

Reaktive Partikel aus Nickel und Aluminium als innovative Wärmequelle für die Fügetechnik

Sandra Grohmann



Sandra Grohmann

**Reaktive Partikel aus Nickel und Aluminium als
innovative Wärmequelle für die Fügetechnik**

utzverlag · München 2022

Forschungsberichte iwb
Band 374

Ebook (PDF)-Ausgabe:
ISBN 978-3-8316-7717-7 Version: 1 vom 22.07.2022
Copyright© utzverlag 2022

Alternative Ausgabe: Softcover
ISBN 978-3-8316-4961-7
Copyright© utzverlag 2022

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN

TUM School of Engineering and Design

**Reaktive Partikel aus Nickel und Aluminium
als innovative Wärmequelle für die Fügechnik**

Sandra Grohmann

Vollständiger Abdruck der von der TUM School of Engineering and Design der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades einer

Doktorin der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Vorsitz:

Prof. Dr.-Ing. Veit St. Senner

Prüfer der Dissertation:

Prof. Dr.-Ing. Michael Fr. Zäh

Prof. Dr.-Ing. Kai-Olaf Hinrichsen

Die Dissertation wurde am 18.03.2021 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die TUM School of Engineering and Design am 19.08.2021 angenommen.

Sandra Grohmann

**Reaktive Partikel aus Nickel und Aluminium als
innovative Wärmequelle für die Fügetechnik**



Forschungsberichte iwB

Band 374

Zugl.: Diss., München, Techn. Univ., 2021

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

Das Werk ist urheberrechtlich geschützt.
Sämtliche, auch auszugsweise Verwertungen
bleiben vorbehalten.

Copyright © utzverlag GmbH · 2022

ISBN 978-3-8316-4961-7

Printed in Germany
utzverlag GmbH, München
089-277791-00 · www.utzverlag.de

Geleitwort der Herausgeber

Die Produktionstechnik ist für die Weiterentwicklung unserer Industriegesellschaft von zentraler Bedeutung, denn die Leistungsfähigkeit eines Industriebetriebes und damit die Sicherheit der Arbeitsplätze hängen entscheidend von den eingesetzten Produktionsmitteln, den angewandten Produktionsverfahren und der eingeführten Produktionsorganisation ab. Erst das optimale Zusammenspiel von Mensch, Organisation und Technik erlaubt es, alle Potenziale für den Unternehmenserfolg auszuschöpfen.

Um in dem Spannungsfeld Kosten, Zeit und Qualität bestehen zu können, müssen Produktionsstrukturen ständig neu überdacht und weiterentwickelt werden. Dabei ist es notwendig, die Komplexität von Produkten, Produktionsabläufen und -systemen einerseits zu verringern und andererseits besser zu beherrschen.

Ziel der Forschungsarbeiten des *iwb* ist die ständige Verbesserung von Produktentwicklungs- und Planungssystemen, von Herstellverfahren sowie von Produktionsanlagen. Betriebsorganisation, Produktions- und Arbeitsstrukturen sowie Systeme zur Auftragsabwicklung werden unter besonderer Berücksichtigung mitarbeiterorientierter Anforderungen sowie von Nachhaltigkeitsaspekten entwickelt. Die dabei notwendige Steigerung des Automatisierungsgrades darf jedoch nicht zu einer Verfestigung arbeitsteiliger Strukturen führen. Fragen der optimalen Einbindung des Menschen in alle Planungs- und Entwicklungsprozesse spielen deshalb eine sehr wichtige Rolle.

Die im Rahmen dieser Buchreihe erscheinenden Bände stammen thematisch aus den Forschungsbereichen des *iwb*. Diese reichen von der Entwicklung von Produktionssystemen über deren Planung bis hin zu den eingesetzten Technologien in den Bereichen Fertigung und Montage. Die Steuerung und der Betrieb von Produktionssystemen, die Qualitätssicherung, die Verfügbarkeit und die Autonomie sind Querschnittsthemen hierfür. In den Forschungsberichten des *iwb* werden neue Ergebnisse und Erkenntnisse aus der praxisnahen Forschung des Institutes veröffentlicht. Diese Buchreihe soll dazu beitragen, den Wissenstransfer zwischen dem Hochschulbereich und den Anwendenden zu verbessern.

Gunther Reinhart

Michael Friedrich Zäh

*Wer immer tut, was er schon kann,
bleibt immer das, was er schon ist.*

HENRY FORD

Vorwort

Während meiner Zeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (*iwb*) der Technischen Universität München haben mich viele Menschen unterstützt. Diesen möchte ich aufrichtig danken.

Mein ausdrücklicher Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Michael Friedrich Zäh, der mich mit großem Vertrauen förderte und forderte und mir stets eine wertvolle Unterstützung war. Herrn Prof. Dr.-Ing. Gunther Reinhart möchte ich für die wohlwollende Zusammenarbeit am *iwb* danken. Für die Übernahme des Koreferats bin ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Kai-Olaf Hinrichsen sehr verbunden und Herrn Prof. Dr.-Ing. Veit Stefan Senner danke ich für den Vorsitz der Prüfungskommission.

