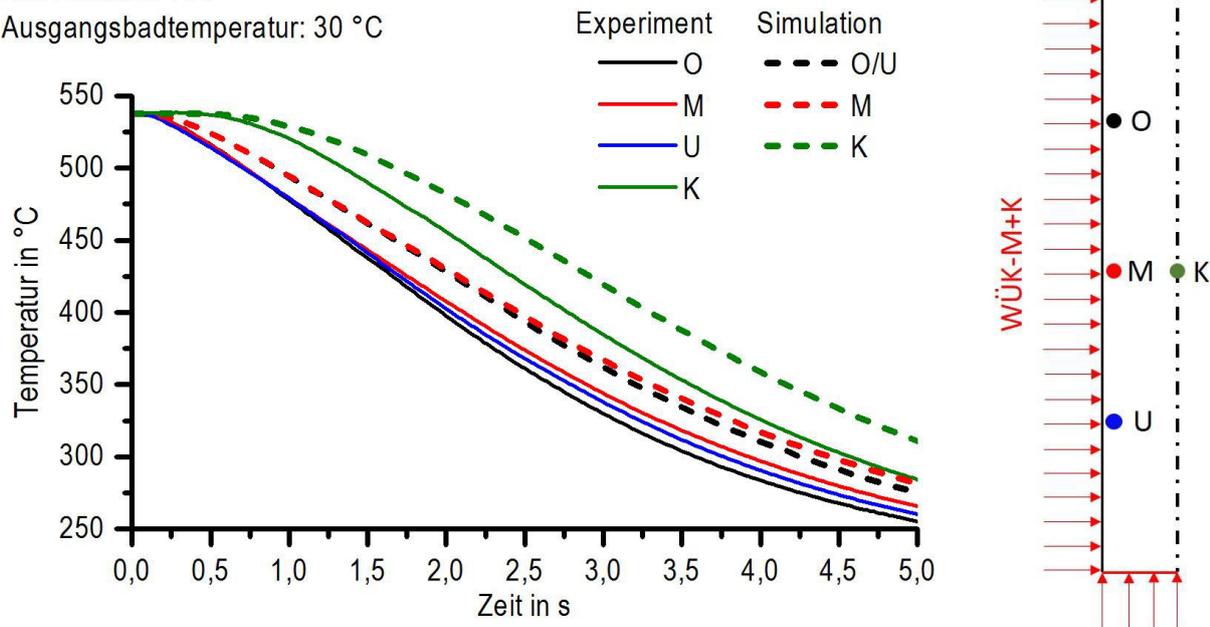


Abbildung 85: Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme eines höhenunabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverlaufes bei Abschreckung in 15 l ionischer Flüssigkeit mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

(4) Mittels einer beispielhaften Berechnung wird bestätigt, dass insbesondere im kritischen Bereich hoher Temperaturen die Wärmeübergangskoeffizientenverläufe der verschiedenen Probenhöhen nahezu identisch sind (Abbildung 86).

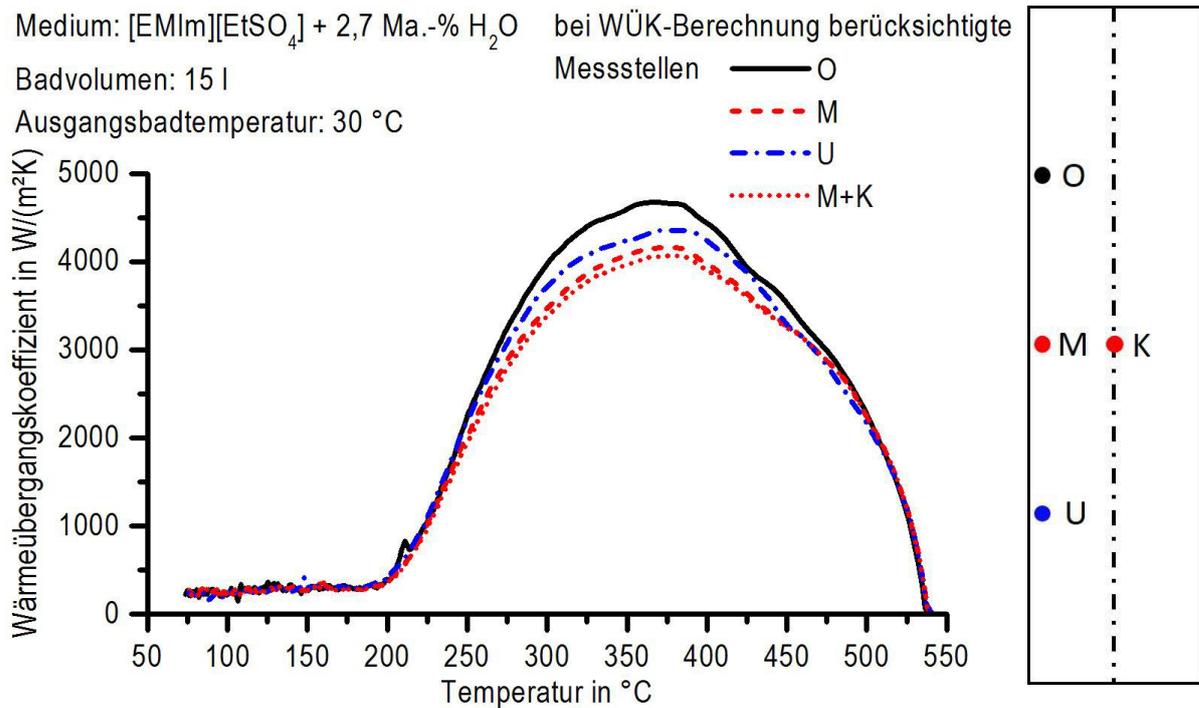


Abbildung 86: Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Probenhöhe und der verwendeten Temperaturmessstellen bei Abschreckung in 15 l [EMIm][EtSO₄] mit 2,7 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

Ein Vergleich von Abbildung 85 und Abbildung 87 zeigt den geringen Einfluss der höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten insbesondere auf die Ausbildung von maximalen Temperaturdifferenzen. Bei höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufen beträgt ΔT_{max} 15 K, was in der gleichen Größenordnung der experimentellen ΔT_{max} von $(13 \pm 1,5)$ K liegt.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass bei ausgeprägtem Filmsieden mit ortsabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten gerechnet werden muss, wogegen ohne Filmsieden mit ortsunabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten gerechnet werden kann. Daraus ergibt sich die Möglichkeit, die axiale Abschreckgleichmäßigkeit für mehrere Parametervariationen der durchgeführten Abschreckungen simulativ zu ermitteln (Tabelle 19).

Medium: [EMIm][EtSO₄] + 2,7 Ma.-% H₂O höhenabhängige WÜK-Verläufe bei Simulation angenommen
 Badvolumen: 15 l
 Ausgangsbadtemperatur: 30 °C

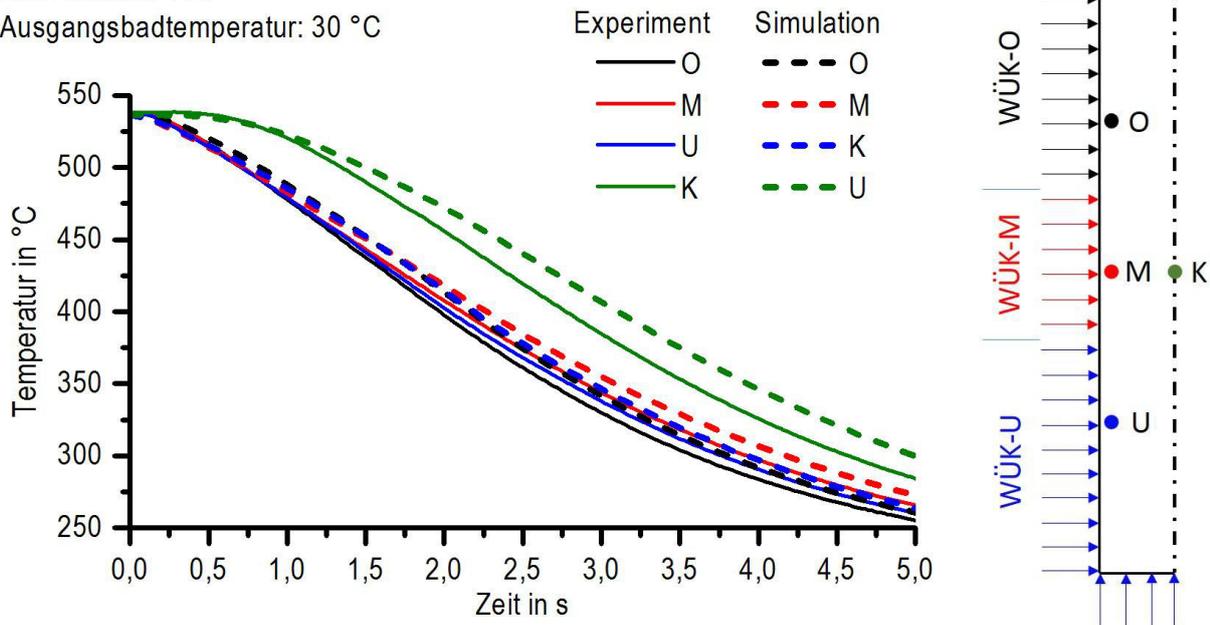


Abbildung 87: Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme von höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufen bei Abschreckung in 15 l ionischer Flüssigkeit mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

Tabelle 19: Vereinfachte Übersicht der Parametervariationen und Ortseinfluss auf Wärmeübergangskoeffizienten für die Simulation der axialen Abschreckgleichmäßigkeit.

Abschreckmedium	Filmsieden	Wärmeübergangskoeffizient
IL, geringe gelöste Wassergehalte	nein	ortsunabhängig
IL, hohe gelöste Wassergehalte	ja	ortsabhängig ¹⁴
Wasser 30 °C	ja	ortsabhängig
Wasser 85 °C	ja	ortsabhängig ¹⁴

¹⁴ Für diese Fälle stehen keine höhenabhängigen Abkühlverläufe zur Verfügung. Die Simulation erfolgte vereinfachend mit ortsunabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten. Die realen ΔT_{max} werden größer sein. Dies ist in Abbildung 88 gekennzeichnet.

7.1.1.2 Gegenüberstellung von Abschreckgeschwindigkeit und Abschreckgleichmäßigkeit

Die Ergebnisse der Simulation der axialen Abschreckgleichmäßigkeit sind zusammen mit der mittleren Abschreckgeschwindigkeit, abhängig vom Abschreckmedium, Wassergehalt und Ausgangsbadtemperatur, in Abbildung 88 dargestellt. Es ist erkennbar, dass eine Abschreckung in Leitungswasser bei 30 °C die höchsten Kühlraten ermöglicht, aber auch die ungleichmäßigste Abschreckung bewirkt. Ionische Flüssigkeiten weisen bei einer großen möglichen Variation der Abschreckgeschwindigkeit von ca. 4 K/s bis zu 60 K/s eine hohe Abschreckgleichmäßigkeit auf. Da bei ionischen Flüssigkeiten mit hohen Wasserzusätzen (6,6 Ma.-% & 17,5 Ma.-%) der Leidenfrost-Effekt nicht ausgeschlossen werden kann, dürften hier die tatsächlichen Werte von ΔT_{max} höher liegen als durch die Simulation ermittelt. Es ist erkennbar, dass eine effektive Steuerung der Abschreckgeschwindigkeit über den Wassergehalt realisiert werden kann. Eine Variation der Ausgangsbadtemperatur hat bei ionischen Flüssigkeiten hingegen kaum einen Einfluss auf die mittlere Abschreckgeschwindigkeit. Das Potenzial der ionischen Flüssigkeiten liegt bei der großen Variation möglicher Kühlraten bei gleichzeitig hoher axialer Abschreckgleichmäßigkeit.

Badvolumen: 0,9 l Probe: Zyl. AlSi1MgMn \varnothing 29,5 x 120 mm² (540 °C)

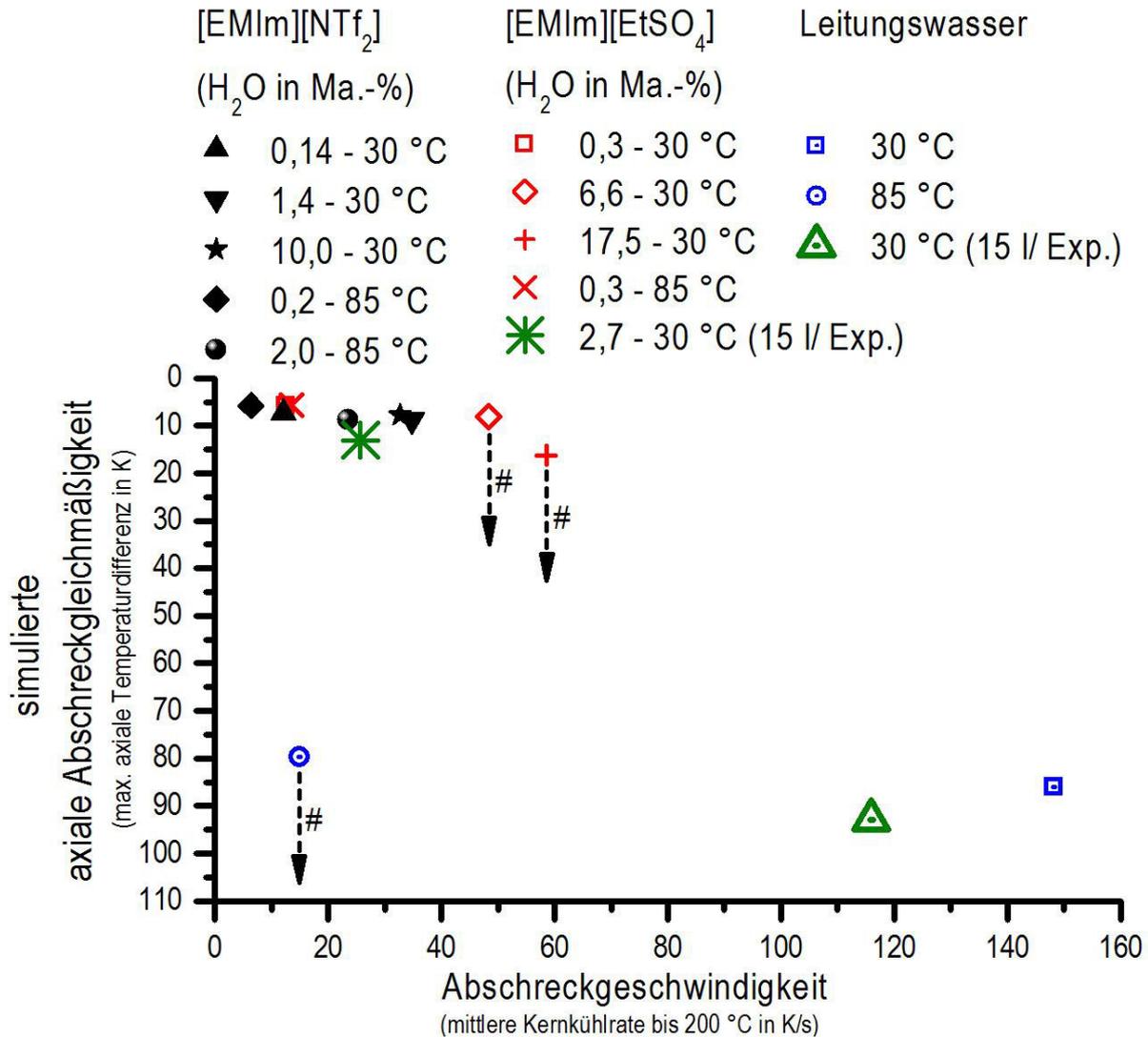


Abbildung 88: Simulierte axiale Abschreckgleichmäßigkeit und gemessene Abschreckgeschwindigkeit bei Variation der Abschreckmedien, des Wassergehaltes und der Ausgangsbadtemperatur (# tatsächliche max. axiale Temperaturdifferenz bei Leidenfrost-Effekt vermutlich deutlich höher).

7.1.2 Badtemperatur

Es konnte gezeigt werden, dass der Einfluss der Ausgangsbadtemperatur auf die Abschreckintensität beider Ionischer Flüssigkeiten gering ist.

Im oberen Temperaturbereich bis ca. 350 °C gibt es bei der Kühlkurve in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] kaum einen Unterschied zwischen der Ausgangsbadtemperatur von 30 °C und 85 °C. Dieses Verhalten unterscheidet sich deutlich zu reinem Wasser, da bei der Ionischen Flüssigkeit keine signifikante Verdampfung stattfindet. Unterhalb von 350 °C findet, wie zu erwarten, bei erhöhter Ausgangsbadtemperatur ein langsamerer Temperaturabfall statt, da der Temperaturgradient zwischen der Probe und dem

Abschreckmedium geringer ist. Es ist anzunehmen, dass in den untersuchten reinen ionischen Flüssigkeiten konvektive Wärmeübergänge überwiegen. Diese sind unter anderem abhängig von der spezifischen Wärmekapazität, der Wärmeleitfähigkeit, der Dichte und der dynamischen Viskosität. Bei den genannten Stoffwerten besitzt lediglich die dynamische Viskosität einen größeren Unterschied zwischen 30 °C und 85 °C. Der geringeren Viskosität bei 85 °C, welche eine konvektive Abkühlung beschleunigen würde, steht eine geringere Temperaturdifferenz zwischen Probe und Abschreckmedium entgegen, welche den Abkühlvorgang verlangsamt. Bei den durchgeführten Versuchen scheinen sich beide Einflussgrößen gegenseitig annähernd aufzuheben.

Die Streuung der Kühlkurven bei der ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] mit einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C ist auffällig groß. Dies ist damit zu begründen, dass mit dieser Parameterkombination besonders viele Abschreckversuche mit verschiedenen Proben und Bädern durchgeführt wurden. Dabei kann es zu Oberflächenveränderungen der Probe und auch leichten Schwankungen des Wassergehaltes der ionischen Flüssigkeit kommen, wodurch die Spannbreite der Abschreckwirkung wächst [12]. Es wurde aber darauf geachtet, neue Proben mit mehrfachen Abschreckungen zu konditionieren, um anschließend möglichst reproduzierbare Kühlkurven zu erhalten [37,48].

Eine weitere Vergleichsmöglichkeit neben der Anfangsbadtemperatur ist der Vergleich zweier unterschiedlich großer Abschreckbecken. Mit der ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] wurden Abschreckversuche in einem Volumen von 0,9 l und 15 l durchgeführt (Abbildung 89). Die Baderwärmung bei einer Abschreckung eines Aluminiumzylinders beträgt beim kleinen Becken mehr als 45 K und beim großen Becken lediglich 4 K. Trotzdem ist die Kühlwirkung bis zu einer Temperatur von 200 °C identisch. Anschließend ist die Abschreckung im kleinen Becken sogar etwas schneller. Dies ist vermutlich zum Teil auf die deutlich intensivere Badumwälzung im kleinen Abschreckbecken zurückzuführen, welche höhere Kühlraten ermöglicht [13]. Erst nach ca. 80 s sinkt die Temperatur der Probe im großen Becken unter die der Probe im kleinen Becken, da hier der Einfluss der größeren Temperaturdifferenz zwischen Probe und Abschreckmedium im großen Becken überwiegt.

Insgesamt zeigt dieser Vergleich, dass die Übertragung der Ergebnisse der Abschreckwirkung von ionischen Flüssigkeiten in sehr kleinen Abschreckbecken auf größere legitim erscheint. Dies ist eine wichtige Erkenntnis im Hinblick auf eine spätere mögliche industrielle Anwendung dieser Abschreckmedien.

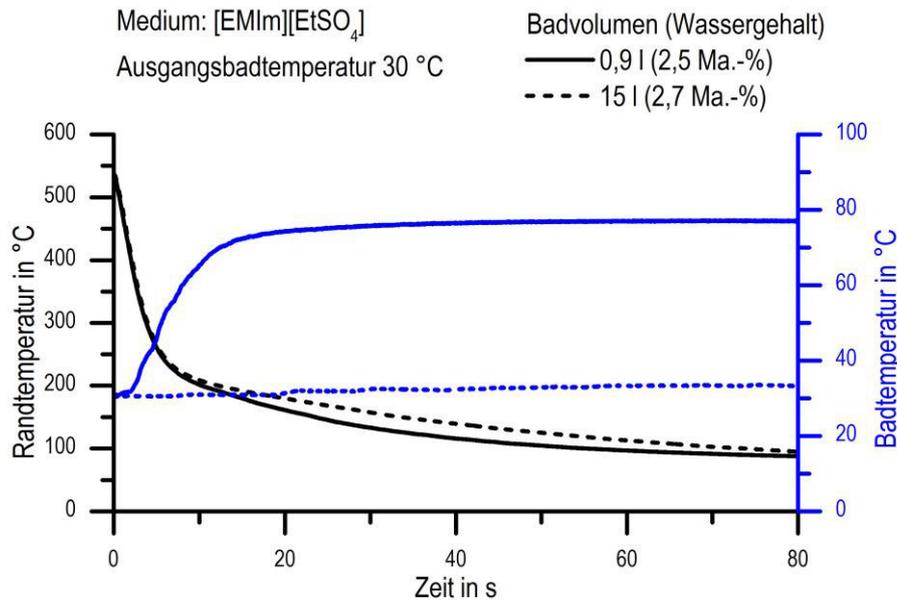


Abbildung 89: Abschreckwirkung von [EMIm][EtSO₄] bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C und unterschiedlich großen Badvolumina.

Anhand der ermittelten Kühlkurven und der Verläufe der Wärmeübergangskoeffizienten konnte bei reinen Ionischen Flüssigkeiten kein Filmsieden ermittelt werden. Auch die Auswertung der konventionellen Videoaufnahmen deutet nicht auf die Bildung eines Dampffilmes hin. In den durchgeführten Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen mit Bildraten von mehr als 2000 BpS ist beim Eintauchbeginn ebenfalls kein Filmsieden erkennbar. Der die Probe umgebende Film zu Beginn des Eintauchvorganges konnte mehrfach beobachtet werden und ist vermutlich auf, infolge der Eintauchbewegung, in das Abschreckmedium eingetragene Luft zurückzuführen. Die anschließende Blasenbildung beschreibt wahrscheinlich eine teilweise Verdampfung des verbliebenen Restwassers in der Ionischen Flüssigkeit. Die merkliche Vergrößerung der Blasen bei [EMIm][EtSO₄] im Vergleich zu [EMIm][NTf₂] ist deshalb wahrscheinlich auf den um ca. 0,2 Ma.-% größeren Ausgangswassergehalt in [EMIm][EtSO₄] zurückzuführen. Ahrenberg et al. gehen bei hohen Heizraten bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] von einer Verdampfungstemperatur von ca. 850 °C aus [69], wodurch ein Verdampfen der Ionischen Flüssigkeit auch bei erhöhter Ausgangsbadtemperatur als Ursache der Blasenbildung unwahrscheinlich ist.

