



Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie

Dissertation



Optimierte AlMgMn-Legierungen für die  
Anwendungen im Automobilbau

Dipl.-Ing. Paul Ebenberger

März 2019



Montanuniversität Leoben - University of Leoben

Department Metallurgie - Department of Metallurgy

Nichteisenmetallurgie - Nonferrous Metallurgy



# DISSERTATION

Thema:

## Optimierte AlMgMn-Legierungen für die Anwendung im Automobilbau



Ersteller:

Dipl.-Ing. Paul Ebenberger

Betreuer:

Assoz.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Stefan Pogatscher

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Helmut Antrekowitsch

Leoben, März 2019

## Danksagung

Zu allererst möchte ich mich für die Möglichkeit diese Dissertation zu schreiben bedanken. Damit wende ich mich besonders an den Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie, mit Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Helmut Antrekowitsch an der Spitze, und die AMAG rolling GmbH. Durch die gute, produktive und angenehme Zusammenarbeit konnte sehr vieles realisiert werden. Insbesondere sind Dr.-Ing. Bodo Gerold, Dipl.-Ing. Dr.tech. Stefan Kirnstötter (ehemals AMAG rolling) und Dipl.-Ing. Dr.mont. Werner Fragner hervorzuheben.

Ein ausnehmend großes „Danke“ möchte ich Assoz.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Stefan Pogatscher aussprechen. Ohne seine Betreuung, Unterstützung und Input wäre diese Dissertation so nicht möglich gewesen. Seine fachliche Kompetenz wie auch der persönliche Umgang mit mir haben maßgeblich zum Erfolg beigetragen. Ein weiterer Dank gilt Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Peter J. Uggowitzer, der mit seinem umfassenden Wissen und seiner Kombinationsgabe in unzähligen Gesprächen geholfen hat.

Zuletzt möchte ich mich selbstverständlich bei meiner Familie und Freunden bedanken, die mich auf dem Weg dieser Dissertation begleitet und unterstützt haben. Es war nicht immer leicht, es gab sehr stressige Zeiten, aber eure Unterstützung und Rückhalt haben mir viel Kraft und Motivation gegeben. Vielen Dank ganz besonders an meine Eltern und an die Frau an meiner Seite Britta.

Glück auf!

## Abstract

The importance of lightweight construction in the automotive industry rose significantly over the last years. Higher requirements regarding economic efficiency and fuel consumption as well as legal provisions pertaining the CO<sub>2</sub> emission boost this development. An important step to reduce the car weight and therefore fulfil the legal restrictions of the CO<sub>2</sub> emission is the substitution of steel car parts with parts made of aluminium. However, aluminium sheets, for example AlMgMn alloys, reach their maximum deformability when deformed into complex geometries. The present work deals with two challenges which arise while the production of outer car parts made of AlMgMn sheets.

During deformation of AlMg and AlMgMn sheets at room temperature the deformation potential is limited because of the discontinuous dislocation movement at low strain rate sensitivities. These deformation conditions manifest in two phenomena, Lüders elongation and dynamic strain aging, which both lead to non-decorative sheet surfaces. By optimizing of the processing route, e.g. introducing pre-deformation, adjusting the coldrolling degree or different heat treatments, as well as an optimized chemical composition these optical manifestations shall be reduced or avoided. Additions of copper, zinc, zirconium and erbium, respectively, are evaluated.

If AlMgMn sheets exhibit a very fine microstructure and special deformation conditions are applied, temperatures above 400 °C and deformation velocities under  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , they can deform superplastically. Maximum elongations of several hundred percent are possible. Based on an industrially produced AlMgMn alloy a higher deformation velocity and higher maximum elongation are targeted. Considering the active deformation mechanisms an optimized sheet variation shall be tested under application-oriented deformation conditions.

## Kurzfassung

Der Stellenwert von Leichtbau im Automobilbau ist in der jüngeren Vergangenheit stark gestiegen. Höhere Anforderungen hinsichtlich Wirtschaftlichkeit beziehungsweise Verbrauch und nicht zuletzt gesetzliche Vorgaben zur Senkung des CO<sub>2</sub>-Ausstoßes beschleunigen diese Entwicklung stark. Ein wichtiger Schritt um das Fahrzeuggewicht zu senken und so Emissionsgesetze zu erfüllen, ist die Substitution von Stahlbauteilen durch leichtere Werkstoffe, insbesondere Aluminium. Jedoch gelangen Aluminiumbleche, wie jene der AlMgMn-Legierungen, bei der Fertigung komplex geformter Bauteile an die Grenzen der Verformbarkeit. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit zwei unterschiedlichen Herausforderungen, die bei der Formgebung von Automobilbauteilen aus AlMgMn-Legierungen auftreten können.

Bei der Umformung von Blechen aus AlMg- und AlMgMn-Legierungen bei Raumtemperatur wird deren Verformungspotential eingeschränkt, da es zu einer diskontinuierlichen Versetzungsbewegung bei niedriger Dehnratenempfindlichkeit kommt. Diese Umformbedingungen treten durch zwei verschiedene Phänomene zu Tage, die Lüdersdehnung sowie die dynamische Reckalterung, welche beide zu charakteristischen nicht-dekorativen Oberflächeneffekten führen. Durch Optimieren der Herstellungsrouten, wie das Einbringen von Vorverformung, Anpassungen des Kaltwalzgrades oder unterschiedlichen Wärmebehandlungen, und einer verbesserten chemischen Zusammensetzung erfolgte eine Reduktion dieser optischen Ausprägungen. Weiters wurden Zugaben von Kupfer, Zink, Zirkon oder Erbium untersucht.

Bei Vorliegen einer feinen Mikrostruktur und speziellen Umformbedingungen, Temperaturen über 400 °C und Dehnraten von unter  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , können AlMgMn-Legierungen superplastisch verformt werden. Maximale Dehnungen von mehreren Hundert Prozent sind realisierbar. Ausgehend von einer industriell verfügbaren AlMgMn-Legierung war eine gesteigerte Verformungsgeschwindigkeit bzw. höhere Dehnungen angestrebt. Unter Berücksichtigung der aktiven Verformungsmechanismen wurde eine optimierte Blechvariante bei realitätsnahen Bedingungen getestet.

## **Eidesstattliche Erklärung**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Dissertation selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Hilfsmittel nicht benutzt und die den Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

## **Affidavit**

I declare in lieu of oath, that I wrote this doctoral thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

.....  
Paul Ebenberger

Leoben, März 2019

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>THEORETISCHE GRUNDLAGEN</b> .....	<b>3</b>
2.1	Allgemeines zu 5xxx-Aluminiumlegierungen.....	3
2.2	Lüdersdehnung und Lüderslinien.....	4
2.2.1	Mechanismen der Lüdersdehnung.....	4
2.2.2	Einflussfaktoren auf die Lüdersdehnung .....	5
2.3	Dynamische Reckalterung und Fließfiguren Typ B .....	7
2.3.1	Mechanismen der dynamischen Reckalterung.....	7
2.3.2	Einflussfaktoren auf dynamischen Reckalterung.....	9
2.4	Superplastische Verformung.....	12
2.4.1	Verformungsmechanismen der superplastischen Verformung .....	13
2.4.2	Einflussfaktoren auf die superplastischen Verformung.....	16
<b>3</b>	<b>EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN</b> .....	<b>20</b>
3.1	Versuchslegierungen .....	20
3.1.1	Schmelzen, Legieren und Gießen.....	20
3.1.2	Homogenisierungen, Walzen und Wärmebehandlungen .....	23
3.2	Industrielle Versuchsbleche .....	27
3.2.1	Basis EN AW-5182 .....	27
3.2.2	Basis EN AW-5083 .....	30
3.3	Uniaxiale Zugversuche .....	31
3.3.1	Zugversuche „Fließfiguren“ .....	31
3.3.2	Zugversuche „Superplastische Verformung“ .....	33
3.4	Metallographie, Lichtmikroskopie und Elektronenmikroskopie .....	35
3.4.1	Metallographische Probenpräparation .....	35
3.4.2	Analyse Gussgefüge, Funkenspektroskopie .....	36
3.4.3	Analyse Korngröße .....	37
3.4.4	Elektronenmikroskopie .....	38
<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE</b> .....	<b>40</b>
4.1	Konventionelle Verformung.....	40
4.1.1	Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit .....	40
4.1.2	Gussgefüge Versuchslegierungsbleche.....	41
4.1.3	Gefügeanalyse an Versuchslegierungsblechen .....	41
4.1.4	Zugversuche an Versuchslegierungsblechen.....	45
4.1.5	Oberflächenqualität der Versuchslegierungsbleche .....	60
4.1.6	Zugversuche an industriellen Versuchsblechen .....	62
4.1.6.1	Standardproduktion, alternative Weichglühungen und Versuchswalzgerüst .....	62
4.1.6.2	Vorverformung.....	65
4.1.6.3	Reduzierter Kaltwalzgrad und alternative Weichglühungen .....	67
4.1.6.4	Reduzierter Kaltwalzgrad und Vorverformung.....	70
4.1.7	Partikelanalyse Industrieguss – Laborguss.....	71
4.1.8	Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI).....	72
4.2	Versuche „Superplastische Verformung“ .....	74

---

4.2.1	Warmzugversuche „Superplastische Verformung“ .....	74
4.2.2	Licht- und elektronenmikroskopische Untersuchungen „Superplastische Verformung“ .....	77
<b>5</b>	<b>DISKUSSION</b> .....	<b>80</b>
5.1	Konventionelle Verformung.....	80
5.1.1	Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit .....	80
5.1.2	Gussgefüge Labor-Versuchslegierungen .....	80
5.1.3	Industrielle Versuchsbleche – Fehlentwicklungen .....	81
5.1.4	Grundlegende Gefügeanalyse .....	81
5.1.5	Einfluss von Legierungselementen in Versuchslegierungen .....	84
5.1.6	Theoretische Betrachtungen zu Korngröße, Magnesiumgehalt, Partikelgröße und Versetzungen .....	86
5.2	Erkenntnisse zu superplastischer Verformung .....	94
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK</b> .....	<b>97</b>
<b>7</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS</b> .....	<b>100</b>
<b>8</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS</b> .....	<b>111</b>
<b>9</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS</b> .....	<b>118</b>
<b>10</b>	<b>ANHANG A</b> .....	<b>120</b>

# 1 Einleitung

Die Legierungsklasse der 5xxx-Aluminiumlegierungen mit Magnesium und Mangan als Hauptlegierungselemente ermöglicht auf Grund ihres Eigenschaftsprofils ein weites Anwendungsspektrum. Wegen der guten Festigkeit bei gleichzeitig sehr guter Verformbarkeit bieten sich Bleche aus dieser Gruppe besonders für die Herstellung von Bauteilen mit komplexer Geometrie an. Da auch die Korrosionsbeständigkeit auf einem hohen Niveau liegt und die Herstellung verhältnismäßig kosteneffizient ist, liegt der Einsatz in der Automobilindustrie nahe. Betrachtet man jedoch die tatsächlich verarbeiteten Aluminiumwerkstoffe für sichtbare Karosserieteile, sind zum größten Teil AlMgSi-Legierungen (6xxx-Serie) in Verwendung. Grund hierfür sind zwei Typen von Fließfiguren, die sich bei 5xxx-Aluminiumlegierungen nach Verformung bei Raumtemperatur als erhabene, nicht dekorative Oberflächen manifestieren.

Beide Arten von Fließfiguren, Typ A (Lüderslinien) und Typ B, beschränken das Anwendungsgebiet von AlMgMn-Blechen auf innenliegende Bauteile oder auf den sekundären Sichtbereich im Automobil. Ein wichtiges Ziel der Weiterentwicklung dieser Legierungsklasse ist daher die Reduktion oder das vollständige Vermeiden von Fließfiguren im Anwendungsfall. Insbesondere das Verhindern von Lüderslinien, die zu Beginn der plastischen Verformung auftreten, wird von der Automobilindustrie gefordert.

Lüderslinien und der damit gekoppelte Effekt der Lüdersdehnung werden bereits seit Jahrzehnten erforscht, dennoch finden sich immer noch Lücken in der Argumentation der zugrunde liegenden Mechanismen und Einflussfaktoren. So fehlt eine mechanistische Beschreibung der bekannten inversen Korngrößenabhängigkeit der Lüdersdehnung. Auch die Hintergründe der wechselnden Effektivität von Abschreckbehandlungen liegen noch im Dunkeln.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich daher mit der eingehenden Untersuchung von Fließfiguren, den dahinter stehenden Mechanismen sowie Methoden zur Verringerung bzw. Unterdrückung der Fließfiguren, mit besonderem Fokus auf Lüderslinien. Dazu werden industriell produzierte sowie im Labor hergestellte Versuchsbleche getestet und untersucht. Sowohl verschiedene thermomechanische Prozessrouten als auch unterschiedliche chemische Zusammensetzungen, ausgehend von EN AW-5182, sind Gegenstand der Untersuchungen, die uniaxiale Zugversuche, metallographische und elektronenmikroskopische Analysen umfassen.

Eine Besonderheit mancher AlMgMn-Legierungen ist die Fähigkeit superplastisch umformbar zu sein. Mit Hilfe dieser Formgebung, bei der Bleche mit Gasdruck bei hohen Temperaturen in Form gebracht werden, können Dehnungen von mehreren hundert Prozent erreicht werden,

wodurch sich neue Gestaltungsmöglichkeiten für komplex geformte Bauteile ergeben. Die Vorteile der Realisierbarkeit aufwendiger Geometrien sowie dem Potential dadurch Fügstellen einzusparen, stehen einigen Nachteilen gegenüber: abgesehen von den hohen Verformungstemperaturen von typischerweise etwa 400–500 °C und dem damit verbundenen Aufwand bei der Blechhandhabung, ist die superplastische Verformung ein sehr zeitintensiver Prozess. Für Elemente wie Kotflügel liegt die Prozessdauer inklusive Aufheizen bei ca. 10–12 min, was um vieles länger ist als beispielsweise beim Tiefziehen oder Pressen. Ein vorrangiges Ziel muss daher die Beschleunigung des Umformvorganges sein, um das Verfahren und somit auch die so hergestellten Bauteile kostengünstiger sowie massentauglicher zu machen.

Im Rahmen dieser Dissertation wird daher das Umformverhalten einer superplastisch umformbaren Legierung auf Basis EN AW-5083 bei unterschiedlichen Temperaturen und Verformungsgeschwindigkeiten untersucht. Für die dazu notwendigen Warmzugversuche wurde zuerst ein geeigneter Messaufbau entwickelt. Um die Auswirkungen von Mangan auf das Umformpotential zu ermitteln, wird eine im Mn-Gehalt variierte Legierung unter industrienahen Bedingungen mit dem Standardmaterial verglichen.

## 2 Theoretische Grundlagen

Der folgende Abschnitt soll einen Überblick zu den wichtigsten Thematiken im Bereich der 5xxx-Aluminiumlegierungen bieten. Sowohl allgemeine Informationen über diese Legierungsklasse, als auch tiefgreifende Grundlagen zur Lüdersdehnung und dynamischen Reckalterung werden behandelt. Darüber hinaus bietet dieses Kapitel einen Einblick in die Theorie der superplastischen Verformung sowie den vorherrschenden Verformungsmechanismen.

### 2.1 Allgemeines zu 5xxx-Aluminiumlegierungen

Die 5xxx-Serie der Aluminiumlegierungen bietet, ob seiner Eigenschaften, ein breites Anwendungsspektrum. Verwendung finden diese Legierungen in Bereichen wie der Verpackungsindustrie (z. B. Getränkedosen), der Raumfahrt oder der Tieftemperaturtechnik. [1–4] Das wahrscheinlich wichtigste Einsatzgebiet ist das Transportwesen, besonders der Automobilbau. [1–6] Die Kombination aus mittlerer bis hoher Festigkeit bei hoher Umformbarkeit, sehr guter Korrosionsbeständigkeit und der Schweißbarkeit ermöglichen die Verwendung in einer Vielzahl von Anwendungen. Trotz dieser hervorragenden Eigenschaften finden sich bei Außenblechen im Automobilbau hauptsächlich Legierungen der 6xxx-Serie (AlMgSi). Die Ursache für die Beschränkung der Anwendung von AlMgMn-Blechen auf nicht sichtbare Bauteile im Fahrzeugbau liegt im Auftreten von unerwünschten Oberflächeneffekten bei Verformung an Raumtemperatur: Fließfiguren Typ A, auch Lüderslinien genannt, und Fließfiguren des Typs B. Abbildung 1 illustriert das Aussehen und den Existenzbereich beider Fließfiguren-Typen. Da das Ausmerzen dieser, bereits seit langem bekannten, Phänomene zumeist kein triviales Problem in der Produktion darstellt, sind die Hintergründe dazu seit geraumer Zeit Ziel der Forschung. [7–14]

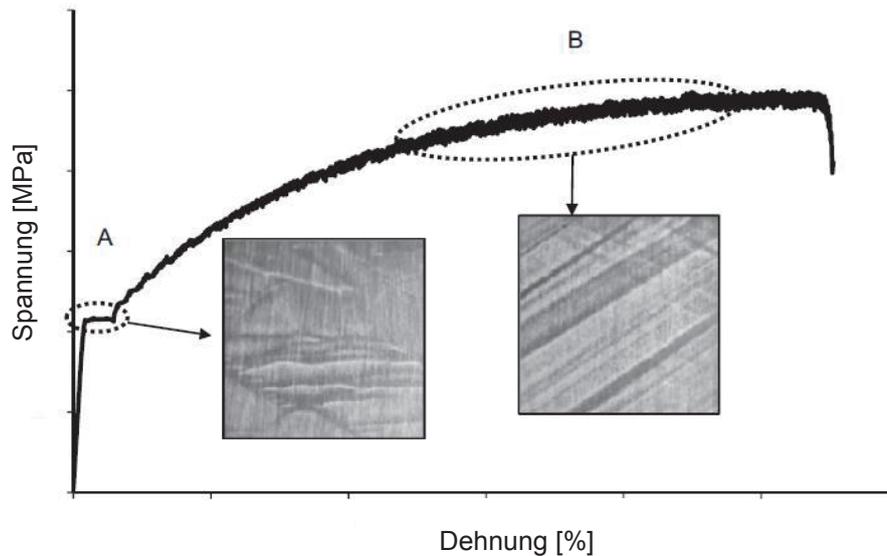


Abbildung 1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer AlMgMn-Legierung in welchem das Auftreten der Lüderslinien (A) und Fließfiguren Typ B (B) gekennzeichnet ist; eine exemplarische Darstellung beider Fließfiguren-Typen befinden sich unter den jeweiligen Markierungen [15]

## 2.2 Lüdersdehnung und Lüderslinien

Als Lüdersdehnung wird die plastische Verformung, die unter annähernd konstanter Spannung nach Überschreiten der Streckgrenze auftritt bezeichnet. Sie tritt in Mg-haltigen Aluminiumlegierungen ab ca. 0,6 Massen-% auf. An der Blechoberfläche sind Lüderslinien durch das typische flammenförmige Aussehen erkennbar.

### 2.2.1 Mechanismen der Lüdersdehnung

In der Vergangenheit wurden unterschiedliche Theorien entwickelt, um die Entstehung der Lüdersdehnung zu erklären. Cottrell beschrieb zuerst das Festhalten (Pinning) von Versetzungen durch „Wolken“ von gelöstem Magnesium und das anschließende Losreißen in Anlehnung an den aus Kohlenstoffstahl bekannten Mechanismus. [9, 10] Nach mehreren Weiterentwicklungen herrscht derzeit ein breiter Konsens über den grundlegenden Mechanismus hinter der Lüdersdehnung [7, 16–18]: mobile Versetzungen werden an Hindernissen, allen voran Korngrenzen, die mit Mg-Atomen belegt sind, festgehalten und stauen sich dort auf. Magnesium segregiert auf Grund des vorhandenen Platzangebotes bevorzugt an die Korngrenzen und belegt die Versetzungen. [19, 20] Bei Überschreiten einer kritischen Spannung, der Streckgrenze, wird die Behinderung durch das gelöste Mg überwunden und eine Lawinen-artige Emittierung von Versetzungen initiiert. Bei diesem Überschreiten der Streckgrenze ist die Spannung durch das Versetzungsaufstauen („Pile-Up“) an den Korngrenzen so groß, dass die Verformung, somit die Bildung und Bewegung von Versetzungen, in benachbarten Körnern ausgelöst wird. Eine Übertragung des Gleitvorganges (engl. slip transfer) findet statt. Das Voranschreiten der Verformungsfront, die durch die

Versetzungslawine ausgelöst wird, geht bei konstanter Spannung vonstatten. Nachdem die „Lüdersfront“ durch das Material bzw. die Probe gelaufen ist und eine große Zahl an Versetzungen, die auch im Material verbleiben, gebildet wurde, setzt reguläre plastische Verformung ein. Diese ist jedoch bei 5xxx-Legierungen diskontinuierlich, was in Kapitel 2.3 eingehender erläutert ist.

Die gelösten Mg-Atome blockieren nicht nur Korngrenzen, sondern auch andere Versetzungsquellen, wie z.B. Frank-Read-Quellen. Dadurch wird die Versetzungsbildung ebenfalls verzögert bzw. angehalten. Zur erneuten Aktivierung der Quellen ist eine zusätzliche Spannung nötig, die in Abbildung 2 als  $\Delta\sigma_L$  bezeichnet wird. Tritt Lüdersdehnung auf ergibt sich die Spannung, bei der die  $\epsilon_L$  beginnt, zu  $\sigma_{yL}$ . Diese entspricht der Streckgrenze. Für den theoretischen, „virtuellen“ Fall, dass ein Material keine Lüdersdehnung zeigt, wäre die Fließspannung  $\sigma_{yv}$ , die virtuelle Fließspannung. Diese Nomenklatur wird in Kapitel 5.6 wieder aufgenommen. Für eine neue Betrachtung der Vorgänge hinter dem Auftreten der Lüdersdehnung wird ebenfalls auf den Abschnitt 5.6 verwiesen.

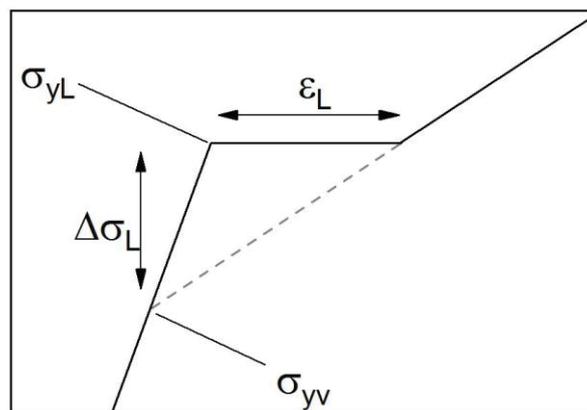


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Lüdersdehnung  $\epsilon_L$  und die auftretenden Spannungen;  $\sigma_{yL}$  – Lüdersspannung (entspricht der Streckgrenze),  $\Delta\sigma_L$  – Anstieg der Fließspannung gegenüber dem Materialzustand ohne Lüdersdehnung,  $\sigma_{yv}$  – virtuelle Fließspannung für den theoretischen Fall ohne Lüdersdehnung

## 2.2.2 Einflussfaktoren auf die Lüdersdehnung

Die Untersuchungen zum Thema „Lüdersdehnung und Lüderslinien“ zeigten auf, dass mehrere Faktoren die Ausbildung der Lüdersdehnung beeinflussen.