Auch danke ich meinen Kolleginnen und Kollegen, die meine Zeit am *iwb* so sehr bereicherten. Besonders hervorheben möchte ich Herrn Alexander Fuchs, Herrn Stefan Liebl und Herrn Markus Krutzlinger, die mir fachlich und persönlich eine große Unterstützung waren. Meinen Studierenden, darunter vor allem Gottfried, Vanessa, Alexander, Yiwen und Andreas, danke ich für ihre hohe Leistungsbereitschaft, die wertvollen und kreativen Beiträge sowie dafür, dass auch ich von ihnen lernen durfte. Frau Dr.-Ing. Susanne Vernim und Frau Dr.-Ing. Corinna Liebl, denen ich freundschaftlich sehr verbunden bin, danke ich für die gewissenhafte Durchsicht meiner Arbeit und ihre konstruktiven Hinweise zu deren Finalisierung. Herrn Herbert Eicker, als Lektor meines Vertrauens, danke ich für die spannenden Gespräche über die deutsche Sprache. Überaus dankbar bin ich zudem Herrn Dr.-Ing. Markus Reichmann dafür, dass er seine große Expertise im Bereich der Mikrowellentechnik stets mit mir teilte und mich bis zur Fertigstellung dieser Arbeit damit unterstützte.

Mein bisheriger Weg und die vorliegende Arbeit wären ohne die Unterstützung meiner Familie nicht möglich gewesen. Für ihre bedingungslose Unterstützung und liebevolle Geduld von klein auf danke ich meinen Eltern Ulrike und Horst von Herzen. Meinen Schwiegereltern, Sigrid und Andreas, bin ich für das Aufzeigen neuer Wege sehr dankbar. Meinem Ehemann Lukas bin ich für seinen immerwährenden Glauben an mich und an meine Fähigkeiten, seine einzigartig positive Art und die Bereitschaft, auch diesen Weg gemeinsam zu gehen, in tiefster Liebe verbunden.