7.1.3 Wassergehalt

Neben der Ausgangsbadtemperatur wurde der Einfluss des Wassergehaltes auf die Abschreckwirkung von Ionischen Flüssigkeiten untersucht. Es wurde festgestellt, dass

die Abschreckintensität mittels Wasserzugabe stark erhöht werden kann. Bei [EMIm][NTf₂] wurden rein rechnerische Gehalte von bis zu 10,0 Ma.-% eingestellt. Diese als hydrophob geltende ionische Flüssigkeit kann aber lediglich maximal ca. 2 Ma.-% Wasser lösen [93]. Bei den durchgeführten Wassergehaltsmessungen mittels Karl-Fischer-Titration [77] wurden bis maximal 2,7 Ma.-% Wasser in der ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] ermittelt. Zusätzliches Wasser wird aufgrund der Badumwälzung teilweise in einer Art Emulsion gebunden bzw. scheidet sich aufgrund der geringeren Dichte an der Beckenoberfläche ab. Eine Wasserzugabe über die maximale Löslichkeit hinaus kann somit die Abschreckwirkung nicht signifikant erhöhen. Die maximale Baderwärmung ist bei höherem Wassergehalt geringer, da ein Teil der Energie, welche durch die abzuschreckende Probe in das Becken gelangt, für die teilweise Verdampfung des Wassers aufgewendet wird. Darüber hinaus beträgt die spezifische Wärmekapazität im Fall von [EMIm][NTf₂] nur ca. ein Drittel der von Wasser [135]. Dadurch ist auch ohne eine Wasserverdampfung bei einem hohen Wasseranteil in der ionischen Flüssigkeit eine geringere Beckenerwärmung im Vergleich zur reinen ionischen Flüssigkeit zu erwarten. Die Baderwärmung bis zur Maximaltemperatur erfolgt bei erhöhtem Wassergehalt ungefähr doppelt so schnell wie bei reiner ionischer Flüssigkeit. Dies ist vermutlich auf die bei erhöhtem Wasseranteil deutlich verringerte Viskosität [75] und turbulentes Blasensieden zurückzuführen, wodurch eine intensivere Durchmischung des Abschreckmediums erfolgt. Um die Ursache der beschleunigten Abschreckwirkung der ionischen Flüssigkeiten bei Wasserzugabe näher zu untersuchen, wurde eine vereinfachte Bilanz der zwischen Probe und Abschreckmedium ausgetauschten Wärmemengen aufgestellt. In Abbildung 90 sind die Abkühlung der Aluminiumprobe und die Erwärmung des Mediums [EMIm][NTf₂] mit mindestens 1,4 Ma.-% Wasser dargestellt. Da sich das Thermoelement zur Messung der Medientemperatur relativ nah an der Beckenwand befindet, reagiert dieses mit einer Zeitverzögerung von ca. 2 s. Zur Ermittlung der Wärmemengen Q wurden für die Probe und das Medium jeweils Gleichung 7.1 mit dem Produkt aus Masse m , mittlerer spezifischer Wärmekapazität c_p und der Differenz zwischen der Ausgangstemperatur und der aktuellen Temperatur ΔT verwendet.

$$Q = m \cdot c_p \cdot \Delta T$$

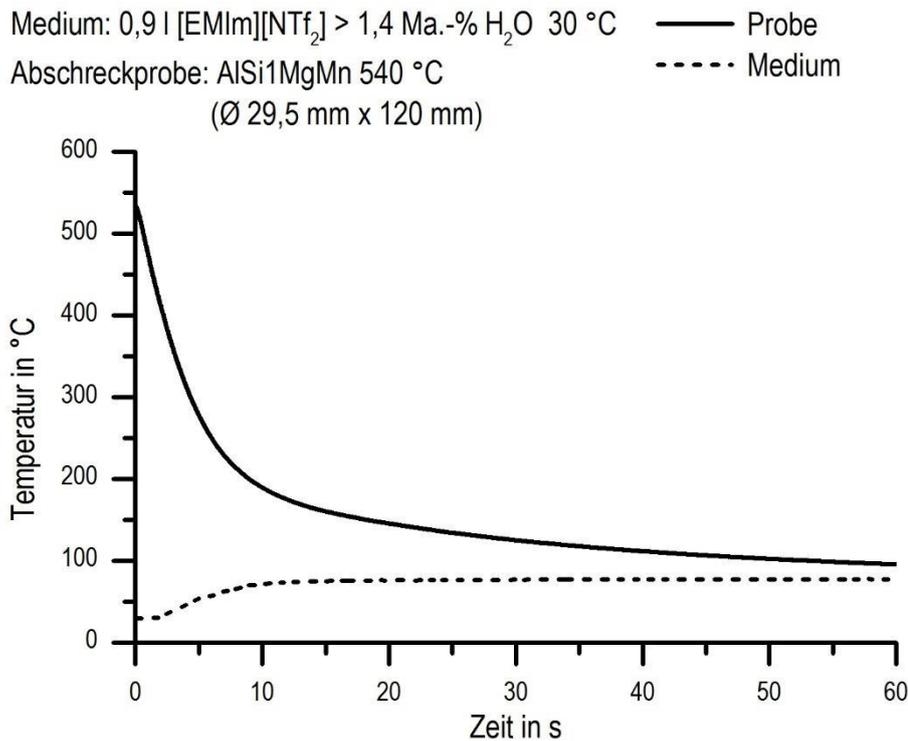


Abbildung 90: Kühlkurve und Badtemperatur bei Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit 1,4 Ma.-% Wasser.

Die Masse des abgeschreckten Aluminiumzylinders wird mit 225 g angenommen. Die jeweils mittlere spezifische Wärmekapazität der verwendeten Legierung AlSi1MgMn wurde temperaturabhängig nach Angaben von Steuer [37] berücksichtigt. Die Masse des Abschreckmediums beträgt etwa 1362 g und die Daten der jeweils mittleren spezifischen Wärmekapazität stammen von Waliszewski et al. [136]. Die daraus bestimmten Wärmemengen sind in Abbildung 91 dargestellt. Unter Berücksichtigung des verzögerten Ansprechverhaltens des Thermoelementes im Abschreckbecken sind die ausgetauschten Wärmemengen zwischen Probe und ionischer Flüssigkeit innerhalb der ersten 15 s der Abschreckung vergleichbar. Dies deutet darauf hin, dass die Verdampfungsenthalpie des Wassers für die Erhöhung der Abkühlwirkung in ionischen Flüssigkeiten eine untergeordnete Rolle spielt. Es wird vielmehr angenommen, dass eine erhöhte Strömungsgeschwindigkeit an der Probenoberfläche, verursacht durch die Blasenbildung, zu einer intensivierten lokalen Baddurchmischung und somit zu einer erhöhten Abschreckwirkung führt. Die zunehmende Differenz beider Kurven bei höheren Zeitdauern in Abbildung 91 kann mit der Wärmeabgabe des Abschreckmediums an die Umgebung erklärt werden.

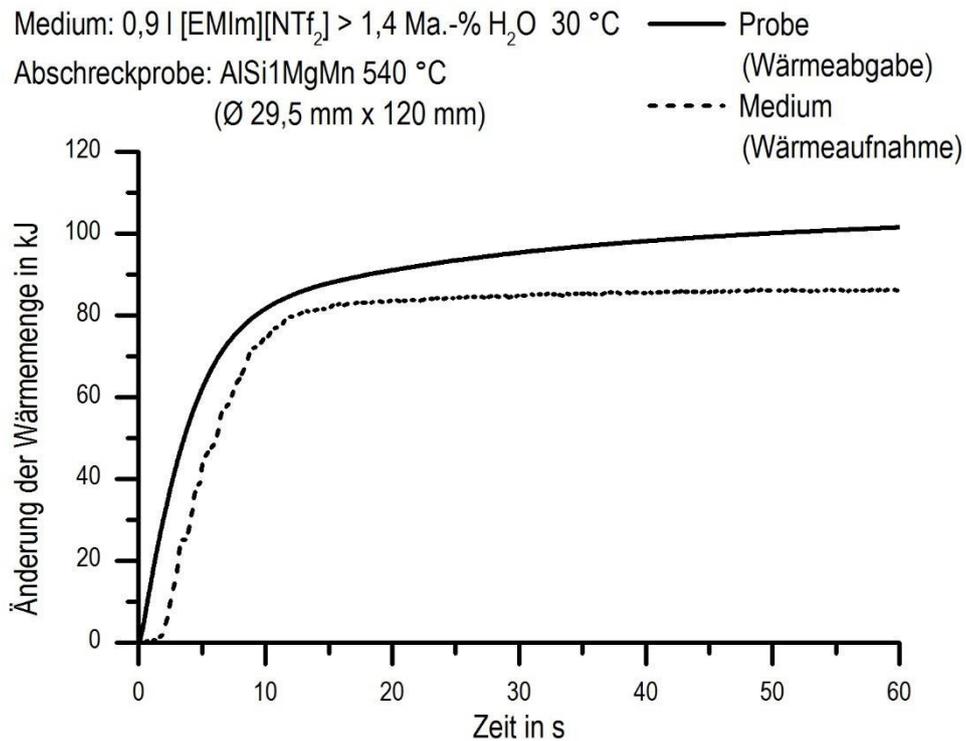


Abbildung 91: Änderung der Wärmemengen der Probe und des Mediums bei Abschreckung in [EMIm][NTf₂] mit 1,4 Ma.-% Wasser.

Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] mit Wasserzusatz konnte bei Abschreckung von Aluminiumproben auch mit Hilfe von Hochgeschwindigkeitsvideos kein Filmsieden nachgewiesen werden. Der zu Abschreckbeginn erkennbare Film auf der Probenoberfläche dürfte ebenfalls durch den Eintauchvorgang eingetragene Luft darstellen.

Im Fall der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] sind die Gründe für die schnellere Baderwärmung und die geringere Maximaltemperatur des Abschreckmediums die gleichen wie bei [EMIm][NTf₂]. Bei [EMIm][EtSO₄] ist der Effekt der Wasserzugabe aber noch intensiver, da diese Ionische Flüssigkeit mit 17,5 Ma.-% deutlich mehr Wasser enthält und eine unbegrenzte Wasserlöslichkeit besitzt [95,96]. Aus diesem Grund ist keine „Sättigung“ der Kühlwirkung bei Erhöhung des Wassergehaltes in der Ionischen Flüssigkeit erkennbar. Bei höheren Wassergehalten kann durchaus Filmsieden auftreten. Dieser Effekt ist sehr stark von weiteren Faktoren, insbesondere des Oberflächenzustandes der abzuschreckenden Probe, abhängig. Somit kann mit einer erstmalig abgeschreckten Probe auch bei geringeren Wassergehalten bereits ein Filmsieden provoziert werden. Die dargestellten Ergebnisse beziehen sich aber immer

auf Proben, welche mehrfach abschreckt wurden. Die Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen von Aluminiumproben zeigen auch bei einem Wassergehalt von 6,6 Ma.-% bereits eine sehr kurzzeitige partielle Filmbildung auf der Oberfläche im oberen Probenbereich während des Eintauchens. Dieser Film umfasst zu keinem Zeitpunkt die gesamte Probenoberfläche und ist somit insgesamt nur lokal als Filmsieden zu bezeichnen. Bei einem deutlich größeren Wassergehalt von 16,5 Ma.-% in [EMIm][EtSO₄] kommt es zu einer Bildung eines wenige 0,1 s langanhaltenden Filmsiedens, welches in der Kühlkurve nicht erkennbar ist (siehe Abbildung 37, S.60). Dies zeigt, dass die ausschließliche Betrachtung der Kühlkurve eine sehr kurze Filmsiedephase nicht zweifelsfrei nachweisen kann. Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] und Aluminiumproben ist bei den gegebenen Versuchsbedingungen ab einem Wassergehalt von 10 Ma.-% allgemein mit einem kurzen Filmsieden zu rechnen. Bei den Stahlabschreckungen führt bereits ein Wassergehalt von 6,2 Ma.-% in [EMIm][EtSO₄] zu einem 10 s andauernden Filmsieden. Es ist davon auszugehen, dass durch die deutlich höhere Eintauchtemperatur der Stahlprobe und der signifikanten Baderwärmung, aufgrund des geringen Badvolumens, deutlich mehr Wasser in kurzer Zeit verdampft und dies somit den Leidenfrost-Effekt begünstigt.

Bei Abschreckung von Stahlproben konnte in beiden Ionischen Flüssigkeiten bei geringem Wassergehalt mittels Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen ebenfalls kein Filmsieden beobachtet werden. Die intensive Bildung von Gas-/ Rauchwolken an der Probenoberfläche und eine Rauchentwicklung über dem Abschreckbecken deuten zusätzlich zur Verfärbung der Ionischen Flüssigkeiten auf Zersetzungs- bzw. Verdampfungsreaktionen hin. Insgesamt ist durch die Zugabe von Wasser eine deutliche Erhöhung der Abschreckwirkung zu erkennen. Dieser Effekt ist bei beiden verwendeten Ionischen Flüssigkeiten ungefähr gleich stark ausgeprägt, wobei insbesondere bei den Wärmeübergangskoeffizienten der höhere Wassergehalt in [EMIm][EtSO₄] zu deutlich größeren Maximalwerten führt. Die Abschreckintensitäten der Wasser-IL-Mischungen erreichen bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C bei Aluminiumproben in keinem Fall das Niveau von reinem Wasser. Bei Stahlproben kann die Abkühldauer bis 500 °C ($t_{8/5}$ -Zeit) bei Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit im Vergleich zu Wasser jedoch sogar leicht verringert werden.

Der enorme Einfluss des Wassergehaltes auf die Abschreckwirkung Ionischer Flüssigkeiten ist vergleichbar mit konventionellen Salzschnmelzen [137].

Insgesamt bewirkt ein erhöhter Wassergehalt eine Reduzierung der Viskosität, wodurch

die Strömungsgeschwindigkeit an der Probenoberfläche zunimmt. In Verbindung mit der Wasserverdampfung entsteht ein intensiviertes Blasensieden, woraus ein erhöhter Wärmeübergang resultiert.

7.1.4 Gasgehalt

Neben dem Einfluss des Wassergehaltes wurde ebenfalls der Einfluss von Gasen (hier Kohlenstoffdioxid) in der Ionischen Flüssigkeit auf die Abschreckwirkung untersucht, da diese zumindest in Wasser einen signifikanten Einfluss auf das Abschreckverhalten besitzen [19]. Dies wurde darüber hinaus mit dem Einfluss einer Badumwälzung kombiniert. Insgesamt ist die Abschreckintensität bei Gasbeladung auf dem gleichen Niveau wie bei einem Wasserzusatz (Abbildung 92). Bei der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] und der Abschreckung von Aluminiumproben ist bei Beladung von Kohlenstoffdioxid kein Unterschied zwischen einer Abschreckung mit und ohne Badumwälzung erkennbar (Abbildung 92). Bei dem ausschließlichen Zusatz von Wasser ist eine leichte Steigerung der Abschreckgeschwindigkeit bei aktivierter Badumwälzung erkennbar. Die erhöhte Abschreckleistung der Ionischen Flüssigkeit bei Gasbeladung ist vermutlich mit der intensiveren Blasenbildung und damit schnelleren Durchmischung des Abschreckmediums in unmittelbarer Nähe der Probenoberfläche zu erklären. Die Löslichkeit von Kohlenstoffdioxid nimmt mit steigender Temperatur in der Ionischen Flüssigkeit ab [78]. Ein ähnliches Verhalten zeigt auch die Löslichkeit von Kohlenstoffdioxid in Wasser [19]. In unmittelbarer Probennähe steigt die Temperatur der IL innerhalb sehr kurzer Zeit stark an. Aufgrund des bei abnehmender Löslichkeit freigesetzten Gases erfolgt in diesem Bereich die intensivste Blasenbildung. Die Bildung eines kurzzeitigen Dampffilmes wie bei hohen Wassergehalten (Abbildung 42 mitte, S. 66) konnte bei der Gasbeladung der Ionischen Flüssigkeit nicht beobachtet werden. Bei einem Zusatz von Kohlenstoffdioxid kann die mittlere Kühlrate im ausscheidungsrelevanten Temperaturbereich bis 200 °C um über 60 % und bei kombiniertem Zusatz von Kohlenstoffdioxid und Wasser um über 70 % gesteigert werden.

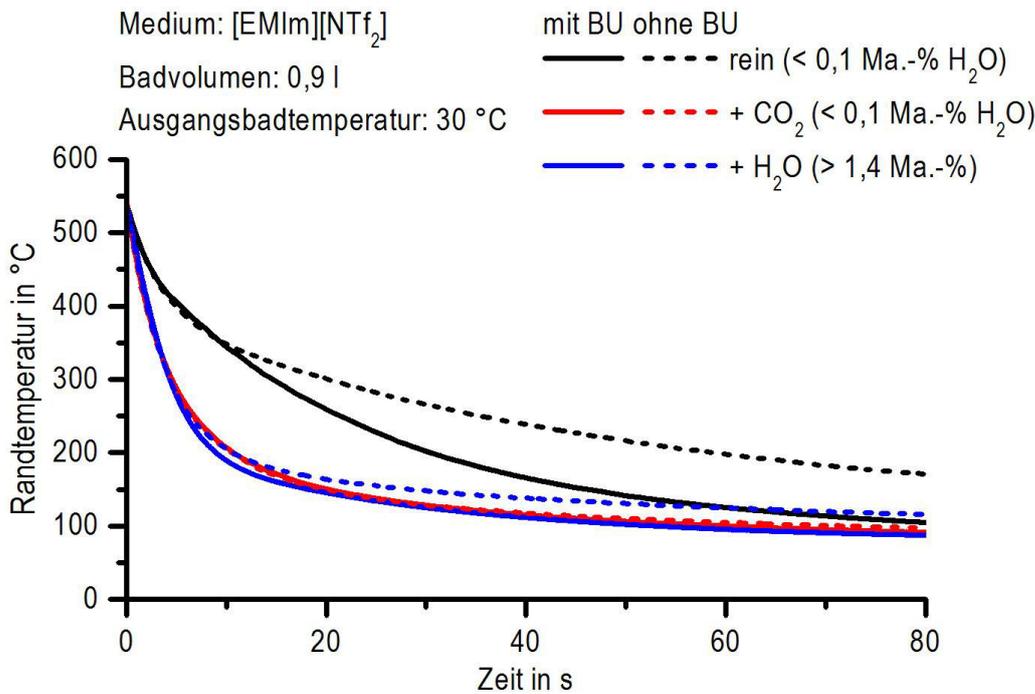


Abbildung 92: Einfluss von Badumwälzung (BU) und Zusätzen auf die Kühlwirkung von [EMIm][NTf₂].

7.1.5 Wärmeübergangskoeffizient nach VDI-Wärmeatlas

Der VDI-Wärmeatlas ist ein Standardwerk zur Berechnung von Wärmeübertragern und wärmetechnischen Apparaten. Die enthaltenen Formeln ermöglichen eine Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten, welche ausschließlich aus der Beschreibung der Strömung an der Bauteiloberfläche und den thermophysikalischen Eigenschaften des Fluids, in diesem Fall des Abschreckmediums, besteht. Die allgemeine Formel für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten α nach VDI-Wärmeatlas [138] beinhaltet die Nußelt-Zahl Nu , die Wärmeleitfähigkeit λ und die charakteristische Länge l (Formel 7.2). Der Wärmeübergangskoeffizient kann sowohl für den Fall der freien als auch der erzwungenen Konvektion berechnet werden. Um den Einfluss der Anströmung bei der erzwungenen Konvektion beurteilen zu können, werden beide Varianten berechnet. Bei der Annahme einer freien Konvektion beschreibt die Variable l die Anströmlänge, für welche im vorliegenden Fall die Zylinderhöhe von 120 mm verwendet wird. Bei Annahme einer erzwungenen Konvektion (radial angeströmter Zylinder) beschreibt l die Überströmlänge, welche dem Zylinderumfang von $\pi \cdot 29,5 \text{ mm}$ entspricht.

$$\alpha = \frac{Nu \lambda}{l}$$

7.2 [138]

Freie Konvektion

Die folgenden Formeln 7.3 bis 7.8 beschreiben die Berechnung der Nußelt-Zahl bei freier Konvektion.

Die Nußelt-Zahl Nu für vertikale Zylinder wird entsprechend Formel 7.3 aus der Nußelt-Zahl für die vertikale Fläche Nu_{platte} , modifiziert mit der Zylinderhöhe h (120 mm) und dem Zylinderdurchmesser D (29,5 mm) berechnet.

$$Nu = Nu_{platte} + 0,435 \frac{h}{D} \quad 7.3 [138]$$

Die Nußelt-Zahl bei vertikalen Flächen Nu_{platte} ist nach Formel 7.4 von der Rayleigh-Zahl Ra und der Prandtl-Zahl Pr abhängig.

$$Nu_{platte} = \left(0,825 + \frac{0,387 Ra^{1/6}}{\left[1 + \left(\frac{0,492}{Pr} \right)^{9/16} \right]^{8/27}} \right) \quad 7.4 [138]$$

Die Rayleigh-Zahl Ra ergibt sich aus dem Produkt der Prandtl-Zahl Pr und der Grashof-Zahl Gr (Formel 7.5).

$$Ra = Gr \cdot Pr \quad 7.5 [138]$$

Die Prandtl-Zahl Pr kann mit Hilfe der spezifischen Wärmekapazität c_p , der dynamischen Viskosität η und der Wärmeleitfähigkeit λ berechnet werden (Formel 7.6).

$$Pr = \frac{c_p \eta}{\lambda} \quad 7.6 [139]$$

Die Grashof-Zahl Gr wird mit Hilfe der Erdbeschleunigung g ($\approx 9,81 \frac{m}{s^2}$), der Anströmlänge l (120 mm), der kinematischen Viskosität ν , welche sich aus dem Quotienten von dynamischer Viskosität η und Dichte ρ berechnen lässt, dem räumlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten β und der Temperaturdifferenz zwischen Oberfläche und Fluid $\Delta\vartheta$ bestimmt (Formel 7.7). Die kinematische Viskosität ν lässt sich aus dem Quotienten von dynamischer Viskosität η und Dichte ρ berechnen (Formel 7.8). Das Produkt aus räumlichem Wärmeausdehnungskoeffizienten β und Temperaturdifferenz $\Delta\vartheta$ zwischen Oberfläche und Fluid wird mit Hilfe der Dichte des Fluids an der Oberfläche ρ_0 und der Dichte des Fluids außerhalb der Strömungsgrenzschicht ρ_∞ vereinfacht nach Formel 7.9 beschrieben.

$$Gr = \frac{g l^3}{\nu^2} \beta \Delta\vartheta \quad 7.7 [138]$$

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad 7.8 [138]$$

$$\beta \Delta\vartheta = \frac{\rho_\infty - \rho_0}{\rho_\infty} \quad 7.9 [138]$$

Erzwungene Konvektion

Die Nußelt-Zahl bei erzwungener Konvektion berechnet sich aus dem Produkt der Nußelt-Zahl für querangeströmte Profilzylinder Nu_0 und einem Korrekturfaktor K , welcher die Richtung des Wärmestroms beschreibt und mit 1,0 angenommen wird (Formel 7.10).

$$Nu = Nu_0 K \quad 7.10 [138]$$

Die Nußelt-Zahl für querangeströmte Profilzylinder Nu_0 besteht aus einem lamellaren Anteil Nu_{lam} und einem turbulenten Anteil Nu_{turb} (Formel 7.11).

$$Nu_0 = 0,3 + \sqrt{Nu_{lam}^2 + Nu_{turb}^2} \quad 7.11 [138]$$

Der lamellare Anteil der Nußelt-Zahl Nu_{lam} lässt sich mit Hilfe der Reynolds-Zahl und der Prandtl-Zahl berechnen (Formel 7.12).

$$Nu_{lam} = 0,664 \sqrt{Re} \sqrt[3]{Pr} \quad 7.12 [138]$$

Die Reynolds-Zahl Re ist abhängig von der Geschwindigkeit des Mediums an der Zylinderoberfläche w , der Überströmlänge l ($\pi \cdot 29,5 \text{ mm}$) und der kinematischen Viskosität ν (Formel 7.13). Die Prandtl-Zahl Pr wird entsprechend der Formel 7.6 berechnet.

$$Re = \frac{w l}{\nu} \quad 7.13 [138]$$

Der turbulente Anteil der Nußelt-Zahl Nu_{turb} ist ebenfalls von der Reynolds-Zahl Re und der Prandtl-Zahl Pr abhängig (Formel 7.14).

$$Nu_{turb} = \frac{0,037 Re^{0,8} Pr}{1 + 2,443 Re^{-0,1} (Pr^{2/3} - 1)} \quad 7.14 [138]$$

Die jeweils nötigen temperaturabhängigen thermophysikalischen Eigenschaften des

Abschreckmediums sind die dynamische Viskosität, spezifische Wärmekapazität, Wärmeleitfähigkeit und Dichte. Nach VDI-Wärmeatlas ist bei allen die mittlere Temperatur ϑ_m zwischen Probenoberfläche ϑ_0 und Fluid ϑ_∞ anzunehmen (Formel 7.15).

$$\vartheta_m = \frac{\vartheta_0 + \vartheta_\infty}{2} \quad 7.15 [138]$$

Die mittlere Temperatur sinkt bei Abschreckung eines Aluminiumzylinders (540 °C) in 0,9 l ionischer Flüssigkeit (30 °C) von 285 °C auf 85 °C. Die Dichte ist im gesamten Bereich der Ausgangstemperatur des Abschreckmediums bis zur Eintauchtemperatur des Zylinders erforderlich. Um diese Temperaturbereiche abzudecken, wurden die Kurvenverläufe aus der Literatur zu höheren Temperaturen hin extrapoliert. Die Erwärmung des Fluids während der Abschreckung wird bei der Berechnung der Wärmeübergangskoeffizienten berücksichtigt.