Bereits früh wurde erkannt, dass die mittlere Korngröße ein entscheidendes Kriterium für  $\epsilon_L$  darstellt, wie in Abbildung 3 beispielhaft abgebildet ist. [11, 14, 16, 17, 21–23]

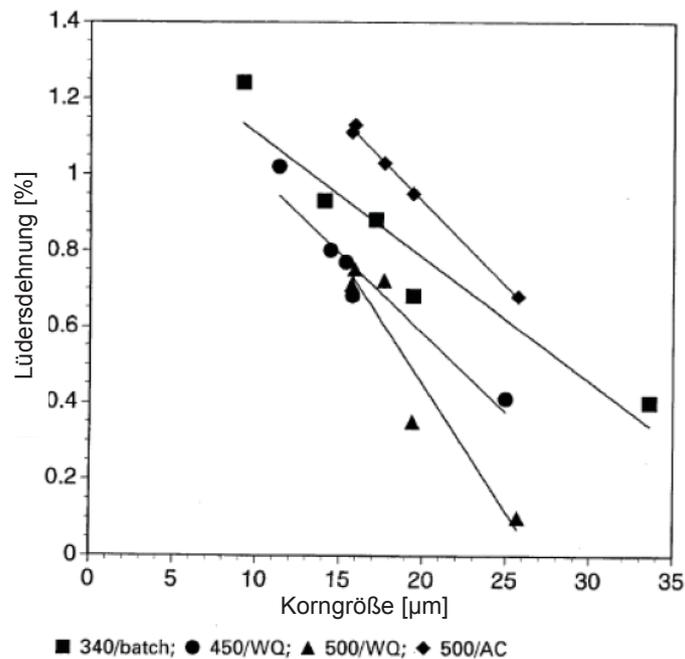


Abbildung 3: Abhängigkeit der Lüdersdehnung von der Korngröße nach verschiedenen Wärmebehandlungen; batch – Ofenabkühlung, WQ – water quenching (Wasserabschrecken), AC – air cooling (Luftabkühlung); Temperaturen in [°C] [16]

Da das Magnesium die Korngrenzen bzw. Versetzungsquellen blockiert, ist folglich der Magnesiumgehalt ebenfalls ein Einflussfaktor auf die Charakteristik der Lüdersdehnung. Hintergrund dieses Einflusses stellt die Neigung von AlMg-Legierungen dar, bei steigendem Mg-Gehalt verstärkt planares Gleiten zu zeigen. [24–26] Dadurch stellen Korngrenzen ein schwerer zu überwindendes Hindernis dar.

Entscheidend ob ein AlMg(Mn)-Blech Lüdersdehnung zeigt oder nicht, ist die abschließende Wärmebehandlung. [16, 21, 27–29] Mit Glühungen bei Temperaturen zwischen 380 °C und 500 °C kann die Lüdersdehnung und somit die Lüderslinien positiv beeinflusst werden. Besonders das Abschrecken in Wasser reduziert oder unterdrückt  $\epsilon_L$ , wohingegen Luft- oder Ofenabkühlungen kaum bzw. keine Verbesserung bewirken. In einer Arbeit zeigte jedoch sogar ein für 4 h bei 510 °C geglühtes AlMgMn-Blech, welches anormales Kornwachstum aufwies, eine Lüdersdehnung. [29]

Neben diesen wichtigen Einflussfaktoren gibt es eine Reihe weiterer, die bei der Anwendung zum Tragen können. So wirkt sich die Umformungstemperatur auch auf das Ausmaß der Lüdersdehnung aus. Dies ist jedoch auch mit der Korngröße verknüpft, siehe Abbildung 4. [16] An dieser Stelle sei auf die Ergebnisse in Kapitel 4.1 verwiesen.

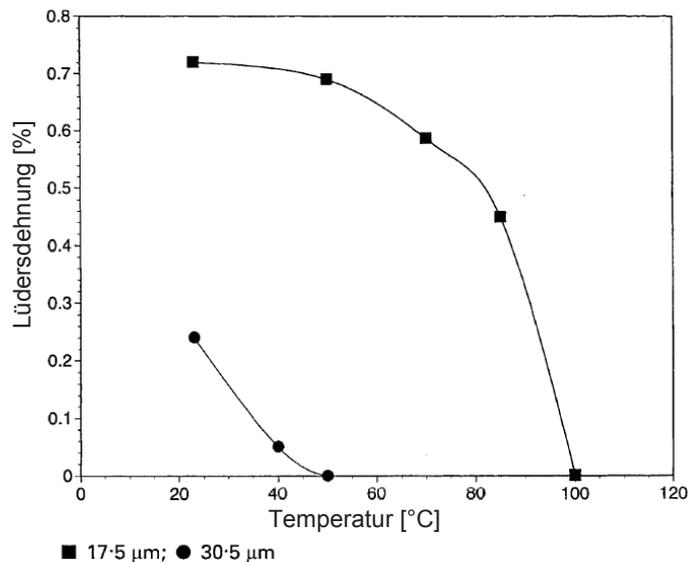


Abbildung 4: Abhängigkeit der Lüdersdehnung von der Umformungstemperatur bei unterschiedlichen Korngrößen [16]

## 2.3 Dynamische Reckalterung und Fließfiguren Typ B

Jene Fließfiguren, die als geradlinige Oberflächenfehler erkennbar sind, werden als Fließfiguren Typ B bezeichnet. [7] Einige Quellen unterteilen diese Fließfiguren in Abhängigkeit ihrer Fortbewegung in weitere Untertypen. [30, 31] In der vorliegenden Dissertation wird von der Verwendung derartiger Subkategorien von Fließfiguren abgesehen. Abbildung 1 zeigt das typische Aussehen mit geraden, parallel verlaufenden Bändern, die auch gekreuzt zueinander verlaufen können. Entgegen der Erwartung beträgt der Winkel, den die Fließfiguren mit der Zugrichtung einschließen, nicht  $45^\circ$ , sondern bewegt sich im Bereich von ca.  $50\text{--}55^\circ$ . Grund dafür ist, verkürzt gesagt, die starre Einspannung der Probenköpfe, die eine Orientierung in  $45^\circ$ -Richtung verhindert. Es wurden auch mathematische Überlegungen diesbezüglich angestellt. [32, 33]

### 2.3.1 Mechanismen der dynamischen Reckalterung

Auch die Fließfiguren Typ B werden durch die Wechselwirkung von Versetzungen und dem gelösten Magnesium hervorgerufen. Die Ursache ist die dynamische Reckalterung (engl. dynamic strain aging, DSA), nach den Autoren der ersten Beschreibung auch Portevin-Le Chatelier-Effekt genannt. [8] DSA führt zu einer negativen Dehnratenempfindlichkeit  $m$  und in weiterer Folge zu einer inhomogenen Verformung sowie einem Duktilitätsverlust. Die dynamische Reckalterung zeigt außerdem einige charakteristische Merkmale [34]: der Existenzbereich wird durch ein Parameterfeld bestehend aus Temperatur (ca.  $-80\text{--}100^\circ\text{C}$ ), Dehnraten (meist unter  $10^{-1}\text{ s}^{-1}$ ) [3] und einer kritischen Dehnung  $\epsilon_{\text{krit}}$ , ab der Fließfiguren bzw.

eine negative Dehnratenempfindlichkeit auftreten, definiert. Darüber hinaus ist bei negativem  $m$  sowohl die Streckgrenze als auch die Kaltverfestigungsrate keine Funktion der Temperatur. Während der kausale Zusammenhang zwischen DSA und Typ B-Fließfiguren unbestritten ist, war der mechanistische Hintergrund in der Vergangenheit unklar, weshalb verschiedene Modelle entwickelt wurden. Eine lange Zeit gültige Theorie erklärte DSA wie folgt: mobile Versetzungen werden an Versetzungs-„Wäldern“ (engl. forest dislocations) aufgehalten. Während des Pinning-Vorgangs diffundiert Mg aus Mg-reichen Clustern durch „Röhren-Diffusion“ (engl. pipe diffusion) entlang des Versetzungskerns zum Kreuzungspunkt zwischen mobiler Versetzung und dem Versetzungswald. [35, 36] Kritikpunkte an diesem Modell sind einerseits der niedrige energetische Vorteil von etwa 25 % der pipe diffusion gegenüber Matrix-Diffusion und somit die geringe Triebkraft für diesen Prozess, die kleine Größe der Diffusions-„Röhre“ sowie kinetische Hindernisse andererseits. [35]

Ein Modell von Curtin et al. liefert einen neuen Ansatz, der als anerkannt gilt. [37] Basis sind hier einatomige Sprünge von Mg-Atomen über bzw. durch den Versetzungskern von der Druck- auf die Zugseite des Spannungsfeldes einer Versetzung, „cross-core-diffusion“ genannt. Abbildung 5 zeigt die Spannungsverteilung um die Versetzung, Abbildung 6 den schematischen Ablauf des Vorgangs.

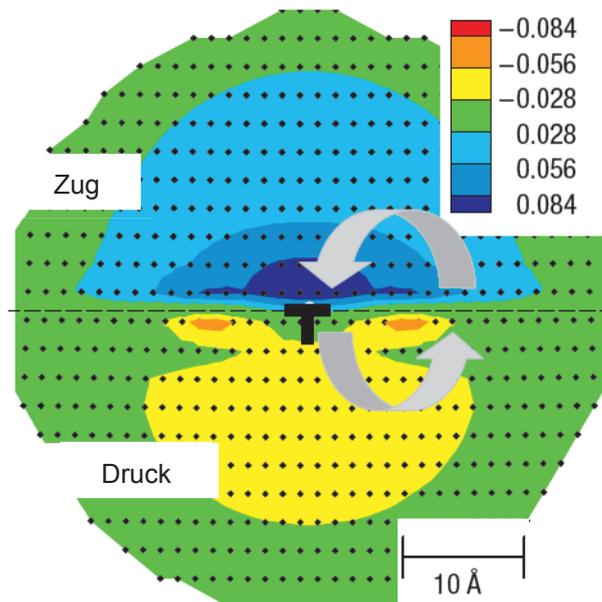


Abbildung 5: Konturplot der Bindungsenergie eines gelösten Mg-Atoms im Spannungsfeld einer Stufenversetzung, Versetzungskerne der aufgespaltenen Partialversetzungen sind als orange Bereiche erkennbar; Energie in [eV], positive Werte repräsentieren Bindung mit niedriger Gesamtenergie als außerhalb des Spannungsfeldes [37]

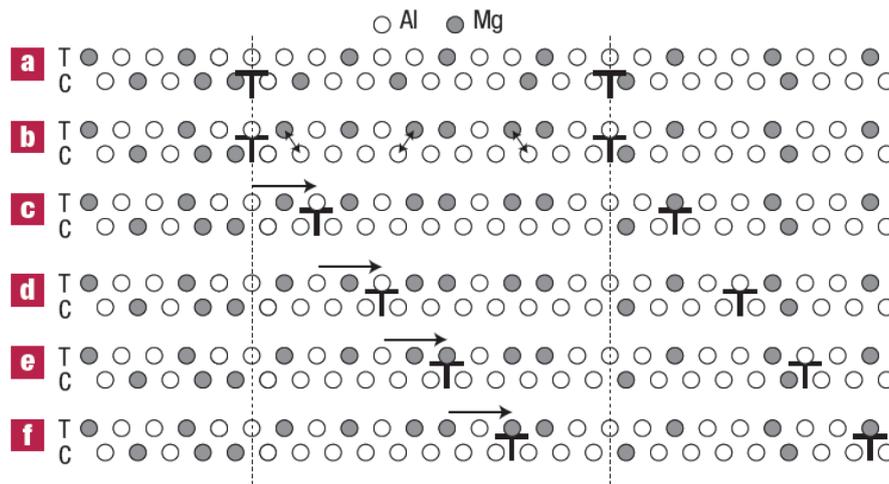


Abbildung 6: Schematische Darstellung der cross-core-diffusion; (a) vor der Diffusion, (b) nach der Diffusion, (c-f) Versetzungsbewegung bei zusätzlich angelegter Spannung; die Versetzungskernbereiche wandern von den Positionen der bereits diffundierten gelösten Mg-Atome auf der Zugseite bzw. -ebene (T) weg hin zu Gebieten mit noch nicht diffundierten, regellos auf Zug- bzw. Druckebenen (T bzw. C) verteilten Mg-Atomen [37]

Durch den Sprung in den Bereich der Zugspannung nahe des Versetzungskerns erhöht sich die Bindungsenergie der Mg-Atome. Die hohe Enthalpiedifferenz zwischen den beiden möglichen Positionen liefert eine hohe Triebkraft, besonders im Vergleich zur pipe diffusion, und eine erheblich niedrigere Aktivierungsenergie als Matrix-Diffusion. Durch die eben beschriebenen Vorgänge kommt es jedoch zu einer Mg-Anreicherung auf der Zugseite der Versetzungen sowie einer druckseitigen Verarmung, was in weiterer Folge zu bis zu 30 nm großen Mg-armen Zonen führt, die eine niedrige lokale Festigkeit aufweisen. Daraus ergibt sich eine negative Dehnratenempfindlichkeit und somit die dynamische Reckalterung. [5, 37] Für tiefgreifendere Betrachtungen wie z.B. den Zusammenhang der cross-core-diffusion mit der Mischkristallverfestigung von Magnesium sowie der Kaltverfestigung durch Versetzungswälder oder den Einfluss der ursprünglichen Mg-Verteilung wird auf die Literatur verwiesen. [38–40]

### 2.3.2 Einflussfaktoren auf dynamischen Reckalterung

Die dynamische Reckalterung im Allgemeinen und damit die Ausbildung von Typ B-Fließfiguren sowie die kritische Dehnung, ab der diese Fließfiguren auftreten werden durch eine Vielzahl von Faktoren bestimmt.

Wie auch die Lüdersdehnung reduziert sich das Ausmaß der Typ B-Fließfiguren mit wachsender Korngröße. [29, 41] Zusätzlich erhöht sich  $\epsilon_{krit}$  bei größeren Körnern. [21, 22, 29, 41–44] Besonders stark ausgeprägt ist der Einfluss des Mg-Gehalts auf die dynamische Reckalterung. Die Höhe der Spannungsspitzen (engl. serrations) nimmt mit steigendem Gehalt an gelöstem Magnesium zu, wie in Abbildung 7a illustriert ist. [4, 29, 36, 45, 46]

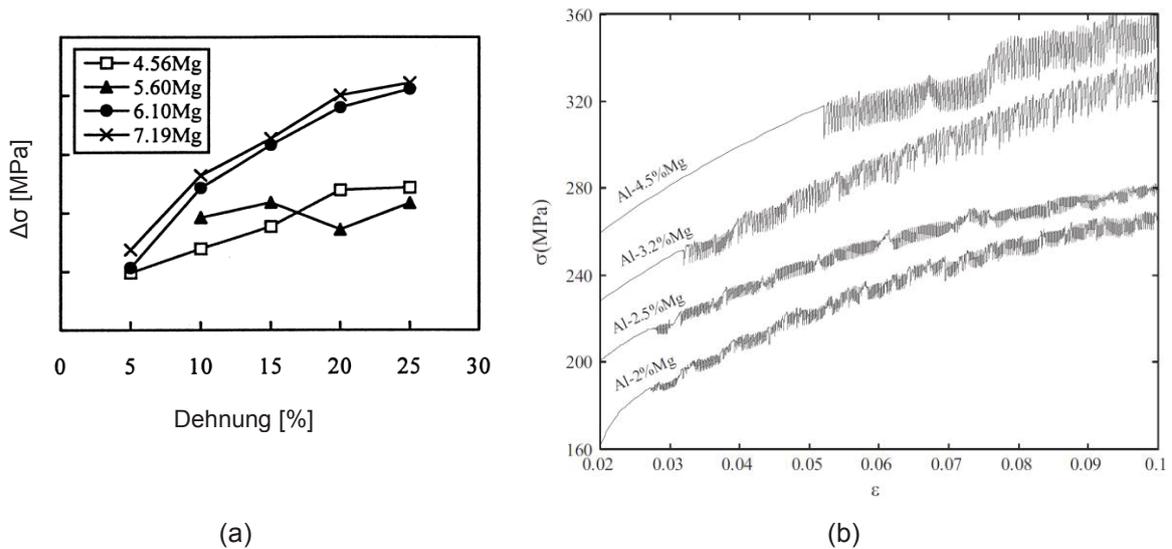


Abbildung 7: (a) Abhängigkeit der Spannungsspitzen (serrations)  $\Delta\sigma$  bei dynamischer Reckalterung in Abhängigkeit des Mg-Gehalts und der Dehnung [45]; (b) Anstieg der kritischen Dehnung  $\epsilon_{krit}$ , ab der dynamische Reckalterung auftritt, in Abhängigkeit des Mg-Gehalts, Dehnrates  $2,38 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; Kurve für 4,5 Massen-% Mg 50 MPa nach oben, Kurve für 3,2 Massen-% Mg 40 MPa nach oben verschoben [36]

Die obige Abbildung 7a zeigt auch, wie die Spannungsausschläge mit zunehmender Dehnung anwachsen. Hinsichtlich des Einflusses des Mg-Gehalts auf die kritische Dehnung ist sich die Literatur uneins: einerseits wird bei Dehnraten unter  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ein Anstieg von  $\epsilon_{krit}$  bei steigendem Mg-Gehalt beobachtet (siehe Abbildung 7b) [36], andererseits wird ein gleichartiger Anstieg mit verstärkter Bildung von  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ -Ausscheidungen detektiert. [4]

Mit der Verformungsgeschwindigkeit kann maßgeblich Einfluss auf die Ausbildung von Fließfiguren Typ B genommen werden. Bei schnellerer Umformung sinkt die Amplitude der Spannungsausschläge der dynamischen Reckalterung. [22, 28, 47–49] Das Verhalten der kritischen Dehnrates spaltet sich in zwei Bereiche auf: bei Dehnraten unter ca.  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sinkt  $\epsilon_{krit}$  mit steigender Verformungsgeschwindigkeit, darüber steigt sie mit zunehmender Dehnrates. Diese beiden Teilbereiche werden als „inverses“ bzw. „reguläres“ Verhalten bezeichnet und sind durch ein Minimum der kritischen Dehnung getrennt. [4, 29, 31, 36, 50–54] Abbildung 8 stellt dieses Phänomen dar.

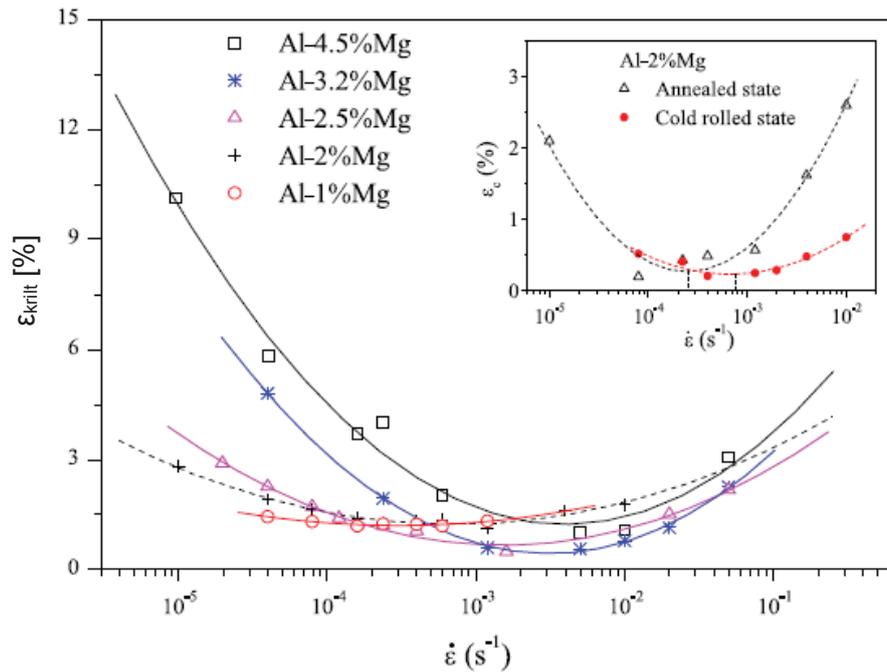


Abbildung 8: Abhängigkeit der kritischen Dehnung  $\epsilon_{\text{krit}}$  von der angelegten Dehnrates  $\dot{\epsilon}$  für verschiedene AlMg-Legierungen [36]; Inset zeigt den Einfluss einer Wärmebehandlung (2 h bei 400 °C) auf die  $\epsilon_{\text{krit}}$  einer AlMg2-Legierung [55]

Da die dynamische Reckalterung maßgeblich von der Diffusion von Magnesium in der Al-Matrix bestimmt wird, ist die Verformungstemperatur ein wichtiger Einflussfaktor. Die Höhe der serrations sinkt mit abnehmender Umformtemperatur, wie auch in Abbildung 9a zu sehen ist. [3, 49, 56–58] Die Temperaturabhängigkeit der kritischen Dehnung weist ein ähnliches Verhalten auf wie die Dehnratesabhängigkeit. [3, 31, 39, 50, 52, 56, 57, 59, 60]

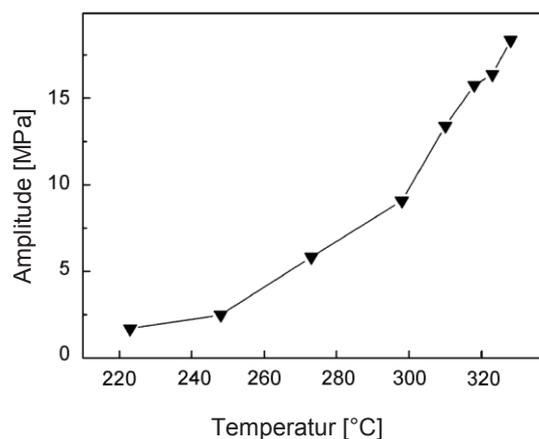


Abbildung 9: Spannungsamplitude der serrations in Abhängigkeit der Verformungstemperatur von AA5456 [56]

Bei der tatsächlichen Umformung einer AlMg(Mn)-Legierung ist zu beachten, dass sich die Dehnrates und die Verformungstemperatur gegenseitig beeinflussen. [15] Weitere Erkenntnisse zum Temperatureinfluss auf die dynamische Reckalterung sind in einschlägiger Literatur zu finden. [15, 61]

Die Forschung der letzten Jahrzehnte ermittelte eine Palette an zusätzlichen Einflussfaktoren auf Fließfiguren Typ B bzw. die dynamische Reckalterung im Allgemeinen:

- Wärmebehandlungen [4, 27–29, 55] (teilweise mit unklarer Erklärung [39, 62]),
- Steifigkeit der Zugprüfmaschine (je steifer desto schwächere serrations) [15, 52, 63, 64],
- Probengeometrie [58, 65, 66], Spannungszustand [58, 67] und
- Oberflächenqualität bzw. –rauigkeit [52, 68]

## 2.4 Superplastische Verformung

Bei der Superplastizität handelt es sich um „die Eigenschaft von polykristallinen Metallen, unter Streckziehbeanspruchung extrem hohe Bruchdehnungen zu erzielen“. [1] In der Anwendung, der superplastischen Verformung (engl. superplastic forming, SPF), wird bei Temperaturen von ca. 450–500 °C und sehr niedrigen Dehnraten um etwa  $10^{-4}$ – $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> mittels Gasdruck ein Blech in eine komplexe Geometrie gebracht, wie Abbildung 10 illustriert. [1, 69, 70] Dabei werden Dehnungen von mehreren hundert Prozent erreicht.