Inhalt

| | |
|--|------------|
| Abkürzungsverzeichnis | V |
| Verzeichnis der Formelzeichen | VII |
| 1 Einleitung | 1 |
| 1.1 Reaktive Partikel als innovative Wärmequelle | 1 |
| 1.2 Allgemeine Zielsetzung und Betrachtungsbereich | 3 |
| 1.3 Einordnung und Aufbau der Arbeit | 3 |
| 2 Grundlagen | 5 |
| 2.1 Allgemeines | 5 |
| 2.2 Klassifizierung reaktiver Stoffsysteme | 5 |
| 2.2.1 Einführung und Begriffsdefinition | 5 |
| 2.2.2 Edukte und synthetisierte Werkstoffgruppen | 8 |
| 2.2.3 Reaktionstypen und Aggregatzustände | 10 |
| 2.2.4 Reaktives Stoffsystem aus Nickel und Aluminium | 13 |
| 2.3 Chemische Thermodynamik | 17 |
| 2.3.1 Freie Enthalpie und Reaktionsenthalpie | 17 |
| 2.3.2 Kriterien der Selbsterhaltung | 19 |
| 2.4 Reaktionsaktivierung und -verlauf | 21 |
| 2.4.1 Reaktionsmodi reaktiver Stoffsysteme | 21 |
| 2.4.2 Temperaturprofil der Reaktion | 22 |
| 2.4.3 Unterscheidung von Reaktionszonen | 25 |
| 2.5 Elektromagnetische Felder und Wellen | 27 |
| 2.5.1 Ausbreitung elektromagnetischer Wellen | 27 |
| 2.5.2 Materialgleichungen und Werkstoffeigenschaften | 30 |
| 2.5.3 Verhalten von Mikrowellen an Grenzflächen | 32 |
| 2.5.4 Erwärmung mittels Mikrowellen | 36 |
| 2.6 Mikrowellenerzeugung und -leitung | 38 |
| 2.6.1 Funktionsweise und Schutz eines Magnetrons | 38 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 2.6.2 | Eigenschaften von Wellenleitern | 41 |
| 2.6.3 | Eigenschaften von Hohlraumresonatoren | 44 |
| 2.7 | Zusammenfassung | 45 |
| 3 | Stand der Forschung und Technik | 47 |
| 3.1 | Allgemeines | 47 |
| 3.2 | Herstellung reaktiver Partikel aus Nickel und Aluminium | 48 |
| 3.2.1 | Partikel mit einer lamellaren Struktur | 48 |
| 3.2.2 | Partikel mit einer Kern-Hülle-Struktur | 49 |
| 3.3 | Reaktionen reaktiver Partikel aus Nickel und Aluminium | 55 |
| 3.3.1 | Einflussgrößen der Reaktion | 55 |
| 3.3.2 | Postulierte Reaktionsmechanismen | 58 |
| 3.3.3 | Anwendungsbeispiele in der Fügetechnik | 64 |
| 3.4 | Wirkung von Mikrowellen auf Partikel aus Nickel und Aluminium | 67 |
| 3.4.1 | Wirkung von Mikrowellen auf metallische Partikel | 67 |
| 3.4.2 | Wirkung von Mikrowellen auf reaktive Stoffsysteme | 71 |
| 3.4.3 | Fügen mittels Mikrowellen und reaktiver Stoffsysteme | 73 |
| 3.5 | Zusammenfassung | 75 |
| 4 | Forschungsansatz | 77 |
| 4.1 | Allgemeines | 77 |
| 4.2 | Ableitung des Handlungsbedarfs | 77 |
| 4.3 | Spezifizierte Zielsetzung | 79 |
| 4.4 | Vorgehensweise und Forschungsmethodik | 79 |
| 5 | Chemische Synthese reaktiver Kern-Hülle-Partikel | 83 |
| 5.1 | Allgemeines | 83 |
| 5.2 | Grundlegendes zur chemischen Vernickelung von Aluminium | 83 |
| 5.2.1 | Vorbehandlung von Aluminiumwerkstoffen | 83 |
| 5.2.2 | Elektrolyt-Bestandteile und Prozessgrößen zur Vernickelung | 84 |
| 5.3 | Entwicklung einer Syntheseroute | 87 |
| 5.3.1 | Vorbehandlung von Aluminiumpartikeln | 87 |
| 5.3.2 | Vernickelung von Aluminiumpartikeln | 89 |
| 5.3.3 | Syntheseroute und Versuchsraum | 91 |
| 5.4 | Bewertung der synthetisierten Kern-Hülle-Partikel | 99 |
| 5.4.1 | Vorgehen für die Bewertung und Auswertemethodik | 99 |
| 5.4.2 | Stabilität des Elektrolyten | 102 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 5.4.3 | Stoffliche und morphologische Eigenschaften der Partikel . . . | 104 |
| 5.4.4 | Wirkzusammenhänge und Strategie der Prozessführung | 107 |
| 5.5 | Zusammenfassung | 111 |
| 6 | Reaktionsaktivierung und Charakterisierungsmethoden | 113 |
| 6.1 | Allgemeines | 113 |
| 6.2 | Entwicklung eines Versuchsaufbaus | 113 |
| 6.2.1 | Anforderungen | 113 |
| 6.2.2 | Auslegung und Funktionsprinzip | 115 |
| 6.3 | System- und Messtechnik zur Leistungsmessung | 119 |
| 6.3.1 | Messmethoden und -stellen | 119 |
| 6.3.2 | Befähigung der Leistungsmesstechnik | 120 |
| 6.3.3 | Vorgehen zur Auswertung der Leistungsmessdaten | 121 |
| 6.4 | System- und Messtechnik zur Temperaturmessung | 122 |
| 6.4.1 | Temperaturmessmethoden in Mikrowellenfeldern | 122 |
| 6.4.2 | Befähigung der Infrarot-Thermografie | 125 |
| 6.4.3 | Vorgehen zur Auswertung der Infrarot-Thermografie-Daten | 127 |
| 6.5 | Zusammenfassung | 129 |
| 7 | Evaluation des Aktivierungs- und des Reaktionsverhaltens | 131 |
| 7.1 | Allgemeines | 131 |
| 7.2 | Versuchsraum und Versuchsdurchführung | 131 |
| 7.2.1 | Auswahl der reaktiven Partikel | 131 |
| 7.2.2 | Präparation der reaktiven Partikel | 133 |
| 7.2.3 | Aktivierung der reaktiven Partikel | 134 |
| 7.3 | Eigenschaften der Partikel mit einer Kern-Hülle-Struktur | 136 |
| 7.3.1 | Reaktionsaktivierung mittels Mikrowellen | 136 |
| 7.3.2 | Bewertung des resultierenden Reaktionsverhaltens | 140 |
| 7.3.3 | Weitere Einzeleffekte und Wirkzusammenhänge | 144 |
| 7.4 | Eigenschaften der Partikel mit einer lamellaren Struktur | 151 |