Die erforderlichen thermophysikalischen Eigenschaften sind für die ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] ohne Wasserzusatz in Abbildung 93 dargestellt. Die verwendeten Extrapolationsfunktionen sind für die dynamische Viskosität η als Vogel-Fulcher-Thammann-Gleichung nach Jacquemin et al. in Formel 7.16 [94], für die spezifische Wärmekapazität c_p in Formel 7.17, für die Wärmeleitfähigkeit λ in Formel 7.18 und für die Dichte ρ nach Jacquemin et al. in Formel 7.19 [94] dargestellt.

$$\eta = 1,11 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mPa s}}{\sqrt{K}} \cdot \sqrt{T} \cdot \exp\left(\frac{1620 \text{ K}}{T - 81,8 \text{ K}}\right) \quad 7.16 [94]$$

$$c_p = 1,261 \frac{\text{J}}{\text{gK}} + 1,2 \cdot 10^{-3} \frac{\text{J}}{\text{gK}^2} \cdot (T - 273,15 \text{ K}) \quad 7.17$$

$$\lambda = 0,13057 \frac{\text{W}}{\text{mK}} - 2,857 \cdot 10^{-5} \frac{\text{W}}{\text{mK}} \cdot (T - 273,15 \text{ K}) \quad 7.18$$

$$\rho = 1542,5 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} - 0,99 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3 \text{K}} \cdot (T - 273,15 \text{ K}) \quad 7.19 [94]$$

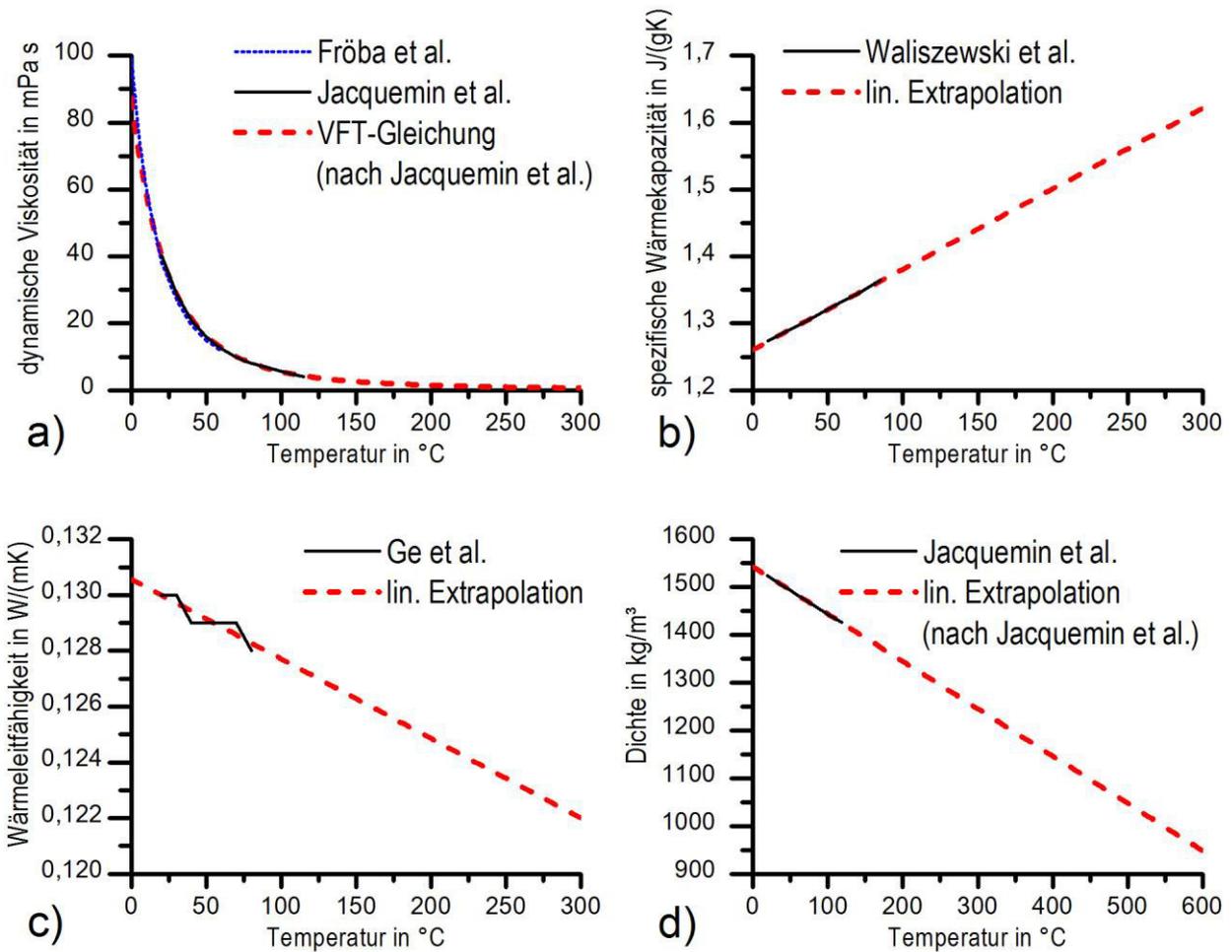
thermophysikalische Eigenschaften [EMIm][NTf₂]

Abbildung 93: Temperaturabhängige (a) dynamisch Viskosität [94,103], (b) spezifische Wärmekapazität [136], (c) Wärmeleitfähigkeit [140] und (d) Dichte [94] nach Literaturangaben und mit Extrapolation für erhöhte Temperaturen von [EMIm][NTf₂] ohne Wasserzusatz.

Die für die Berechnung benötigten thermophysikalischen Eigenschaften der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] ohne Wasserzusatz sind in Abbildung 94 dargestellt.

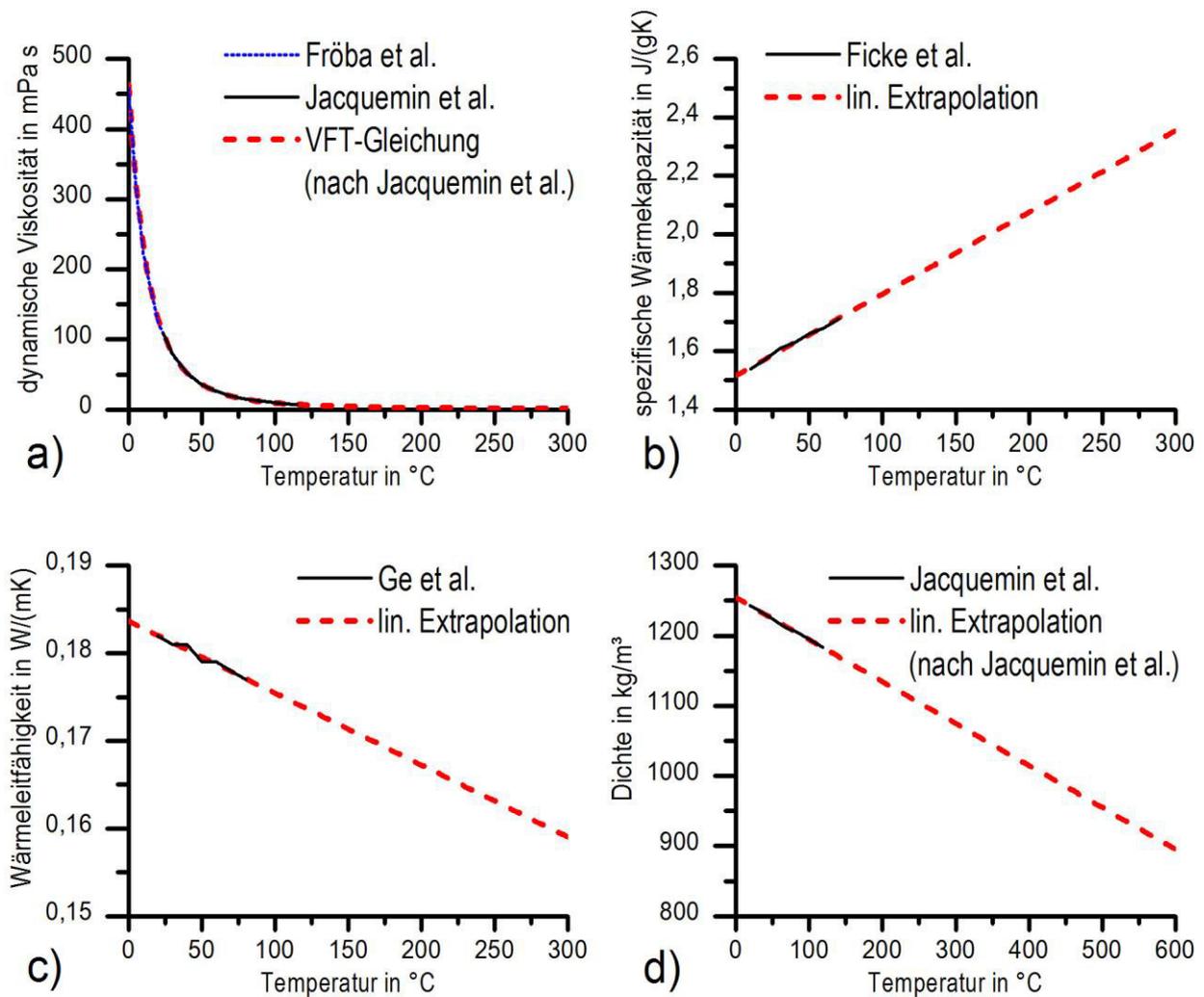
thermophysikalische Eigenschaften [EMIm][EtSO₄]

Abbildung 94: Temperaturabhängige (a) dynamisch Viskosität [94,103], (b) spezifische Wärmekapazität [141], (c) Wärmeleitfähigkeit [140] und (d) Dichte [94] nach Literaturangaben und mit Extrapolation für erhöhte Temperaturen von [EMIm][EtSO₄] ohne Wasserzusatz.

Die für die Extrapolationen bei [EMIm][EtSO₄] angewendeten Funktionen sind für die dynamische Viskosität η als Vogel-Fulcher-Thammann-Gleichung nach Jacquemin et al. in Formel 7.20 [94] angegeben. Die Funktion für die spezifische Wärmekapazität c_p ist in Formel 7.21 als linear abhängig von der Temperatur angegeben. Die nach Valkenburg et al. lineare Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit λ von der Temperatur [83] ist in Formel 7.22 abgebildet. Die Extrapolationsfunktion der Dichte ρ nach Jacquemin et al. ist in Formel 7.23 [94] dargestellt.

$$\eta = 5,68 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mPa} \cdot \text{s}}{\sqrt{K}} \cdot \sqrt{T} \cdot \exp\left(\frac{945 \text{ K}}{T - 162 \text{ K}}\right) \quad 7.20 [94]$$

$$c_p = 1,517 \frac{J}{gK} + 2,79 \cdot 10^{-3} \frac{J}{gK^2} \cdot (T - 273,15 K) \quad 7.21$$

$$\lambda = 0,18368 \frac{W}{mK} - 8,214 \cdot 10^{-5} \frac{W}{mK} \cdot (T - 273,15 K) \quad 7.22$$

$$\rho = 1254,1 \frac{kg}{m^3} - 0,598 \frac{kg}{m^3K} \cdot (T - 273,15 K) \quad 7.23 [94]$$

Neben den thermophysikalischen Eigenschaften beinhaltet die Berechnung der Wärmeübergangskoeffizienten bei erzwungener Konvektion eine Strömungsgeschwindigkeit. Diese wurde mit Hilfe einer optischen Auswertung der Videoaufnahmen hinsichtlich der tangentialen Blasengeschwindigkeiten an der Zylinderoberfläche bei Abschreckung in beiden Ionischen Flüssigkeiten mit konstant 0,3 m/s angenommen.

Die berechneten Wärmeübergangskoeffizientenverläufe sind zusammen mit den experimentell ermittelten Wärmeübergangskoeffizientenverläufen in Abbildung 95 dargestellt. Die Berechnung bei freier Konvektion liefert, wie zu erwarten, die niedrigsten Wärmeübergangskoeffizienten, welche bei beiden Ionischen Flüssigkeiten sehr ähnlich von ca. 750 W/(m²K) bei 500 °C auf 160 W/(m²K) bei 100 °C abnehmen. Bei Temperaturen von weniger als 300 °C sind Größenordnung und Verlauf der Berechnung nach VDI-Wärmeatlas bei erzwungener Konvektion und den experimentell ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten vergleichbar. Bei Temperaturen oberhalb von 300 °C betragen die experimentellen Wärmeübergangskoeffizienten bei [EMIm][NTf₂] bis zum Dreifachen und bei [EMIm][EtSO₄] bis zum Vierfachen der berechneten Wärmeübergangskoeffizienten.

Die möglichen Ursachen für diese Differenz sind sehr vielfältig. Die verwendeten Ionischen Flüssigkeiten enthalten geringe Mengen an Wasser, was sich technisch kaum vermeiden lässt. Vermutlich können selbst geringe Wassergehalte ein Blasensieden bei erhöhten Temperaturen hervorrufen, was als Hauptursache für den Unterschied zwischen den experimentellen und berechneten Wärmeübergangskoeffizienten angesehen wird. Dies wird durch die Auswertungen der Videoaufnahmen der Abschreckung von reinen (wasserarmen) Ionischen Flüssigkeiten bestätigt, bei denen eine deutliche Blasenbildung nur oberhalb von 300 °C erkennbar ist. Das Blasensieden erhöht die Kühlwirkung im oberen Temperaturbereich aufgrund der mit der Verdampfung verbundenen lokalen turbulenten Strömungen an der Probenoberfläche.

Diese Strömungen werden bei der Berechnung nach dem VDI-Wärmeatlas aufgrund der Annahme eines rein konvektiven Wärmeübergangs jedoch nicht berücksichtigt.

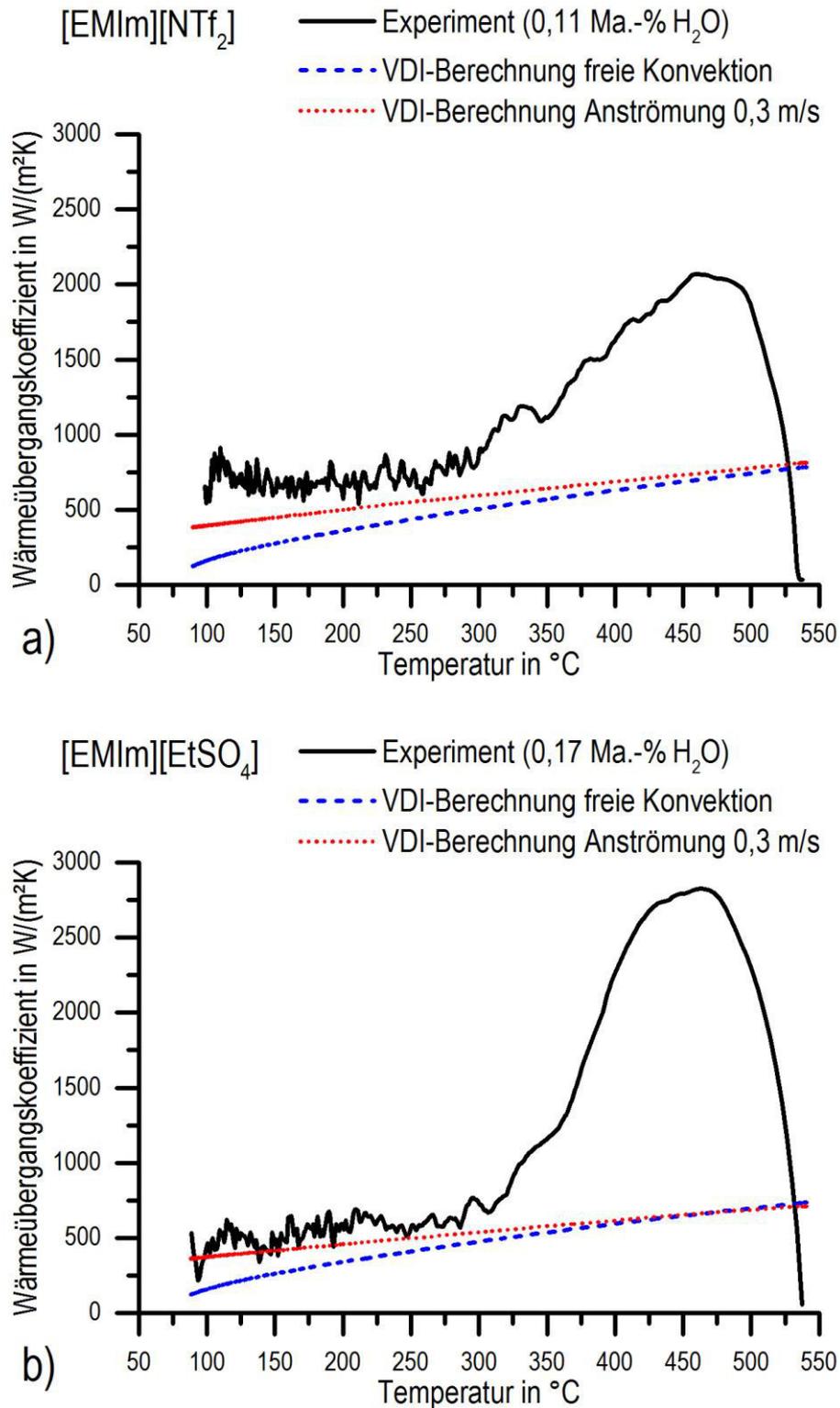


Abbildung 95: Wärmeübergangskoeffizienten aus Experiment (inverse thermische Simulation) und nach Berechnung mittels VDI-Wärmeatlas bei Abschreckung in 0,9 l a) [EMIm][NTf₂] und b) [EMIm][EtSO₄] mit jeweils 30 °C Ausgangsbadtemperatur.

Der Wassergehalt beeinflusst auch die thermophysikalischen Eigenschaften von ionischen Flüssigkeiten. Die Viskosität der ionischen Flüssigkeiten verringert sich durch Wasserzugabe [76], was einen höheren Wärmeübergangskoeffizienten zur Folge hat. Nach Torrecilla et al. kann bereits die relative Luftfeuchtigkeit einen messbaren Einfluss auf die Dichte und Viskosität von [EMIm][EtSO₄] haben [142].

Weitere Ursachen für die Unterschiede der Wärmeübergangskoeffizienten bei Berechnung und Experiment sind die nötigen Extrapolationen der thermophysikalischen Eigenschaften auf bis zu 200 K höhere Temperaturen. Insbesondere bei der dynamischen Viskosität können bereits geringe Änderungen der Extrapolationsfunktion einen sehr großen Einfluss auf die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten besitzen. Die Abschätzung der Strömungsgeschwindigkeit an der Probenoberfläche hat ebenfalls einen großen Einfluss auf die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten. Eine Erhöhung der angenommenen Strömungsgeschwindigkeit um 10 % auf 0,33 m/s hätte bei [EMIM][NTf₂] eine Erhöhung des mittleren Wärmeübergangskoeffizienten von ca. 7 % und bei [EMIm][EtSO₄] von über 9 % zur Folge.

In Hinblick auf die genannten Fehlerquellen kann die Berechnung mittels VDI-Wärmeatlas bei rein konvektivem Wärmeübergang und erzwungener Konvektion als gut bezeichnet werden und bietet eine einfache Möglichkeit der Abschätzung von Wärmeübergangskoeffizientenverläufen mit Hilfe der thermophysikalischen Eigenschaften von ionischen Flüssigkeiten.

7.2 Werkstoffstruktur und Eigenschaften

7.2.1 Härte Aluminium

Die Härten bei den Legierungen AlSi1MgMn und AlCu6Mn befinden sich bei Abschreckung in ionischer Flüssigkeit und Wasser im Bereich der jeweiligen maximalen Härte im T6-Zustand. Dies deckt sich auch mit den ermittelten mittleren Kühlraten, welche sich bei AlSi1MgMn und AlCu6Mn sowohl bei Abschreckung in ionischer Flüssigkeit als auch in Wasser im Bereich der kritischen Kühlraten dieser Legierungen befinden (Tabelle 12). Die Verwendung von mittleren Kühlraten in einem gegebenen Temperaturfenster ist eine relativ einfache Möglichkeit, um verschiedene Abschreckungen miteinander zu vergleichen. Es ist allerdings zu beachten, dass die realen Kühlkurven sehr ungleichmäßig verlaufen können. Die Legierung AlCu6Mn weist die höchsten ermittelten Kühlraten auf, was mit der Probengeometrie von 8 mm dicken Platten zu erklären ist,

welche im Vergleich zu den Zylindern mit einem Durchmesser von 29,5 mm ein deutlich größeres Volumen-zu-Oberfläche-Verhältnis besitzen. Darüber hinaus lagen die Lösungsglühtemperaturen der verwendeten Legierungen bis zu 70 K auseinander. Aufgrund eines intensiveren Filmsiedens weist die Legierung AlSi1MgMn (höchste Lösungsglühtemperatur von 540 °C) in Wasser eine geringere mittlere Kühlrate und in ionischer Flüssigkeit wegen der beim Eintauchen größeren Temperaturdifferenz der Probe zum Abschreckmedium eine höhere mittlere Kühlrate als AlZn8MgCu (geringste Lösungsglühtemperatur von 470 °C) auf. Die Legierung AlZn8MgCu besitzt bei Abschreckung in Wasser eine ca. 5 % höhere Härte als bei Abschreckung in ionischer Flüssigkeit. Hier ist aufgrund der kritischen Kühlrate von ca. 300 K/s [110] davon auszugehen, dass selbst die schnellere Wasserabschreckung mit einer mittleren Kühlrate von 71 K/s bis 200 °C nicht schnell genug ist, um eine Ausscheidungsbildung während des Abschreckens vollständig zu verhindern. Die nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit erreichte Härte von AlZn8MgCu ist mit annähernd 200 HV1 aber für eine industrielle Nutzung geeignet und übertrifft die nach der Norm geforderte Härte von 180 HV10.

Somit können auch hochlegierte Aluminiumwerkstoffe bezüglich der erzielbaren Härte erfolgreich in ionischen Flüssigkeiten abgeschreckt werden.

7.2.2 Oberflächenveränderung Aluminium

Im Ausgangszustand sind bei der Legierung AlSi1MgMn fertigungsbedingte vertikale Riefen erkennbar.

Nach einmaliger Abschreckung in Wasser sind besonders an den Proben der Legierungen AlSi1MgMn und AlZn8MgCu gleichmäßig verteilte ca. 1 µm bis 2 µm große helle Partikel auf der Probenoberfläche erkennbar. Da das Rostocker Leitungswasser mit einem Calciumcarbonatgehalt von 3,0 mmol/l [100] als hart gilt, stellen diese hellen Partikel vermutlich Ablagerungen von Calciumcarbonat dar. Vergleichbare Partikel waren an der Legierung AlCu6Mn nicht zu beobachten, da hier kein makroskopisches Filmsieden während des Abschreckens aufgetreten ist. Dies ist mit der geringen Probenmasse, welche im Vergleich zu den Zylinderproben weniger als 50 % beträgt, bei gleichzeitig aber fast 90 % der Probenoberfläche zu erklären.