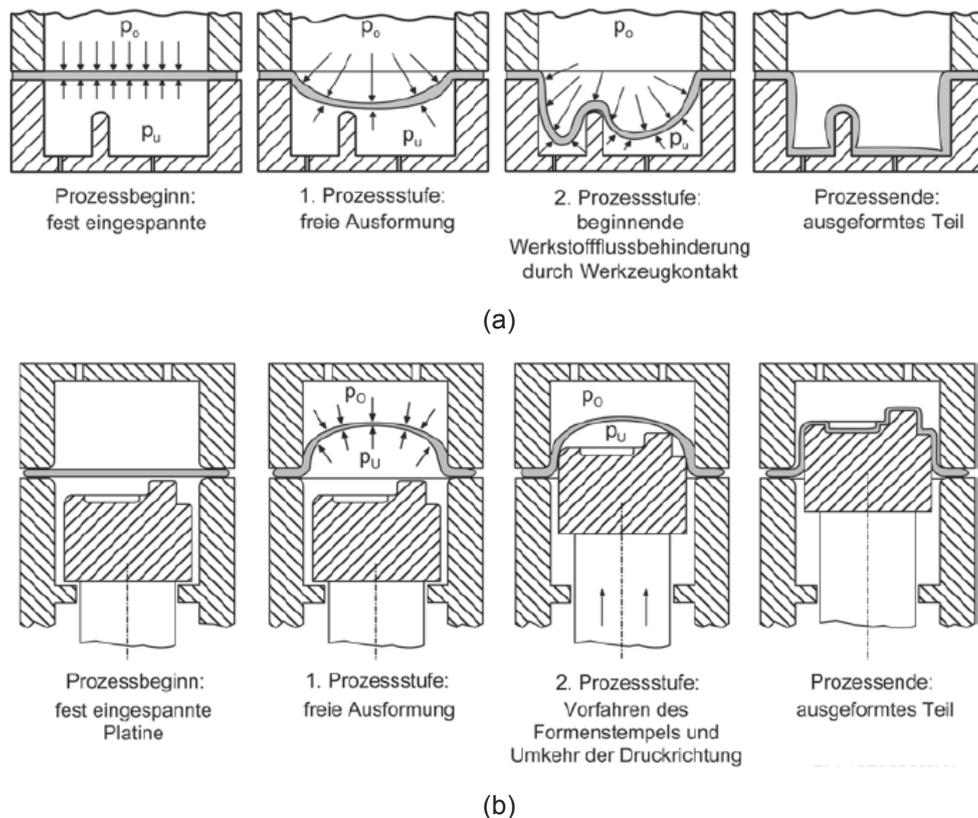


Abbildung 10: Schematische Darstellung der superplastischen Verformung mittels (a) Matrizenverfahren und (b) Patrizienverfahren [1]

Um den Kostenfaktor Herstellungsdauer reduzieren zu können, wird alternativ in der Industrie auch „Quick Plastic Forming“ (QPF) angewandt, welches niedrigere Temperaturen und/oder

höhere Dehnraten verlangt. Die nachfolgenden Unterkapitel sollen einen Überblick über die grundlegenden Verformungs- und Schadensmechanismen sowie wichtige Einflussfaktoren geben.

### 2.4.1 Verformungsmechanismen der superplastischen Verformung

Die superplastische Umformung von geeigneten Aluminiumlegierungen wird von zwei Mechanismen bestimmt:

- Korngrenzgleiten (engl. grain boundary sliding, GBS) und
- Diffusionskontrolliertes Versetzungskriechen (engl. solute drag creep, SDC).

Abhängig von der Temperatur und der angelegten Umformgeschwindigkeit ist einer dieser Mechanismen oder eine Kombination aus beiden aktiv.

Im Allgemeinen kann davon ausgegangen werden, dass bei Temperaturen unter 450 °C und Dehnraten von mehr als  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (bzw.  $10^{-2}$  [71]) SDC vorherrscht.

Solute drag creep ist ein Art Versetzungskriechen, bei dem die Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen und den gelösten Atomen einen bestimmenden Faktor auf die Versetzungskriechgeschwindigkeit darstellen. [72, 73] Es ist durch eine vergleichsweise niedrige Dehnratenempfindlichkeit  $m$  und einem Spannungsexponenten  $n$  ( $n$  ist der Kehrwert von  $m$ ) von ca. 4 gekennzeichnet. [71, 74]

Erfolgt die Umformung bei Temperaturen um 500 °C und sehr niedrigen Geschwindigkeiten unter ca.  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ist vornehmlich Korngrenzgleiten als Verformungsmechanismus aktiv. [1, 74–76] Neben dem Abgleiten der Körner entlang der Korngrenzen tritt unter diesen Bedingungen auch eine Rotation der sich umlagernden Körner auf. [71, 77] Der Spannungsexponent liegt bei einem Wert von 2 und somit  $m$  um 0,5. [71, 74]

Abbildung 11 zeigt eine schematische Darstellung der Vorgänge der beiden Verformungsmechanismen.

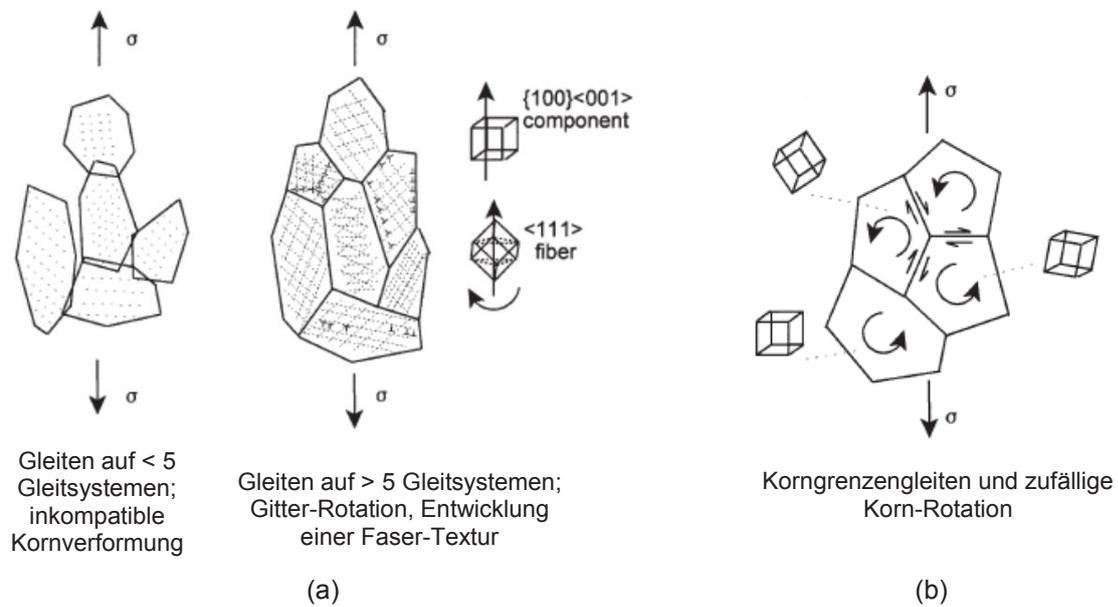


Abbildung 11: Schematische Darstellung der superplastischen Verformung bei (a) Versetzungskriechen und (b) Korngrenzgleiten; in (a) ist beispielhaft die Ausbildung einer Verformungstextur dargestellt [77]

In Abbildung 12 ist eine doppelt-logarithmische Auftragung des Zener-Hollomon-Parameters  $Z$  (siehe Formel 1) über der E-Modul-normalisierten Spannung zu sehen. In dieser Darstellung entspricht die Steigung der Kurve dem Spannungsexponenten  $n$ , über dessen Größe der aktive Verformungsmechanismus abgelesen werden kann.

$$Z = \dot{\epsilon} e^{\frac{Q}{RT}} \quad (1)$$

- Z..... Zener-Hollomon-Parameter [ $s^{-1}$ ]
- $\dot{\epsilon}$  ..... Dehnrate [ $s^{-1}$ ]
- Q ..... Aktivierungsenergie [kJ/mol]
- R ..... Allgemeine Gaskonstante [J/mol K]
- T..... Umformtemperatur [K]

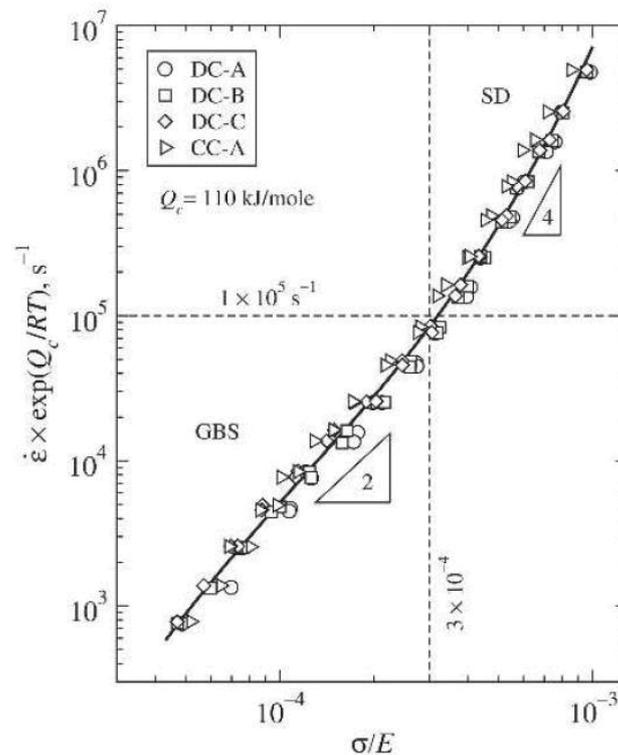


Abbildung 12: Doppelt-logarithmische Darstellung des Zener-Hollomon-Parameters über die E-Modul-normalisierte Spannung unter Verwendung einer einzelnen Aktivierungsenergie  $Q_c$  von  $110 \text{ kJmol}^{-1}$ ; GBS – Korngrenzengleiten, SDC – Solute drag creep; die Steigung entspricht dem Spannungsexponenten  $n$ ; Legierungen auf Basis AA5083 abgegossen im Direct-Chill-Verfahren (DC) und Strangguss (Continuous Casting, CC) [74, 78]

Im Übergangsbereich, in dem die vorherrschenden Mechanismen ineinander übergehen, herrschen die optimalen Bedingungen für die superplastische Umformung. Während dieser Parameter treten im Regelfall die höchsten Dehnratenempfindlichkeiten  $m$  auf. [71] Die exakte Lage im Temperatur-Verformungsgeschwindigkeit-Feld ist von der chemischen Zusammensetzung, der Verteilung von Ausscheidungen bzw. Dispersoiden sowie der Mikrostruktur abhängig.

Dass der Anteil der aktiven Verformungsmechanismen nicht im Vorhinein sicher bestimmt werden kann, wird unter anderem in einer Arbeit von Mikhaylovskaya et al. geschildert, die trotz hoher Temperatur und teils niedriger Dehnraten nur in einem Drittel der Körner ein für GBS typisches Nachdrehen der Körner nachweisen konnten. [79]

Parallel zur Verformung treten auch zwei Schadensmechanismen bei SPF- und QPF-Vorgängen auf: Kavitation und Spannungslokalisierung (engl. necking). [78, 80] Ersteres tritt vornehmlich während GBS auf, letzteres bei dominierendem Versetzungskriechen. Abbildung 13 stellt das Aussehen von Zugproben nach dem Versagen unter besagten Mechanismen dar.

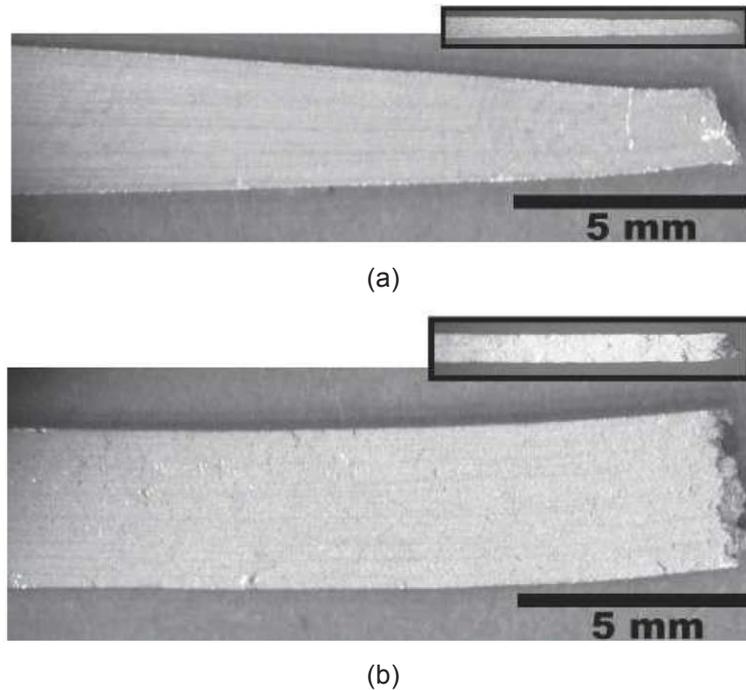


Abbildung 13: Zugproben nach dem Versagen durch (a) Spannungslokalisierung und Einschnürung (Necking) im Bereich des Versetzungskriechens (Temperatur 450 °C,  $\dot{\epsilon}=6 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) bzw. (b) Porenbildung im Bereich des Korngrenzengleitens (Temperatur 450 °C,  $\dot{\epsilon}=3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) [78]

Bereits nach 50–100 % Dehnung treten erste nanometergroße Poren vor allem an Korngrenzen auf, wie auch an den Grenzflächen zwischen Ausscheidungen und der Al-Matrix. [81–85] Bei fortschreitender Verformung wachsen die Poren und verbinden sich. Dieses Zusammenschließen führt letztendlich zur entscheidenden Schwächung des Materials. Zusätzlich erfolgt eine stetige Neubildung von Poren. [86–88] Mit zunehmendem Einfluss des Korngrenzengleitens, mit sinkender Dehnrates bei konstanter Temperatur, steigt im Allgemeinen die Bildungs- und Wachstumsrate der Kavitäten an. [71, 78, 85, 89] Der negative Einfluss der Poren nimmt jedoch auch mit zunehmender Mehrachsigkeit der Zugspannung zu. [87, 90]

Im realen Anwendungsfall finden sich zumeist Einflüsse beider Schadensmechanismen. Die Umformung wird darüber hinaus von der Veränderung der Korngröße beeinflusst. Eine anfängliche Korngröße von ca. 8–12  $\mu\text{m}$  erhöht sich durch dynamisches Kornwachstum auf etwa 20–30  $\mu\text{m}$  oder noch höher. [76, 80, 82, 89, 91]

## 2.4.2 Einflussfaktoren auf die superplastischen Verformung

Die superplastische Umformung bringt ein Material an die Grenzen der Verformbarkeit, wodurch mehrere Einflussfaktoren von Bedeutung sind.

Essentiell für die Superplastizität eines Blechwerkstoffes sind die Größe und die Verteilung der Primär- und Sekundärpartikel. [1, 82, 92–94] Diese sind zumeist vom Typ  $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ ,  $\text{Al}_6(\text{Mn,Cr})$  oder auch  $\text{Al}_4\text{Mn}$ . [75, 77–80, 83, 93, 95–100] Zum einen dienen kleine Dispersoide

über den Zener-Drag, den sie auf die Korngrenzen ausüben, zur Aufrechterhaltung des feinkörnigen Gefüges, andererseits sind gröbere Teilchen, zumeist Primärphasen, wichtig für die Rekristallisation, vor allem bei der sogenannten „particle stimulated nucleation“. [71, 77, 80, 82, 101] Werden Zusatzelemente hinzulegiert, beeinflussen deren Partikel und Ausscheidungen die Umformung grundlegend. Erfolgsversprechende Elemente und die am häufigsten gebildeten Phasen sind nachstehend angeführt: [102–106]

- Cu:  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ,  $\text{Al}_6\text{CuMg}_4$ ,  $\text{Mg}_2\text{Cu}$ ,  $\text{MgCu}_2$  [1, 75, 100, 107–109]
- Zr, Sc, Er:  $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc,Er})$  kohärent oder inkohärent [1, 83, 92, 96, 98, 107, 110–113]

Die Wirkungsweise der Elemente ist dabei unterschiedlich: Kupfer senkt den Schmelzpunkt der Legierung, wodurch bei niedrigeren Temperaturen bzw. Dehnraten Korngrenzengleiten eintritt. Zirkon, Scandium und Erbium bilden sehr feine Teilchen, die einen besonders hohen Zener-Drag [101, 112] auf die Korngrenzen ausüben. Dadurch kann das feine Gefüge sehr lange während der Umformung aufrechterhalten werden, wie in Abbildung 14 gut zu erkennen ist.

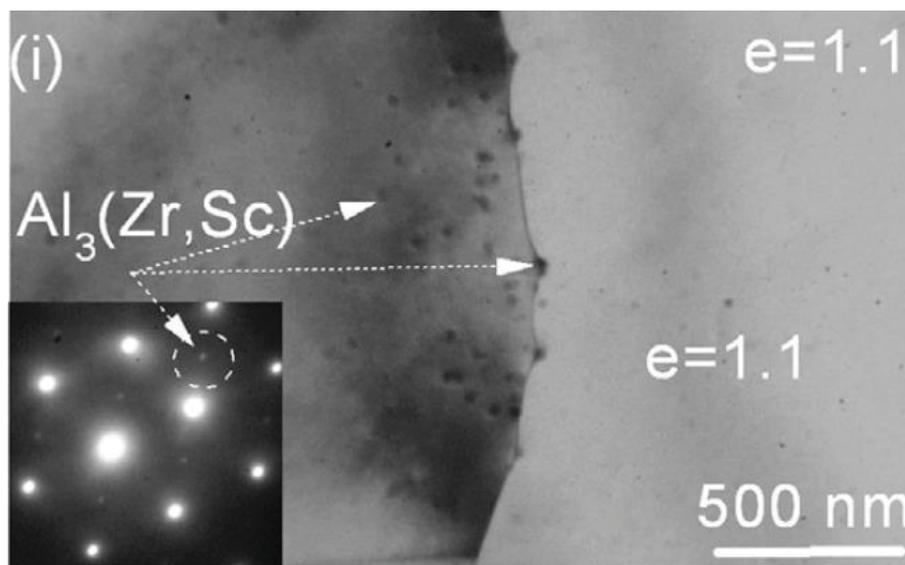


Abbildung 14:  $\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$ -Partikel an der Korngrenze einer  $\text{AlZnMgScZr}$ -Legierung; e – erreichte wahre Dehnung [113]

Als wichtig kann auch die Beweglichkeit der Korngrenzen an sich und die Segregation von Verunreinigungen dorthin angesehen werden. [83, 114, 115]

Wie bereits erwähnt, spielt die chemische Zusammensetzung eine entscheidende Rolle bei den superplastischen Eigenschaften eines Materials. Eine kurze Zusammenfassung der Einflüsse einiger wichtiger Legierungselemente ist im Folgenden angeführt.

Mit steigendem Mg-Gehalt steigt die Dehnratenempfindlichkeit, was eine Verschiebung der optimalen Bedingungen zu niedrigeren Temperaturen bzw. höheren Dehnraten bewirkt. [1, 45, 81, 95] Als Ursache wird die verbesserte Diffusion durch die Aufweitung des Gitters durch die großen Mg-Atome angesehen. [1, 81] Abbildung 15a+b zeigen diesen Sachverhalt.