| 7.4.1 | Reaktionsaktivierung mittels Mikrowellen | 151 |
| 7.4.2 | Bewertung des resultierenden Reaktionsverhaltens | 154 |
| 7.4.3 | Weitere Einzeleffekte und Wirkzusammenhänge | 157 |
| 7.5 | Vergleich der Eigenschaften der reaktiven Partikel | 161 |
| 7.6 | Zusammenfassung | 162 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 8 | Fügen mittels reaktiver Partikel | 165 |
| 8.1 | Allgemeines | 165 |
| 8.2 | Möglichkeiten und Einschränkungen | 165 |
| 8.3 | Einsatz reaktiver Partikel in der Klebtechnik | 169 |
| 8.3.1 | Reaktive Partikel als Additiv in Klebstoffen | 169 |
| 8.3.2 | Kleben mittels reaktiver Partikel und Mikrowellen | 171 |
| 8.4 | Technologische und wirtschaftliche Bewertung | 173 |
| 8.5 | Zusammenfassung | 175 |
| 9 | Schlussbetrachtung | 177 |
| 9.1 | Zusammenfassung | 177 |
| 9.2 | Ausblick | 180 |
| | Literatur | 183 |
| | Verzeichnis betreuter Studienarbeiten | 231 |
| | Anhang | 237 |
| A.1 | Elektromagnetische Feldtheorie | 237 |
| A.2 | Herstellung lamellarer Partikel mittels Planeten-Kugelmühlen | 240 |
| A.3 | Exemplarische Studien zu wichtigen Einflussgrößen | 242 |
| A.4 | Magnetische Verlustmechanismen | 248 |
| A.5 | Informationen zur chemischen Synthese | 249 |
| A.6 | Bewertungen und Ergebnisse der chemischen Synthese | 253 |
| A.7 | Weiterführende Informationen zum Versuchsaufbau | 264 |
| A.8 | Ergebnisse des Aktivierungs- und des Reaktionsverhaltens | 267 |
| A.9 | Informationen und Ergebnisse zum Kleben | 271 |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|-----------------|--|
| ANOVA | Varianzanalyse (engl.: <u>a</u> nalysis <u>o</u> f <u>v</u> ariance) |
| BTP | Verhältnis der Masse der Mahlkugeln zur Masse des Mahlguts (engl.: <u>b</u> all <u>t</u> o <u>p</u> owder ratio) |
| CS | Verbrennungssynthese (engl.: <u>c</u> ombustion <u>s</u> ynthesis) |
| DSC | dynamische Differenzkalorimetrie (engl.: <u>d</u> ynamic <u>s</u> canning calorimetry) |
| DTA | Differenz-Thermoanalyse (engl.: <u>d</u> ifferential <u>t</u> hermal <u>a</u> nalysis) |
| EDTA | Ethylendiamintetraessigsäure (engl.: <u>e</u> thylenediaminetetra <u>a</u> ctic acid) |
| EDX | energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl.: <u>e</u> nergy <u>d</u> ispersive <u>X</u> -ray spectroscopy) |
| E-Welle | transversal-magnetische Welle |
| FBG | <u>F</u> aser- <u>B</u> ragg- <u>G</u> itter |
| FF | <u>F</u> orschungs <u>f</u> rage |
| HEBM | hochenergetisches Mahlen (engl.: <u>h</u> igh <u>e</u> nergy <u>b</u> all <u>m</u> illing) |
| H-Welle | transversal-elektrische Welle |
| i. d. R. | <u>i</u> n <u>d</u> er <u>R</u> egel |
| i. O. | <u>i</u> n <u>O</u> rdnung |
| ISM | Frequenzen für kommerzielle, wissenschaftliche und medizinische Anwendungen (engl.: <u>i</u> ndustrial, <u>s</u> cientific, and <u>m</u> edical) |
| ITU | Internationale Fernmeldeunion (engl.: <u>I</u> nternational <u>T</u> elecommunication <u>U</u> nion) |
| kfz | <u>k</u> ubisch- <u>f</u> lächen <u>z</u> entriert |
| KHP | <u>K</u> ern- <u>H</u> ülle- <u>P</u> artikel |
| LP | <u>l</u> amellarer <u>P</u> artikel |
| MASHS | selbstfortschreitende Hochtemperatursynthese mit mechanisch voraktivierten Partikeln (engl.: <u>m</u> echanically <u>a</u> ctivated <u>s</u> elf-propagating <u>h</u> igh-temperature <u>s</u> ynthesis) |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|------------------|--|
| MSR | mechanisch induzierte selbstfortschreitende Hochtemperatursynthese (engl.: <u>m</u> echanically induced <u>s</u> elf-propagating <u>r</u> eaction) |
| MTO | Maß zur Beschreibung der Standzeit eines Elektrolyten für eine außenstromlose Reduktion (engl.: <u>m</u> etal <u>t</u> urn <u>o</u> ver) |
| n. a. | <u>n</u> icht <u>a</u> nwendbar |
| OLR | <u>o</u> rdinale <u>l</u> ogistische <u>R</u> egression |
| PM | <u>P</u> ulver <u>m</u> ischung |
| REM | <u>R</u> asterelektronen <u>m</u> ikroskopie |
| RFBG | <u>r</u> egeneriertes Faser-Bragg-Gitter |
| RMS | reaktives Multischichtsystem (engl.: <u>r</u> eactive <u>m</u> ultilayer <u>s</u> ystem) |
| SHS | selbstfortschreitende Hochtemperatursynthese (engl.: <u>s</u> elf-propagating <u>h</u> igh-temperature <u>s</u> ynthesis) |
| ST | 3- <u>S</u> tift- <u>T</u> uner |
| Std.abw. | <u>S</u> tandard <u>a</u> bweichung |
| TEM | <u>T</u> ransmissionselektronen <u>m</u> ikroskopie |
| TE-Welle | <u>t</u> ransversal- <u>e</u> lektrische Welle |
| TEM-Welle | <u>t</u> ransversal- <u>e</u> lektromagnetische Welle |
| TGA | thermogravimetrische Analyse (engl.: <u>t</u> hermogravimetric <u>a</u> nalysis) |
| TM-Welle | <u>t</u> ransversal- <u>m</u> agnetische Welle |
| TRXRD | zeitaufgelöste Röntgendiffraktometrie (engl.: <u>t</u> ime- <u>r</u> esolved <u>X</u> - <u>r</u> ay <u>d</u> iffraction) |
| XRD | Röntgendiffraktometrie (engl.: <u>X</u> - <u>r</u> ay <u>d</u> iffraction) |