Auch nach mehrmaliger Abschreckung in der ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] sind bei

den drei untersuchten Aluminiumlegierungen keine gravierenden Oberflächenveränderungen aufgetreten. Dagegen deutet vor allem die ionische Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] bei wiederholten Abschreckungen auf ein erhöhtes Korrosionspotential für Aluminiumlegierungen hin. Im Hinblick auf eine spätere industrielle Anwendung dürfte aber vor allem der übliche Fall einer einmaligen Abschreckung von Interesse sein. Dabei zeigt sich die Legierung AlSi1MgMn mit der Bildung von gleichmäßig verteilten Kratern auf der Probenoberfläche am empfindlichsten. Die Oberflächenveränderung lässt aufgrund ihrer Morphologie eine Ähnlichkeit zur Lochkorrosion vermuten. Nach Vargel et al. ist Aluminium generell anfällig für Lochkorrosion in Medien mit einem pH-Wert nahe dem neutralen Bereich [143]. Die ionische Flüssigkeit [EMIm][EtSO₄] ist mit einem pH-Wert von 7,9-8,2 [97,99] mit Meerwasser vergleichbar und fällt somit auch unter diese Kategorie. Eine mögliche Ursache dafür könnten heterogen verteilte Legierungselemente sein, welche zu einer Schwächung der schützenden Aluminiumoxidschicht führen [1]. Bei erhöhten Temperaturen ist darüber hinaus eine mögliche Zersetzung von [EMIm][EtSO₄] nicht ausgeschlossen. Dabei kann es unter anderem zur Bildung von korrosiven Schwefeloxiden kommen [144].

Neben den beschriebenen Kratern sind bei erhöhter Zahl an Abschreckungen aller untersuchten Legierungen in [EMIm][EtSO₄] kompakte, flächige Erhebungen mit Größen von mehreren zehn µm auf der Probenoberfläche erkennbar. Es liegt die Vermutung nahe, dass ein selektiver Abtrag einzelner Körner stattgefunden hat. Die mittlere Korngröße der Legierung AlSi1MgMn ist mit ca. 4-5 µm im Ausgangszustand etwas kleiner als die beobachteten Erhebungen. Dabei bleibt zu berücksichtigen, dass die Korngröße an der unmittelbaren Probenoberfläche nicht ermittelt wurde und aufgrund der Wärmebehandlung ein Kornwachstum denkbar wäre. Die Legierung AlCu6Mn besitzt im Ausgangszustand eine mittlere Korngröße von 22 µm bis 25 µm, was ca. ein Drittel der Größe der beobachteten Erhebungen entspricht. Die Art der Entstehung der Erhebungen ist unklar. Die Oberflächenaufnahmen erwecken den Eindruck, dass einige Körner weniger stark von einem Materialabtrag betroffen sind.

Ein direkter Vergleich der Oberflächenveränderungen zwischen den Legierungen ist schwierig, da eine mögliche Korrosion auch stark temperaturabhängig ist [145] und sich die Glühtemperaturen um bis zu 70 K unterscheiden. Darüber hinaus wurden zwei unterschiedliche Probengeometrien verwendet. Dies führt dazu, dass die plattenförmigen Proben der Legierung AlCu6Mn eine Masse von weniger als der Hälfte der Zylinder aufweisen und aufgrund der geringen Probendicke auch eine deutlich geringere

Wärmemenge bezogen auf die Probenoberfläche abgeben. Somit könnte es durchaus denkbar sein, dass alleine aufgrund der geringeren Wärmemenge, trotz der relativ hohen Glühtemperatur von 535 °C, bei der Legierung AlCu6Mn nur geringe Korrosionserscheinungen aufgetreten sind. Ein weiterer Unterschied liegt im Ausgangszustand der verwendeten Proben. Die Zylinder aus AlSi1MgMn und AlZn8MgCu wurden mittels Runddrehen aus Stangenmaterial und die Quader aus AlCu6Mn wurden aus Plattenmaterial durch Fräsen hergestellt. Aufgrund der unterschiedlichen Herstellungsverfahren der Proben lagen bereits im Ausgangszustand unterschiedliche Oberflächen vor, wodurch die Korrosionseigenschaften ebenfalls beeinflusst werden können [146].

Insgesamt konnten je nach Ionischer Flüssigkeit und Bauteil nur geringe bis keine beobachteten Oberflächenveränderung an einer einmalig abgeschreckten Probe festgestellt werden.

7.2.3 Härte und Gefüge Stahl

Das Gefüge in der Mitte des Zylinders aus 42CrMo4 (\varnothing 29,5 mm x 120 mm) weist nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit eine nahezu vollständige martensitische Umwandlung auf. Die ermittelte Kühlkurve des Probenkerns wurde in einem kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für die Legierung 42CrMo4 eingetragen (siehe Abbildung 96). Dies dient einer groben Abschätzung des zu erwartenden Gefüges nach der Abschreckung. Der Verlauf der Kühlkurve und die experimentell ermittelten Härtewerte von 570 HV20 bis 650 HV20 deuten ebenfalls auf ein überwiegend martensitisches Gefüge hin. Es konnte gezeigt werden, dass eine martensitische Härtung dieses typischen Vergütungsstahls in praxisrelevanten Abmessungen in einer Ionischen Flüssigkeit möglich ist.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0,42	0,33	0,68	0,016	0,021	0,93	0,19

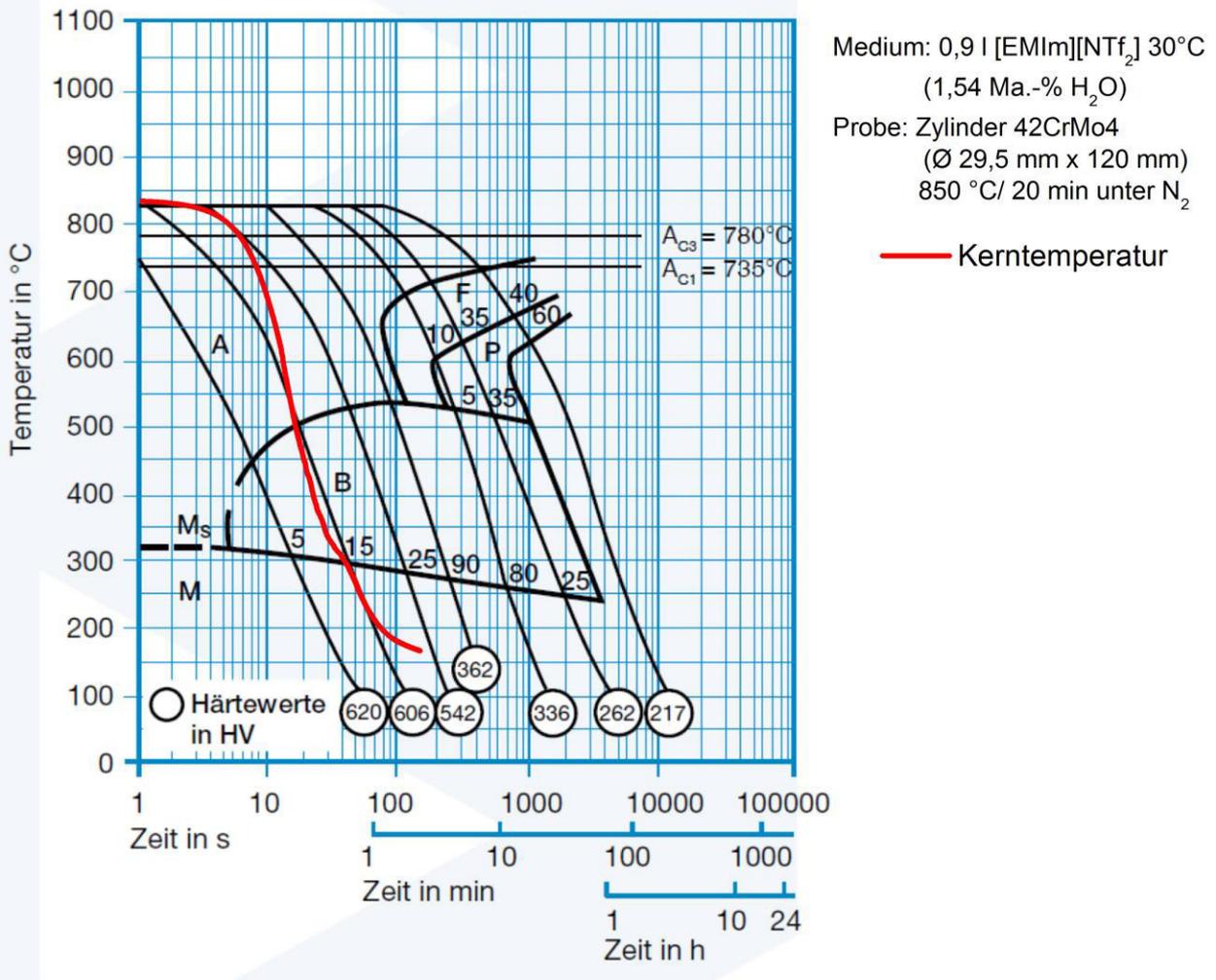


Abbildung 96: Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm von 42CrMo4 [147] mit ermittelter Kühlkurve des Probenkerns.

7.2.4 Oberflächenveränderung Stahl

Nach einmaliger Stahlabschreckung konnten bei beiden Ionischen Flüssigkeiten Veränderungen der Probenoberflächen festgestellt werden. Besonders bei Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] zeigte sich eine deutliche Verfärbung der Stahlprobe. Bei der Betrachtung der Oberflächen mittels REM bei einer Beschleunigungsspannung von 10 kV sind nach Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] kaum noch vertikale Riefen erkennbar, welche von der drehenden Fertigung stammen (Abbildung 97 links). Bei erhöhter Beschleunigungsspannung hingegen sind diese Fertigungsspuren jedoch deutlich sichtbar (Abbildung 97 rechts). Bei einer Erhöhung der Beschleunigungsspannung wird auch die Eindringtiefe der Elektronen erhöht [148]. Somit entsteht ein Abbild eines etwas tiefer liegenden Oberflächenbereiches. Da auch nach der Abschreckung bei erhöhter Beschleunigungsspannung noch Fertigungsspuren erkennbar sind, kann vermutet werden, dass die Verfärbung der Probenoberfläche auf eine Art Beschichtung zurückzuführen ist. Aufgrund der relativ geringen Verweildauer der Probenoberfläche bei hohen Temperaturen von wenigen Sekunden erscheint eine mögliche Diffusion von Bestandteilen der Ionischen Flüssigkeit in die Probenoberfläche unwahrscheinlich. Die erkennbaren kreisförmigen Strukturen könnten infolge einer Blasenbildung aufgrund möglicher Verdampfung von Teilen des Abschreckmediums entstanden sein.

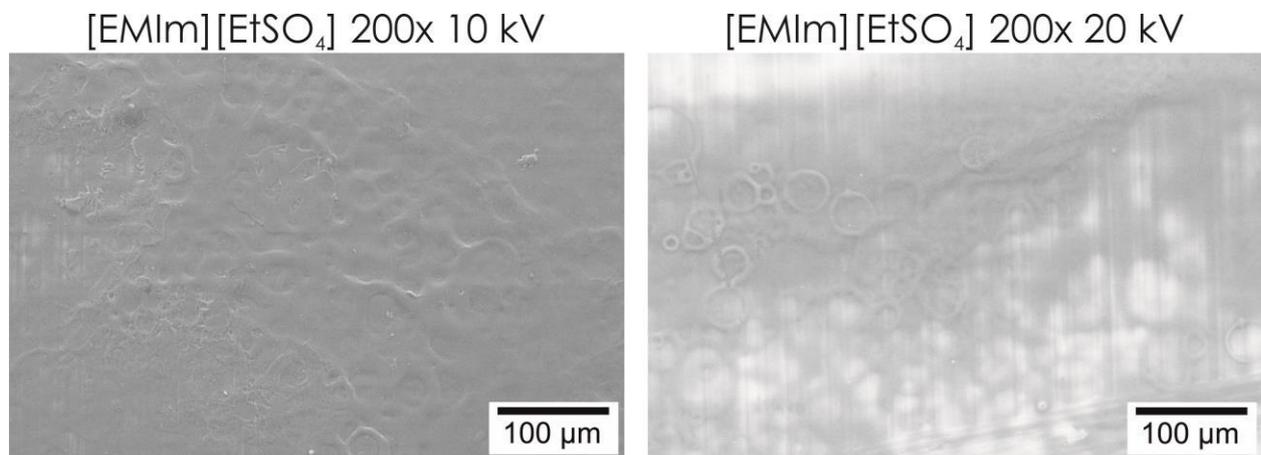


Abbildung 97: REM-Aufnahme der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 nach Abschreckung in [EMIm][EtSO₄] mit unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen.

Die flächenhafte EDX-Analyse deutet darauf hin, dass die gebildete Oberflächenschicht mindestens die Elemente Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und Sauerstoff enthält. Die Summenformel von [EMIm][EtSO₄] lautet C₈H₁₆N₂O₄S und verdeutlicht, dass sämtliche

in der Ionischen Flüssigkeit enthaltene Elemente auch auf der Probenoberfläche nachgewiesen wurden. Die einzige Ausnahme stellt Wasserstoff dar, welcher mittels EDX aber generell nicht detektierbar ist [149].

Die XPS-Analyse deutet ebenfalls auf die Elemente Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und Sauerstoff in der Oberflächenschicht hin. Die genauen Anteile unterscheiden sich etwas zu den Ergebnissen der EDX-Analyse. Dies kann einerseits mit der Messungengenauigkeit erklärt werden, welche bei der EDX-Analyse höher (im Bereich weniger At.-%) liegen kann [150]. Darüber hinaus ist die Informationstiefe bei der XPS-Untersuchung mit ca. 10 nm deutlich geringer, als bei der EDX-Analyse mit 1 μm - 2 μm [107,148]. Es ist durchaus möglich, dass die chemische Zusammensetzung der Oberflächenschicht über den Abstand zur Oberfläche variiert.

Da im Grundwerkstoff nur sehr geringe Mengen an Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und Sauerstoff enthalten sind, unterstützt dies die Vermutung, dass überwiegend eine Beschichtung und kein Produkt einer Reaktion der Ionischen Flüssigkeit mit dem Grundwerkstoff vorliegt. Der mittels XPS nach Abschreckung in beiden Ionischen Flüssigkeiten detektierte Kohlenstoff liegt überwiegend als Einfachbindung vor. Diese Bindung deutet auf einen Ursprung des Kohlenstoffs in dem in beiden Ionischen Flüssigkeiten vorhandenen Ethyl hin. Der überwiegende Teil des detektierten Stickstoffs stammt vermutlich aus den jeweiligen Imidazolium-Ringen der Ionischen Flüssigkeiten. Darüber hinaus konnten mit Hilfe der deutlich oberflächensensitiveren XPS-Untersuchung keine im Grundwerkstoff enthaltenen Elemente wie Chrom oder Nickel detektiert werden. Lediglich Eisen wurde als Element des Grundwerkstoffes in sehr geringen Anteilen von weniger als 2 At.-% festgestellt.

Weder mittels Lichtmikroskopie noch REM konnte anhand eines Querschliffes eine Schichtdicke vermessen werden. Es wird aber anhand der Aufnahmen angenommen, dass diese dünner als 1 μm ist.

Nach einmaliger Abschreckung in [EMIm][NTf₂] waren tetraederförmige Strukturen mit einer Größe von ca. 0,5 μm auf der Probenoberfläche erkennbar. Die Ergebnisse der XPS-Analyse deuten darauf hin, dass in der Randschicht überwiegend Kohlenstoff, Sauerstoff und Stickstoff vorhanden sind und somit vermutlich überwiegend von der Ionischen Flüssigkeit stammen. Die Morphologie der tetraederförmigen Gebilde deutet auf eine kristallartige Struktur hin.

7.3 Verzug

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Verformung von ausgewählten „T“-ähnlichen Verzugsprofilen aus AlZn8MgCu sowohl mit Experimenten, als auch mit Simulationen bei Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser ermittelt. Diese Ergebnisse werden verglichen und diskutiert. Die Verformungen der Bodenfläche nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser sind beispielhaft in Abbildung 98 dargestellt. Nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit sind die Verformungen bezüglich Richtung und Intensität bei Experiment und Simulation sehr ähnlich. Es liegt eine Krümmung um die Y-Achse des Profils vor. Somit ist nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit kaum eine Veränderung zum Ausgangszustand erkennbar. Die simulierte Verformung bei Wasserabschreckung ist deutlich stärker von der Probenhöhe abhängig, als die simulierte Verformung bei Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit. Nach Abschreckung in Wasser liegen sichtbare Unterschiede zwischen Experiment und Simulation vor. Das experimentelle Ergebnis weist eine besonders ausgeprägte Krümmung der oberen linken und der unteren rechten Ecke der Bodenfläche in die Bildebene hinein auf. Eine derartige Verkrümmung ist bei der Simulation nicht erkennbar.

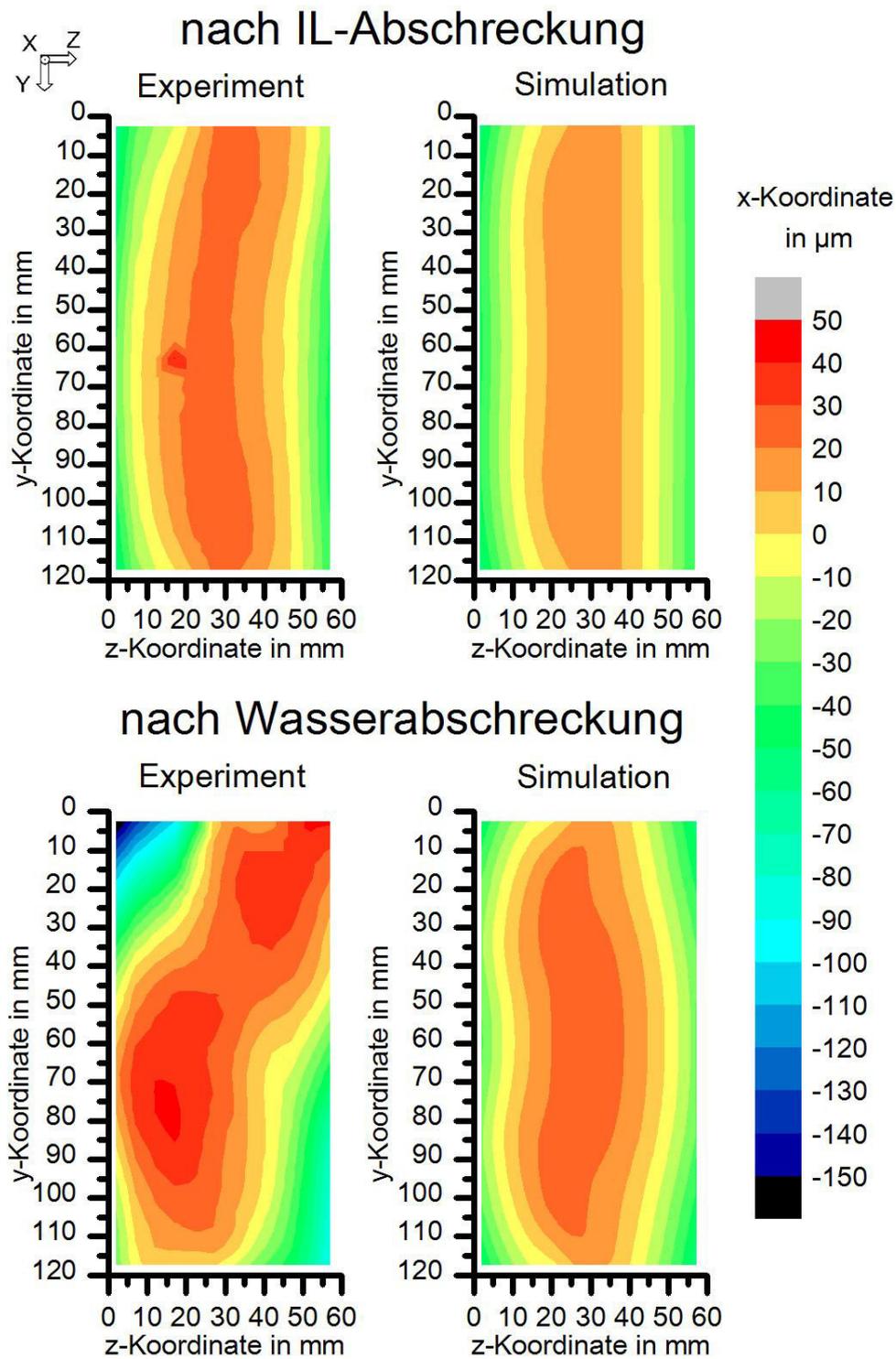


Abbildung 98: Experimentelle und simulierte Verformungen der Bodenfläche des Verzugsprofils aus AlZn8MgCu nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.

Bei Abschreckung in Wasser findet eine deutlich stärkere Verformung der Bodenfläche als in Ionischer Flüssigkeit statt. Diese ist vermutlich mit dem beim Abschrecken auftretenden Dampf Film erklärbar, welcher in der Mitte der Bodenfläche aufgrund des dahinter liegenden massiven Mittelschenkels am stabilsten ist (Abbildung 99).

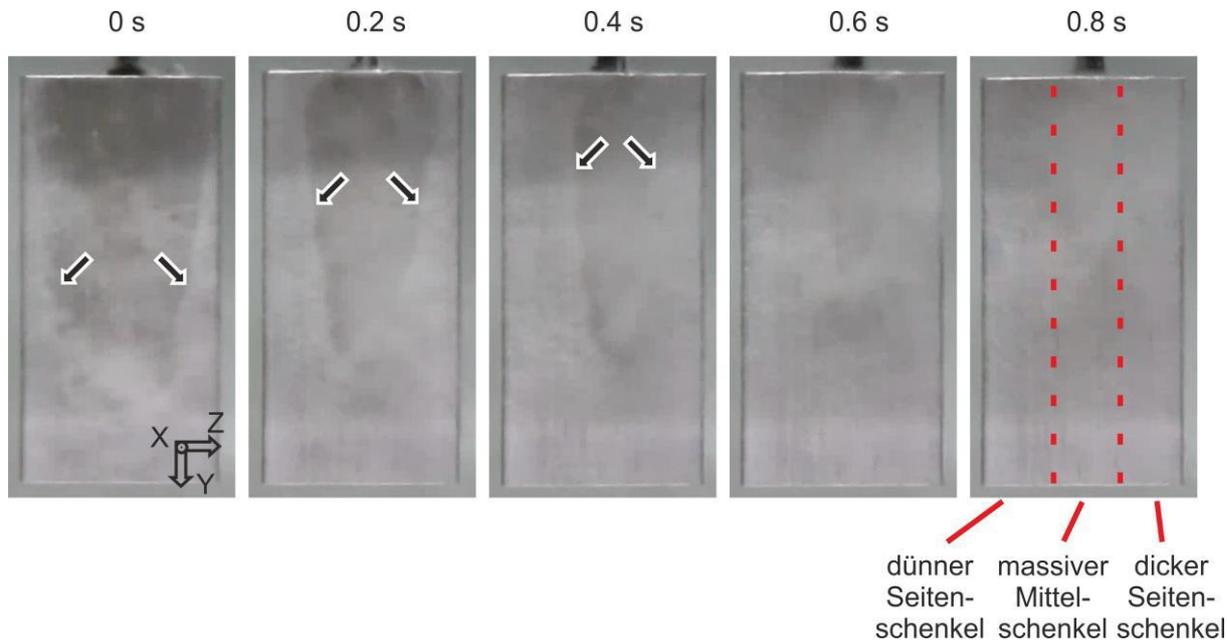


Abbildung 99: Bilderreihe [112] zu verschiedenen Zeitpunkten des Abschreckens eines Profils aus AlZn8MgCu in 15 l Leitungswasser mit einer Ausgangsbadtemperatur von 25 °C mit Darstellung der Bodenfläche. Die Pfeile markieren Benetzungsfronten.