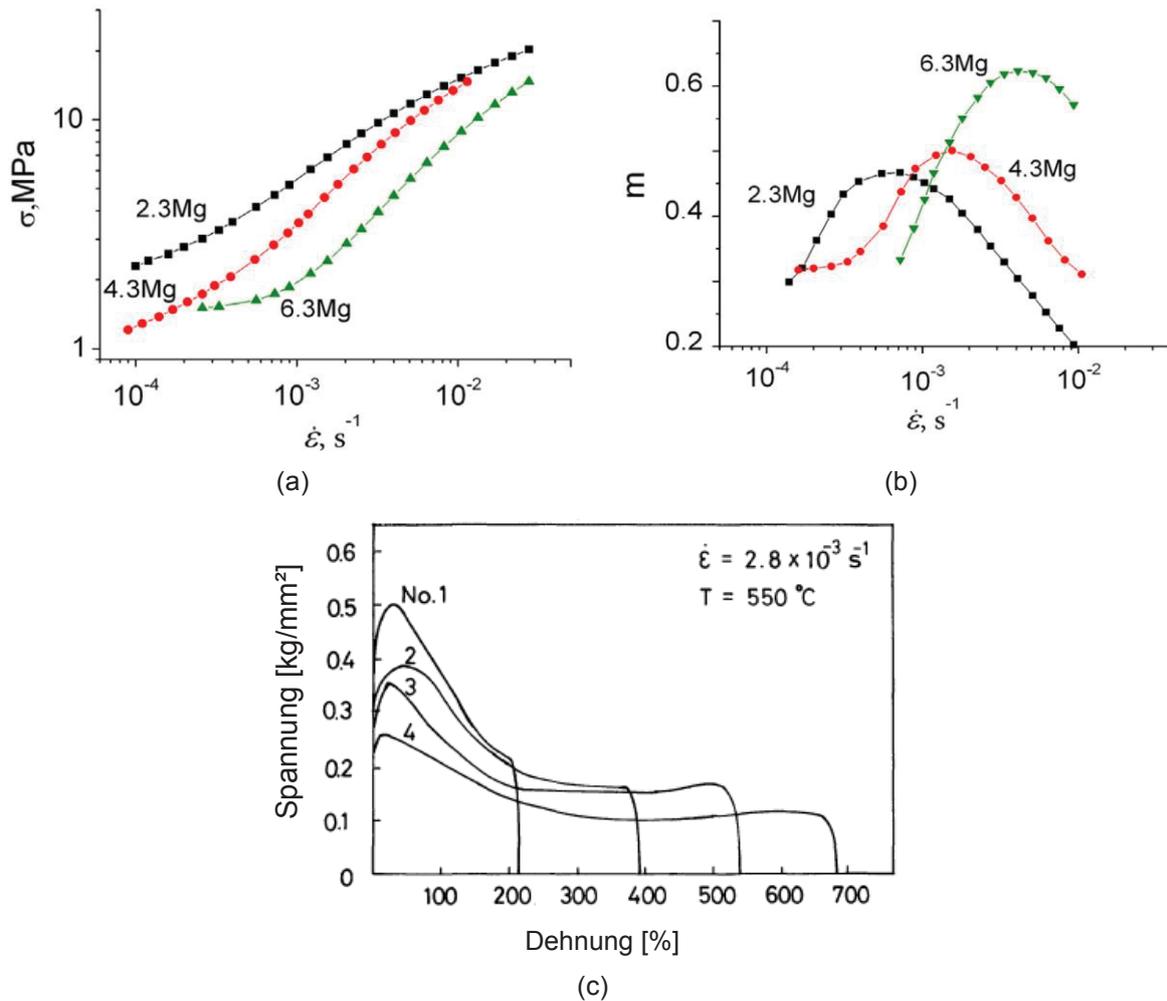


Abbildung 15: Abhängigkeit der (a) Fließspannung  $\sigma$  bzw. der (b) Dehnratenempfindlichkeit  $m$  von der Dehnratenempfindlichkeit  $\dot{\epsilon}$  für AlMgMnCr-Legierungen mit unterschiedlichem Mg-Gehalt bei Verformung bei  $0,97 \cdot T_{\text{solvus}}$  [95]; (c) Spannungs-Dehnungs-Kurven für eine AA5083-Legierung (No. 1) mit unterschiedlicher Zugabe von Kupfer; aufsteigend No. 2–4 mit 0,2 Massen-% Cu, 0,4 Massen-% Cu, 0,6 Massen-% Cu [100]

Mit der Zugabe von Kupfer bekommen Legierungen wie EN AW-5083 einen aushärtenden Charakter. [1, 100, 108, 109] Die oben erwähnten Cu-reichen Phasen verändern vor allem die Festigkeit im Einbauzustand deutlich. Darüber hinaus kann eine geringere Korngröße (nicht in [75]) und Fließspannung sowie erhöhte maximale Dehnung und Dehnratenempfindlichkeit erreicht werden. [100, 107] Die Ursache für die verbesserten superplastischen Eigenschaften liegt im Absinken der Schmelztemperatur durch das Zulegieren von Kupfer. [100] Wird in 5xxx-Al-Legierungen Kupfer hinzugefügt, sind eventuelle Nachteile, wie die Verschlechterung der Korrosionseigenschaften oder der Warmumformbarkeit, zu beachten. [108, 116]

Mangan und Chrom zählen zu den dispersoidbildenden Elementen in AlMgMn-Legierungen, Mangan ist jedoch auch in Primärphasen zu finden. Die feinen Partikel, die eine Löslichkeit bzw. Austauschbarkeit zwischen Mn, Fe und Cr aufweisen, wirken sich auf die Korngröße und die Festigkeit aus. Bei typischen Mn-Gehalten von 0,60 Massen-% und 1,00 Massen-% (Untersuchungen bis 1,6 Massen-%) und Cr-Gehalten um 0,10 Massen-% bilden sich neben

dem zuvor erwähnten  $\text{Al}_6\text{Mn}$  und  $\text{Al}_4\text{Mn}$  noch weitere Phasen:  $\text{Al}_{11}(\text{Mn,Cr})_4$ ,  $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3(\text{Mn,Cr})_2$ . [1, 82, 84, 93, 95, 98, 110, 111, 115] Der Vergleich zweier Legierungen, mit und ohne Chrom, zeigte sich eine höhere Dehnratenempfindlichkeit bei leicht erhöhter Dehnratespannung und niedrigerer Spannung sowie verringertes dynamisches Kornwachstum. [79]

## 3 Experimentelle Untersuchungen

Der Abschnitt „Experimentelle Untersuchungen“ beinhaltet die Beschreibung aller relevanten Prozesse und Versuche im Rahmen dieser Dissertation. Dies umfasst die Herstellung der Versuchslegierungen bzw. -bleche und deren thermomechanische Behandlungen sowie die verwendeten Analysemethoden inklusive der notwendigen Vorbereitungsmaßnahmen.

Die untersuchten Bleche können in zwei Gruppen unterteilt werden: Versuchslegierungen, deren gesamte Produktionsroute im Labormaßstab realisiert wurde, und industrielle Versuchsbleche, deren Produktion auf Industrieanlagen erfolgte. Die zuletzt genannten Aluminiumbleche erfuhren teilweise thermomechanische Prozessschritte, die nur auf großindustriellen Anlagen realisierbar sind. Im Folgenden sind die beiden Arten von Blechen getrennt voneinander beschrieben.

### 3.1 Versuchslegierungen

Die Prozessschritte zur Herstellung der Versuchslegierungen und Versuchsbleche sind in den nächsten Abschnitten der Reihenfolge nach erläutert.

#### 3.1.1 Schmelzen, Legieren und Gießen

Für die Herstellung der Versuchslegierungen wurden technisch reine Ausgangsstoffen bzw. industrielle Vorlegierungen verwendet. Aluminium, Magnesium und Zink (in Masseln), Silizium und Erbium (beide in stückiger Form) sowie Kupfer (granuliert) lagen als technische Reinstoffe vor. Für Mangan, Eisen und Zirkon fanden Vorlegierungen Verwendung, die 75 Massen-% (Mn, Fe, Cr) bzw. 10 Massen-% (Zr) des jeweiligen Elementes beinhalteten. AlMn75, AlFe75 und AlCr75 lagen als Briketts, AlZr10 in Massel-Form vor, das zur Kornfeinung genutzt TiB<sub>2</sub> als stangenförmige Al-TiB<sub>2</sub>-Vorlegierung.

Die Erschmelzung sowie die Legierungsarbeit erfolgten in einem widerstandsbeheizten Kipptiegelofen Nabertherm K20/13/S mit Graphittiegel mit einem Fassungsvermögen von ca. 30 kg flüssigem Aluminium.

Die Herstellung der Versuchslegierungen ist im Folgenden schrittweise aufgeführt:

- Beschickung des vorgewärmten Ofens mit warmen Aluminium-Masseln (Vorwärmtemperatur Ofen 800 °C, Masseln 200 °C)
- Vorwärmen der Kokillen auf 200 °C
- Temperatur-Messung der Schmelze nach ca. 3 h
- Einstellen der Ofentemperatur auf 760 °C

- Beimengen der Legierungselemente geordnet absteigend nach Schmelzpunkt und unter Berücksichtigung von Löslichkeit bzw. möglicher Verluste beim Schmelzen (Zr/Er/Cu/Zn-Mn-Fe-Si-Mg)
- Jeweils 15 min Haltezeit zwischen einzelnen Legierungselementen; auf eine ausreichende Durchmischung ist zu achten
- Nach Fertigstellung der Legierungsarbeit: Abkrätzen mit Schöpflöffel
- Zulegieren des Kornfeiners (ca. 1 g/kg Schmelze)
- Ziehen einer Funkenspektrometrie-Probe
- 15 min Entgasen mittels Graphit-Impeller; Spülgas Argon (99,99 % Reinheit), Durchfluss 14 l/min
- Erneutes Abkrätzen
- Halten bis die Gießtemperatur (740 °C) erreicht ist
- Aufheizen der Keramikschaumfilter in den Kokillen mittels Gasbrenner (Filter müssen zum Zeitpunkt des Abgusses rot bis orange glühen, um ein Verstopfen des Filters zu vermeiden)
- Abguss via Gieß-Eimer in drei vorgeheizte Kokillen

Um eventuelle Verluste durch Abbrand zu minimieren wurden die brikettierten Legierungselemente sowie die Si-Stücke in Alufolie gewickelt. Die Mg-Stücke wurden mit einer Tauchglocke bis zum Aufschmelzen (wenige Minuten) unter der Badoberfläche gehalten.

Alle benutzten Gefäße und Hilfsmittel, wie Tauchglocke u. a., wurden vor deren Einsatz mit einer Bornitrid-Schlichte geschlichtet, getrocknet und, falls nötig, ausgebrannt.

Die benötigten Mengen an Legierungselementen bzw. Vorlegierungen wurden rein stöchiometrisch berechnet. Nach dem Abguss und spektroskopischer Analyse der Zusammensetzung einer Probeschmelze musste die Menge an AlFe75 reduziert werden. Als mögliche Ursache für den erhöhten Fe-Gehalt in der Schmelze sind in erster Linie die Verunreinigungen der anderen Legierungselemente sowie der Al-Masseln zu nennen. Die eingewogenen Mengen an Legierungselementen sind in Tabelle 19 in Anhang A aufgelistet. In Tabelle 1 sind die chemischen Zusammensetzungen der Labor-Versuchslegierungen zusammengefasst. Die Analyse erfolgte wie in Abschnitt 3.4.2 beschrieben. Die Legierungen wurden nach dem variierten Legierungselement benannt, z. B. Mn 1. Die Versuchslegierung Mg 1 wurde verworfen, da diese den annähernd gleichen Mg-Gehalt wie die Standard-Variante aufwies. Abbildung 16 zeigt exemplarisch eine Abkühlkurve eines Gussbarrens aus der Labor-Produktion. Für die Temperaturmessung wurde ein Thermoelement in der Barrenmitte eingegossen.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der Versuchslegierungen im Labormaßstab; Durchschnittswerte aus sechs Funkenspektrometer-Messungen; Erbiumgehalt mittels ICP gemessen (inductively coupled plasma – induktiv gekoppeltes Plasma)

Legierung	Mg	Mn	Fe	Si	Cu	Zn	Zr	Er	Cr	Al
Gehalte in [Massen-%]										
<b>5182 Standard</b>	4,57	0,41	0,19	0,13	-	-	-	-	-	Rest
<b>Mg 2</b>	4,16	0,42	0,20	0,14	-	-	-	-	-	Rest
<b>Mg 3</b>	3,60	0,43	0,19	0,13	-	-	-	-	-	Rest
<b>Mn 1</b>	4,89	0,34	0,20	0,13	-	-	-	-	-	Rest
<b>Mn 2</b>	4,48	0,20	0,20	0,13	-	-	-	-	-	Rest
<b>Fe</b>	4,58	0,42	0,12	0,12	-	-	-	-	-	Rest
<b>Cu 1</b>	4,62	0,42	0,18	0,13	0,15	-	-	-	-	Rest
<b>Cu 2</b>	4,69	0,31	0,30	0,14	0,75	-	-	-	-	Rest
<b>Zn 1</b>	4,53	0,40	0,18	0,13	-	0,24	-	-	-	Rest
<b>Zn 2</b>	4,57	0,42	0,19	0,13	-	2,08	-	-	-	Rest
<b>Zr</b>	4,72	0,34	0,32	0,14	-	-	0,15	-	-	Rest
<b>Er</b>	4,89	0,46	0,21	0,16	-	-	-	0,08	-	Rest

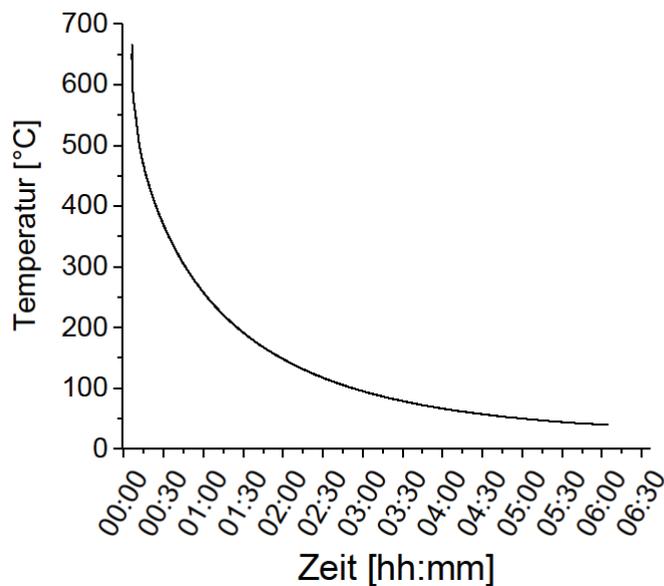


Abbildung 16: Abkühlkurve eines im Labor abgegossenen Gussbarrens; die Temperaturmessung erfolgte mittels eines eingegossenen Thermoelements in der Barrenmitte

Um die Randzonen sowie den Anguss möglichst zu vermeiden, wurden aus den erkalteten Gussbarren, vorzugsweise der erste der Gießreihenfolge, „Filetstücke“ heraus geschnitten. Die in weiterer Folge zu Walzbarren weiterverarbeiteten Filetstücke haben Abmessungen von  $174 \times 84 \times 44 \text{ mm}^3$ . Abbildung 17 zeigt einen Gussbarren ohne Kokille, ein derartiges „Filetstück“ sowie schematisch skizziert die relative Lage im Gussbarren. Der Abstand Grundfläche Gussbarren–Unterkante Walzbarren betrug 12 mm.

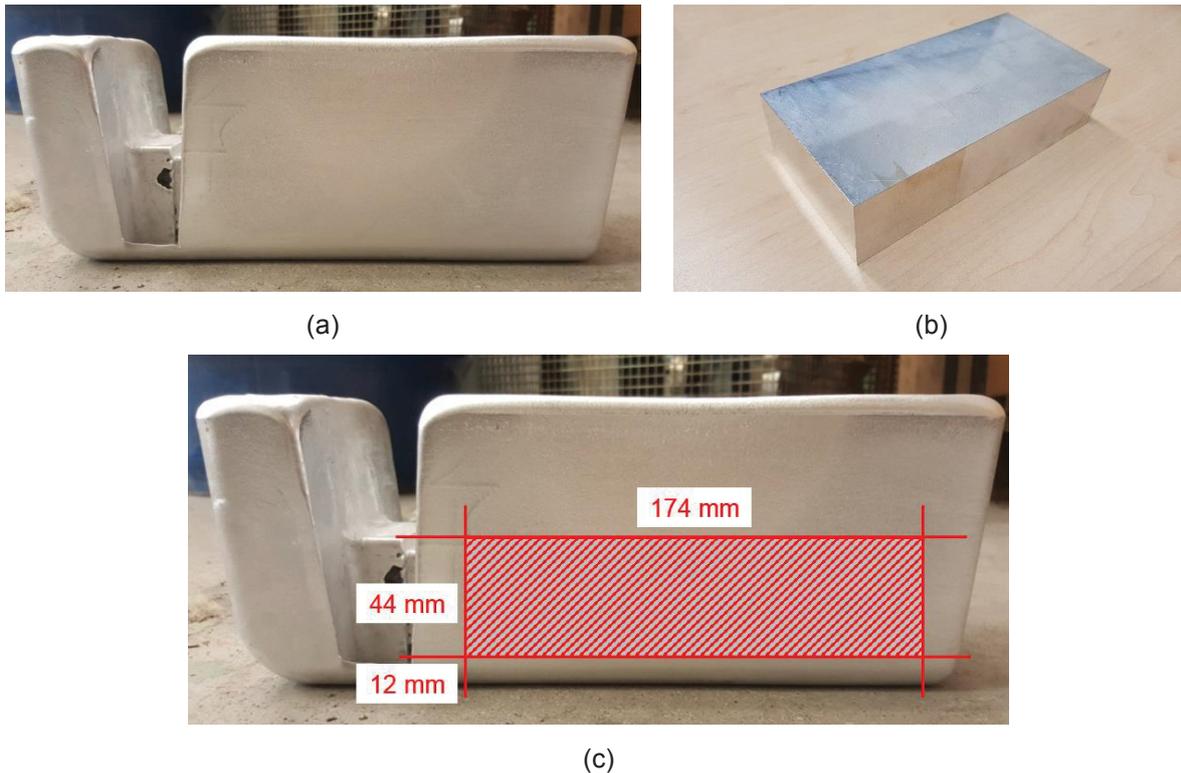


Abbildung 17: Gussbarren (a) im Originalzustand, (b) „Filetstück“ und (c) dessen relative Lage im Gussbarren schematisch skizziert

Als Vorbereitung für die nachfolgenden thermomechanischen Prozesse wurden die Filetstücke in der Mitte geteilt und auf die Endmaße  $80 \times 80 \times 40 \text{ mm}^3$  gefräst.

### 3.1.2 Homogenisierungen, Walzen und Wärmebehandlungen

Vor dem Walzen erfolgte für die Legierungen mit Zusatz von Kupfer, Zink, Erbium und Zirkon eine Homogenisierungsbehandlung. Durchgeführt wurde diese in einem Umluftofen Nabertherm N60/85 SHA. Eine graphische Darstellung der Temperaturverläufe ist in Abbildung 18 dargestellt.

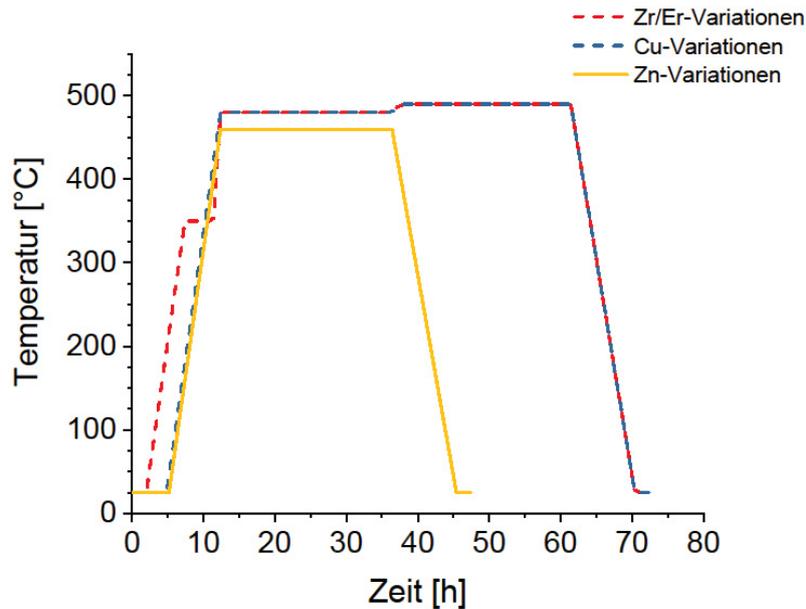


Abbildung 18: Schematische Darstellung der Zeit-Temperaturverläufe der durchgeführten Homogenisierungsbehandlungen

Die für die Zn-Varianten angewandte einstufige Homogenisierung umfasst 24 h halten bei 460 °C und eine Ofenabkühlung in 9 h auf Raumtemperatur. Diese Abkühlbedingungen gelten für alle Homogenisierungsbehandlungen. Die Aufheizgeschwindigkeit lag, wie bei allen Homogenisierungen bei 1 C/min. Die Cu-haltigen Legierungen erfuhren eine zweistufige Glühung mit 24 h bei 480 °C und 24 h bei 490 °C, mit einer Aufheizzeit von 1 h dazwischen. Für die Ausbildung von feinen  $\text{Al}_3(\text{Er,Zr})$  Dispersoiden ist eine Glühbehandlung im Temperaturbereich der maximalen Ausscheidung ebendieser Teilchen nötig. Aus diesem Grund verfügte die Homogenisierung für die Er-/Zr-haltigen Legierungen über eine dritte Haltestufe bei 350 °C für 4 h. Im Anschluss erfolgten, nach 4 h Aufheizzeit, die gleichen zwei Haltestufen bei 480 °C und 490 °C wie bei den Cu-Legierungsvariationen.

Die Weiterverarbeitung der gefrästen Walzbarren zu Versuchsblechen mit einer Enddicke von 1,2 mm erfolgte nach einem möglichst industriennahen Prozessschema. Dieses Schema umfasst sowohl einen Stichplan, der jenem der industriellen Produktion nachempfunden ist, als auch zwei verschiedene Wärmebehandlungen, um die Bedingungen in großindustriellen Öfen darzustellen. Abbildung 19 illustriert schematisch das Prozessschema.

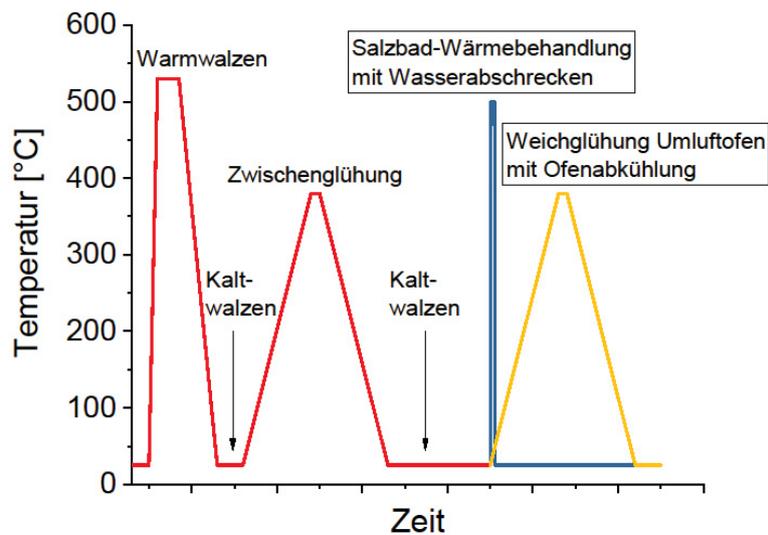


Abbildung 19: Thermomechanisches Prozessschema der Versuchsblechherstellung

Sämtliche im Labor hergestellten Versuchslegierungen wurden mit zwei unterschiedlichen Kaltwalzgraden, KWG, gewalzt: zum einen 63 %, was in etwa dem industriellen Standard entspricht, und 20 %. Der Kaltwalzgrad wird ab der Dicke *nach* dem Zwischenglühen berechnet. Die Warmbanddicke wurde jeweils in Anlehnung an Werte aus der industriellen Produktion angepasst, die Walzentemperatur bei diesem Schritt betrug ca. 90 °C. Der Walzprozess erfolgte an einem Versuchswalzgerüst mit einem Walzendurchmesser von 249 mm. Ein detailliertes Walzschema ist in

Tabelle 2 aufgeführt. Das abschließende Weichglühen ist auch in der industriellen Produktion vorgesehen, da der gängigste Materialzustand „O“ ist (z.B. EN AW-5182-O). Die Bleche der Legierung 5083 SPF wurden mit einem Kaltwalzgrad von 63 % und ohne abschließender Weichglühung hergestellt, da dies dem industriellen Auslieferungszustand „kaltverfestigt - extrahart“ (H19) entspricht.