Verzeichnis der Formelzeichen

Lateinische Formelzeichen

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|--------------------|--|--|
| a | m | Hohlleiterbreite |
| a_c | m/s^2 | Coriolisbeschleunigung |
| a_ω | m/s^2 | Zentrifugalbeschleunigung durch den Mahlbecher (Planet) |
| a_Ω | m/s^2 | Zentrifugalbeschleunigung durch die Hauptscheibe (Sonne) |
| b | m | Hohlleiterhöhe |
| \mathbf{B} | $\text{V} \cdot \text{s/m}^2$ | magnetische Flussdichte (Vektorfeld) |
| c | g/l | Konzentration |
| c_r | m | Hohlraumresonatorlänge |
| c_{Welle} | m/s | Ausbreitungsgeschwindigkeit |
| c_0 | m/s | Vakuumlichtgeschwindigkeit |
| C_p | $\text{J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$ | molare Wärmekapazität |
| \bar{C}_p | $\text{J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$ | gemittelte molare Wärmekapazität |
| d | – | Transmissionsfaktor |
| d_e | m | Eindringtiefe des elektrischen Feldes |
| d_m | m | Eindringtiefe des magnetischen Feldes |
| d_p | m | Durchmesser eines Partikels |
| d_{50} | m | mittlerer Partikeldurchmesser |
| \mathbf{D} | $\text{A} \cdot \text{s/m}^2$ | elektrische Flussdichte (Vektorfeld) |
| e | – | eulersche Zahl |
| E | V/m | elektrische Feldstärke (Betrag) |
| \vec{E} | V/m | elektrische Feldstärke (Vektor) |
| \mathbf{E} | V/m | elektrische Feldstärke (Vektorfeld) |
| E^0 | V | Normalpotenzial |
| f | $1/\text{s}$ | Frequenz |

Verzeichnis der Formelzeichen

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|------------------|------------------|---|
| f_c | 1/s | Cut-off-Frequenz |
| f_r | 1/s | Resonanzfrequenz |
| G | J | freie Enthalpie |
| ΔG | J | Änderung der freien Enthalpie |
| H | A/m | magnetische Feldstärke (Betrag) |
| \vec{H} | A/m | magnetische Feldstärke (Vektor) |
| \mathbf{H} | A/m | magnetische Feldstärke (Vektorfeld) |
| ΔH | J | Änderung der Enthalpie |
| ΔH_f^0 | J/mol | (molare) Standard-Reaktionsenthalpie |
| $\Delta H_{r,m}$ | J/mol | molare Reaktionsenthalpie |
| j | – | imaginäre Einheit |
| \mathbf{J} | A/m ² | Stromdichte (Vektorfeld) |
| K | – | (mathematische) Menge |
| M | – | Metall |
| MO | – | Metalloxid |
| p | – | Signifikanzniveau (p -Wert) |
| pK_n | – | dekadischer Logarithmus der Bruttostabilitätskonstante |
| p_0 | bar | Standard-Druck |
| P | – | Produkt |
| r | – | Reflexionsfaktor |
| \vec{S} | W/m ² | Poynting-Vektor |
| ΔS | J/K | Änderung der Entropie |
| t | s | Zeit(punkt) |
| t_e | s | End-Zeitpunkt |
| t_i | s | Zeitpunkt i mit $i \in \mathbb{N}$ |
| t_{st} | s | Start-Zeitpunkt |
| T | K | Temperatur |
| \bar{T} | K | arithmetischer Mittelwert von Temperaturwerten |
| T_{ad} | K | adiabate Reaktionstemperatur |
| T_b | K | Siedetemperatur |
| T_c | K | maximale Reaktionstemperatur |
| T_{Curie} | K | Curie-Temperatur |
| T_i | K | Temperatur i mit $i \in \mathbb{N}$ |

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|----------------|----------------|--|
| T_{ig} | K | Aktivierungstemperatur |
| T_m | K | Schmelztemperatur |
| T_{st} | K | Anfangstemperatur |
| T_0 | K | Standard-Temperatur |
| x | m | Raumkoordinate |
| x_i | m | Ort i mit $i \in \mathbb{N}$ |
| X | – | Edukt |
| y | m | Raumkoordinate |
| Y | – | Edukt |
| z | m | Raumkoordinate |
| Z_F | Ω | Feldwellenwiderstand |
| Z_{FE} | Ω | Feldwellenwiderstand der E-Welle |
| Z_{FH} | Ω | Feldwellenwiderstand der H-Welle |
| Z_{F0} | Ω | Feldwellenwiderstand des freien Raumes |

Griechische Formelzeichen

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|------------------------|-----------------|--|
| α | 1/m | Dämpfung |
| α_D | 1/m | Dämpfung für Dielektrika |
| α_L | 1/m | Dämpfung elektrisch leitfähiger Werkstoffe |
| $\tan \delta_\epsilon$ | – | Permittivitäts-Verlustfaktor |
| $\tan \delta_\mu$ | – | Permeabilitäts-Verlustfaktor |
| ϵ | A · s / (V · m) | Permittivität |
| ϵ_0 | A · s / (V · m) | elektrische Feldkonstante |
| ϵ_r | – | Permittivitätszahl |
| ϵ_r^* | – | komplexe Permittivitätszahl |
| ϵ_r' | – | Realteil der komplexen Permittivität |
| ϵ_r'' | – | Imaginärteil der komplexen Permittivität |
| l | – | Anzahl der Feldmaxima in x -Richtung |
| κ | – | Bandnummer |

Verzeichnis der Formelzeichen

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|-------------|------------------------|---|
| λ | m | Wellenlänge |
| λ_c | m | kritische Wellenlänge |
| λ_h | m | Wellenlänge im Hohlleiter |
| λ_0 | m | Freiraumwellenlänge |
| μ | V · s / (A · m) | Permeabilität |
| μ_0 | V · s / (A · m) | magnetische Feldkonstante |
| μ_r | – | Permeabilitätszahl |
| μ_r^* | – | komplexe Permeabilitätszahl |
| μ_r' | – | Realteil der komplexen Permeabilität |
| μ_r'' | – | Imaginärteil der komplexen Permeabilität |
| ν | – | Anzahl der Feldmaxima in y-Richtung |
| ρ | A · s / m ³ | Raumladungsdichte (Skalarfeld) |
| ρ_e | $\Omega \cdot m$ | elektrischer Widerstand |
| σ | S / m | elektrische Leitfähigkeit |
| σ_T | K | Standardabweichung von Temperaturwerten |
| Σ | – | Summe |
| τ | – | Anzahl der Feldmaxima in z-Richtung |
| ω | 1 / s | Kreisfrequenz |
| ω_p | rad / s | Winkelgeschwindigkeit des Mahlbeckers (Planet) |
| Ω_S | rad / s | Winkelgeschwindigkeit der Hauptscheibe (Sonne) |