Ein Vergleich zwischen Experiment und Simulation der Verformung der Seitenfläche des Verzugsprofils ist in Abbildung 100 dargestellt. Es ist erkennbar, dass sowohl Simulation, als auch Experiment bei Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit eine relativ geringe Verformung aufweisen. In beiden Fällen liegt eine Krümmung um die X-Achse vor. Bei den experimentellen Ergebnissen ist darüber hinaus noch eine Krümmung um die Y-Achse erkennbar, sodass die jeweils obere rechte und mittlere linke Kante der Fläche aus der Bildebene herausragt. Eine vergleichbare Verkrümmung um die Y-Achse ist in geringerer Ausprägung bereits im Ausgangszustand der Profile vorhanden. Nach Abschreckung in Wasser weisen Experiment und Simulation deutlich stärkere Verformungen als nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit auf. Es dominiert in beiden Fällen eine Verkrümmung um die X-Achse.

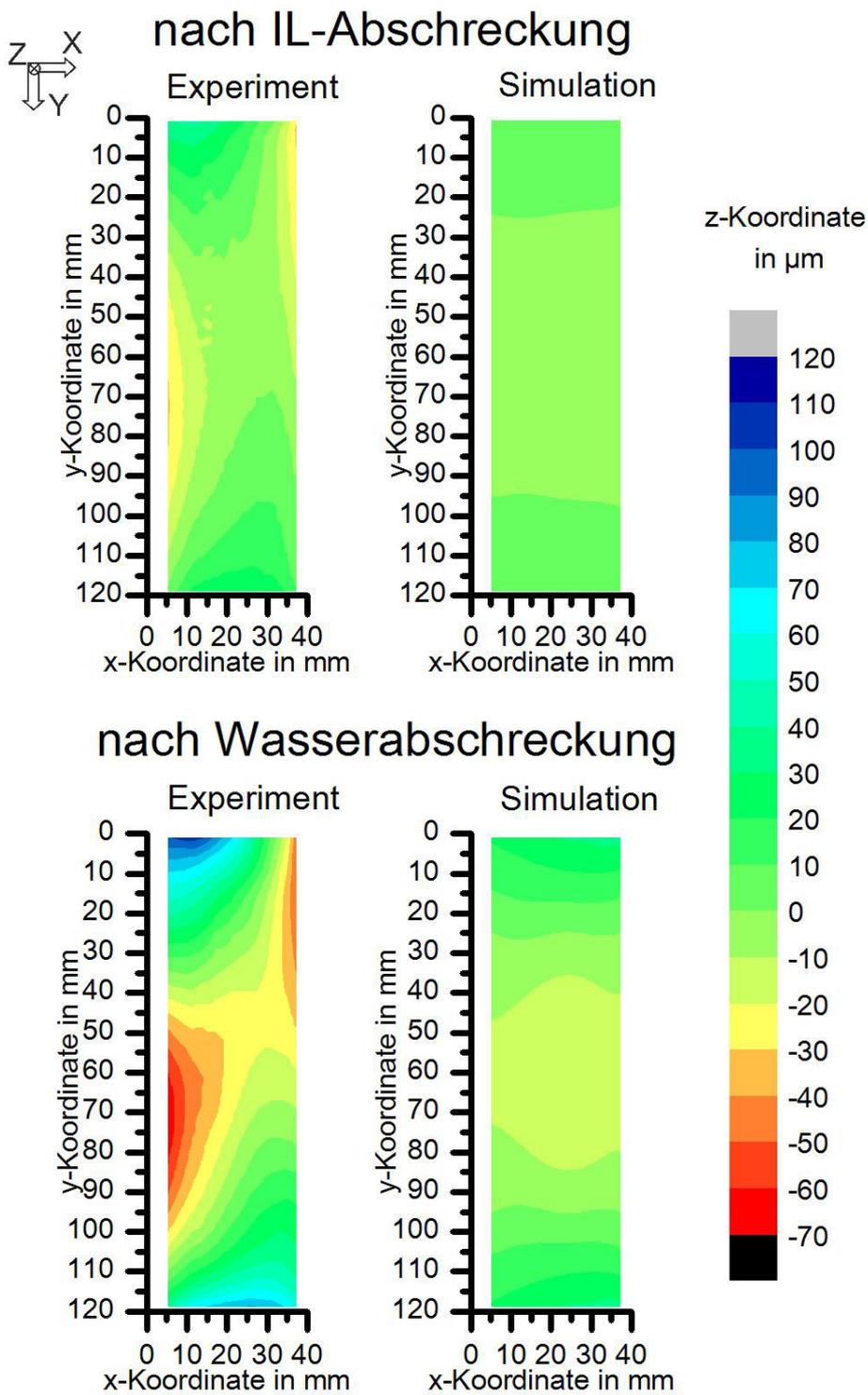


Abbildung 100: Experimentelle und simulierte Verformungen der Seitenfläche des Verzugsprofils aus AlZn8MgCu nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.

Um neben einer qualitativen auch eine quantitative Aussage über den Vergleich von Abschreckung in Wasser und Ionischer Flüssigkeit treffen zu können, wurde von allen gemessenen und simulierten Ebenen der T-Profile die Ebenheit bestimmt. Die Ergebnisse sind vergleichend in Abbildung 101 dargestellt.

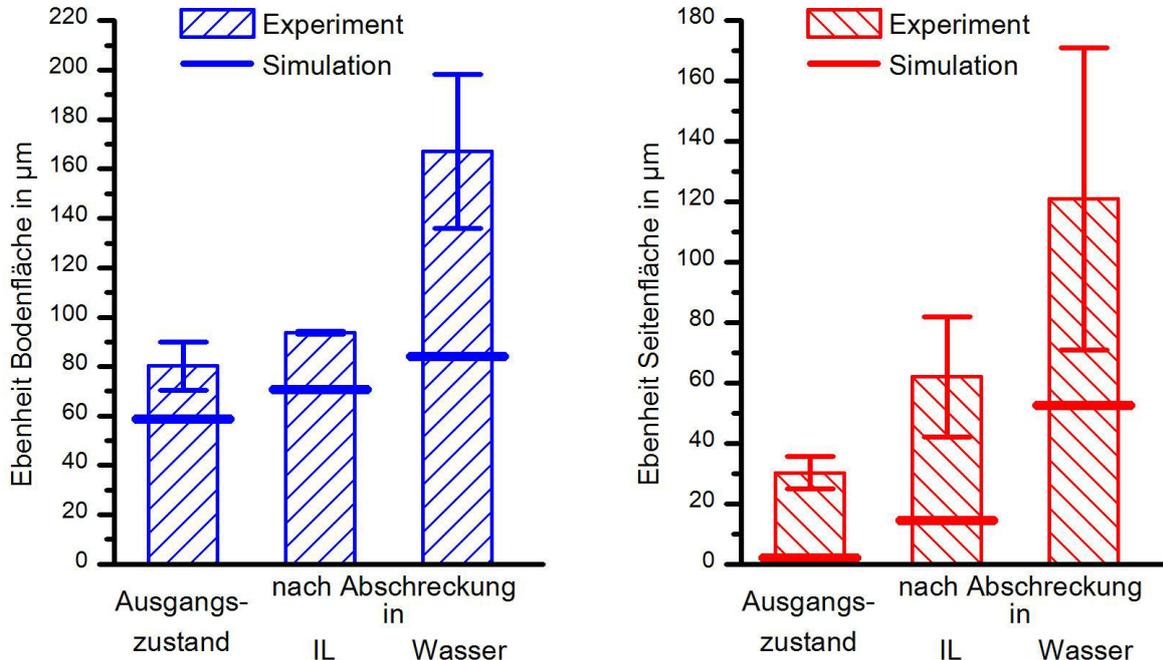


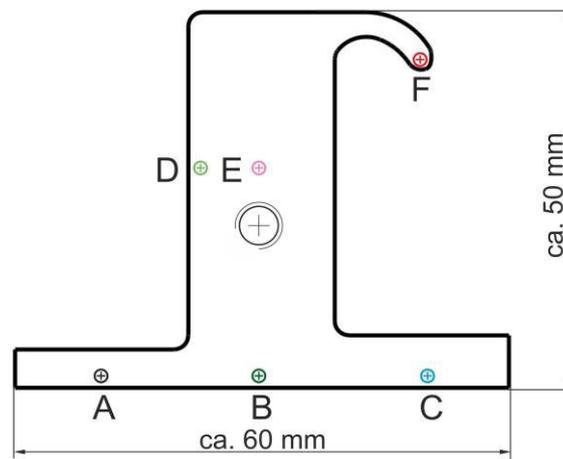
Abbildung 101: Experimentelle und simulierte Ebenheiten der Bodenfläche (links) und der Seitenfläche (rechts) des Verzugsprofils aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.

Sowohl die experimentellen als auch die simulierten Ebenheiten weisen nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit geringere Werte als nach Wasserabschreckung auf. Darüber hinaus liegen sämtliche Ebenheiten der Simulation unterhalb der experimentell ermittelten. Bei der Bodenfläche beträgt diese Differenz im Ausgangszustand ca. 20 µm. Dies ist mit der vereinfachten Beschreibung der Verformung im Ausgangszustand der Simulation zu erklären (Abbildung 76 und Abbildung 77). Nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit beträgt die Differenz zwischen Experiment und Simulation ebenfalls ca. 20 µm. Somit ist die Zunahme der Ebenheit zwischen Experiment und Simulation in diesem Fall gleich. Bei der Abschreckung in Wasser ist die experimentelle Ebenheit mit durchschnittlich 167 µm etwa doppelt so hoch wie die simulierte und befindet sich außerhalb der ermittelten experimentellen Standardabweichung. Eine vergleichbare Differenz zwischen Experiment und Simulation ist auch bei den Ebenheiten der Seitenfläche erkennbar.

Nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit beträgt die experimentelle Ebenheit $62\ \mu\text{m}$ und ist somit $47\ \mu\text{m}$ größer als bei der Simulation. Im Fall der Wasserabschreckung beträgt diese Differenz $68\ \mu\text{m}$. Diese Unterschiede sind bei der Seitenfläche zum Teil auch über die nicht berücksichtigte Vorverkrümmung im Ausgangszustand zu erklären, welche in einer mittleren Ebenheit von $30\ \mu\text{m}$ resultiert. Im Gegensatz zur Bodenfläche wurde bei der Simulation der Seitenfläche keine Vorverkrümmung berücksichtigt. Tendenziell gibt die Simulation die experimentell bestimmten Verzüge gut wieder.

Die möglichen Ursachen für die Differenzen zwischen den Verformungen im Experiment und der Simulation sind sehr vielfältig. In der Simulation wurde lediglich der Abschreckvorgang betrachtet. Aufgrund intensiver Untersuchungen der Einflussfaktoren auf den Bauteilverzug ist jedoch bekannt, dass dieser von der gesamten Fertigungskette eines Bauteils abhängig ist [151]. Wichtige Einflussfaktoren wie inhomogene chemische Zusammensetzungen oder Bauteileigenspannungen vor Beginn der Wärmebehandlung wurden im Rahmen der durchgeführten Simulation nicht berücksichtigt. Um Verformungen systematisch identifizieren und untersuchen zu können, ist ein größerer Versuchsumfang nötig.

Ein wesentlicher Einflussfaktor auf die Genauigkeit der Simulation sind die angenommenen Wärmeübergangskoeffizienten. Es stellt sich die Frage, inwieweit eine thermische Simulation die reale Abschreckung des Profils wiedergeben kann. Deshalb wurden zwei zusätzliche Profile mit jeweils sechs Thermoelementen (Typ K, $\varnothing 0,5\ \text{mm}$) an verschiedenen Positionen in mittlerer Probenhöhe bestückt. Ein Thermoelement wurde im Probenkern und die restlichen fünf an verschiedenen Positionen mit einem Randabstand von $1\ \text{mm}$ positioniert (Abbildung 102 oben). Es wurde jeweils ein Profil unter den gleichen Bedingungen wie die Proben für die Verzugsmessungen in Wasser und Ionischer Flüssigkeit abgeschreckt. Die gemessenen Kühlkurven sind in Abbildung 102 (a & c) dargestellt. Bei experimenteller Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit ist erkennbar, dass der Probenkern (E) am langsamsten und die „Versteifung“ (F) am schnellsten abkühlen. Die maximal gemessene Temperaturdifferenz liegt zwischen dem langsam abkühlenden Probenkern (E) und dem schnell abkühlenden „Versteifung“ (F) mit $127\ \text{K}$ nach $1,5\ \text{s}$ vor. Bei der Bodenfläche beträgt die maximal gemessene Temperaturdifferenz ca. $54\ \text{K}$ nach $2,2\ \text{s}$ und befindet sich zwischen der linken (A) und mittleren (B) Position.

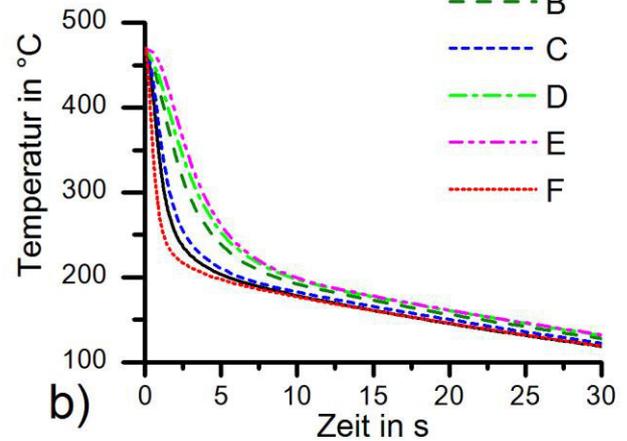
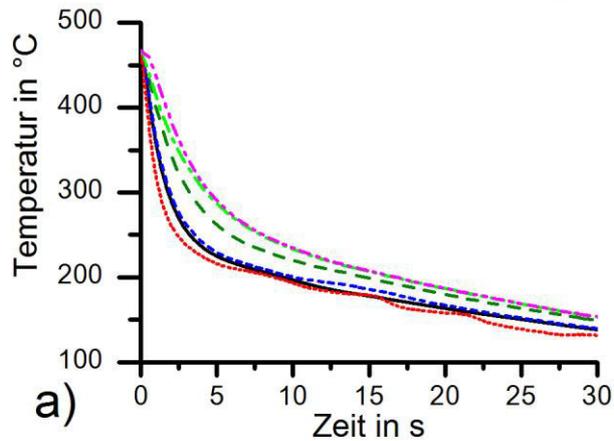


Experiment

Simulation

15 l [EMIm][EtSO₄] mit 2,7 Ma.-% H₂O

Ausgangsbadtemperatur 25 °C



15 l Leitungswasser

Ausgangsbadtemperatur 25 °C

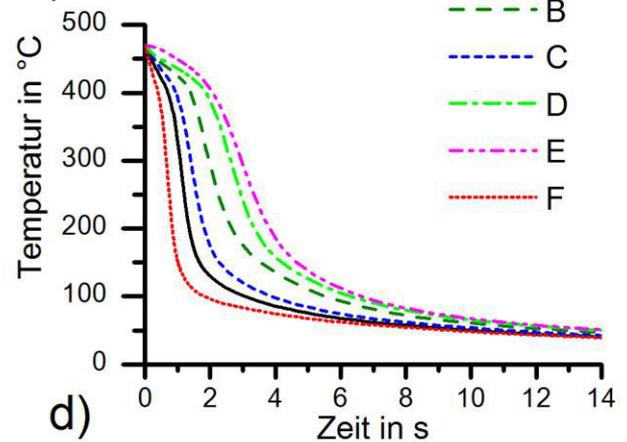
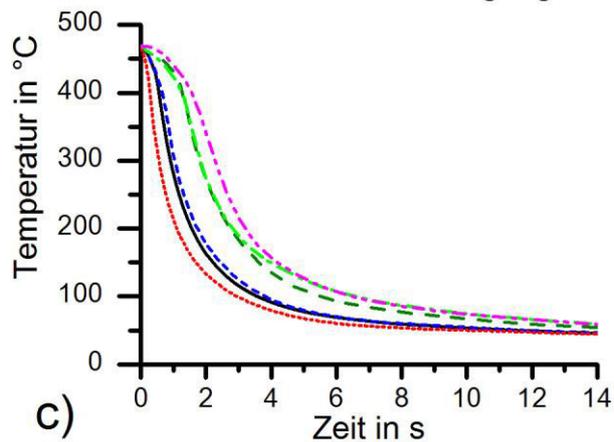


Abbildung 102: Kühlkurven an verschiedenen Positionen im Verzugsprofil. Experimentelle und simulative Ergebnisse nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit (a,b) und Leitungswasser (c,d).

Bei der experimentellen Wasserabschreckung ist unter den randnahen Messstellen bei den Positionen in der Mitte der Bodenfläche (B) und der Seitenfläche (D) ein zeitlicher Versatz der Kühlkurven zu Beginn der Abschreckung um ca. 1,5 s erkennbar. Nach 1,4 s stellt sich eine maximale Temperaturdifferenz zwischen diesen Positionen von mehr als 240 K ein. Die maximale Temperaturdifferenz an der Bodenfläche liegt nach 1,2 s zwischen der linken (A) und der mittleren (B) Position mit 165 K vor. Sowohl bei experimenteller Abschreckung in ionischer Flüssigkeit als auch in Wasser weisen die linke (A) und rechte (C) Position der Bodenfläche ähnliche Kühlkurven auf. Auch die mittlere Position (B) der Bodenfläche und die randnahe Position (D) der Seitenfläche besitzen sehr ähnliche Kühlverläufe.

Die aus der Simulation mit homogenen Wärmeübergangskoeffizienten resultierenden Kühlkurven sind den experimentellen in Abbildung 102 gegenübergestellt. Bei simulierter Abschreckung in ionischer Flüssigkeit liegt die maximal ermittelte Temperaturdifferenz zwischen dem langsam abkühlenden Probenkern (E) und der schnell abkühlenden „Versteifung“ (F) mit 190 K nach 1,3 s vor. Bei der Bodenfläche entsteht die maximale Temperaturdifferenz nach 1,4 s zwischen den Positionen (A) und (B) und beträgt 98 K. Bei den randnahen Positionen der simulierten Wasserabschreckung tritt in der Mitte der Bodenfläche (B) und der Seitenfläche (D) eine 1,3 s bzw. 1,7 s anhaltende langsame Abkühlung auf. An den beiden weiteren Messpositionen der Bodenfläche (A, C) ist eine langsame Abkühlung innerhalb der ersten Sekunde der Abschreckung zu beobachten. Die maximale Temperaturdifferenz zwischen dem Probenkern (E) und der „Versteifung“ (F) stellt sich nach etwa 1,5 s ein und beträgt 323 K. An der Bodenfläche liegt die maximale Temperaturdifferenz zwischen (A) und (B) ebenfalls nach 1,5 s bei 216 K.

Um die angenommenen homogenen Wärmeübergangskoeffizienten für die Simulation der Abschreckung von Verzugsprofilen zu überprüfen, wurde die thermische Simulation des Verzugsprofils mit den experimentellen Ergebnissen verglichen. Dazu sind ausgewählte Kühlverläufe von Simulation und Experiment bei Abschreckung in Leitungswasser in Abbildung 103 gegenübergestellt. Es ist erkennbar, dass sowohl Experiment als auch Simulation an der Bodenfläche (Pos. A) zu Beginn der Abschreckung eine weniger als eine Sekunde lang andauernde relativ langsame Abkühlung aufweisen. In diesem Bereich liegt somit ein geringer Wärmeübergangskoeffizient vor, was auf ein kurzzeitiges Filmsieden hindeutet. Dabei fällt auf, dass die Leidenfrosttemperatur mit ca. 400 °C ca. 50 K geringer ist, als bei der experimentellen Kühlkurve. Beim anschließenden raschen Abkühlen ist die Simulation allerdings etwas

schneller und unterschreitet ab ca. 240 °C die experimentelle Kühlkurve. Ein ähnliches Verhalten ist beim Vergleich der Kühlkurven an der „Versteifung“ (F) erkennbar. Der Probenkern (E) kühlt in der Simulation hingegen innerhalb der ersten 6 s etwas langsamer ab. Insgesamt deuten diese Unterschiede darauf hin, dass die in der Simulation angenommenen homogenen Wärmeübergangskoeffizienten der Wasserabschreckung Abweichungen zu den tatsächlichen Wärmeübergangskoeffizienten des Experiments aufweisen.

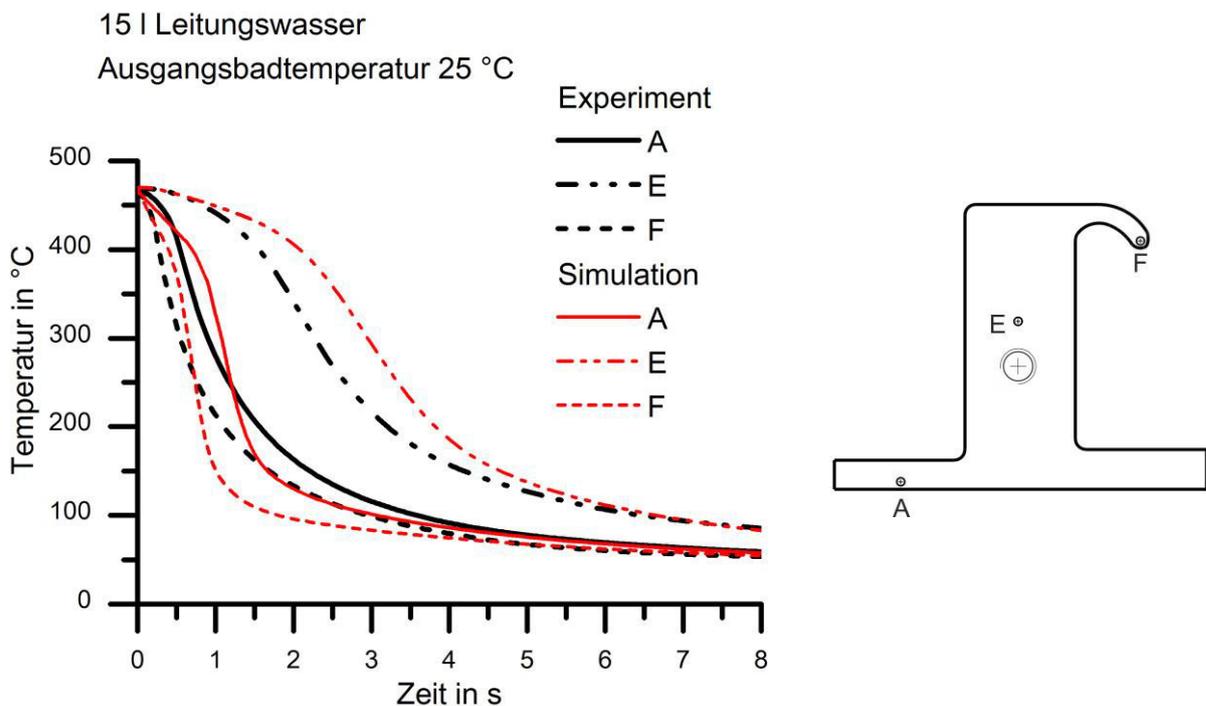


Abbildung 103: Kühlkurven des Verzugsprofils bei Abschreckung in Wasser.