Dem Zwischenglühen im Umluftofen sowie dem finalen Weichglühen, das im selben Ofen durchgeführt wurde, lag dieselbe Temperatur-Zeit-Kurve zugrunde, die in Abbildung 20 zu sehen ist. Diese entspricht dem Verlauf der Metalltemperatur in einem industriellen Bundofen.

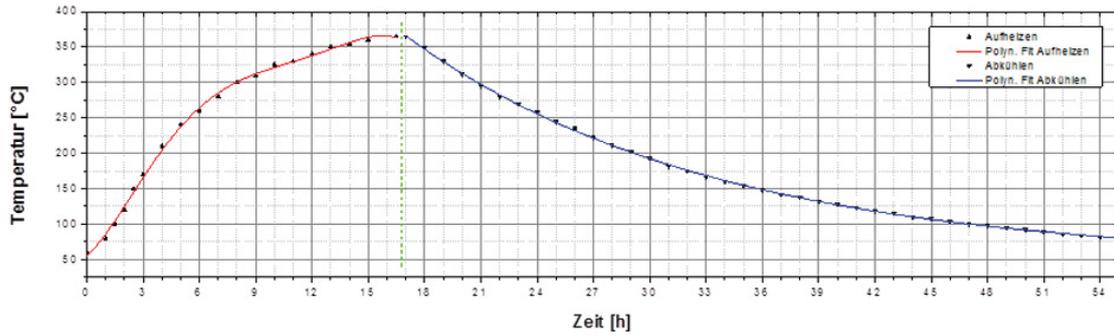


Abbildung 20: Temperatur-Zeit-Verlauf der Zwischen- und Weichglühung im Bundofen mit 1 h Haltezeit bei 370 °C

Tabelle 2: Walzschema für die Herstellung der Versuchslegierungen; KWG - Kaltwalzgrad

Schritt	63 % KWG		20 % KWG	
	Dicke t [mm]		Dicke t [mm]	
<b>Start</b>	40		40	
<b>Vorwärmen auf</b>				
<b>Warmwalztemperatur</b>	530		530	
<b>[°C]</b>	15		15	
<b>[min]</b>				
<b>Warmwalzen</b>	4,2		2,6	
<b>Kaltwalzen 1</b>	3,1		1,5	
<b>Zwischenglühen</b>				
<b>[°C]</b>	370		370	
<b>[min]</b>	60		60	
<b>Kaltwalzen 2</b>	1,2		1,2	
<b>Weichglühen</b>				
<b>Umluftofen</b>	<b>Salzbad</b>	370/60	500/5	370/60
<b>[°C/min]</b>	<b>[°C/min]</b>			500/5

Um die Temperaturverhältnisse des Banddurchzugsofens im kleinen Maßstab zu rekonstruieren, ist eine Wärmebehandlung im Salzbad mit anschließendem Abschrecken in Wasser (engl. water quenching WQ) eine etablierte Methode, die auch für diese Arbeit angewendet wurde. Die Haltezeit betrug 5 min, die Salzbadtemperatur 500 °C.

Die Versuchslegierungsbleche lagen am Ende der Prozessroute in vier unterschiedlichen Zuständen vor:

- 63 % Kaltwalzgrad, 370 °C Umluftofen-Weichglühung: dieser Zustand entspricht dem industriellen Ausgangsmaterial
- 20 % Kaltwalzgrad, 370 °C Umluftofen-Weichglühung
- 63 °C Kaltwalzgrad, 500 °C Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken
- 20 °C Kaltwalzgrad, 500 °C Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken

## **3.2 Industrielle Versuchsbleche**

Im Rahmen dieser Dissertation wurden zahlreiche unterschiedliche Versuchsbleche im industriellen Maßstab produziert. Dabei erfolgten Variationen des Kaltwalzgrades, der Wärmebehandlung, deren Temperatur, Aufheiz- und Abkühlrate und von etwaigen Vorverformungen. In diesem Kapitel werden diese industriellen Versuchsbleche erläutert.

### **3.2.1 Basis EN AW-5182**

Eine der Zielsetzungen dieser Dissertation lag auf der Optimierung von industriell hergestellten Blechen der Legierung EN AW-5182. Stufenweise tiefer in den Herstellungsprozess eingreifend wurden unterschiedlichste Wärmebehandlungen der bereits vorliegenden Bleche untersucht, Vorverformung mittels verschiedener Methoden aufgebracht sowie diverse Kaltwalzgrade realisiert. Zur genaueren Untersuchung wurden ausgewählte Prozessvariationen kombiniert und genauer untersucht. Allen industriellen Versuchsblechen gemein sind die Guss- und Erstarrungsbedingungen der großindustriellen Produktion sowie der Walzprozess an großindustriellen Quarto- bzw. Duo-Walzgerüsten. Das Streck- und Biegerichten erfolgte ebenfalls an den entsprechenden großtechnischen Anlagen.

In den nachfolgenden Tabelle 3+4 wird ein Überblick zu den eingehend analysierten industriellen Versuchsblechen gegeben.

Tabelle 3: Überblick zu den untersuchten industriellen Versuchsbleche mit Standard-Walzprozess;  
KWG - Kaltwalzgrad

Prozessvariation	Kaltwalzgrad	Weichglühung	Aufheizen	Abkühlung
	[%]	[°C] [min]		
<b>Industrie-Standard</b>	63	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>Standard FastHeat</b>	63	400 30/60/120	Schnell	Im Ofen
<b>Standard FastHeat</b>	63	400 30/60/120	Schnell	An Luft
<b>Standard FastHeat</b>	63	450 30/60/120	Schnell	Im Ofen
<b>Standard FastHeat</b>	63	450 30/60/120	Schnell	An Luft
<b>Standard FastHeat</b>	63	500 30/60/120	Schnell	Im Ofen
<b>Standard FastHeat</b>	63	500 30/60/120	Schnell	An Luft
<b>Industrie-Standard Temperatur</b>	63	450 60	Langsam	Im Ofen
<b>Industrie-Standard Temperatur</b>	63	500 60	Langsam	Im Ofen

Tabelle 4: Überblick zu den untersuchten industriellen Versuchsbleche mit verändertem Walzprozess und Vorverformung; KWG - Kaltwalzgrad

Prozessvariation	Kaltwalzgrad	Weichglühung	Bei der Weichglühung	
			Aufheizen	Abkühlung
	[%]	[°C] [min]		
<b>4 % Dressiergrad</b>	63	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>10 % Dressiergrad</b>	63	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>0,6 % Streckrichten</b>	63	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>15 mm Biegerichten</b>	63	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>Reduzierter KWG</b>	25	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>Reduzierter KWG</b>	15	500 60	Langsam	Im Ofen
<b>Red. KWG und Richten</b>	25	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>Reduzierter KWG Salzbad</b>	18	500 5	Sehr schnell	Wasser Abschrecken
<b>Versuchswalzgerüst Umluftofen</b>	63	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>Versuchswalzgerüst Umluftofen</b>	20	370 60	Langsam	Im Ofen
<b>Versuchswalzgerüst Salzbad</b>	63	500 50	Sehr schnell	Wasser Abschrecken
<b>Versuchswalzgerüst Salzbad</b>	20	500 5	Sehr schnell	Wasser Abschrecken

Um die erfolversprechendsten Parameter Kaltwalzgrad, Wärmebehandlungsart und Glühtemperatur herauszufinden, wurden in Kooperation mit AMAG rolling GmbH eine große Anzahl an zusätzlichen Versuchen durchgeführt. Die Tests umfassten die folgenden Parameter:

- Kaltwalzgrade 15 % und 25 % jeweils mit Umluftofen-Glühung (370 °C/400 °C/450 °C/500 °C) und Salzbad-Wärmebehandlung (450 °C/500 °C)
- Für die Salzbad-Behandlung bei 450 °C und 500 °C: 4–18 % Kaltwalzgrad (in 2 % Schritten)
- An Material mit 63 % Kaltwalzgrad: 350–475 °C Salzbad-Wärmebehandlungen (in 25 °C Schritten)

Die Beweggründe für diese Versuchsreihen sowie die wichtigsten Ergebnisse sind in Kapitel 4.6.3 angeführt.

In weiterer Folge werden als Standard für industrielle Versuchsbleche jene mit 63 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen mit Ofenabkühlung herangezogen.

Die chemische Zusammensetzung der industriellen Versuchsbleche ist in Tabelle 5 angegeben.

Tabelle 5: Chemische Zusammensetzung der industriellen Versuchsbleche

Legierung	Mg	Mn	Fe	Si	Al
	Gehalte in Massen-%				
<b>5182 Industrie</b>	4,74	0,44	0,24	0,12	Rest

### 3.2.2 Basis EN AW-5083

Die Untersuchungen zur superplastischen Umformung erfolgten an industriell hergestellten Blechen mit zwei voneinander abweichenden chemischen Zusammensetzungen. Beide Legierungen basieren auf einer handelsüblichen EN AW-5083 Legierung, wobei eine einen verringerten Mangangehalt aufweist. Die chemische Zusammensetzung der Bleche ist in Tabelle 6 angeführt. Die Blechstärke beträgt 1,35 mm. Da die Bleche während der superplastischen Verformung dynamisch rekristallisieren, wird im Allgemeinen, wie auch beim vorliegenden Material, der Ausgangszustand „kaltverfestigt extrahart“ (H19) gewählt.

Tabelle 6: Chemische Zusammensetzung der untersuchten industriell produzierten Legierungen für superplastische Verformung auf Basis EN AW-5083

Legierung	Mg	Mn	Fe	Si	Cr	Al
	Gehalte in Massen-%					
<b>5083.SPF</b>	4,60	0,86	0,16	0,03	0,09	Rest
<b>Standard</b>	4,60	0,86	0,16	0,03	0,09	Rest
<b>Mn reduziert</b>	4,74	0,65	0,14	0,03	0,09	Rest

### 3.3 Uniaxiale Zugversuche

Alle Festigkeiten, Dehnungen sowie die Beurteilung der Oberflächenqualität hinsichtlich Fließfiguren wurden im Rahmen von uniaxialen Zugversuchen bei Raumtemperatur ermittelt. Ebenso dienten uniaxiale Zugversuche bei Temperaturen zwischen 410 °C und 530 °C sowie unterschiedlichen Dehnraten zur Feststellung der maximal auftretenden Dehnungen und Spannungen bei superplastischer Verformung.

#### 3.3.1 Zugversuche „Fließfiguren“

Zur Bestimmung der mechanischen Kennwerte und zur Analyse der Fließfigurenausbildung sowohl der im Labor erzeugten Versuchsbleche als auch der industriellen Versuchsblechen auf Basis EN AW-5182 wurden uniaxiale Zugversuche bei Raumtemperatur durchgeführt. Zum Einsatz kam eine Universalprüfmaschine BT1-FR100THW von Zwick-Roell mit einer 50 kN Kraftmessdose und einer EC2152 Temperierkammer. Die Prüfparameter richteten sich nach DIN ISO 6892-1:2009, nach welcher auch die Probenform ausgewählt wurde. Die geprüften Flachproben wiesen bei 120 mm Versuchslänge eine Anfangsmesslänge von 80 mm und eine Anfangsbreite von 20 mm auf. Die Probendicke entsprach der Blechdicke: 1,2 mm bei den Versuchslegierungsblechen, 1,15 mm bei den industriellen Blechen. Die Standardeinstellungen der Prüfgeschwindigkeit sind in Tabelle 7 aufgelistet.

Tabelle 7: Verwendete Standard-Einstellungen in der Zugprüf-Software testXpert II für Prüfgeschwindigkeiten

Parameter	Aktivierung	Regelung	Geschwindigkeit
			[s <sup>-1</sup> ]
Prüfphase E-Modul-ermittlung	Ja	-	-
Geschwindigkeit E-Modul	Ja	Lagegeregelt	0,0003
E-Modul per Hystereseschleife	Nein	-	-
Prüfphase Streckgrenze	Ja Mit Fließdehnung	-	-
Geschwindigkeit Streckgrenze	Ja	Lagegeregelt	0,0003
Geschwindigkeit im Fließbereich	Nein	-	-
Prüfgeschwindigkeit	-	Lagegeregelt	0,0067

Zusätzlich zu der normgerechten uniaxialen Zugprüfung kamen folgende Prüfparameter zum Einsatz:

- Zugprüfung unter konstanter Dehnrates:  $16,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $6,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
- Zugprüfung bei erhöhter Temperatur: 35 °C, 45 °C, 55 °C

Für die Zugversuche bei erhöhter Temperatur umschloss die Temperierkammer die gesamte Probeneinspannvorrichtung inklusive Probe. Die Einspann-Backen wurden vor der Zugprüfung für 2 h auf die gewünschte Temperatur gebracht, die fixierten Proben weitere 15 min.

Ein zentraler Punkt dieser Dissertation ist die Beurteilung der optischen Ausprägung der Fließfiguren, insbesondere der Lüderslinien. Um die Oberflächenqualität während der gesamten Umformung vergleichen zu können, wurde eine fünfteilige Skala nach dem Schulnoten-System eingeführt. Die Erläuterung der in weiterer Folge genutzten Maßeinteilung ist in Tabelle 8 aufgelistet.

Tabelle 8: Skala zur Bewertung der optischen Ausprägung von Fließfiguren

<b>Bewertung</b>	<b>Erläuterung</b>
1	Keine sichtbaren Fließfiguren
2	Geringe bis sehr geringe, aber sichtbare Fließfiguren
3	Deutlich sichtbar während der Verformung, danach nur mittelstark
4	Sehr deutlich ausgeprägt während und nach der Verformung
5	Sehr starke Ausprägung zu jedem Zeitpunkt

### 3.3.2 Zugversuche „Superplastische Verformung“

Um das Verformungsverhalten und die mechanischen Kennwerte während der superplastischen Verformung ermitteln zu können, sind Warmzugversuche bei geeigneten Parametern Temperatur und Dehnraten durchzuführen. In Anlehnung an tatsächliche Bedingungen wurden die in Tabelle 9 angeführten Temperaturen und konstanten Dehnraten gewählt.

Tabelle 9: Temperaturen und konstante Dehnraten für Warmzugversuche

<b>Temperatur</b>	<b>Dehnraten</b>
[°C]	[s <sup>-1</sup> ]
410	10 <sup>-2</sup>
470	5*10 <sup>-4</sup>
530	5*10 <sup>-5</sup>

Auf Grund der extremen Belastungen bei den getesteten Temperaturen, den zu erwartenden hohen Dehnungen und der vorhandenen Prüfeinrichtung wurde in Anlehnung an EN ISO 6892-2:2009 Anhang A.2 die unten abgebildete Probenform gewählt (siehe Abbildung 21).

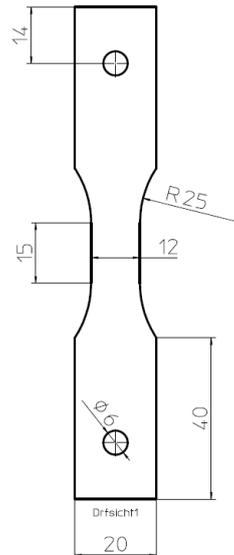


Abbildung 21: Probenform für Warmzugversuche; Abmessungen in mm

Da eine kraftschlüssige Probeneinspannung mittels Backen, wie bei den Zugversuchen zum Thema Fließfiguren, für die Warmzugversuche nicht geeignet ist, musste eine alternative Probenhalterung konstruiert werden. Parallel mit der Wahl der Probenform konnte die in Abbildung 22a abgebildete Halterung entwickelt werden. Die Fixierung der Probe erfolgte mit einer wärmebeständigen Stahlschraube und einer Mutter. Um negative Einflüsse der Temperatureinwirkung ausschließen zu können fiel die Werkstoffwahl auf einen Warmarbeitsstahl (Werkstoffnummer 1.2343). Reibung oder Anschweißungen zwischen Probe und Probenhalter sind mit dem Auftragen einer Bornitrid-Schlichte auf die Probenköpfe nicht zu erwarten.

Das Aufheizen auf Prüftemperatur der Probeneinspannung mit eingespannter Probe ging in einem längs teilbaren Hochtemperaturofen in 1 h vonstatten. Abbildung 22b zeigt den Aufbau nach erfolgter Prüfung.

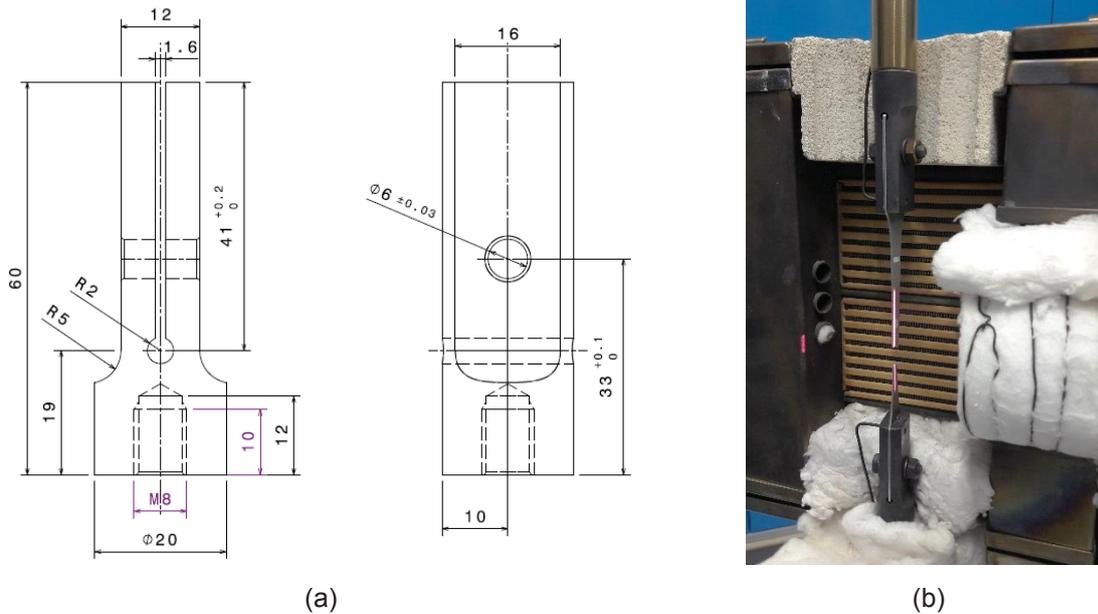


Abbildung 22: Konstruktionszeichnung des neu entwickelten Probenhalters für Warmzugversuche (a), tatsächlicher Versuchsaufbau mit geöffnetem Ofen (b)

Nachdem sich in Vorversuchen die Dehnungsmessung mittels Laser-Extensometer als ungeeignet für derart hohe Verlängerungen herausgestellt hat, diente der Verfahrenweg der Traverse der Zugprüfmaschine als Bezugswert zur Umrechnung in Dehnungswerte.

Da der Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie nicht über die für die oben beschriebenen Warmzugversuche verfügt, wurden diese in Kooperation mit dem Österreichischen Gießerei Institut (ÖGI) durchgeführt.

### 3.4 Metallographie, Lichtmikroskopie und Elektronenmikroskopie

Der folgende Abschnitt behandelt die metallographischen Schritte und Prozesse, die zur Herstellung und Präparation der Proben notwendig sind sowie die licht- bzw. elektronenmikroskopischen Analysemethoden. Die Beschreibung erfolgt entlang der Produktionsroute vom Guss bis hin zur Analyse im Rasterelektronenmikroskop (REM).

#### 3.4.1 Metallographische Probenpräparation

Die metallographische Probenvorbereitung und deren Präparation umfassen zumeist die gleichen Schritte. Für einzelne Fälle wurden diese gegebenenfalls adaptiert.

Blechproben müssen für den Schleif- und Poliervorgang eingebettet werden. Für Aluminiumbleche ist eine kaltaushärtende Einbettmasse vorteilhaft. Bei den in dieser Arbeit untersuchten Blechproben kam das 2-Komponenten-Epoxidharz Araldit DBF BD zum Einsatz.

Der Schleif- und Poliervorgang beinhaltet mehrere Schritte, die nachfolgend aufgelistet sind. Falls nicht anders angegeben diente Wasser als Schmiermittel. Sämtliche Schleif- und Polierschritte wurden an einer Struers Tegramin 30 Schleif- und Poliermaschine durchgeführt.

- SiC-Schleifpapier Körnung 240 (nur bei Beizscheiben)
- SiC-Schleifpapier Körnung 800
- SiC-Schleifpapier Körnung 1200
- SiC-Schleifscheibe Körnung 2000
- SiC-Schleifscheibe Körnung 4000
- Polierscheibe Struers MD Chem, 3 µm Diamant-Suspension, Schmiermittel Struers DP blau
- Polierscheibe Struers MD Floc, 1 µm Diamant-Suspension, Schmiermittel Struers DP blau
- Polierscheibe Struers MD Chem, Schmiermittel OP-S (kolloidale SiO<sub>2</sub>-Suspension, 0,04 µm)

Die Dauer der einzelnen Schritte ist den Gegebenheiten anzupassen, liegt zumeist zwischen 2 und 5 min und kann sich im Einzelfall auf bis zu 15 min erhöhen.

Für gleichmäßiges, automatisiertes Schleifen und Polieren von eingebetteten Proben stand ein Probenhalter für bis zu sechs Proben zur Verfügung, Beizscheiben mussten manuell gehandhabt werden.

Für das Messen der Korngröße erfolgte eine elektrochemische Ätzung nach Barker der Proben bzw. der zu untersuchenden Stelle der Probe. Der Elektrolyt setzt sich aus 200 ml destilliertem Wasser und 10 ml Tetrafluorborsäure HBF<sub>4</sub> zusammen. An der Ätzmaschine Struers Lectropol-5 wurde eine Spannung von 24 V bei 50 s Ätzdauer gewählt.

### 3.4.2 Analyse Gussgefüge, Funkenspektroskopie

Im Rahmen des Zuschnittes der „Filetstücke“ aus den Gussbarren wurde angussseitig an der Stirnfläche des „Filetstücks“ eine ca. 8 mm dicke Beizscheibe senkrecht herausgearbeitet. Diese diente bei allen Abgüssen der Analyse der tatsächlichen chemischen Zusammensetzung der späteren Walzbarren sowie zur Ermittlung des Gussgefüges. Abbildung 23 zeigt exemplarisch eine Beizscheibe, die Markierungen entsprechen den Messpunkten des Funkenspektrometers, die sich auf der Rückseite befinden. Die aufgelisteten chemischen Zusammensetzungen stellen einen Mittelwert aus diesen sechs Messpunkten dar.