Tiefgestellte Zeichen

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|---------|---------|-------------------------------|
| i, j | – | Laufindex |
| m, n | – | stöchiometrischer Koeffizient |
| r | – | rücklaufend (reflektiert) |
| t | – | transmittiert |

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|----------------|----------------|--------------------|
| <i>v</i> | – | vorlaufend |
| <i>x, y</i> | – | Raumkoordinate |

Hochgestellte Zeichen

| Zeichen | Einheit | Bezeichnung |
|-------------------------|----------------|----------------------------|
| <i>g</i> | – | gasförmig (engl.: gaseous) |
| <i>i</i> | – | Laufindex |
| <i>l</i> | – | flüssig (engl.: liquid) |
| <i>m, n, o, p, q, r</i> | – | Endwert |
| <i>s</i> | – | fest (engl.: solid) |

Chemische Verbindungen

| Summenformel | Bezeichnung |
|--|--|
| Al_2O_3 | Aluminium(III)-oxid |
| As_2O_5 | Arsen(V)-oxid |
| $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ | Ethylendiamin (Ethan-1,2-diamin) |
| $\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2$ | Imidazol (1H-Imidazol) |
| $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ | Ethylendiamintetraessigsäure |
| $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$ | Natriumcitrat (Trinatrium-2-hydroxypropan-1,2,3-tricarboxylat) |
| $\text{C}_4\text{H}_6\text{NiO}_4$ | Nickel(II)-acetat |
| $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ | Essigsäure (Ethansäure) |
| $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_3$ | Glycolsäure (Hydroxyethansäure) |
| $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ | Ethylenglycol (Ethan-1,2-diol) |
| $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_4$ | Malonsäure (Propan-1,3-disäure) |

Verzeichnis der Formelzeichen

| Summenformel | Bezeichnung |
|--------------------|--|
| $C_6H_8O_7$ | Citronensäure (2-Hydroxypropan-1,2,3-tricarbonsäure) |
| C_2H_7B | Dimethylboran |
| $C_5H_{10}NS_2Na$ | Natriumdiethylthiocarbamat |
| CO_2 | Kohlenstoffdioxid |
| CrO_3 | Chrom(VI)-oxid |
| Fe_2O_3 | Eisen(II)-oxid |
| Fe_3O_4 | Eisen(III)-oxid |
| H_3BO_3 | Borsäure |
| H_3PO_4 | Phosphorsäure |
| NH_3 | Ammoniak |
| N_2H_4 | Hydrazin |
| NH_4Cl | Ammoniumchlorid |
| NH_4F | Ammoniumfluorid |
| NaF | Natriumfluorid |
| NaH_2PO_2 | Natriumhypophosphit |
| $NaOH$ | Natriumhydroxid |
| Ni_mAl_n | Nickelaluminid |
| $NiCl_2$ | Nickel(II)-chlorid |
| NiO | Nickel(II)-oxid |
| $Ni(OH)_2$ | Nickel(II)-hydroxid |
| $NiSO_4$ | Nickel(II)-sulfat |
| SiC | Siliciumcarbid |
| SnO_2 | Zinn(IV)-oxid |
| $Y_3Fe_2(FeO_4)_3$ | Yttrium-Eisen-Granat 1 |
| $Y_3Fe_5O_{12}$ | Yttrium-Eisen-Granat 2 |

1 Einleitung

1.1 Reaktive Partikel als innovative Wärmequelle

Fortwährende Innovationen bilden die Grundlage der erfolgreichen Produktionstechnik und sind zugleich das zentrale Bestreben von Industrie und Forschung. Der Begriff *Innovation* umfasst weit mehr als eine Idee oder Erfindung (SCHUMPETER 1947, S. 152). Entscheidend ist, ob es zu einer industriellen Anwendung, d. h. zu einer wirtschaftlichen Veränderung, kommt (SCHUMPETER 1961, S. 91 ff.). Ein großer Bedarf nach Innovationen besteht im Bereich der Fügetechnik, welcher in Produktionsprozessen eine zentrale Bedeutung zukommt und die sich im beständigen Wandel befindet.

Der vermehrte Einsatz neuartiger, funktionaler Werkstoffe, hochfester Verbundwerkstoffe aus Metallen, Polymeren und Keramiken sowie die leichtbau- und beanspruchungsgerechte Gestaltung von Bauteilgeometrien kennzeichnen diesen Wandel. Jedoch stellen diese Entwicklungen nicht nur essenzielle Maßnahmen für ressourceneffiziente Produkte, sondern auch produktionstechnische Herausforderungen (ZÄH ET AL. 2018, S. 40) dar. Folglich können derartige Veränderungen nur zu einem Erfolg führen, „wenn [zugleich] geeignete fügetechnische Konzepte erarbeitet werden“ (ABELE & REINHART 2011, S. 97). Eine zielführende Strategie, welche die Ressourceneffizienz des Fügeprozesses erhöht und für das Fügen artverschiedener Werkstoffe mit unterschiedlichen Schmelztemperaturen, Wärmeleitfähigkeiten und Wärmeausdehnungskoeffizienten notwendig ist, ist die Flexibilisierung des Energieeintrags.