Auch bei Abschreckung in ionischer Flüssigkeit erfolgt die simulierte Abkühlung etwas schneller, als im Experiment (Abbildung 104). Der Unterschied wird vor allem bei Temperaturen unterhalb von 350 °C sichtbar. Auch hier ist anzunehmen, dass die für die Simulation verwendeten homogenen Wärmeübergangskoeffizienten Abweichungen zu den realen Wärmeübergangskoeffizienten des Experiments aufweisen. Die Wärmeübergangskoeffizienten für die Simulation wurden an Zylindern und somit an Proben einer deutlich anderen Geometrie als die untersuchten T-Profile durchgeführt. Nach Kim und Oh sind ortsabhängige Wärmeübergangskoeffizienten eine sinnvolle Optimierung von Abschrecksimulationen [106]. Zusätzlich wurden die Zylinderproben mittels Drehbearbeitung gefertigt, wohingegen die Oberfläche der Verzugsprofile nach dem Strangpressen keine weitere Bearbeitung erfahren hat.

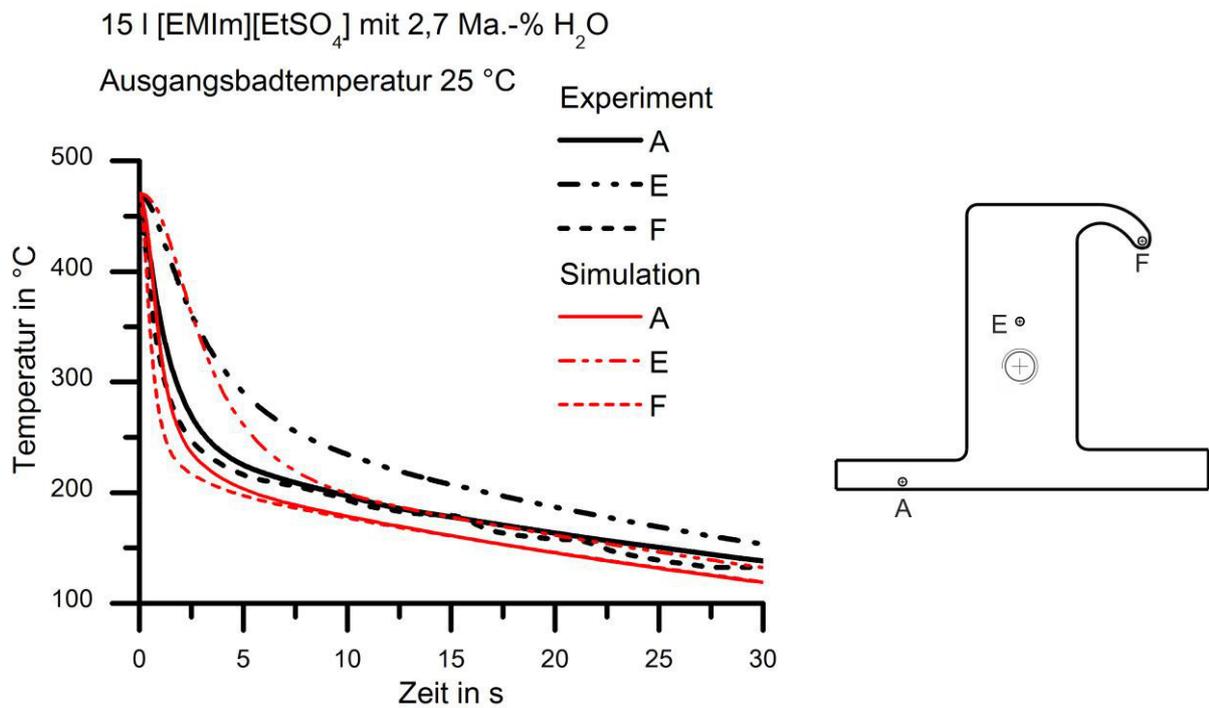


Abbildung 104: Kühlkurven des Verzugsprofils bei Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit.

Sowohl Probengeometrie als auch Oberflächenbeschaffenheit können einen deutlichen Einfluss auf die Strömungsverhältnisse an der Probenoberfläche und somit auf den lokalen Wärmeübergang haben [12,39]. Eine nachträgliche Anpassung der lokalen Wärmeübergangskoeffizienten auf den konkreten Anwendungsfall ist möglich, aber auch sehr aufwändig und müsste bei jeder Änderung der Bauteilgeometrie erneut erfolgen [152]. Hierbei gilt es Aufwand und Nutzen abzuwägen. Die am Verzugsprofil durchgeführte Simulation wird insgesamt als ausreichend genau betrachtet.

Ein weiteres mögliches Fehlerpotenzial liegt in den verwendeten Stoffwerten der Legierung AlZn8MgCu. Aus diesem Grund wäre für weiterführende Arbeiten eine Sensitivitätsanalyse dieser Kennwerte auf die Ergebnisse der Simulation sinnvoll.

7.5 Thermische Kurz-/ Langzeitstabilität/ Arbeitsschutz

Die thermische Kurz- und Langzeitstabilität der untersuchten Ionischen Flüssigkeiten bei Anwendung als Abschreckmedium, sowie der Arbeitsschutz sind für eine mögliche industrielle Anwendung von großer Bedeutung. Wiederholte Abschreckungen von Aluminiumproben mit einer Glüh­temperatur von 540 °C (ca. 40-malig) und Stahlproben mit einer Glüh­temperatur von 850 °C in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf₂] deuten nur auf eine sehr geringe Reduzierung der Abkühlwirkung innerhalb der ersten drei Abschreckungen hin. Es bleibt anzumerken, dass der Versuchsumfang für eine verlässliche Beurteilung der Langzeitstabilität der Ionischen Flüssigkeiten in weiterführenden Arbeiten erhöht werden muss. Insbesondere das chemische Verhalten der verwendeten Ionischen Flüssigkeiten und die Bildung möglicher Zersetzungsprodukte bei sehr hoher thermischer Belastung; welches besonders für den Arbeitsschutz von Interesse ist, wurde intensiv von Neise et al. untersucht [153]. Darüber hinaus besteht die grundsätzliche Frage, ob in Ionischen Flüssigkeiten bei hochdynamischer thermischer Belastung, wie bspw. Abschreckvorgängen, eine Verdampfung eintritt, bevor erste Zersetzungsreaktionen stattfinden. Dies wurde durch die Entwicklung einer neuen Messmethodik mittels dynamischer Differenzkalorimetrie ausführlich von Ahrenberg et al. untersucht [69,74].

8 Zusammenfassung

Die Wärmebehandlung metallischer Bauteile hat für die Einstellung von Fertigungs- und Gebrauchseigenschaften eine herausragende Bedeutung. Ein elementarer Bestandteil zahlreicher Wärmebehandlungen ist dabei das Abschrecken, also die Abkühlung von Lösungsglüh-temperaturen, mit dem Ziel einen übersättigten Mischkristall zu erzeugen. Um dies zu erreichen, sollte eine Abschreckung so schnell wie nötig, aber auch so langsam wie möglich erfolgen.

Es besteht eine Vielzahl von Abschreckmethoden, wobei das Tauchabschrecken eine der einfachsten, kostengünstigsten und etabliertesten darstellt. Als Abschreckmedien werden aufgrund der hohen mittleren Kühlraten häufig verdampfende Flüssigkeiten wie Wasser oder Öle verwendet. Diese weisen beim Abschrecken in der Regel eine Filmsiedephase auf, in welcher die Probe von einem wärmeisolierenden Dampffilm (Leidenfrost-Effekt) umgeben ist. Das Aufbrechen dieses Dampffilms und die anschließende sehr schnelle Abkühlung sind orts- und temperaturabhängig. Diese ungleichmäßige Abkühlung des Bauteils ist eine wesentliche Ursache für die Ausbildung von Eigenspannungen und vermeidbarem Verzug. Vereinzelt werden auch nicht verdampfende Abschreckmedien wie konventionelle Salz- oder Metallschmelzen verwendet, welche aber aufgrund ihrer hohen Schmelztemperaturen von meist über 200 °C einen erheblichen Aufwand für den Betrieb der Abschreckanlage und die Bauteilreinigung verursachen.

Die neuartige Stoffklasse der Ionischen Flüssigkeiten bietet vielversprechende Eigenschaften für ein „ideales“ Abschreckmedium. Es handelt sich dabei um Salze mit Schmelztemperaturen von unter 100 °C (in dieser Arbeit < Raumtemperatur). Im Rahmen dieser Arbeit wurden erstmals systematisch Ionische Flüssigkeiten auf die Anwendbarkeit als Abschreckmedien untersucht. Es wurden Tauchabschreckungen verschiedener

Aluminium- und Stahlproben in einem eigens entwickelten Versuchsstand durchgeführt. Als Abschreckmedien wurden die zwei Ionischen Flüssigkeiten [EMIm][NTf₂] und [EMIm][EtSO₄] und zum Vergleich Wasser verwendet.

Durch aufgezeichnete Temperatur-Zeit-Verläufe wurden Abkühlraten und Wärmeübergangskoeffizienten ermittelt, um Erkenntnisse über den Einfluss verschiedener Parameter auf die Abschreckwirkung zu erhalten. Zusätzliche konventionelle und Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen ermöglichten ein detaillierteres Verständnis der Wärmeübergangsmechanismen. Ausgewählte abgeschreckte Bauteile wurden hinsichtlich ihrer Strukturen, Eigenschaften, Maß- und Formänderungen sowie Oberflächenveränderungen untersucht.

Die durchgeführten Versuche haben gezeigt, dass beim Abschrecken in reinen Ionischen Flüssigkeiten kein Leidenfrost-Effekt auftritt. Die Kühlwirkung der Ionischen Flüssigkeiten kann mittels Zugabe von Wasser deutlich erhöht werden. Bei zu hohem Wassergehalt besteht allerdings die Gefahr des Leidenfrost-Effektes. Mit Hilfe von Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen des Abschreckvorganges mit Bildraten von bis zu 4000 BpS konnte gezeigt werden, dass auch bei mittleren Wassergehalten um 2 Ma.-% ein wenige 0,1 s andauerndes lokales Filmsieden auftreten kann. Es wurde auch gezeigt, dass die Abschreckwirkung der Ionischen Flüssigkeit durch Kohlenstoffdioxid-Beladung in einem vergleichbaren Maße wie die Zugabe von Wasser erhöht werden kann. Bei einer Gasbeladung der Ionischen Flüssigkeit ohne Wasserzugabe konnte kein Filmsieden festgestellt werden. Eine Kombination aus Wasserzugabe und Gasbeladung kann eine Steigerung der mittleren Kühlrate im relevanten Temperaturbereich von über 70 % ermöglichen. Es wird vermutet, dass die Erhöhung der Abschreckwirkung dabei im Wesentlichen durch eine erhöhte Turbulenz auf der Bauteiloberfläche und einer damit verbundenen effektiveren Wärmeabfuhr verursacht wird. Es ist möglich, mit Hilfe von Ionischen Flüssigkeiten auch abschreckempfindliche Aluminiumlegierungen ausreichend schnell zur Erzielung hoher Härten abzukühlen. Zusätzlich konnte mit Experimenten und Simulationen an komplexen Aluminiumprofilen gezeigt werden, dass in Ionischen Flüssigkeiten deutlich gleichmäßiger und verzugsärmer abgeschreckt werden kann als in Wasser.

Darüber hinaus wurde festgestellt, dass sogar Stahlabschreckungen mit Eintauchtemperaturen von 850 °C prinzipiell möglich sind und am Beispiel des Vergütungsstahls 42CrMo4 in praxisrelevanten Abmessungen auch ausreichend schnell für eine martensitische Umwandlung erfolgen.

Eine signifikante Veränderung der Abschreckleistung konnte im Rahmen des durchgeführten Versuchsumfanges von maximal ca. 40 Abschreckungen in einem Bad ionischer Flüssigkeit nicht festgestellt werden. Je nach ionischer Flüssigkeit und Bauteil traten geringe bis keine Oberflächenveränderungen auf.

Die Kombination aus hoher Abkühlgeschwindigkeit bei gleichzeitig hoher Abkühlgleichmäßigkeit stellt einen großen Vorteil ionischer Flüssigkeiten gegenüber verdampfenden Abschreckmedien wie Wasser dar.

Selbständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Martin Österreich

Rostock, den 06.06.2017

Literaturverzeichnis

1. Ostermann, F. (2007). *Anwendungstechnologie Aluminium*, 2. Aufl. Springer, Berlin, Heidelberg, New York.
2. Hammer, K. (1971). Eigenspannungen und Verzug von wärmebehandelten Zahnrädern. *Wiss. Zeitschrift der TH Magdeburg* 15/5, 479–484.
3. Brennan, B. (1988). Advanced polymer extends quenching technology. *Industrial Heating* 55/9, 34–36.
4. Yang, X.-W., Zhu, J.-C., Li, W.-Y. (2015). CFD-supported optimization of flow distribution in quench tank for heat treatment of A357 alloy large complicated components. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 25/10, 3399–3409.
5. Burgdorf KG (1999). *Anwendungshinweise für Abschrecköle*. 2. Baddimensionierung, Heizen, Kühlen, Umwälzen, Stuttgart.
6. Stratton, P., Shedletsky, I., Maurice, L. (2006). Gas quenching with helium. *Diffus Def Data Pt B* 118, 221–226.
7. Schöne, S. (2012). *Integration des Düsenfeld-Gasabschreckens in den Strangpressprozess von Aluminiumlegierungen*. Dissertation. Shaker, Aachen.
8. Bach, F. W., Schaper, M., Nürnberger, F., Krause, C., Broer, C. (2006). Simulation of quenching by means of spray cooling - H transfer, microstructure and hardness. *HTM Z. Werkst. Waermebeh. Fertigung* 61/3, 142–147.
9. Bernard, M., van Well, M., Reimche, W., Bach, F. W. (2005). Randzonenhärtung von Vergütungsstahl mit Sprühabschreckung. *HTM Z. Werkst. Waermebeh. Fertigung* 60/3, 150–157.
10. Oliveira, M. S., Ward, J., Garwood, D. R., Wallis, R. A. (2002). Quenching of aerospace forgings from high temperatures using air-assisted, atomized water sprays. *J Mater Eng Perform* 11/1, 80–85.
11. Liščić, B., Tensi, H. M., Canale, L. C. F., Totten, G. E. (2010). *Quenching Theory and Technology*, 2. Aufl. CRC Press, New York.
12. Tensi, H. M., Stitzelberger-Jakob, P., Totten, G. E. (1999). Surface rewetting of aluminum. *Adv Mater Processes* 156/6, H15-H20.
13. Totten, G. E., Webster, G. M., Gopinath, N. (1996). Quenching fundamentals: Effect of agitation. *Adv Mater Processes* 149/2, 73–76.
14. Tiryakioglu, M., Totten, G. E. (Hrsg.) (1998). *Quenching Aluminum Components in Water: Problems and Alternatives*. Cincinnati, OH.
15. Gür, C. H., Pan, J. (2008). *Handbook of Thermal Process Modeling of Steels*, 1. Aufl. CRC Press, New York.
16. Kohlmann, R. (1995). Veränderung der Werkstoffeigenschaften von Vergütungsstahl beim Abschrecken mit wässriger Polymerlösung. *HTM Haertereitechn. Mitt.* 50/2, 126–131.
17. Segerberg, S. (1987). Technical Properties and Toxicity Level of Polymer Quenchants. *HTM Haertereitechn. Mitt.* 42/1, 50–54.
18. Kobasko, N. I., Totten, G. E., Webster, G. M., Bates, C. E. (1998). Comparison of Cooling Capacity of Aqueous Poly (Alkylene Glycol) Quenchants with Water and Oil. Walton, H. W., Wallis, R. A. (Hrsg.), 559–567.
19. Jeschar, R., Kraushaar, H., Griebel, H. (1996). Influence of gases dissolved in cooling water on heat transfer during stable film boiling. *Steel Research* 67/6, 227–234.
20. Lotfi, H., Shafii, M. B. (2009). Boiling heat transfer on a high temperature silver sphere in nanofluid. *International Journal of Thermal Sciences* 48/12, 2215–2220.
21. Wang, X.-Q., Mujumdar, A. S. (2007). Heat transfer characteristics of nanofluids: a review. *Int. J. Therm. Sci.* 46/1, 1–19.
22. Prabhu, K. N., Fernandes, P. (2008). Nanoquenchants for industrial heat treatment. *J Mater Eng Perform* 17/1, 101–103.
23. Ramesh, G., Prabhu, K. N. (2012). Development of clay based nanofluids for quenching. In: *Quenching Control and Distortion*. ASM International (Hrsg.). ASM International, 308–318.
24. Ramesh, G., Prabhu, K. N. (2012). Effect of addition of aluminum nanoparticles on cooling performance and quench severity of water during immersion quenching. *Journal of ASTM International* 9/5.
25. Landek, D., Josip, Z., Tomislav, F. (2015). Influence of quenching in water based nanofluid on quench distortions in long cylinders. In: *Proceedings of the 5th International Conference on Distortion Engineering*. Zoch, H.-W., Lübben, T. (Hrsg.), 257–264.
26. Totten, G. E., Tensi, H. M., Lainer, K. (1999). Performance of vegetable oils as a cooling medium in comparison to a standard mineral oil. *J Mater Eng Perform* 8/4, 409–416.
27. Ramesh, G., Prabhu, K. N. (2016). Wetting and Cooling Performance of Vegetable Oils during Quench Hardening. *Heat Trans. Asian Res.* 45/4, 342–357.

28. Petrofer (2016). Abschreckmedien. Abschrecköle, Wassermischbare Abschreckmedien, Salzwarmbäder, Kohlenschutzpasten.
http://www.petrofer.com/images/petrofer/dokumente/produkte/de/PET_1_Abschreckmedien_DE.pdf (letzter Zugriff am 7.12.2016).
29. Herring, D. H., Balme, S. D. (2007). Oil Quenching Technologies for Gears. *Gear Solutions Magazine* July, 22–50.
30. Lübben, T., Frerichs, F. (2013). Influence of rewetting behavior on the distortion of bearing races. *J Mater Eng Perform* 22/8, 2323–2330.
31. Berns, H., Theisen, W. (2013). Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen. Werner Theisen; Hans Berns, 4. Aufl. Springer, Berlin.
32. Dubal, G. P. (2000). Selection, Operation, and Maintenance of Quenching Salts. ASM Proceedings: Heat Treating 2.
33. Boyer, H. E., Cary, P. R. (1989). Quenching and Control of Distortion, 1. Aufl. ASM International, Ohio.
34. hef-durferrit (2014). Durferrit-Salze und Hilfsstoffe. Lieferprogramm.
http://www.durferrit.com/media/pdf/Lieferprogramm_deutsch.pdf (letzter Zugriff am 3.3.2017).
35. Bleckmann, C.-E. (1968). Die Härterei. Einrichtung und Betrieb, 7. Aufl. Springer, Berlin, Heidelberg.
36. Gao, W., Kong, L., Hodgson, P. (2013). Fluidized-Bed Quenching. *ASM Handbook 4A*, 238–244.
37. Steuer, R. (2015). Ultraschallunterstütztes Flüssigkeitsabschrecken bei der Wärmebehandlung metallischer Werkstoffe. Dissertation. Shaker, Herzogenrath.
38. Stenzel, W., Schultze, R. (1958). Verdampfungskühlung. Teil II. Theorie der Verdampfungskühlung und Messung des Wärmeübergangs bei Härteölen und Salzlösungen. *Chemie Ingenieur Technik* 30/11, 720–728.
39. Kozlov, N., Keßler, O. (2016). Influencing on liquid quenching by surface structuring. *International Journal of Thermal Sciences* 101, 133–142.
40. Liščić, B., Filetin, T. (2012). Measurement of Quenching Intensity, Calculation of Heat Transfer Coefficient and Global Database of Liquid Quenchants. *Materials Engineering-Materiálové inžinierstvo (MEMI)* 19/2, 52–63.
41. Lu, J. F., Bourouga, B., Ding, J. (2013). Transient boiling heat transfer performances of subcooled water during quenching process. *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 48, 15–21.
42. Pilling, N. B. (1919). The quenching behavior of liquids. *Physical Review* 14/3, 222–227.
43. Schöne, S., Reich, M., Keßler, O. (2011). Gas nozzle field quenching of aluminium extrusion profiles – a feasibility study. *HTM J. Heat Treat. Mater.* 66/3, 175–181.
44. Bamberger, M., Prinz, B. (1986). Determination of heat transfer coefficients during water cooling of metals. *Mater Sci Technol* 2/4, 410–415.
45. Dhir, V. K., Purohit, G. P. (1978). Subcooled film-boiling heat transfer from spheres. *Nuclear Engineering and Design* 47/1, 49–66.
46. Tensi, H. M., Steffen, E. (1985). New methods for determining the quenching effect of liquid hardening substances, here especially aqueous synthetic solutions. *Wärme- und Stoffübertragung* 19/4, 279–286.
47. Frerichs, F., Sander, S., Lübben, T., Schüttenberg, S., Fritsching, U. (2015). Determination of Heat Transfer Coefficients in High Speed Quenching Processes. *Mats. Perf. Charact.* 3/4, 20130112.
48. International Organization for Standardization. Industrial quenching oils. Determination of cooling characteristics : nickel-alloy probe test method, 1. Aufl. ISO 9950/ISO 9950. International standard. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland.
49. Lozano, D. E., Mercado-Solís, R. D., Colás, R., Canale, L. C. F., Totten, G. E. (2012). Surface temperature and heat transfer coefficient determination during quenching for martensite fraction prediction using a parabolic heat transfer model. In: *Quenching Control and Distortion*. ASM International (Hrsg.). ASM International, 746–754.
50. Lozano, D. E., Martinez-Cazares, G., Mercado-Solís, R. D., Colás, R., Totten, G. E. (2015). Estimation of transient temperature distribution during quenching, via a parabolic model. *Stroj Vest* 61/2, 107–114.
51. Lübben, T., Bomas, H., Hougardy, H. P., Mayr, P. (1991). Beschreibung der Abschreckwirkung flüssiger Abschreckmittel am Beispiel zweier Härteöle. I. *HTM. Härterei-technische Mitteilungen* 46/1, 24–34.
52. Lübben, T., Bomas, H., Hougardy, H. P., Mayr, P. (1991). Beschreibung der Abschreckwirkung flüssiger Abschreckmittel am Beispiel zweier Härteöle. II. *HTM. Härterei-technische Mitteilungen* 46/3, 155–170.
53. Langeheinecke, K., Jany, P., Thieleke, G. (2011). Wärmeübertragung. In: *Thermodynamik für Ingenieure*. Langeheinecke, K. (Hrsg.). Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 241–284.
54. Majorek, A., Müller, H., Macherauch, E. (1995). Untersuchungen zur Ortsabhängigkeit des Wärmeübergangs beim Tauchkühlen von Stahlzylindern. *HTM Haertere Tech Mitt* 50/1, 36–41.