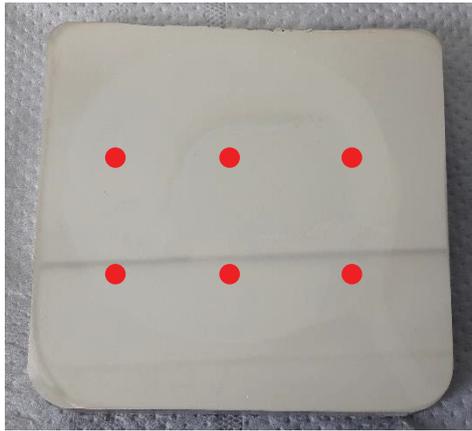


Abbildung 23: Exemplarische Darstellung einer Beizscheibe; die Markierungen stellen die Messpunkte des Funkenspektrometers dar

Da die Mitte des Gussbarrens am langsamsten erstarrt, somit das gröbste Gussgefüge dort zu erwarten ist, und sich dieser Bereich in den späteren Walzbarren befindet, erfolgte die Analyse des Gussgefüges an dieser Stelle. Die Barker-Ätzung wurde mit Hilfe einer Kunststoff-Maskierung nur an dieser Position durchgeführt.

### 3.4.3 Analyse Korngröße

Für die Analyse der Korngröße, sowohl im Gusszustand als auch bei den gewalzten Blechen, kam ein Linienschnitt-Verfahren zum Einsatz, das mit Hilfe der Software „PxF Workbench“ von Pixelferber (mit der Erweiterung „Grain size“) teilautomatisiert ausgeführt werden konnte. Für die schrittweise Handhabung des Programmes sei auf das Handbuch des Herstellers verwiesen.

Abbildung 24 zeigt exemplarisch einen Teilschritt der Korngrößenauswertung an einer nach Barker geätzten Probe. Die gelben Markierungen zeigen die Schnittpunkte des Messrasters mit Korngrenzen an. Anhand dieser Schnittpunkte, deren Anzahl sowie der Länge der Linien des Messrasters werden, abhängig von den gewählten Einstellungen, Messwerte errechnet. Abbildung 24 zeigt einen Bildausschnitt der Software während der Messung. Für die vorliegende Dissertation wurde der mittleren Sehnenlänge als Wert für die Korngröße der Vorzug gegeben. Gegenüber anderen Messwerten, wie dem mittleren Feret-Durchmesser oder der mittleren Kornfläche, zeigt die Sehnenlänge eine höhere Unempfindlichkeit gegenüber Ausreißern nach oben und unten sowie einen erleichterten bzw. verständlicheren Umgang im Alltag.

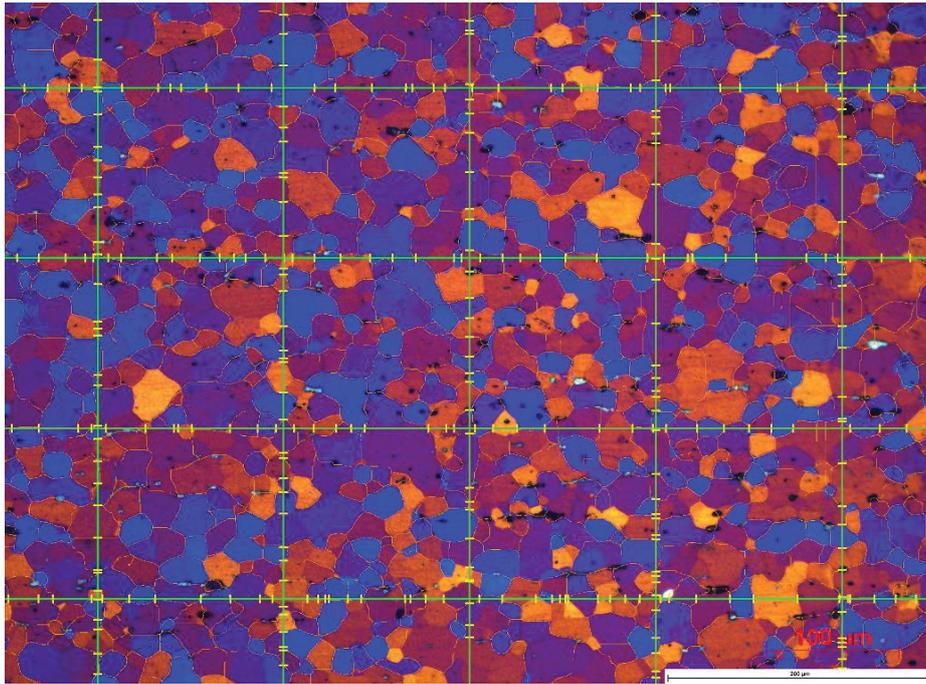


Abbildung 24: Bildausschnitt der Software „PxWorkbench“ mit Erweiterung „Grain size“ während der Korngrößenmessung; gelbe Markierungen zeigen Schnittpunkte des Messrasters mit Korngrenzen an

Die Messung der Korngrößen an den eigenen Versuchsblechen erfolgte longitudinal (L-Richtung, parallel zur Walzrichtung) und transversal (LT-Richtung, normal zur Walzrichtung), wie in Abbildung 25 schematisch skizziert.

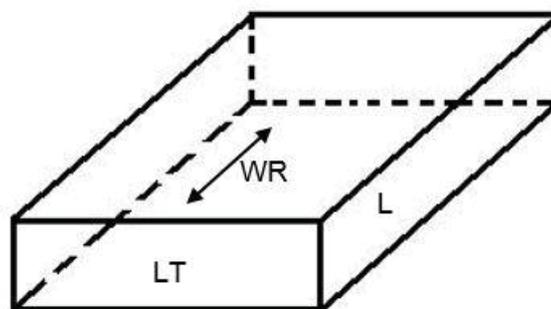


Abbildung 25: Schematische Darstellung der Probenlage relativ zur Walzrichtung (WR); longitudinal (L) und transversal (LT)

### 3.4.4 Elektronenmikroskopie

Für Aufnahmen mit hoher Vergrößerung, die Ermittlung von Phasenanteilen sowie das Sichtbarmachen von Versetzungsstrukturen in massiven Proben kamen Rasterelektronenmikroskope (REM) zum Einsatz. Auch die Texturanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung (electron back scatter diffraction; EBSD) wird am REM durchgeführt. Die Untersuchungen wurden an einem JEOL 7200F mit Feldemissionsquelle (field emission gun FEG) und AZtec Software von Oxford Instruments ausgeführt. Versetzungsanalysen mittels Electron Channeling Contrast Imaging ECCI konnten in

Zusammenarbeit mit dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung MPIE in Düsseldorf, Deutschland, an einem Zeiss Merlin FEG-REM realisiert werden.

Die Probenvorbereitung für REM-Untersuchungen umfasst im Wesentlichen die in Abschnitt 3.4.1 beschriebenen metallographischen Schritte, wobei auf eine möglichst makellose Politur geachtet werden muss. Da es nur wenig Erfahrungswerte mit ECCI an Al-Mg-Legierungen gab, führte das MPIE eine Studie zur optimalen Präparationsmethode durch. Die besten Ergebnisse konnten schlussendlich mit folgender Präparation erzielt werden:

- Konventionelles Schleifen, Schleifscheiben Körnung bis 4000
- Polieren mit Diamant-Suspension 3  $\mu\text{m}$
- Polieren mit  $\text{SiO}_2$ -Suspension OP-S
- Ion-Milling (Ionenstrahlätzen) für 5-7 h

Im REM müssen die Proben leitfähig sein, um elektrostatische Aufladungen zu vermeiden und ein bestmögliches Fokussieren zu ermöglichen. Dies wurde entweder durch das Weglassen der Einbettmasse, wie im Falle der ECCI-Untersuchungen, oder durch das Abkleben der nichtleitenden Probenoberfläche mit Kupfer-Klebeband erreicht.

Die Parameter für die ECCI-Analysen sind in Tabelle 10 auf gelistet.

Tabelle 10: REM-Parameter für Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) Untersuchungen

<b>Beschleunigungs spannung</b>	<b>Probenstrom</b>	<b>Arbeitsabstand</b>
[kV]	[nA]	[mm]
30	3,0	7,3

## 4 Ergebnisse

Das folgende Kapitel befasst sich mit der Darlegung aller Ergebnisse, die die Versuchsreihen zu den Themenbereichen „Fließfiguren“ und „superplastische Verformung“ hervorgebracht haben. Die Gliederung der Resultate erfolgt aufeinander aufbauend. Im Fall der Experimente zum Thema „Fließfiguren“ bedeutet dies, dass die Unterteilung vom Guss, über die Herstellung bzw. deren Endergebnis (das fertige Blech) hin zu den Zugversuchen geschieht. Versuchslegierungsbleche und industrielle Versuchsbleche werden getrennt voneinander behandelt.

### 4.1 Konventionelle Verformung

#### 4.1.1 Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit

Wie in den Kapiteln 2.2.2 und 2.3.2 beschrieben, haben die Umformtemperatur wie auch die Verformungsgeschwindigkeit einen deutlichen Einfluss auf die Ausbildung von Fließfiguren, besonders auf jene vom Typ B. Um die Abhängigkeit von der Temperatur bzw. der Dehnraten am vorliegenden industriellen Standardmaterial EN AW-5182 bestimmen zu können, wurden uniaxiale Zugversuche an erhöhter Temperatur und bei unterschiedlichen konstanten Dehnraten durchgeführt. Abbildung 26 zeigt einen Vergleich zwischen den untersuchten Prüfbedingungen.

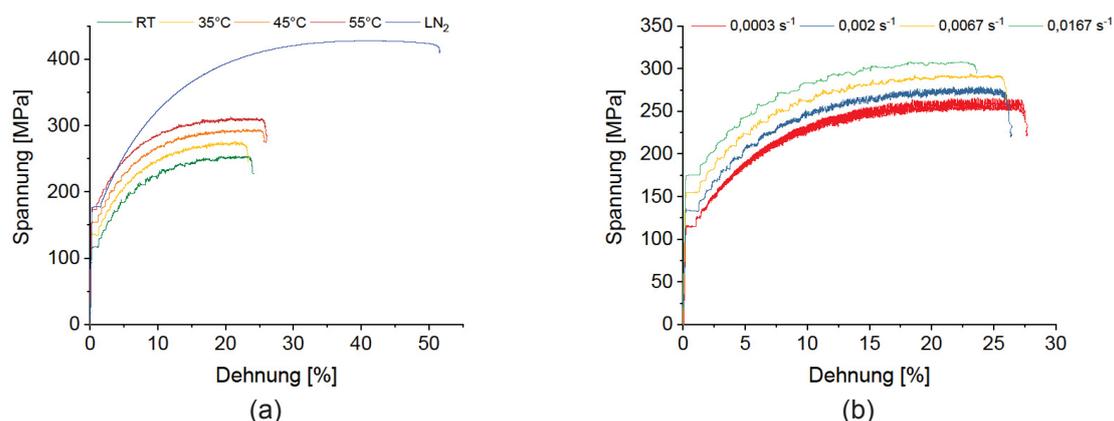


Abbildung 26: Spannungs-Dehnungs-Diagramm an industriellem EN AW-5182 bei unterschiedlichen Prüftemperaturen (a) und mehreren konstanten Dehnraten (b); zur besseren Übersichtlichkeit sind die Kurven um 15 MPa (a) bzw. 20 MPa (b) nach unten oder oben verschoben, Referenzkurven 45 °C (a) bzw.  $6,7 \cdot 10^{-3}$  (b); LN<sub>2</sub>-Kurve in (a) ist nicht verschoben dargestellt

Mit steigender Prüftemperatur ist eine Reduktion der Spannungsausschläge im Bereich des dynamischen Reckalterung erkennbar (siehe Abbildung 26a). Bei der Lüdersdehnung kann ebenfalls eine Verringerung festgestellt werden, diese ist jedoch nur schwach ausgeprägt, wie in Abbildung 26a zu sehen ist. Eklatant ist der Unterschied in der Höhe und der Frequenz der

serrations zwischen den Verformungsgeschwindigkeiten: bei  $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sind beide Merkmale am deutlichsten, wie die rote Kurve in Abbildung 26b belegt. Generell weisen Ausmaß und Frequenz eine umgekehrte Proportionalität zur Dehnrage auf. Die Lüdersdehnung wird hingegen kaum beeinflusst.

#### 4.1.2 Gussgefüge Versuchslegierungsbleche

Die Beizscheiben der Versuchslegierungen (siehe Abschnitt 3.1.1) wurden wie in den Abschnitten 3.4.1 bis 3.4.3 präpariert und vermessen. Die daraus resultierenden Gusskorngrößen sind in Tabelle 11 aufgelistet.

Tabelle 11: Gusskorngrößen der Versuchslegierungen (siehe Tabelle 1)

<b>Legierung</b>	<b>Gusskorngröße</b>
	[ $\mu\text{m}$ ]
<b>5182 Standard</b>	98,2
<b>Mg 2</b>	72,5
<b>Mg 3</b>	96,9
<b>Mn 1</b>	110,0
<b>Mn 2</b>	106,7
<b>Fe</b>	100,0
<b>Cu 1</b>	94,4
<b>Cu 2</b>	100,1
<b>Zn 1</b>	141,1
<b>Zn 2</b>	91,6
<b>Zr</b>	206,1
<b>Er</b>	119,4
<b>5083 SPF</b>	116,8

#### 4.1.3 Gefügeanalyse an Versuchslegierungsblechen

An allen realisierten Zuständen der Versuchslegierungsbleche, siehe Abschnitt 3.1.2, erfolgte eine Analyse der Korngröße. Die Ergebnisse für Longitudinal- (L-) und Transversal- (LT-) Richtung sind in Tabelle 12 aufgeführt.

Tabelle 12: Korngrößen der eigenen Versuchsbleche in L- und LT-Richtung; \* besonders große Abweichungen der maximalen von der mittleren Korngröße

Legierung	Kaltwalzgrad	Wärmebehandlung	Mittlere Korngröße L-Richtung	Mittlere Korngröße LT-Richtung
	[%]		[ $\mu\text{m}$ ]	[ $\mu\text{m}$ ]
<b>5182 Standard</b>	63	Umluftofen	14,4	13,1
	20	Umluftofen	20,7*	11,9*
	63	Salzbad	15,4	15,7
	20	Salzbad	34,1	26,5
<b>Mg 2</b>	63	Umluftofen	15,8	16,0
	20	Umluftofen	47,0*	40,3*
	63	Salzbad	16,0	16,0
	20	Salzbad	35,8	39,7
<b>Mg 3</b>	63	Umluftofen	15,9	16,5
	20	Umluftofen	22,8*	28,1*
	63	Salzbad	15,0	16,4
	20	Salzbad	40,3	40,8
<b>Mn 1</b>	63	Umluftofen	15,2	15,4
	20	Umluftofen	56,6	74,2*
	63	Salzbad	17,1	17,3
	20	Salzbad	36,8	35,6
<b>Mn 2</b>	63	Umluftofen	16,1*	16,1*
	20	Umluftofen	68,1*	52,7*
	63	Salzbad	26,7	27,6
	20	Salzbad	38,9	44,3
<b>Fe</b>	63	Umluftofen	15,6	15,3
	20	Umluftofen	36,9	40,5
	63	Salzbad	15,7	16,5
	20	Salzbad	33,3	34,2
<b>Cu 1</b>	63	Umluftofen	13,7	14,5
	20	Umluftofen	37,2	36,5
	63	Salzbad	23,2	24,0
	20	Salzbad	30,7	31,1
<b>Cu 2</b>	63	Umluftofen	13,0	12,1
	63	Salzbad	21,3	20,6
<b>Zn 1</b>	63	Umluftofen	15,7	18,3
	20	Umluftofen	38,4	39,5
	63	Salzbad	14,3	16,5
	20	Salzbad	31,4	31,9
<b>Zn 2</b>	63	Umluftofen	16,0	16,1
	20	Umluftofen	45,6	52,6
	63	Salzbad	11,4	11,5
	20	Salzbad	28,0	28,9
<b>Zr</b>	63	Umluftofen	17,7*	14,8*
	20	Umluftofen	18,9*	21,0*
	63	Salzbad	11,0*	11,9*
	20	Salzbad	19,1*	23,2*
<b>Er</b>	63	Umluftofen	13,3	13,3
	20	Umluftofen	33,5	33,3
	63	Salzbad	16,0	17,0
	20	Salzbad	27,3	26,7

Die unterschiedlichen thermomechanischen Prozessführungen erzeugen unterschiedliche Mikrostrukturen, die sich in vier große Gruppen einteilen lassen. Abbildung 27 stellt diese Gefüge-„Klassen“ gegenüber.

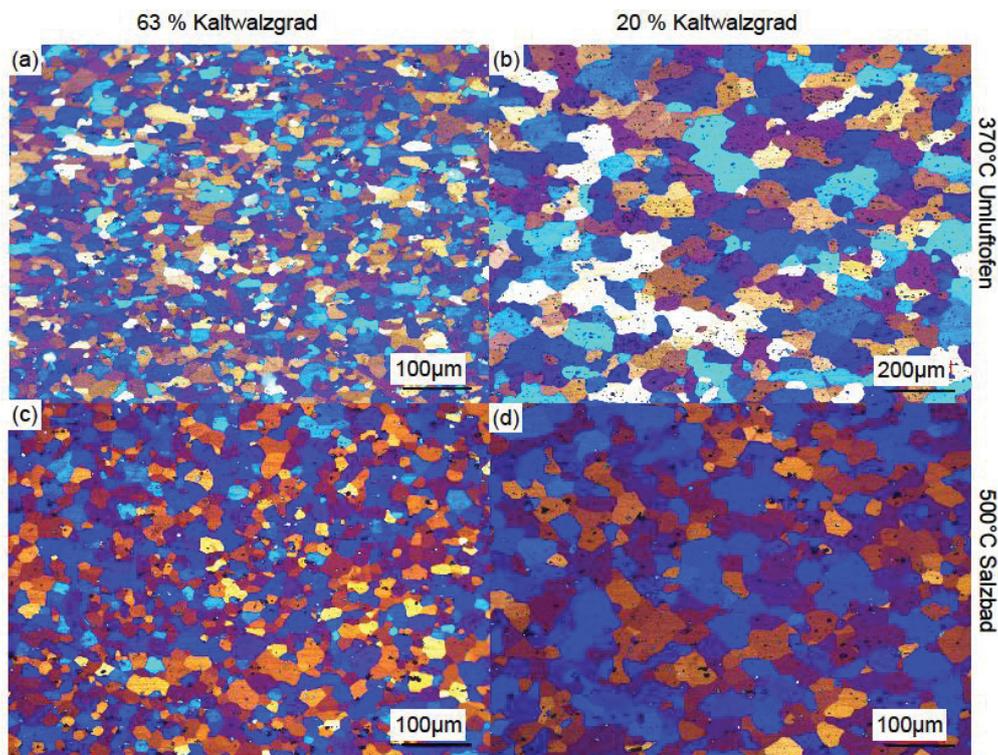


Abbildung 27: Lichtmikroskopische Gefügebilder der vier auftretenden Gefüge-„Klassen“; alle Aufnahmen in LT-Richtung; Barker-Ätzung, polarisiertes Licht

Bei näherer Betrachtung der Gefüge der Versuchslegierungsbleche sind mehrere Trends zu erkennen:

- Die im Umluftofen weichgeglühten Bleche weisen eine unregelmäßigere Kornform mit gezackten, unebenen Korngrenzen auf sowie eine unregelmäßigere Korngröße als die im Salzbad behandelten Bleche.
- Das Gefüge der Bleche, die im Salzbad wärmebehandelt und anschließend abgeschreckt wurden, zeichnen sich durch eine polygonalere Kornform mit hohem Anteil an  $120^\circ$  Tripelpunkten, einer engeren Korngrößenverteilung sowie einer, bei 20 % Kaltwalzgrad, geringeren Korngröße aus.
- Vor allem jene Bleche mit 20 % Kaltwalzgrad und Umluftofen-Glühung zeigten eine leichte Stauchung in Dickenrichtung, wodurch sich eine leichte Längsstreckung der Körner ergab.
- Bei den Zr-haltigen Versuchsblechen war nach allen Wärmebehandlungen eine ausgeprägte Walzstruktur mit nur geringem Anteil an rekristallisierten Körnern zu sehen. Dieser Anteil stieg bei der Salzbad-Behandlung, besonders mit 63 %

Kaltwalzgrad, deutlich an. Das Zulegieren von Erbium zeigte hingegen nur geringe Auswirkungen auf das Gefüge. Abbildung 28 zeigt exemplarisch nicht bzw. nur teilweise rekristallisierte Gefüge der Zr-haltigen Versuchslegierung.

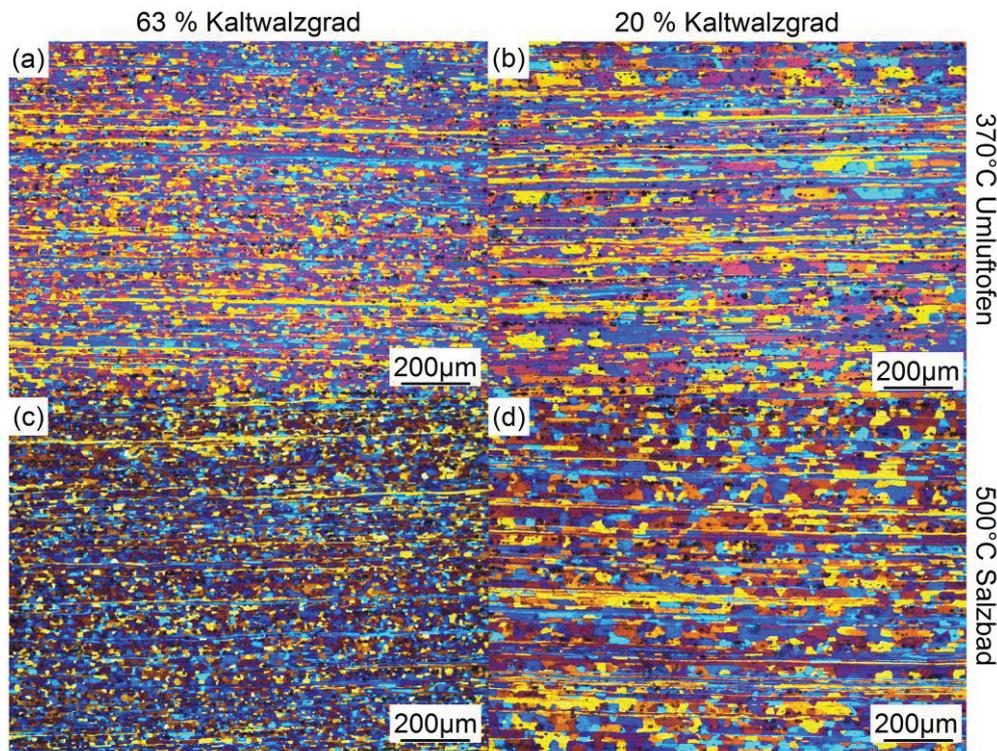


Abbildung 28: Lichtmikroskopische Gefügeaufnahmen des Versuchslegierungsbleches mit Zusatz von Zirkon, Weichglühung im Umluftofen bei 370 °C mit (a) 63 % und (b) 20 % Kaltwalzgrad bzw. Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken mit (c) 63 % und (d) 20 % Kaltwalzgrad; alle Aufnahmen in L-Richtung; Barker-Ätzung, polarisiertes Licht, 100-fache Vergrößerung

Die mittlere Korngröße lag bei der Umluftofen-Weichglühung und 63 % Kaltwalzgrad für alle Legierungen bei etwa 15–20 µm. Bei geringerem Kaltwalzen war eine massiv größere Korngröße zu beobachten, die zum Teil Riesenkornwachstum beinhaltete. Dadurch lag die maximale Korngröße bei 20 % Kaltwalzgrad nach dem Umluftofen in manchen Fällen bei über 250 µm. Diese Riesenkörner befanden sich zumeist im oberflächennahen Drittel der Blechdicke, während im Blechinneren ein gleichmäßigeres und, relativ betrachtet, feineres Gefüge zu sehen war.