Eine potenzialträchtige Technologie, die dies ermöglicht, ist das Fügen mittels reaktiver Stoffsysteme. Diese zeichnen sich durch ihre einzigartige Eigenschaft aus, nach einem einmaligen Energieeintrag in einer exothermen, selbsterhaltenden Reaktion zu reagieren und innerhalb weniger Sekunden (VARMA ET AL. 1996, S. 2) Temperaturen von bis zu 4000 K (LEVASHOV ET AL. 2017, S. 204) zu generieren. Die freigesetzte Reaktionsenthalpie wird durch die Eigenschaften der Edukte des reaktiven Stoffsystems definiert. Demzufolge repräsentieren reaktive Stoffsysteme eine flexible und anpassbare Wärmequelle, welche zwischen den Fügepartnern platziert wird (Abbildung 1.1). Vorteilhaft ist, dass aufgrund der hohen Reaktionsrate nur ein kurzzeitiger Energieeintrag in

1 Einleitung

die Fügepartner stattfindet, welcher diese oder ein Lot lokal aufschmilzt und zu einem stoffschlüssigen Fügeverbund führt. Von besonderer Bedeutung sind reaktive Stoffsysteme aus Nickel und Aluminium (VARMA ET AL. 1998, S. 101). Diese eignen sich für fügetechnische Anwendungen aufgrund der in einem großen Bereich anpassbaren Energiefreisetzung sowie aufgrund der mechanisch-technologischen Eigenschaften der durch die Reaktion synthetisierten Nickelaluminide (SAUTHOFF 1995, S. 38 ff.).

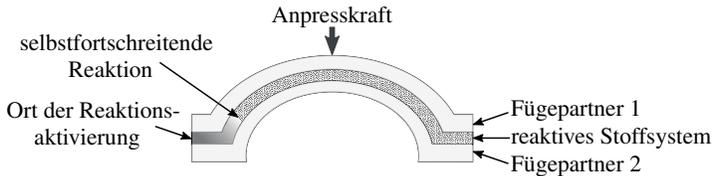


Abbildung 1.1: Schematische Darstellung des Funktionsprinzips für das Fügen mit reaktiven Stoffsystemen zur Herstellung von Multi-Werkstoff-Verbunden

Kommerziell sind reaktive Stoffsysteme derzeit als sogenannte reaktive Multischichtsysteme erhältlich, welche beispielsweise zur Zellkontaktierung von Batteriemodulen eingesetzt werden (THEODOSSADIS & ZÄH 2017, S. 4 f.). Diese folienartigen Materialien weisen jedoch Nachteile auf, die ihre Anwendbarkeit in der Fügetechnik einschränken. Die Herstellung mittels Magnetronspütern ist kosten- und zeitintensiv (MUKASYAN ET AL. 2015, S. 17). Außerdem entstehen während des Herstellungsprozesses Eigenspannungen (ADAMS 2015, S. 109), wodurch die reaktiven Multischichtsysteme spröde und zerbrechlich werden und sich folglich nicht bzw. nur bedingt für gekrümmte Flächen eignen (GU ET AL. 2013, S. 493). Dennoch veranschaulicht die kommerzielle Verfügbarkeit, dass eine Nachfrage nach dem Fügen mit reaktiven Stoffsystemen besteht.

Eine vielversprechende Alternative, welche ebenfalls den reaktiven Stoffsystemen zuzuordnen ist und sich auch für komplexe Geometrien eignet, sind reaktive Partikel (SCHREIBER & ZÄH 2018, S. 48 f.). Diese vereinen die Edukte eines reaktiven Stoffsystems innerhalb jedes Partikels und repräsentieren demnach individuelle und unabhängige Wärmequellen, welche zwischen den Fügepartnern mit unterschiedlichen Werkstoffeigenschaften platziert werden können. Die Energiefreisetzung durch die selbsterhaltende, exotherme Reaktion wird mittels der Eigenschaften der Partikel, wie beispielsweise der Partikelgröße, des stöchiometrischen Verhältnisses oder der Anordnung der Edukte, vorgegeben. Im Unterschied zu bloßen Pulvermischungen der jeweiligen Edukte, welche für die selbsterhaltende Reaktion einen ausreichenden Kontakt erfordern und daher

1.2 Allgemeine Zielsetzung und Betrachtungsbereich

verdichtet werden müssen, können reaktive Partikel lose oder einzeln verwendet werden. Zur Reaktionsaktivierung dieser vereinzelt vorliegenden reaktiven Partikel eignen sich in besonderem Maße Mikrowellen (GROHMANN ET AL. 2020, S. 1). Die elektromagnetischen Wellen ermöglichen hohe Heizraten für eine schnelle Reaktionsaktivierung, hohe Fügegeschwindigkeiten sowie eine volumetrische und selektive Erwärmung. Zudem kann die Reaktion, ungeachtet der hohen Reaktionsraten, durch die Mikrowellen auch nach der Aktivierung noch beeinflusst werden.