IV Literaturverzeichnis

55. Liščić, B., Singer, S., Beitz, H. (2011). Dependence of the heat transfer coefficient at quenching on diameter of cylindrical workpieces. *J. ASTM Int.* 8/7.
56. Jouhara, H., Axcell, B. P. (2009). Film boiling heat transfer and vapour film collapse on spheres, cylinders and plane surfaces. *Nucl Eng Des* 239/10, 1885–1900.
57. Lee, C. Y., Kee In, W., Koo, Y. H. (2015). Transient pool boiling heat transfer during rapid cooling under saturated water condition. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 1–9.
58. McAdams, W. H., Kennel, W. E., Minden, C. S., Carl, R., Picornell, P. M., Dew, J. E. (1949). Heat Transfer at High Rates to Water with Surface Boiling. *Ind. Eng. Chem.* 41/9, 1945–1953.
59. Majorek, A., Müller, H., Macherauch, E. (1996). Computersimulation des Tauchkühlens von Stahlzylindern in verdampfenden Flüssigkeiten: Untersuchungen zum Abkühlverhalten und zur Eigenspannungsbildung. *HTM Haererei Tech Mitt* 51/1, 11–17.
60. Hammad, J., Mitsutake, Y., Monde, M. (2004). Movement of maximum heat flux and wetting front during quenching of hot cylindrical block. *Selected articles from the ICHMT Symposium 'Transient Convection'* 43/8, 743–752.
61. Mori, M., Yabushita, Y. (2012). Visualization of quench-rewetting phenomena of liquid-film falling during dryout and rewetting on fuel rods in high temperature and pressure BWR operating conditions. *J. Visual.* 15/2, 139–144.
62. Ravnik, F., Grum, J. (2009). Sound emitted at boundary layer during steel quenching. *Stroj Vest* 55/3, 199–209.
63. Kichigin, A. M., Povsten', S. G., Tyltin, A. A. (1997). Acoustic control over the cooling process in the course of quenching. *Heat Transfer Res* 28/1, 64–68.
64. Okumiyama, M., Tsunekawa, Y., Doi, K., Ikuta, H., Tanaka, Y., Tomita, Y., Nagai, T. (2008). Acoustic technique to discriminate boiling state during quenching. *International Heat Treatment and Surface Engineering* 2/3-4, 131–134.
65. Prezelj, J., Čudina, M. (2011). A sound pressure field during the quenching of a steel specimen in different water solutions. *Metalurgija* 50/1, 37–40.
66. Kirchner, B. (2010). *Ionic Liquids*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg.
67. Wasserscheid, P., Welton, T. (2007). *Ionic Liquids in Synthesis*, 2. Aufl. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany.
68. Park, J., Jung, Y., Kusumah, P., Lee, J., Kwon, K., Lee, C. K. (2014). Application of ionic liquids in hydrometallurgy. *International journal of molecular sciences* 15/9, 15320–15343.
69. Ahrenberg, M., Beck, M., Neise, C., Keßler, O., Kragl, U., Verevkin, S. P., Schick, C. (2016). Vapor pressure of ionic liquids at low temperatures from AC-chip-calorimetry. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 18/31, 21381–21390.
70. Aparicio, S., Atilhan, M., Karadas, F. (2010). Thermophysical properties of pure ionic liquids: Review of present situation. *Ind. Eng. Chem. Res.* 49/20, 9580–9595.
71. Fox, E. B., Visser, A. E., Bridges, N. J., Amoroso, J. W. (2013). Thermophysical properties of nanoparticle-enhanced ionic liquids (NEILs) heat-transfer fluids. *Energy Fuels* 27/6, 3385–3393.
72. Noda, A., Hayamizu, K., Watanabe, M. (2001). Pulsed-gradient spin-echo 1H and 19F NMR ionic diffusion coefficient, viscosity, and ionic conductivity of non-chloroaluminate room-temperature ionic liquids. *Journal of Physical Chemistry B* 105/20, 4603–4610.
73. Domańska, U., Laskowska, M. (2008). Phase equilibria and volumetric properties of (1-ethyl-3-methylimidazolium ethylsulfate+alcohol or water) binary systems. *Journal of Solution Chemistry* 37/9, 1271–1287.
74. Ahrenberg, M., Brinckmann, M., Schmelzer, J. W. P., Beck, M., Schmidt, C., Keßler, O., Kragl, U., Verevkin, S. P., Schick, C. (2014). Determination of volatility of ionic liquids at the nanoscale by means of ultra-fast scanning calorimetry. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 16/7, 2971–2980.
75. Seddon, K. R., Stark, A., Torres, M.-J. (2000). Influence of chloride, water, and organic solvents on the physical properties of ionic liquids. *Pure Appl. Chem.* 72/12, 2275–2287.
76. Heym, F., Haber, J., Korth, W., Etzold, B. J. M., Jess, A. (2010). Vapor Pressure of Water in Mixtures with Hydrophilic Ionic Liquids – A Contribution to the Design of Processes for Drying of Gases by Absorption in Ionic Liquids. *Chemical Engineering & Technology* 33/10, 1625–1634.
77. Fischer, K. (1935). Neues Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung des Wassergehaltes von Flüssigkeiten und festen Körpern. *Angew. Chem.* 48/26, 394–396.
78. Cadena, C., Anthony, J. L., Shah, J. K., Morrow, T. I., Brennecke, J. F., Maginn, E. J. (2004). Why Is CO₂ So Soluble in Imidazolium-Based Ionic Liquids? *J. Am. Chem. Soc.* 126/16, 5300–5308.
79. Schlücker, E., Wasserscheid, P. (2011). Ionic liquids in mechanical engineering. *Ionische Flüssigkeiten in der Maschinentchnik* 83/9, 1476–1484.
80. Siriwardana, A. I. (2015). Industrial Applications of Ionic Liquids. In: *Electrochemistry in Ionic Liquids: Volume 2: Applications*. Torriero, J. A. A. (Hrsg.). Springer International Publishing, Cham, 563–603.
81. Sen, M., Paolucci, S. (2006). Using carbon dioxide and ionic liquids for absorption refrigeration. In: *7th IIR Gustav Lorentzen Conference on Natural Working Fluids (GL2006)*. Trondheim, Norway,

- May 29 - 31, 2006 = 7e Conférence IIF Gustav Lorentzen sur les Fluides Actifs Naturels (GL2006). Eikevik, T. M. (Hrsg.). Inst. International du Froid, Paris.
82. Rogers, R. D., Seddon, K. R. (2003). Ionic Liquids--Solvents of the Future? *Science* 302/5646, 792–793.
 83. Valkenburg, M. E. V., Vaughn, R. L., Williams, M., Wilkes, J. S. (2005). Thermochemistry of ionic liquid heat-transfer fluids. *Thermochim Acta* 425/1-2, 181–188.
 84. Polmear, I. J. (2005). *Light alloys. From traditional alloys to nanocrystals*, 4. Aufl. Elsevier/Butterworth-Heinemann, Oxford.
 85. LEIBER Group GmbH & Co. KG (2016). Spezielle Anwendungen von Aluminium-Legierungen sowie Festigkeits-Eigenschaften für die jeweils definierten Prüfrichtungen L oder T. <http://www.leiber.com/fileadmin/leiber-group.com/assets/de/downloads/DB-ALU-LEG.pdf> (letzter Zugriff am 12.5.2016).
 86. HABA AG (2016). HABA Alu6082. <http://www.haba.ch/up/ktml/files/produkte/aluminium/de/Alu6082infode.pdf> (letzter Zugriff am 12.5.2016).
 87. Weck, E., Leistner, E. (1986). *Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren Teil III. Nichteisenmetalle, Hartmetalle und Eisenwerkstoffe, Nickel-Basis- und Kobalt-Basis-Legierungen*. Deutscher Verlag für Schweißtechnik (DSV) GmbH, Düsseldorf.
 88. OTTO FUCHS KG (2016). *Aluminiumlegierungen. Strangpressprodukte und Schmiedestücke*. http://www.otto-fuchs.com/fileadmin/user_upload/images/pdf/Download/Fuchs_WI_AI_D_Scr.pdf (letzter Zugriff am 12.5.2016).
 89. Aubert&Duval (2016). Aluminum alloy 2219. Al Cu6Mn. http://www.aubertduval.com/uploads/tx_obladygestionproduit/2219_GB.pdf.
 90. Wegst, C. W., Wegst, M. (2010). *Stahlschlüssel-Taschenbuch. Wissenswertes über Stähle*, 22. Aufl. Stahlschlüssel, Marbach am Neckar.
 91. Deutsche Edelstahlwerke GmbH (2015). Acidur 4301. Werkstoffdatenblatt X5CrNi18-10 1.4301. https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/RSH/1.4301_de.pdf (letzter Zugriff am 14.2.2017).
 92. Petzow, G., Carle, V. (2006). *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*, 6. Aufl. Borntraeger, Berlin.
 93. Bonhôte, P., Dias, A. P., Papageorgiou, N., Kalyanasundaram, K., Grätzel, M. (1996). Hydrophobic, Highly Conductive Ambient-Temperature Molten Salts. *Inorganic Chemistry* 35/5, 1168–1178.
 94. Jacquemin, J., Husson, P., Padua, A. A. H., Majer, V. (2006). Density and viscosity of several pure and water-saturated ionic liquids. *Green Chem* 8/2, 172–180.
 95. Bernardes, C. E. S., Minas da Piedade, M. E., Canongia Lopes, J. N. (2011). The Structure of Aqueous Solutions of a Hydrophilic Ionic Liquid. The Full Concentration Range of 1-Ethyl-3-methylimidazolium Ethylsulfate and Water. *The Journal of Physical Chemistry B* 115/9, 2067–2074.
 96. Cuadrado-Prado, S., Domínguez-Pérez, M., Rilo, E., García-Garabal, S., Segade, L., Franjo, C., Cabeza, O. (2009). Experimental measurement of the hygroscopic grade on eight imidazolium based ionic liquids. *Fluid Phase Equilib.* 278/1-2, 36–40.
 97. BASF (2013). *Sicherheitsdatenblatt Bacionics LQ 01*, Ludwigshafen.
 98. BASF (2014). *Basonic LQ 01*. http://www.standort-ludwigshafen.basf.de/group/corporate/site-ludwigshafen/de/brand/BACIONICS_LQ_01 (letzter Zugriff am 4.3.2016).
 99. Sigma-Aldrich (2015). *SICHERHEITSDATENBLATT 1-Ethyl-3-methyl-imidazolium-ethylsulfat*. 51682. <http://www.sigmaaldrich.com/MSDS/MSDS/DisplayMSDSPage.do?country=DE&language=de&productNumber=51682&brand=ALDRICH&PageToGoToURL=http%3A%2F%2Fwww.sigmaaldrich.com%2Fcatalog%2Fproduct%2Faldrich%2F51682%3Flang%3Dde> (letzter Zugriff am 4.2.2016).
 100. Eurawasser (2016). *Analysedaten - Wasserwerk Rostock*. http://www.eurawasser-nord.de/uploads/tx_3swaterworksmaps/rostock.pdf (letzter Zugriff am 7.3.2016).
 101. Sigma-Aldrich (2016). *SICHERHEITSDATENBLATT 1-Ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethylsulfonyl)imide*. <http://www.sigmaaldrich.com/MSDS/MSDS/DisplayMSDSPage.do?country=DE&language=de&productNumber=711691&brand=ALDRICH&PageToGoToURL=http%3A%2F%2Fwww.sigmaaldrich.com%2Fcatalog%2Fsearch%3Fterm%3D711691%26interface%3DProduct%2520No.%26N%3D0%26mode%3Dmode%2520matchpartialmax%26lang%3Dde%26region%3DDE%26focus%3Dproduct> (letzter Zugriff am 4.3.2016).
 102. Verein Deutscher Ingenieure (2010). *VDI heat atlas*, 2. Aufl. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin.
 103. Fröba, A. P., Kremer, H., Leipertz, A. (2008). Density, refractive index, interfacial tension, and viscosity of ionic liquids [EMIM][EtSO₄], [EMIM][NTf₂], [EMIM][N(CN)₂], and [OMA][NTf₂] in

- dependence on temperature at atmospheric pressure. *Journal of Physical Chemistry B* 112/39, 12420–12430.
104. Beck, M., Neise, C., Ahrenberg, M., Schick, C., Kragl, U., Kessler, O. (2016). Heat transfer mechanisms analysed by high speed video recording of metal quenching in ionic liquids and water. *IJMMP* 11/5, 359–372.
105. Frey, R. G. (1964). Die binoculare Summation des optokinetischen Reizes. v. Graefes Archiv für Ophthalmologie (Albrecht von Graefes Archiv für Ophthalmologie) 167/4, 381–397.
106. Kim, H. K., Oh, S. I. (2001). Evaluation of heat transfer coefficient during heat treatment by inverse analysis. *Journal of Materials Processing Technology* 112/2-3, 157–165.
107. Cumpson, P. J. (1995). Angle-resolved XPS and AES: Depth-resolution limits and a general comparison of properties of depth-profile reconstruction methods. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* 73/1, 25–52.
108. Beck, M., Schmidt, C., Ahrenberg, M., Schick, C., Kragl, U., Keßler, O. (2013). The ideal quenching medium? - Characterisation of ionic liquids for heat treatment of metallic components. *HTM J. Heat Treat. Mater.* 68/5, 214–223.
109. Milkereit, B., Wanderka, N., Schick, C., Keßler, O. (2012). Continuous cooling precipitation diagrams of Al-Mg-Si alloys. *Materials Science and Engineering A* 550, 87–96.
110. Zohrabyan, D., Milkereit, B., Keßler, O., Schick, C. (2012). Precipitation enthalpy during cooling of aluminum alloys obtained from calorimetric reheating experiments. *Thermochim Acta* 529, 51–58.
111. Kammer, C. (1996). Aluminium-Taschenbuch. Band 2: Umformen, Gießen, Oberflächenbehandlung, Recycling, 15. Aufl. Aluminium-Verlag, Düsseldorf.
112. Beck, M., Schmidt, C., Ahrenberg, M., Schick, C., Kragl, U., Keßler, O. (2015). Ionic Liquids as New Quenching Media for Aluminium Alloys and Steels. *HTM J. Heat Treat. Mater.* 70/2, 73–80.
113. Steuer, R. (2011). Video des Abschreckversuches: RS_Tt-4301-WASA_keinUS_30°C_V2. Rostock.
114. Reich, M., Kessler, O. (2012). Numerical and experimental analysis of residual stresses and distortion in different quenching processes of aluminum alloy profiles. In: *Quenching Control and Distortion*. ASM International (Hrsg.). ASM International, 563–574.
115. ASM International Handbook Committee (1990). *ASM Handbook, Volume 02 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. ASM International, [S.I.].
116. The Aluminum Association (2015). *International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*. The Aluminum Association, Inc., Arlington.
117. Höhne, G., Hemminger, W., Flammersheim, H.-J. (2003). *Differential Scanning Calorimetry. An Introduction for Practitioners*, 2. Aufl. Springer, Berlin, Germany.
118. Zhang, Y., Milkereit, B., Kessler, O., Schick, C., Rometsch, P. A. (2014). Development of continuous cooling precipitation diagrams for aluminium alloys AA7150 and AA7020. *J. Alloy. Compd.* 584, 581–589.
119. Zahra, A. M., Zahra, C. Y., Jaroma-Weiland, G., Neuer, G., Lacom, W. (1995). Heat capacities of aluminium alloys. *J Mater Sci* 30/2, 426–436.
120. Milkereit, B., Michael Reich, Olaf Kessler. Detection of quench induced precipitation in Al alloys by Dilatometry. In: *Proceedings of the 15th International Conference on Aluminium Alloys*, June 2016, Chongqing, China, submitted.
121. McLellan, R. B., Ishikawa, T. (1987). The elastic properties of aluminum at high temperatures. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 48/7, 603–606.
122. Comte, C., Stebut, J. von (2002). Microprobe-type measurement of Young's modulus and Poisson coefficient by means of depth sensing indentation and acoustic microscopy. *Surface and Coatings Technology* 154/1, 42–48.
123. Radaj, D., Häuser, H., Braun, S. (1998). Numerische Simulation von Eigenspannungen und Verzug bei Schweißverbindungen aus AlMgSi-Legierungen. *Konstruktion* 7-8, 31–38.
124. Cheng, K. C. (2009). Some observations on the origins of Newton's law of cooling and its influences on thermofluid science. *Applied Mechanics Reviews* 62/6, 1–17.
125. Besson, U. (2010). Cooling and warming laws: An exact analytical solution. *European Journal of Physics* 31/5, 1107–1121.
126. Molnar, G. W., Hurley Jr., H. J., Ford, R. (1969). Application of Newton's law to body cooling. *Pflügers Archiv European Journal of Physiology* 311/1, 16–24.
127. Ruffner, J. A. (1975). Reinterpretation of the genesis of Newton's "Law of Cooling". *Archive for History of Exact Sciences* 2/2, 138–152.
128. Grigull, U. (1984). Newton's temperature scale and the law of cooling. *Wärme- und Stoffübertragung* 18/4, 195–199.
129. Cheng, K. C., Fujii, T. (1998). Isaac Newton and heat transfer. *Heat Transfer Engineering* 19/4, 9–21.
130. Molnar, G. W. (1969). Newton's thermometer: a model for testing Newton's law of cooling.

- Physiologist 12/1, 9–20.
131. Milkereit, B., Beck, M., Reich, M., Keßler, O., Schick, C. (2011). Precipitation kinetics of an aluminium alloy during Newtonian cooling simulated in a differential scanning calorimeter. *Thermochim Acta* 522/1-2, 86–95.
 132. Zohrabyan, D., Milkereit, B., Schick, C., Keßler, O. (2014). Continuous cooling precipitation diagram of high alloyed Al-Zn-Mg-Cu 7049A alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 24/7, 2018–2024.
 133. Beck, M., Reich, M., Neise, C., Ahrenberg, M., Schick, C., Kragl, U., Keßler, O. (2016). Ionic Liquids for immersion quenching of aluminium alloys. In: *Proceedings of the 23rd IFHTSE Congress*. MacKenzie, D. S. (Hrsg.). ASM International, Materials Park, Ohio, 94–100.
 134. Milkereit, B., Schick, C., Keßler, O. (2010). Continuous Cooling Precipitation Diagrams Depending on the Composition of Aluminum-Magnesium-Silicon Alloys. In: *Proceedings 12th International Conference on Aluminium Alloys*.
 135. Fredlake, C. P., Crosthwaite, J. M., Hert, D. G., Aki, S. N. V. K., Brennecke, J. F. (2004). Thermophysical properties of imidazolium-based ionic liquids. *Journal of Chemical and Engineering Data* 49/4, 954–964.
 136. D. Waliszewski, I. Stępnia, H. Piekarski, A. Lewandowski (2005). Heat capacities of ionic liquids and their heats of solution in molecular liquids. *Thermochimica Acta* 433/1–2, 149–152.
 137. Dubal, G. P. Salt bath quenching for minimum distortion. *Proceedings from the 6th International Quenching and Control of Distortion Conference 2012*, 220–230.
 138. Kabelac, S. (Hrsg.) (2006). *VDI-Wärmeatlas. [Berechnungsunterlagen für Druckverlust, Wärme- und Stoffübergang]*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg.
 139. Kretschmar, H.-J., Kraft, I., Stöcker, I. (2008). *Kleine Formelsammlung technische Thermodynamik, 2. Aufl.* Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl., München.
 140. Ge, R., Hardacre, C., Nancarrow, P., Rooney, D. W. (2007). Thermal conductivities of ionic liquids over the temperature range from 293 K to 353 K. *Journal of Chemical and Engineering Data* 52/5, 1819–1823.
 141. Ficke, L. E., Rodríguez, H., Brennecke, J. F. (2008). Heat capacities and excess enthalpies of 1-3ethyl-3-methylimidazolium-based ionic liquids and water. *Journal of Chemical and Engineering Data* 53/9, 2112–2119.
 142. Torrecilla, J. S., Rafione, T., García, J., Rodríguez, F. (2008). Effect of relative humidity of air on density, apparent molar volume, viscosity, surface tension, and water content of 1-ethyl-3-methylimidazolium ethylsulfate ionic liquid. *J Chem Eng Data* 53/4, 923–928.
 143. Vargel, C. (2004). *Corrosion of aluminium, 1. Aufl.* Elsevier, Amsterdam.
 144. Iolitec (2010). *Material Safety Data Sheet 1-Ethyl-3-methylimidazolium ethyl sulfate*. <https://www.google.de/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&ved=0ahUKEwidp4616K7LAhUEJpoKHYGNDHAQFggkMAA&url=http%3A%2F%2Fwww.iolitec.de%2FDownload-document%2F709-MSDS-IL-0033-EMIM-EtSO4-1-Ethyl-3-methylimidazolium-ethylsulfate.html&usq=AFQjCNHrpdYCLkkyONLOJMWVQWjayjYuaw&bvm=bv.116274245,d.bGs&cad=rja> (letzter Zugriff am 7.3.2016).
 145. Wendler-Kalsch, E., Gräfen, H. (1998). *Korrosionsschadenkunde*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg.
 146. Hufnagel, W. (1988). *Aluminium-Taschenbuch*. Aluminium-Verlag, Duesseldorf.
 147. Deutsche Edelstahlwerke GmbH (2015). *Firmodur 7225/ Firmodur 7227. Werkstoffdatenblatt 42CrMo4 / 42CrMoS4*. https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/Baustahl/1.7225_1.7227_de.pdf (letzter Zugriff am 14.2.2017).
 148. Hornbogen, E., Skrotzki, B. (2009). *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg.
 149. Carlton, R. A. (2011). Scanning Electron Microscopy and Energy-Dispersive X-Ray Spectrometry. In: *Pharmaceutical Microscopy*. Springer New York, New York, NY, 85–130.
 150. van Well, N. (2016). Charakterisierungsmethoden. In: *Innovative und interdisziplinäre Kristallzüchtung*. van Well, N. (Hrsg.). Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 31–49.
 151. Clausen, B., Lübben, T., Frerichs, F., Klein, D., Kusmierz, R., Nowag, L., Prinz, C., Surm, H. (2004). Prozesskettenübergreifende Analyse der Verzugsentstehung am Beispiel von Wälzlagering. *HTM Härtereitechnische Mitteilungen* 59/1, 35–44.
 152. Surm, H., Hunkel, M., Lübben, T. (2015). Identification of Design Related Distortion of Gear Base Bodies by Finite Element Computations. In: *Proceedings of the 5th International Conference on Distortion Engineering*. Zoch, H.-W., Lübben, T. (Hrsg.), 71–83.
 153. Neise, C., Rautenberg, C., Bentrup, U., Beck, M., Ahrenberg, M., Schick, C., Keßler, O., Kragl, U. (2016). Stability studies of ionic liquid [EMIm][NTf2] under short-term thermal exposure. *RSC Adv* 6/54, 48462–48468.