Bei Betrachtung der Versuchsbleche nach der Salzbad-Wärmebehandlung konnte bei 63 % Kaltwalzgrad für fast alle Legierungen eine Korngröße von ca. 15 µm gemessen werden. Mn 2 (0,2 Massen-% Mn) und Cu 1 (0,15 Massen-% Cu) wiesen hingegen bei ebendieser Prozessroute eine Korngröße von 27 µm bzw. 24 µm auf. Der niedrigere Kaltwalzgrad von 20 % ergab, mit wenigen Ausnahmen (Mn 2 höher, Zn 1 und 2, Er, Zr niedriger) eine Korngröße von 35–40 µm.

#### 4.1.4 Zugversuche an Versuchslegierungsblechen

An den aus den Versuchslegierungsblechen gefertigten Proben wurden, wie in Abschnitt 3.3.1 beschrieben, uniaxiale Zugversuche durchgeführt. Die nachfolgenden Darstellungen zeigen die Ergebnisse dieser Zugprüfungen. Dabei sind die unterschiedlichen Prozessvarianten (63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad und Umluftofen- bzw. Salzbad-Wärmebehandlung) einer Element-Variation zur besseren Vergleichbarkeit in jeweils einer Abbildung zusammengeführt. Auch die Spannungs-Dehnungs-Kurven ( $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven) der in der Wirkung ähnlichen Legierungselemente (Zr und Er) sind in einer Abbildung dargestellt. Um die Ergebnisse weiterhin mit der im Labor erzeugten 5182 Standard-Legierung vergleichen zu können, sind deren Ergebnisse immer in die jeweilige Abbildung hinzugefügt. Details um die Lüdersdehnung bzw. Dehngrenze sowie der Bereich zwischen 10 % und 15 % Dehnung werden zusätzlich dargestellt. Letztere dienen der Einschätzung des Ausmaßes der serrations auf Grund dynamischer Reckalterung.

In Abbildung 29a sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven der 5182 Standard-Versuchslegierung im Labormaßstab abgebildet, zusätzlich sind Details rund um die Lüdersdehnung bzw. Dehngrenze sowie zwischen 10 % und 15 % Dehnung in Abbildung 29b+c dargestellt.

Die Standard-Weichglühung im Umluftofen bei 63 % Kaltwalzgrad resultierte in einer  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurve mit ausgeprägter Streckgrenze, Lüdersdehnung und deutlichen Spannungsspitzen durch die dynamische Reckalterung. Bei 20 % Kaltwalzen verschwand die Lüdersdehnung, die Serrations sind ebenfalls reduziert. Im Fall der Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken und hohem Kaltwalzgrad ist ein Knick anstatt der Streckgrenze bzw. Lüdersdehnung erkennbar, beim niedrigen Walzgrad ist diese nicht existent. Generell weisen die im Salzbad behandelten Bleche einen „glatteren“ Kurvenverlauf auf, was sich auch in der optischen Erscheinung der Fließfiguren niederschlägt. Dazu mehr in Kapitel 4.5. Beide Weichglühungen liefern beim reduzierten Kaltwalzgrad eine geringere Dehnung.

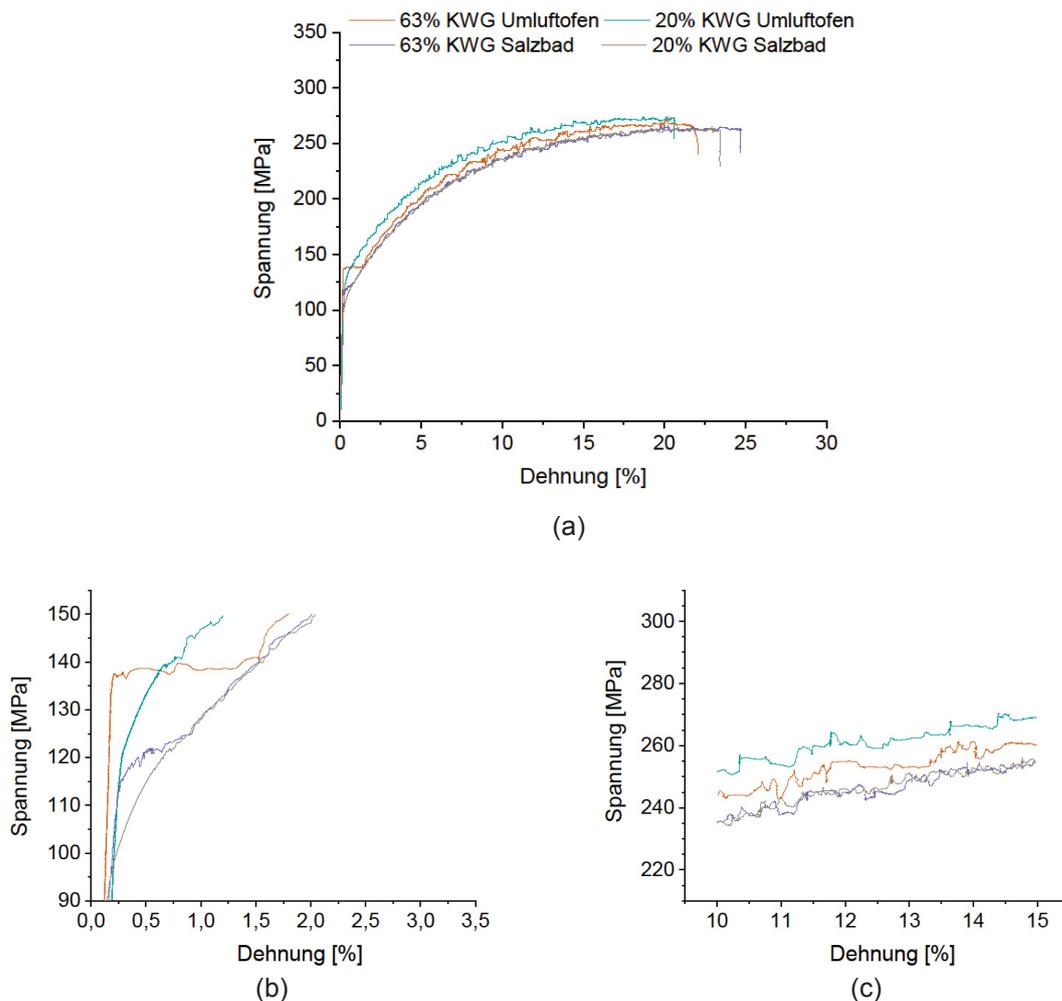
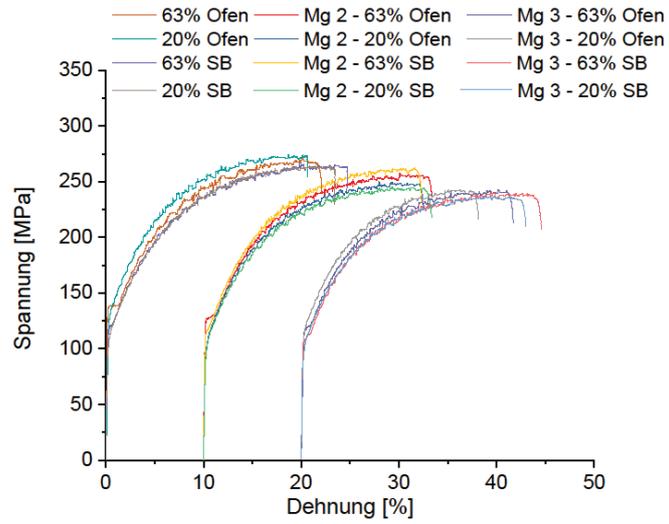


Abbildung 29: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken; Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (c)

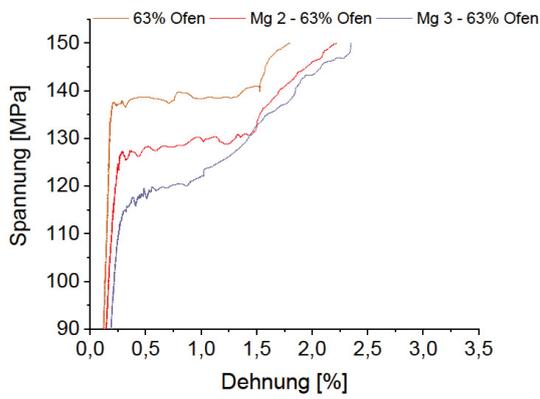
Die in Abbildung 30 dargestellten Mg-Variationen zeigten nach der Umluftofen-Weichglüfung und 63 % KWG eine Lüdersdehnung, wobei jene der Legierung Mg 3 vollkommen waagrecht verläuft. Der verringerte Kaltwalzgrad führte zu Zugprüfcurven ohne ausgeprägte Streckgrenze nach beiden Wärmebehandlungen. Nach dem Salzbad mit Wasserabschrecken war bei 63 % KWG nur ein leichter Knick an Stelle der Lüdersdehnung erkennbar.

Wie in Abbildung 30 und Tabelle 13 ersichtlich, steigt die Streckgrenze bzw.  $R_{p0,2}$  mit steigendem Mg-Gehalt an, ebenso die Bruchdehnung. Eine Ausnahme bildet hier die Kombination 63 % KWG und Salzbad-Wärmebehandlung, wo die Bruchdehnung von Mg 3 (3,60 Massen-% Mg) höher ist als bei Mg 2 (4,16 Massen-% Mg). Allerdings ist anzumerken, dass die Schwankungsbreite der Bruchdehnung in diesem Fall größer ist als bei der Umluftofen-Glüfung.

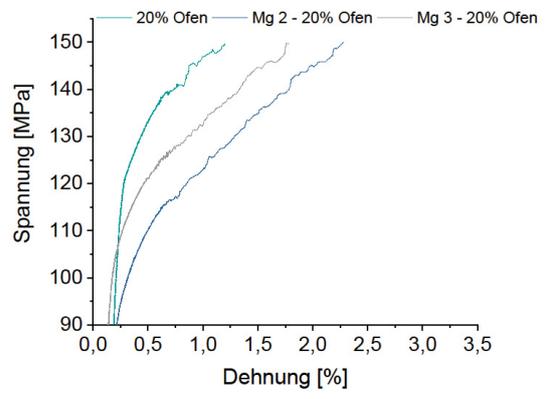
Mit sinkendem Mg-Gehalt weisen die Kurven einen glatteren Verlauf auf.



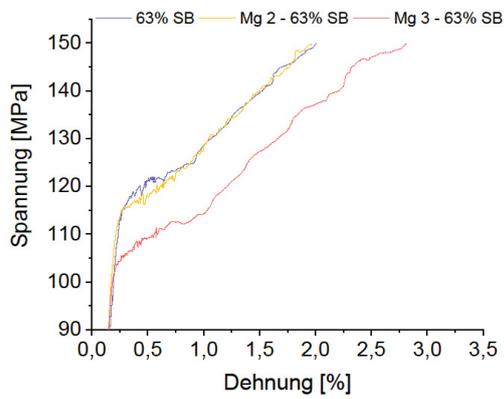
(a)



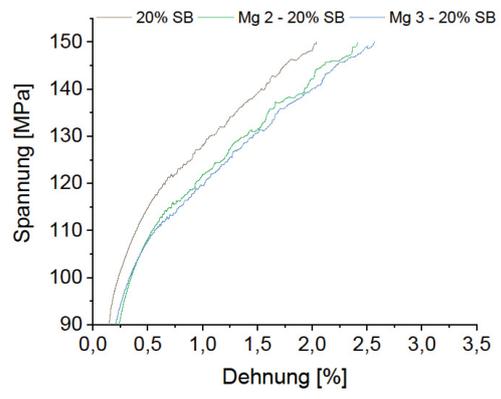
(b)



(c)



(d)



(e)

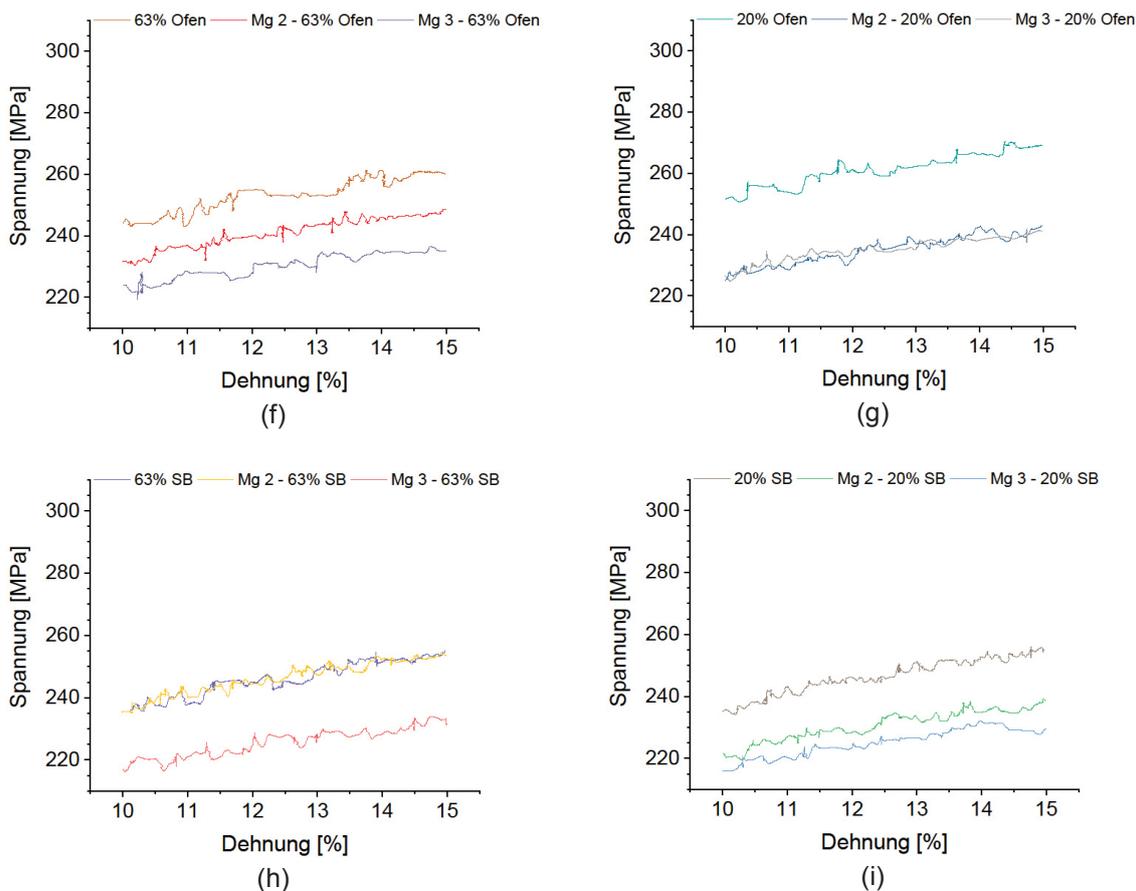
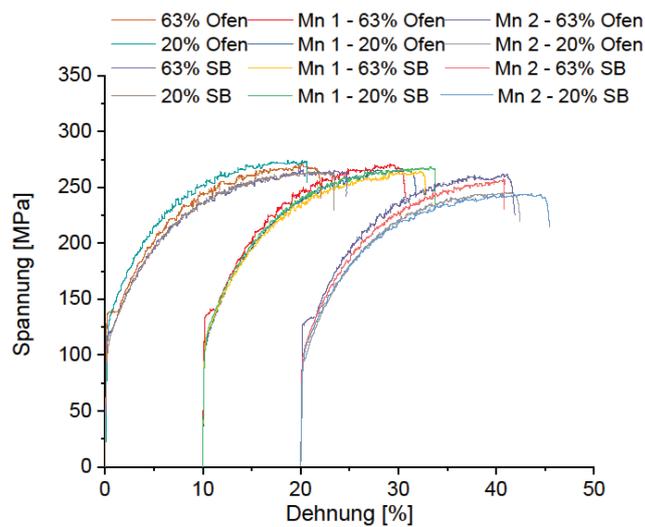
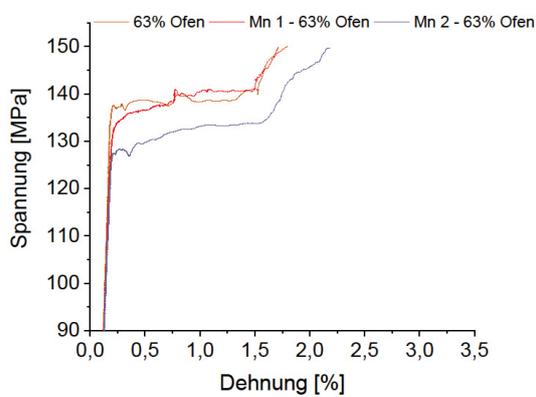


Abbildung 30: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichem Mg-Gehalt mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad

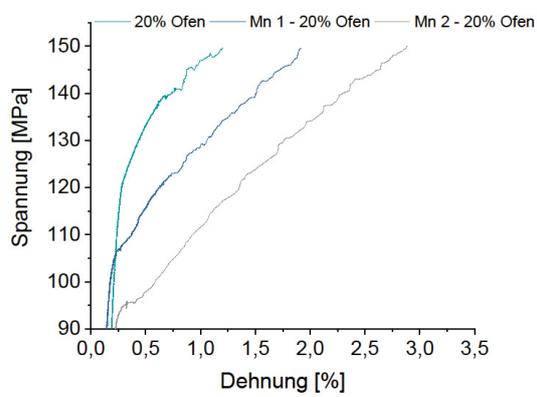
Im Allgemeinen zeigen die Legierungen mit höherem Mn-Gehalt höhere Festigkeiten auf, wobei die Werte der 0,34 Massen-% Mn Variante auf demselben Niveau liegen wie jene der Standard-Legierung, siehe auch Abbildung 31. Bei 20 % KWG tritt bei beiden Weichglüh- Behandlungen eine leicht erhöhte Bruchdehnung bei der Legierung mit 0,2 Massen-% Mn auf. Die Ausprägung der Lüdersdehnung bzw. deren Fehlen entsprach in etwa jener der Referenz-Legierung. Besonders das Versuchsblech mit dem geringsten Mn-Gehalt wies bei 20 % KWG und Umluftofen-Weichglühung einen leichten Knick nach dem elastischen Bereich der  $\sigma$ - $\epsilon$ - Kurve auf.