Gemäß diesen Ausführungen repräsentiert das Fügen mittels reaktiver Partikel eine zukunftsorientierte Weiterentwicklung der Fügetechnik zur Herstellung ressourceneffizienter Produkte in Multi-Werkstoff-Bauweise. Allerdings ist diese neuartige Technologie noch nicht ausreichend untersucht, um sich industriell zu etablieren und somit zu einer Innovation in der Produktionstechnik zu werden.

1.2 Allgemeine Zielsetzung und Betrachtungsbereich

Das Ziel dieser wissenschaftlichen Arbeit ist es, das Prozessverständnis für den Einsatz reaktiver Partikel als Wärmequelle in der Fügetechnik zu erhöhen. Auf diese Weise wird eine Technologie für die praktische Anwendung befähigt, die es ermöglicht, Multi-Werkstoff-Verbunde sowie Bauteile mit Freiformflächen zu fügen, ohne die Fügepartner hohen thermischen Belastungen auszusetzen. Dies erweitert die Fertigungsoptionen für massereduzierte und lasttragende Strukturen. In der hier vorliegenden wissenschaftlichen Auseinandersetzung werden Partikel im Größenbereich von Mikrometern thematisiert, welche innerhalb eines Partikels die Edukte Nickel und Aluminium vereinen. Nanopartikel sind aufgrund der andersartigen Einzeleffekte und Wirkzusammenhänge kein Bestandteil dieser Arbeit. Zur Aktivierung der reaktiven Partikel werden Mikrowellen mit einer industriell etablierten Frequenz von 2,45 GHz gewählt.

1.3 Einordnung und Aufbau der Arbeit

Die Zielsetzung und der Betrachtungsbereich dieser Arbeit verdeutlichen deren Verortung im Bereich der Ingenieurwissenschaft, welche nach ULRICH & HILL (1976a, S. 305) den angewandten Wissenschaften zuzuordnen ist. Begrifflich ist die damit einhergehende Anwendungsforschung, welche nutzenorientiert ist, von der Grundlagenforschung, welche rein erkenntnisorientiert ist, zu unterscheiden (CARRIER 2016, S. 8). Diese Gegenüberstellung schließt jedoch nicht aus, „dass ein und dasselbe Forschungsvorhaben beide Ziele verfolgen kann, also zugleich das Naturverstehen vertieft und den

1 Einleitung

praktischen Nutzen mehr“ (CARRIER 2016, S. 8). Da die Zielsetzung dieser Arbeit die Generierung von industriell nutzbarem Wissen für eine neuartige Füge­technologie beinhaltet, bedurfte es zu ihrer Erstellung sowohl erkenntnis- als auch nutzenorientierter Forschung. Weiterhin ist die Arbeit, aufgrund der Notwendigkeit der Verknüpfung der Disziplinen Produktionstechnik, Füge­technik, Werkstofftechnik, chemische Verfahrenstechnik und Hochfrequenztechnik, in hohem Maße interdisziplinär.

Zur Zielerreichung bedarf es daher einer strukturierten Aufarbeitung der für diese Arbeit wesentlichen, theoretischen Grundlagen. Die Schwerpunkte des Kapitels 2 bilden die Eigenschaften reaktiver Stoffsysteme sowie die Ausbreitung elektromagnetischer Wellen. Relevante wissenschaftliche Vorarbeiten zur Herstellung und zu den Reaktionen reaktiver Partikel, den Wechselwirkungen von Mikrowellen mit metallischen Partikeln und dem Einsatz von reaktiven Partikeln und Mikrowellen in der Füge­technik werden im Kapitel 3 zusammengefasst. Die differenzierte Kenntnis des Stands der Forschung und Technik ermöglicht es im Kapitel 4, signifikante Forschungslücken zu identifizieren und einen stichhaltigen Handlungsbedarf zu formulieren. Aus diesem leiten sich eine spezifizier­te Zielsetzung und Forschungsziele in Form von Forschungsfragen ab. Zur Klärung der Forschungsfragen wird eine Forschungsmethodik vorgestellt, welche zugleich eine wissenschaftstheoretische Einordnung dieser Arbeit erlaubt.

Das Kapitel 5, in welchem die Herstellung hochreiner Partikel mit einer Kern-Hülle-Struktur beschrieben wird, kennzeichnet den Einstieg in die experimentellen Forschungsergebnisse und den Ausgangspunkt des gewählten, ganzheitlichen Forschungsansatzes. Im Kapitel 6 folgt die Entwicklung eines Versuchsaufbaus, welcher sowohl eine prozesssichere Reaktionsaktivierung mittels Mikrowellen als auch eine zeitlich und örtlich hoch auflösende Charakterisierung der exothermen Reaktionen ermöglicht. Mit der Syntheseroute und dem Versuchsaufbau waren die Voraussetzungen geschaffen, um gemäß Kapitel 7 das Aktivierungs- und das Reaktionsverhalten verschiedener reaktiver Partikel zu evaluieren. Den Abschluss des ganzheitlichen Forschungsansatzes bildet Kapitel 8. In diesem findet sich eine Darlegung zum Übertrag des generierten Prozessverständnisses in die industrielle Praxis, indem das Fügen mittels reaktiver Partikel und Mikrowellen demonstriert und technologisch und wirtschaftlich bewertet wird. Das Kapitel 9 dient der Zusammenfassung dieser wissenschaftlichen Arbeit sowie der Erläuterung der wichtigsten Handlungsfelder für weiterführende Forschungsarbeiten.