Anhang

A. Abkürzungsverzeichnis

BpS	Bilder pro Sekunde
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
FDM	Finite-Differenzen-Methode
FEM	Finite-Elemente-Methode
IL	Ionische Flüssigkeit (engl. Ionic Liquid)
OES	Optische Emissionsspektroskopie
REM	Rasterelektronenmikroskopie
WÜK	Wärmeübergangskoeffizient(en)

B. Symbolverzeichnis

Lateinische Buchstaben

c_p	spezifische Wärmekapazität
D	Zylinderdurchmesser
g	Erdbeschleunigung
Gr	Grashof-Zahl
h	Zylinderhöhe
K	Korrekturfaktor
l	Anströmlänge, Überströmlänge
Nu	Nußelt-Zahl
Nu_{lam}	lamellaren Anteil der Nußelt-Zahl
Nu_{platte}	Nußelt-Zahl bei vertikaler Fläche
Nu_{turb}	turbulenter Anteil der Nußelt-Zahl
Nu_0	Nußelt-Zahl für querangeströmte Profilzylinder
Pr	Prandtl-Zahl
Ra	Rayleigh-Zahl

t	Zeit
$t_{[\vartheta_S, \vartheta_{end}]}$	Kühldauer zwischen Start- und Endtemperatur

Griechische Buchstaben

α	Wärmeübergangskoeffizient
β	räumlicher Wärmeausdehnungskoeffizient
ΔT_{max}	maximale axiale Temperaturdifferenz zwischen drei randnahen Messstellen
$\Delta\vartheta$	Temperaturdifferenz zwischen Probenoberfläche und Fluid
η	dynamische Viskosität
ϑ_m	mittlere Temperatur
ϑ_S	Starttemperatur
ϑ_{end}	Endtemperatur
ϑ_0	Temperatur der Probenoberfläche
ϑ_∞	Temperatur des Fluids
λ	Wärmeleitfähigkeit
ν	kinematische Viskosität
ρ	Dichte
ρ_0	Dichte des Fluids an der Probenoberfläche
ρ_∞	Dichte des Fluids außerhalb der Strömungsgrenzschicht
χ	Temperaturleitfähigkeit

C. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Kühlverläufe einer Auswahl von üblichen Abschreckmedien beim Tauchabschrecken [11]. 6
Abbildung 2:	Phasen des Abschreckvorganges bei verdampfenden Flüssigkeiten [37]. 9
Abbildung 3:	Bewegung der Wiederbenetzungsfront und Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten von der Probenhöhe [15]. 12
Abbildung 4:	Wärmeübergangskoeffizientenverlauf der Abschreckung einer zylindrischen Probe in Abschrecköl mit erkennbarem Leidenfrost-Effekt [40]. 12
Abbildung 5:	Aufsummierte Anzahl der wissenschaftlichen Veröffentlichungen über ionische Flüssigkeiten vom Jahr 1998 bis 2013 [68]. 15
Abbildung 6:	Strukturformel einer ionischen Flüssigkeit ([EMIm][EtSO ₄]) mit kleinen Anionen sowie Kationen mit geringer Symmetrie. 16
Abbildung 7:	Querschliff des Ausgangsgefüges von AlSi1MgMn (Ätzung nach Weck [87]). 20
Abbildung 8:	Querschliff des Ausgangsgefüges eines Zylinders 7349 (AlZn8MgCu) (Ätzung nach Weck [87]). 21
Abbildung 9:	Querschnittgeometrie des Strangpressprofils 7349. 22
Abbildung 10:	Querschliff des Ausgangsgefüges eines Strangpressprofils 7349 (AlZn8MgCu) (Ätzung nach Weck [87]). 22
Abbildung 11:	Querschliff des Ausgangsgefüges von AlCu6Mn (Ätzung nach Weck [87]). 23
Abbildung 12:	Querschliff des Ausgangsgefüges von X5CrNi18-10 senkrecht zur Ziehrichtung (Ätzung mit V2A-Beize [92]). 24
Abbildung 13:	Querschliff des Ausgangsgefüges von 42CrMo4 im Kern (Ätzung mit Nital [92]). 25
Abbildung 14:	Strukturformel von [EMIm][NTf ₂]. 27
Abbildung 15:	Strukturformel von [EMIm][EtSO ₄]. 27
Abbildung 16:	Versuchsaufbau für Abschreckexperimente im kleinen Abschreckbecken. a höhenverstellbarer Labortisch, b heizbarer Magnetprüfer, c Abschreckbecken (0,9 l), d Probenhalterung mit Griffstücken in Führungsschiene, e Abluftrohr, f magnetischer Rührstab, g Thermolemente (Typ K, Ø 1,0 mm) in Höhe der oberen Probenkante/ Probenmitte/ unterer Probenkante, h Abschreckprobe mit Thermolement(en), i mit Abschreckprobe verschraubter Probenhalter aus X5CrNi18-10 mit Bajonettstecker, j Bajonethülse. 30
Abbildung 17:	Technische Zeichnung der Standardabschreckprobe zur Ermittlung der Wärmeübergangskoeffizienten. 30
Abbildung 18:	Versuchsaufbau für Abschreckexperimente im großen Abschreckbecken (15 l) mit Laborrührer und Propellerstab (rechts).

Abbildung 19:	Einfluss der Bildrate von Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen auf die Helligkeit (sämtliche weitere Parameter identisch) [104].	35
Abbildung 20:	Einfluss von Anzahl und Position der Spotlights auf die Ausleuchtung der Probe (sämtliche weitere Parameter identisch) [104].	37
Abbildung 21:	Temperaturverläufe einer Abschreckprobe und eines Thermoelementes 1,0 mm außerhalb der Probenoberfläche [104].	37
Abbildung 22:	Halter für die Wärmebehandlung von XPS-Proben. Oben 3D-Modell. Unten: Photographie mit montierter XPS-Probe.	41
Abbildung 23:	Profil aus 7349 mit für Verzugsbestimmungen markierten Flächen (Bodenfläche in blau, Seitenfläche in rot).	42
Abbildung 24:	Reproduzierbarkeit der Kühlkurven am Beispiel der Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C:	45
Abbildung 25:	Kühlkurven und Entwicklung der Badtemperaturen bei Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C.	46
Abbildung 26:	Kühlkurvenvariation und Entwicklung der Badtemperaturen bei Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄] bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C.	47
Abbildung 27:	(a) Kühlkurven, (b,c) Kühlratenverläufe und (d,e) Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten und Leitungswasser bei Ausgangsbadtemperaturen von 30 °C und 85 °C [108].	49
Abbildung 28:	Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche mit variiertem Ausgangsbadtemperatur in a) 0,9 l [EMIm][NTf ₂], b) 0,9 l [EMIm][EtSO ₄] und c) 15 l Leitungswasser.	51
Abbildung 29:	Hochgeschwindigkeitsaufnahmen eines Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][NTf ₂] mit 0,1 Ma.-% Wasser mit einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C.	52
Abbildung 30:	Hochgeschwindigkeitsaufnahmen des Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][EtSO ₄] mit 0,3 Ma.-% Wasser mit einer Ausgangsbadtemperatur von oben: 30 °C und unten: 85 °C.	53
Abbildung 31:	Repräsentative Kühlkurven und Badtemperaturen (blau) bei Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] mit variierendem Wassergehalt. ...	55
Abbildung 32:	Repräsentative Kühlkurven und Badtemperaturen (blau) bei Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄] mit variierendem Wassergehalt.	55
Abbildung 33:	(a) Kühlkurven, (b,c) Kühlratenverläufe und (d,e) Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten mit variierenden Wassergehalten und Leitungswasser [108].	56
Abbildung 34:	Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur und variiertem Wassergehalt in a) 0,9 l [EMIm][EtSO ₄], b) 0,9 l [EMIm][NTf ₂] und c) 15 l Leitungswasser.	57

Abbildung 35:	Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Abschreckung in 0,9 l [EMIm][NTf ₂] mit >1,4 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur [104].	58
Abbildung 36:	Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Abschreckung in 0,9 l [EMIm][EtSO ₄] mit 6,6 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur.	59
Abbildung 37:	Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Abschreckung in 0,9 l [EMIm][EtSO ₄] mit 16,5 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur [104].	60
Abbildung 38:	Kühlkurven der Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] rein und mit variierenden Zusätzen.	61
Abbildung 39:	Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur in 0,9 l reiner [EMIm][NTf ₂] und mit Kohlenstoffdioxid/Wasser-Zusatz.	62
Abbildung 40:	Kühlkurven der Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] mit und ohne Badumwälzung bei vorheriger Kohlenstoffdioxid-Beladung.	63
Abbildung 41:	Hochgeschwindigkeitsaufnahmen eines Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][NTf ₂] (< 0,1 Ma.-% Wasser) mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur ohne aktivierte Badumwälzung. Oben: reines [EMIm][NTf ₂], unten: [EMIm][NTf ₂] mit Kohlenstoffdioxid beladen.	64
Abbildung 42:	Hochgeschwindigkeitsaufnahmen eines Abschreckbeginns in 0,9 l [EMIm][NTf ₂] mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur ohne aktivierte Badumwälzung. Oben: kein Kohlenstoffdioxid, < 0,1 Ma.-% Wasser; Mitte: mit Kohlenstoffdioxid, < 0,1 Ma.-% Wasser; unten: kein Kohlenstoffdioxid, 2,0 Ma.-% Wasser.	66
Abbildung 43:	REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlSi1MgMn im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser.	71
Abbildung 44:	REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlSi1MgMn nach 20facher Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten.	72
Abbildung 45:	REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser.	74
Abbildung 46:	REM-Aufnahmen der Oberfläche an Zylindern aus AlZn8MgCu nach 20facher Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten.	75
Abbildung 47:	REM-Aufnahmen der Oberfläche an Platten aus AlCu6Mn im Ausgangszustand und nach einmaliger Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten und Leitungswasser.	77
Abbildung 48:	REM-Aufnahmen der Oberfläche an Platten aus AlCu6Mn nach 20facher Abschreckung in zwei ionischen Flüssigkeiten.	78
Abbildung 49:	Verformung der Bodenfläche der Verzugsprofile im Ausgangszustand.	80
Abbildung 50:	Verformung der Bodenfläche der Verzugsprofile nach Abschreckung in ionischer Flüssigkeit.	81

Abbildung 51:	Verformung der Bodenfläche der Verzugsprofile nach Abschreckung in Leitungswasser.....	81
Abbildung 52:	Verformung der Seitenfläche von Verzugsprofilen im Ausgangszustand.....	82
Abbildung 53:	Verformung der Seitenfläche von Verzugsprofilen nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit.	82
Abbildung 54:	Verformung der Seitenfläche von Verzugsprofilen nach Abschreckung in Leitungswasser.....	83
Abbildung 55:	Experimentelle Ebenheiten der Bodenfläche (links) und der Seitenfläche (rechts) des Profils aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser mit Mittelwert und Standardabweichung [112].	84
Abbildung 56:	Kühlkurven mit beispielhafter Baderwärmung und Wärmeübergangskoeffizienten nach unterschiedlicher Anzahl von Stahlabschreckungen in [EMIm][NTf ₂].	86
Abbildung 57:	(a) Kühlkurven, (b,c) Kühlratenverläufe und (d,e) Wärmeübergangskoeffizienten beider Ionischer Flüssigkeiten mit variierenden Wassergehalten und Leitungswasser bei Abschreckung von Stahlproben.	87
Abbildung 58:	Beispielhafte Momentaufnahmen der Abkühlversuche bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur und variiertem Wassergehalt in a) [EMIm][NTf ₂], b) [EMIm][EtSO ₄] und c) Leitungswasser (*Abschreckvideo von Steuer [113]) bei Abschreckung von Stahlproben.....	89
Abbildung 59:	Kühlkurve und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen einer Stahlabschreckung in 0,9 l [EMIm][NTf ₂] mit 0,2 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur.	91
Abbildung 60:	Härteverlauf vom Rand zum Kern von drei abgeschreckten Zylindern des Stahls 42CrMo4 nach Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf ₂].	92
Abbildung 61:	Gefügeaufnahme im Kern eines Zylinders (Ø 29,5 mm) des Stahls 42CrMo4 nach Abschreckung in der Ionischen Flüssigkeit [EMIm][NTf ₂] (Probe 3) (Ätzung mit Nital [92]).	93
Abbildung 62:	Probenoberfläche eines Zylinders (Länge 120 mm) vor und nach Abschreckung in [EMIm][NTf ₂]. a: Ausgangszustand b: nach Abschreckung in 1,1 l Ionischer Flüssigkeit mit ca. 13 Ma.-% Wasser c: nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit mit 0,15 Ma.-% Wasser (c1: untere Probenseite während horizontaler Lösungsglühung, c2: obere Probenseite während horizontaler Lösungsglühung).....	94
Abbildung 63:	REM-Aufnahmen der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 vor und nach Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] mit unterschiedlichen Vergrößerungen und Beschleunigungsspannungen.	95
Abbildung 64:	REM-Aufnahme (oben, 3 kV) und Elementverteilungen nach EDX-Analyse der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 abgeschreckt in [EMIm][NTf ₂].	97

Abbildung 65:	Probenoberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 nach Abschreckung in [EMIm][NTf ₂]. Oben: REM-Aufnahme. Unten: EDX-Spektrum der dargestellten Fläche bei 10 kV Beschleunigungsspannung.	98
Abbildung 66:	Probenoberfläche eines Zylinders (Länge 120 mm) vor (links) und nach (rechts) Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄].	100
Abbildung 67:	REM-Aufnahmen der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 vor (AZ) und nach Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄] mit unterschiedlichen Vergrößerungen und Beschleunigungsspannungen.	101
Abbildung 68:	REM-Aufnahme (oben links, 3 kV) und Elementverteilungen (10 kV) nach EDX-Analyse der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 abgeschreckt in [EMIm][EtSO ₄].	102
Abbildung 69:	Probenoberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 nach Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄]. Oben: REM-Aufnahme. Unten: EDX-Spektrum mit quantitativer Auswertung der dargestellten Fläche bei 10 kV Beschleunigungsspannung.	103
Abbildung 70:	Spezifische Wärmekapazität von AlZn8MgCu.	107
Abbildung 71:	Thermischer Ausdehnungskoeffizient von AlZn8MgCu.	107
Abbildung 72:	Fließkurven von AlZn8MgCu bei 30 °C nach Lösungsglühen und anschließender variierender Newtonscher Abkühlung [133].	109
Abbildung 73:	Temperaturabhängige Fließkurven von AlZn8MgCu nach Lösungsglühen und anschließender Newtonscher Abkühlung [133].	109
Abbildung 74:	Kühlkurven bei erstmaliger Abschreckung von Zylindern aus AlSi1MgMn in Leitungswasser und Ionischer Flüssigkeit [133].	110
Abbildung 75:	Für die FEM-Simulation bei Abschreckung in Leitungswasser und Ionischer Flüssigkeit verwendete Wärmeübergangskoeffizienten [133].	110
Abbildung 76:	Ermittlung der Vorverkrümmung der Bodenfläche. Links: Beispielhafter experimenteller Ausgangszustand. Rechts: Fitfunktion der Verkrümmung in mittlerer Probenhöhe.	111
Abbildung 77:	Ausgangszustand für Simulation. Links: angenommene höhenunabhängige Vorverkrümmung der Bodenfläche. Rechts: gesamter Profilquerschnitt des Simulationsmodells mit 100fach überhöhter Vorverkrümmung.	112
Abbildung 78:	Simulierte Verformungen der Bodenfläche des Verzugsprofils im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.	113
Abbildung 79:	Simulierte Verformungen der Seitenfläche des Verzugsprofils im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.	113
Abbildung 80:	Simulierte Ebenheiten der Bodenfläche (links) und der Seitenfläche (rechts) des Profils aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.	114

Abbildung 81:	Kühlkurven von randnahen Thermoelementen (1 mm Randabstand) eines Zylinders in drei axialen Messhöhen (30 mm, 60 mm, 90 mm) bei Abschreckung in 15 l Ionischer Flüssigkeit und 15 l Leitungswasser bei 30 °C Ausgangsbadtemperatur [112]...116
Abbildung 82:	Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme eines höhenunabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverlaufes bei Abschreckung in 15 l Leitungswasser mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.....117
Abbildung 83:	Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Probenhöhe und der verwendeten Temperaturmessstellen bei Abschreckung in 15 l Leitungswasser mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.....118
Abbildung 84:	Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme von höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufen bei Abschreckung in 15 l Leitungswasser mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.....119
Abbildung 85:	Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme eines höhenunabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverlaufes bei Abschreckung in 15 l Ionischer Flüssigkeit mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.....120
Abbildung 86:	Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Probenhöhe und der verwendeten Temperaturmessstellen bei Abschreckung in 15 l [EMIm][EtSO ₄] mit 2,7 Ma.-% Wasser und 30 °C Ausgangsbadtemperatur.....121
Abbildung 87:	Experimentelle und simulierte Kühlkurven unter Annahme von höhenabhängigen Wärmeübergangskoeffizientenverläufen bei Abschreckung in 15 l Ionischer Flüssigkeit mit 30 °C Ausgangsbadtemperatur.....122
Abbildung 88:	Simulierte axiale Abschreckgleichmäßigkeit und gemessene Abschreckgeschwindigkeit bei Variation der Abschreckmedien, des Wassergehaltes und der Ausgangsbadtemperatur (# tatsächliche max. axiale Temperaturdifferenz bei Leidenfrost-Effekt vermutlich deutlich höher).124
Abbildung 89:	Abschreckwirkung von [EMIm][EtSO ₄] bei einer Ausgangsbadtemperatur von 30 °C und unterschiedlich großen Badvolumina.126
Abbildung 90:	Kühlkurve und Badtemperatur bei Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] mit 1,4 Ma.-% Wasser.....128
Abbildung 91:	Änderung der Wärmemengen der Probe und des Mediums bei Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] mit 1,4 Ma.-% Wasser.129
Abbildung 92:	Einfluss von Badumwälzung (BU) und Zusätzen auf die Kühlwirkung von [EMIm][NTf ₂].132
Abbildung 93:	Temperaturabhängige (a) dynamisch Viskosität [94,103], (b) spezifische Wärmekapazität [136], (c) Wärmeleitfähigkeit [140] und (d) Dichte [94] nach Literaturangaben und mit Extrapolation für erhöhte Temperaturen von [EMIm][NTf ₂] ohne Wasserzusatz. ..136
Abbildung 94:	Temperaturabhängige (a) dynamisch Viskosität [94,103], (b) spezifische Wärmekapazität [141], (c) Wärmeleitfähigkeit [140] und

	(d) Dichte [94] nach Literaturangaben und mit Extrapolation für erhöhte Temperaturen von [EMIm][EtSO ₄] ohne Wasserzusatz.....	137
Abbildung 95:	Wärmeübergangskoeffizienten aus Experiment (inverse thermische Simulation) und nach Berechnung mittels VDI-Wärmeatlas bei Abschreckung in 0,9 l a) [EMIm][NTf ₂] und b) [EMIm][EtSO ₄] mit jeweils 30 °C Ausgangsbadtemperatur.	139
Abbildung 96:	Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm von 42CrMo4 [147] mit ermittelter Kühlkurve des Probenkerns.....	144
Abbildung 97:	REM-Aufnahme der Oberfläche eines Zylinders aus X5CrNi18-10 nach Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄] mit unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen.	145
Abbildung 98:	Experimentelle und simulierte Verformungen der Bodenfläche des Verzugsprofils aus AlZn8MgCu nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.....	148
Abbildung 99:	Bilderreihe [112] zu verschiedenen Zeitpunkten des Abschreckens eines Profils aus AlZn8MgCu in 15 l Leitungswasser mit einer Ausgangsbadtemperatur von 25 °C mit Darstellung der Bodenfläche. Die Pfeile markieren Benetzungsfronten.	149
Abbildung 100:	Experimentelle und simulierte Verformungen der Seitenfläche des Verzugsprofils aus AlZn8MgCu nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.....	150
Abbildung 101:	Experimentelle und simulierte Ebenheiten der Bodenfläche (links) und der Seitenfläche (rechts) des Verzugsprofils aus AlZn8MgCu im Ausgangszustand und nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Leitungswasser.....	151
Abbildung 102:	Kühlkurven an verschiedenen Positionen im Verzugsprofil. Experimentelle und simulative Ergebnisse nach Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit (a,b) und Leitungswasser (c,d).....	153
Abbildung 103:	Kühlkurven des Verzugsprofils bei Abschreckung in Wasser....	155
Abbildung 104:	Kühlkurven des Verzugsprofils bei Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit.	156

D. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Allgemeine Klassen von Abschreckmedien mit auftretenden Aggregatzuständen und Beurteilung der wesentlichen Vor- und Nachteile.	6
Tabelle 2:	Legierungselementanteile der Charge AlSi1MgMn.	20
Tabelle 3:	Legierungselementanteile der Zylinder aus 7349.	21
Tabelle 4:	Legierungselementanteile der Charge des Profils aus 7349.	22
Tabelle 5:	Legierungselementanteile der Charge AlCu6Mn.	23
Tabelle 6:	Legierungselementanteile der Charge X5CrNi18-10.	24
Tabelle 7:	Legierungselementanteile der Charge 42CrMo4.	25
Tabelle 8:	Auflistung ausgewählter physikalischer Eigenschaften der verwendeten Abschreckmedien.	28
Tabelle 9:	Thermophysikalische Stoffdaten von AlSi1MgMn in einem Temperaturbereich von 50 °C bis 550 °C [37].	38
Tabelle 10:	Thermophysikalische Stoffdaten von X5CrNi18-10 in einem Temperaturbereich von 0 °C bis 850 °C [37].	39
Tabelle 11:	Versuchsübersicht zur Untersuchung der Abschreckwirkung mit Aluminiumzylindern.	44
Tabelle 12:	Härte im Zustand T6 vergleichend zwischen Abschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Wasser.	68
Tabelle 13:	Übersicht zum Einsatz der Rasterelektronenmikroskope zu verschiedenen Versuchszeitpunkten. Die Zahlen im unteren Tabellenabschnitt kennzeichnen die Anzahl durchgeführter Abschreckungen zum Zeitpunkt der Aufnahme.	69
Tabelle 14:	Versuchsübersicht zur Untersuchung der Abschreckwirkung mit Stahlzylindern.	86
Tabelle 15:	Vergleich der erzielbaren $t_{8/5}$ -Zeiten bei Stahlabschreckung in Ionischer Flüssigkeit und Wasser.	88
Tabelle 16:	Chemische Zusammensetzung der Oberflächenschicht nach Abschreckung in [EMIm][NTf ₂] ermittelt durch EDX und XPS.	99
Tabelle 17:	Chemische Zusammensetzung der Oberflächenschicht nach Abschreckung in [EMIm][EtSO ₄] ermittelt durch EDX und XPS.	104
Tabelle 18:	Übersicht der durchgeführten thermischen Simulationen.	117
Tabelle 19:	Vereinfachte Übersicht der Parametervariationen und Ortseinfluss auf Wärmeübergangskoeffizienten für die Simulation der axialen Abschreckgleichmäßigkeit.	122

E. Betreute studentische Arbeiten im Rahmen der Promotion

Christian Lux; Daniel Rönnpagel „*Entwicklung der aktiven Kühleinrichtung für besonders kleine Abschreckbecken*“ Projektarbeit, Universität Rostock, 2013

Christian Lux „*Bauteilcharakterisierung von Aluminiumlegierungen nach Wärmebehandlung mit neuartigen Abschreckmedien*“ Bachelorarbeit, Universität Rostock, 2013

Mathias Grabbert „*Charakterisierung der Wärmeübergangsmechanismen bei Abschreckung metallischer Bauteile in Ionischen Flüssigkeiten durch Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen*“ Studienarbeit, Universität Rostock, 2014

Michael Radanke „*Thermomechanische Simulation von Abschreckvorgängen eines komplexen Aluminium-Bauteils in Ionischen Flüssigkeiten*“ Studienarbeit, Universität Rostock, 2015

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik der Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik der Universität Rostock im Rahmen eines von 2012 bis 2015 geförderten interdisziplinären Projektes der Deutschen Forschungsgemeinschaft. Nur durch die Unterstützung einer Vielzahl von Personen konnte ich diese Arbeit erfolgreich abschließen, wofür ich große Dankbarkeit empfinde. Einigen Ausgewählten möchte ich folgend ausdrücklich danken.

Mein größter Dank gilt Herrn Prof. Olaf Keßler, welcher mir die Möglichkeit dieser Dissertation erst eröffnet hat. Er hatte sowohl fachlich als auch menschlich immer ein offenes Ohr.

Des Weiteren möchte ich dem gesamten Team des Lehrstuhls für Werkstofftechnik für die angenehme und konstruktive Arbeitsatmosphäre danken – es war eine sehr schöne Zeit! Insbesondere Herrn Dr. Michael Reich danke ich für die großartige Unterstützung bei der Durchführung und Auswertung der Wärmebehandlungssimulationen.

Weiterer Dank für die sehr spannende interdisziplinäre Zusammenarbeit in diesem Forschungsprojekt gilt Herrn Prof. Kragl und Frau Dr. Neise vom Lehrstuhl für technische Chemie und Herrn Prof. Schick und Herrn Dr. Ahrenberg von der Polymerphysik der Universität Rostock.

Darüber hinaus möchte ich mich bei den Mitarbeitern der Standortwerkstatt, aber auch der Glasbläserei und der feinmechanischen Werkstatt der Chemie für die umfangreiche Unterstützung bei der Fertigung von Proben und Teilen des Versuchsstandes bedanken. Zusätzlich gilt mein Dank den Mitarbeitern der Fraunhofer-Einrichtung für Großstrukturen in der Produktionstechnik für die anspruchsvolle 3D-Koordinatenvermessung und die Durchführung diverser OES-Analysen. Herrn Dr. Mehner vom IWT Bremen danke ich für die Auswertung der XPS-Analysen.

Meiner Familie danke ich für die Motivation und das Verständnis welche sie mir während des Erstellens dieser Arbeit entgegenbrachte.