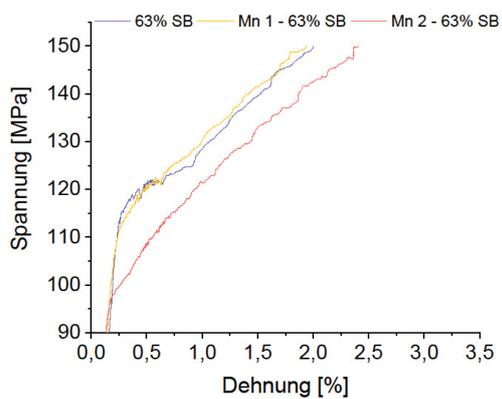
(a)



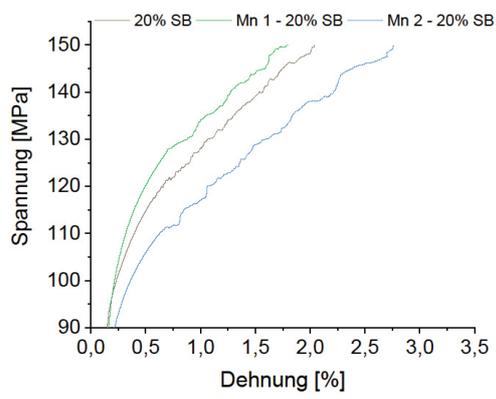
(b)



(c)



(d)



(e)

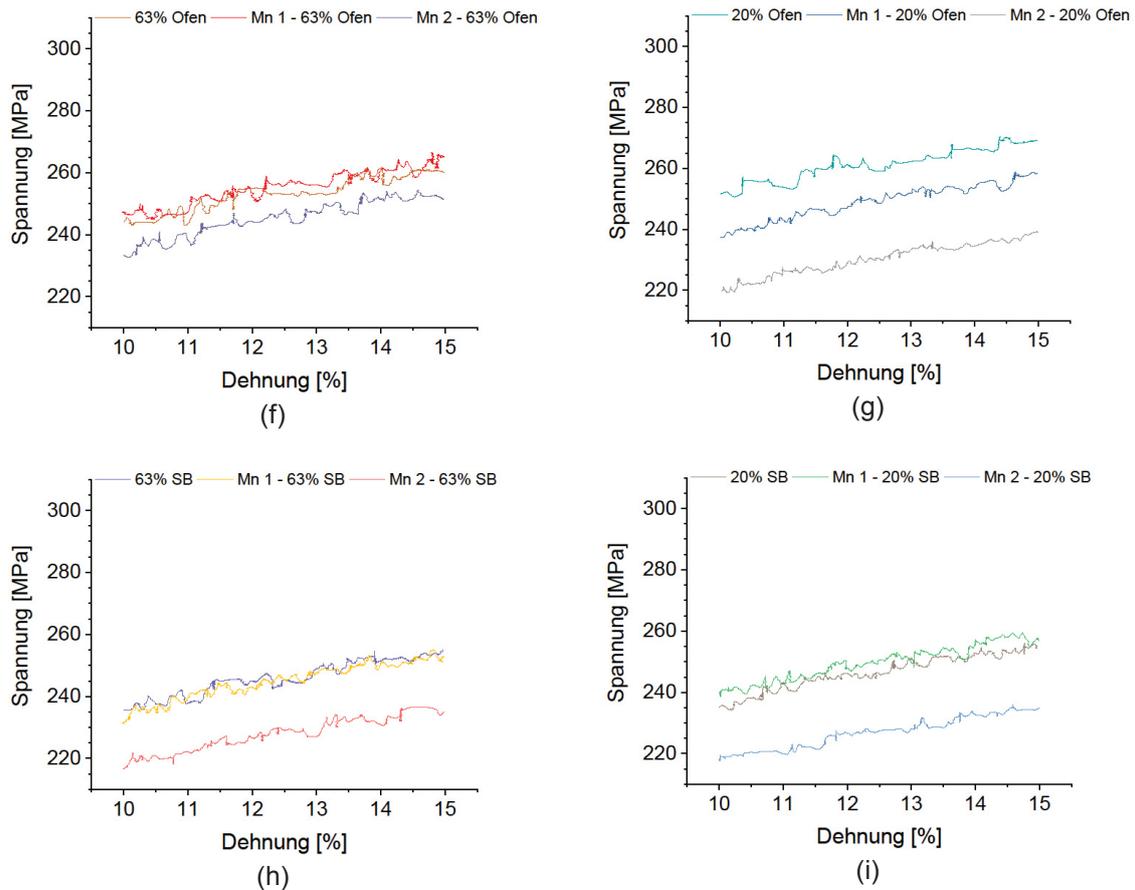
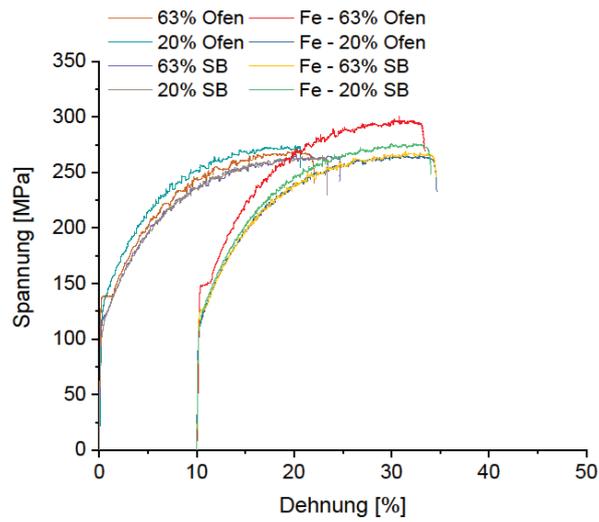
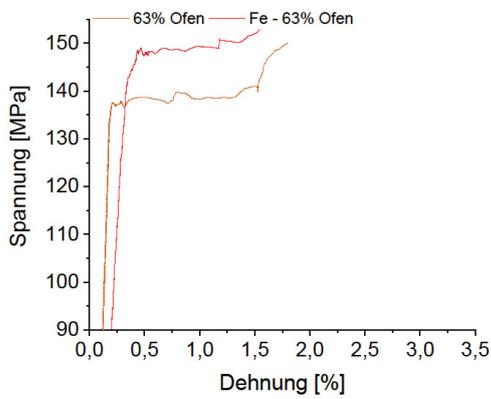


Abbildung 31: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichem Mn-Gehalt mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad

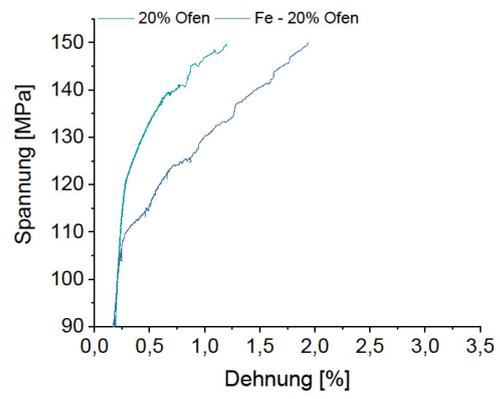
Die Verringerung des Eisengehalts auf 0,12 Massen-% bewirkte eine leicht erhöhte Festigkeit bei 63 % Kaltwalzgrad und Umluftofen-Weichglüfung. Die übrigen Prozessrouten zeigten keine signifikanten Änderungen der mechanischen Eigenschaften, wie in Abbildung 32 ersichtlich ist.



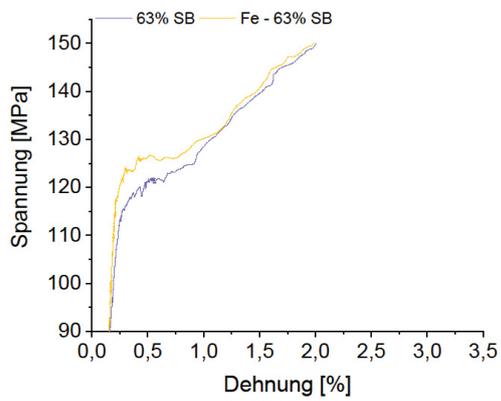
(a)



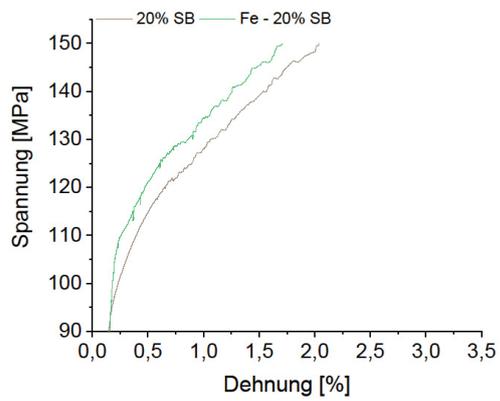
(b)



(c)



(d)



(e)

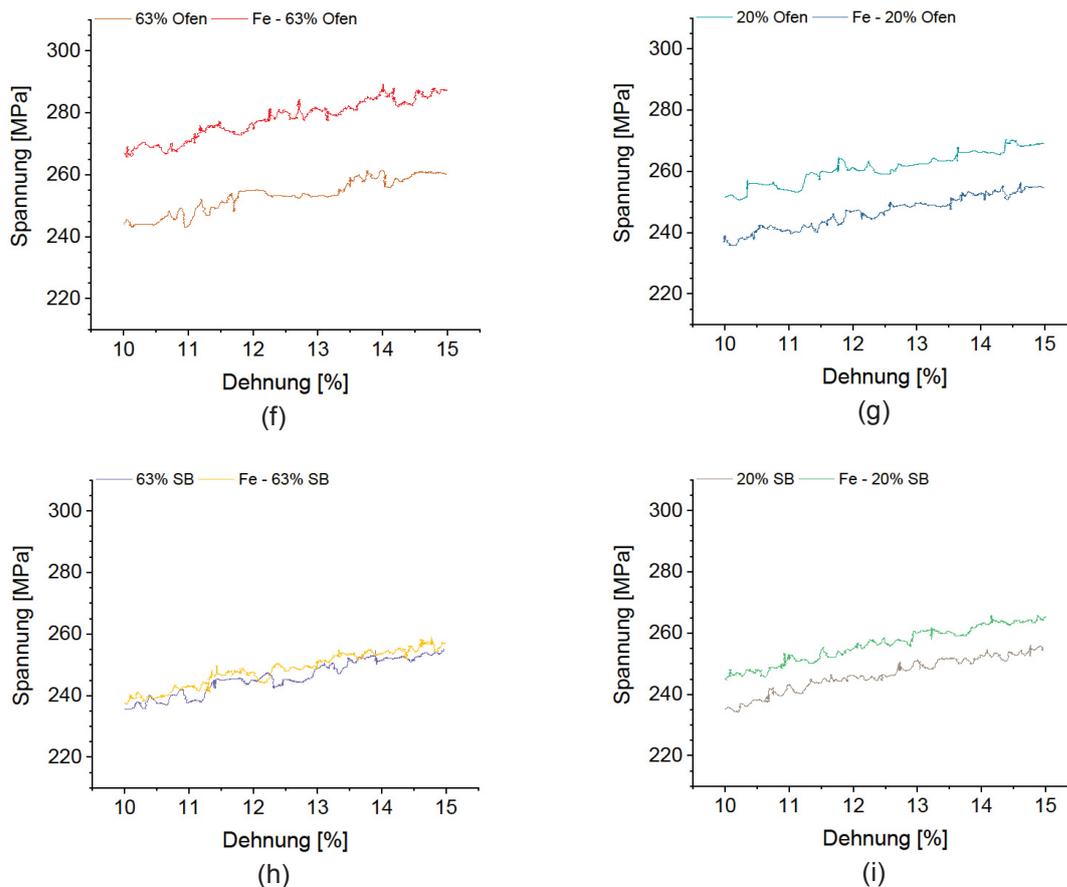
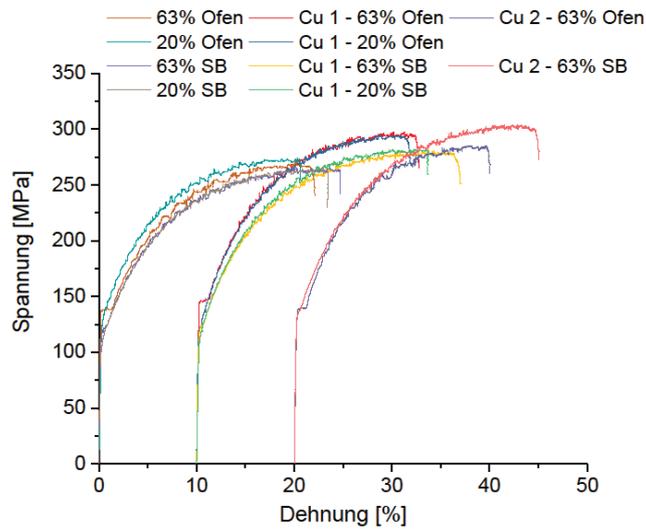


Abbildung 32: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichem Fe-Gehalt mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad

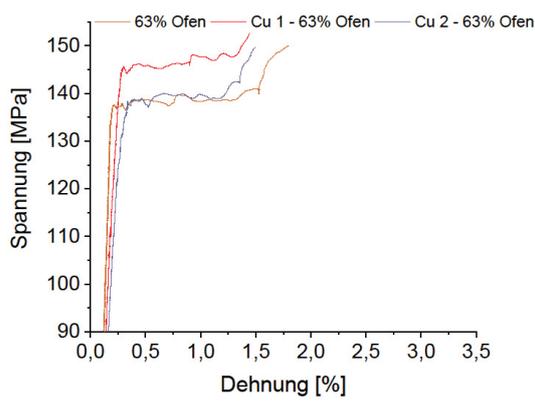
An den Cu-haltigen Versuchslegierungen konnten substantielle Veränderungen der mechanischen Eigenschaften beobachtet werden (Abbildung 33):

- 0,15 Massen-% Cu mit Weichglühen im Umluftofen: die Festigkeit überstieg jene der Referenz-Legierung um ca. 15 MPa beim niedrigen Kaltwalzgrad und um ca. 25 MPa beim hohen KWG. In beiden Fällen lag die Bruchdehnung über dem Wert der Standard-Legierung.
- Nach der Wärmebehandlung im Salzbad ergaben sich eine leicht erhöhte Festigkeit sowie Bruchdehnung für die niedriglegierte Cu-Variante. Mit 63 % KWG wurde die höchste Bruchdehnung aller untersuchten Versuchslegierungsbleche erreicht.
- Mit einem Zusatz von 0,75 Massen-% Cu konnte ein Festigkeitsmaximum nach der Salzbad-Wärmebehandlung erreicht werden, das rund 40 MPa über der Festigkeit der Ausgangslegierung lag, während sich die Bruchdehnung ebenfalls auf einem hohen Niveau befand. Die Lüdersdehnung ist in dieser Herstellungsrouten auf einen kleinen

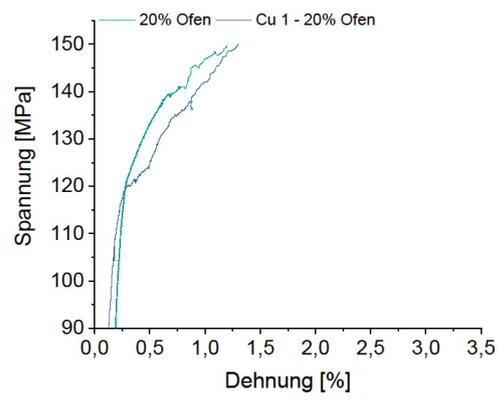
Knick zusammengeschrumpft. Nach der Umluftofen-Weichglühung war die Festigkeit zwar deutlich erhöht, die Bruchdehnungen lagen ca. 3 % Dehnung unter der Referenz.



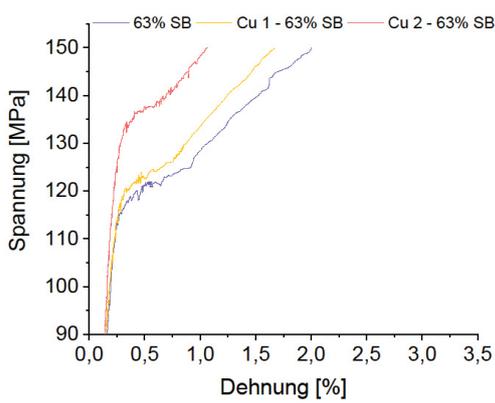
(a)



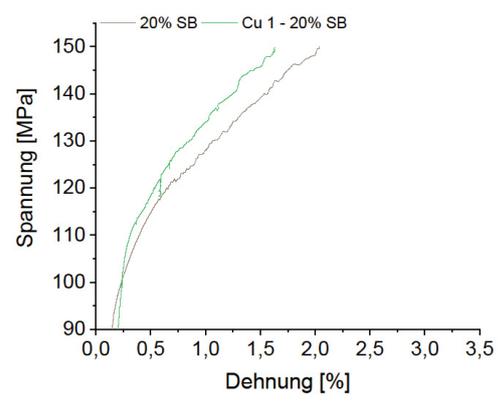
(b)



(c)



(d)



(e)

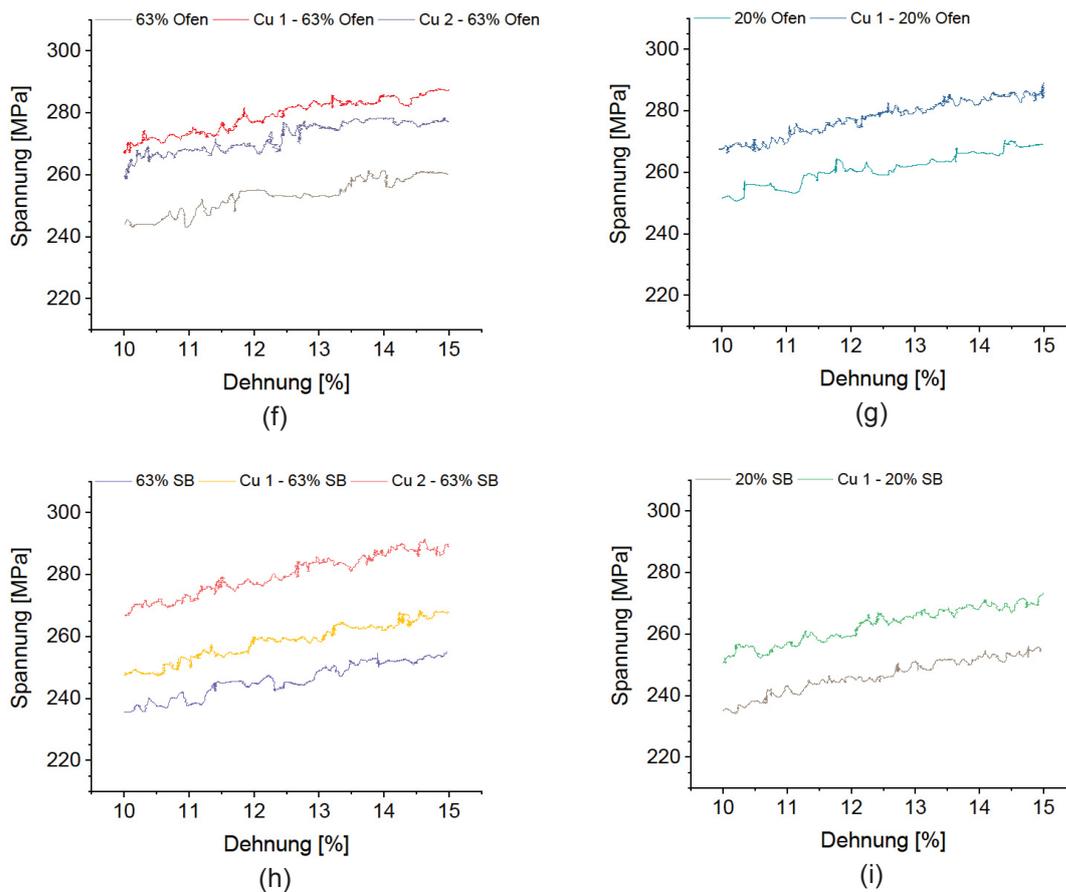


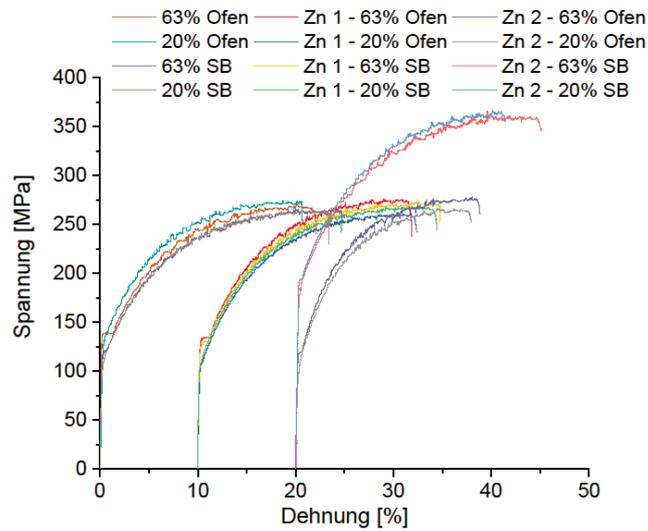
Abbildung 33: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichen Zusätzen von Cu mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Rekalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad

Die Zugabe von 0,24 Massen-% Zn führte bei 20 % KWG und Umluftofen-Glühung zu einer Steigerung der Bruchdehnung, die auf dem gleichen (hohen) Level lag wie jene der Er-Variante. Die Zugfestigkeit war ca. 10 MPa unter der vergleichbaren Referenz. Die mechanischen Eigenschaften der 63 % KWG Variante mit geringem Zn-Gehalt entsprachen in etwa jenen der Standard-Legierung. Die Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken bewirkte keine bzw. nur geringfügige Änderungen der mechanischen Eigenschaften für 0,24 Massen-% Zn.

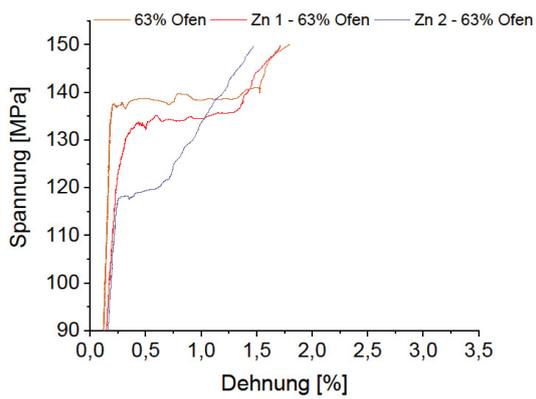
Für die Versuchslegierung mit 2,08 Massen-% Zn und Umluftofen-Glühung fiel die Bruchdehnung auf 17–18 %, was ca. 3–4 % Dehnung unter den Referenzwerten liegt. Die Zugfestigkeit war leicht unter (20 % KWG) bzw. leicht über (63 % KWG) der Standard-Legierung.

Die Kombination aus hohem Zn-Gehalt und Salzbad-Wärmebehandlung mit anschließendem Abschrecken in Wasser führte zu den höchsten Festigkeiten aller geprüften eigenen Versuchsblechen: beide Kaltwalzgrade zeigten Zugfestigkeiten 100 MPa und mehr über der

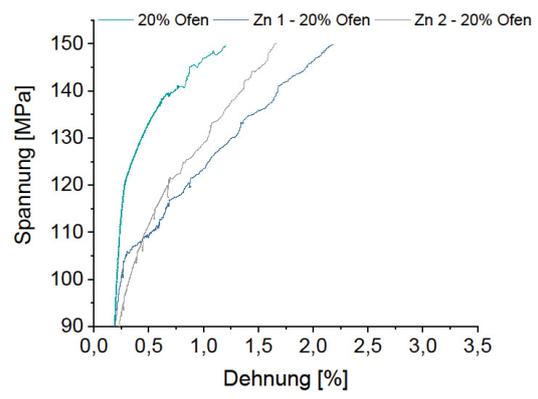
vergleichbaren Standard-Legierung. Die Bruchdehnung lag dabei mit 20 % beim niedrigen KWG unter der Referenz, bei 63 % KWG mit 25 % jedoch auf dem gleichen hohen Niveau. Die Kurven der Zn-haltigen Varianten sind in Abbildung 34 dargestellt.



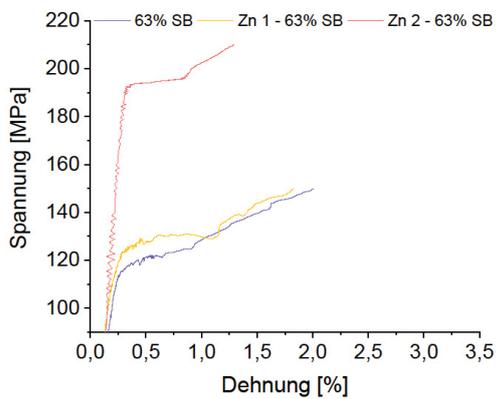
(a)



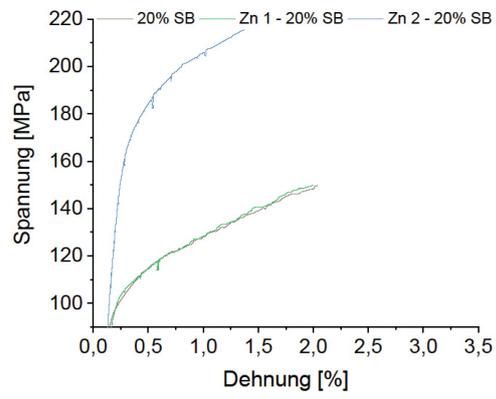
(b)



(c)



(d)



(e)

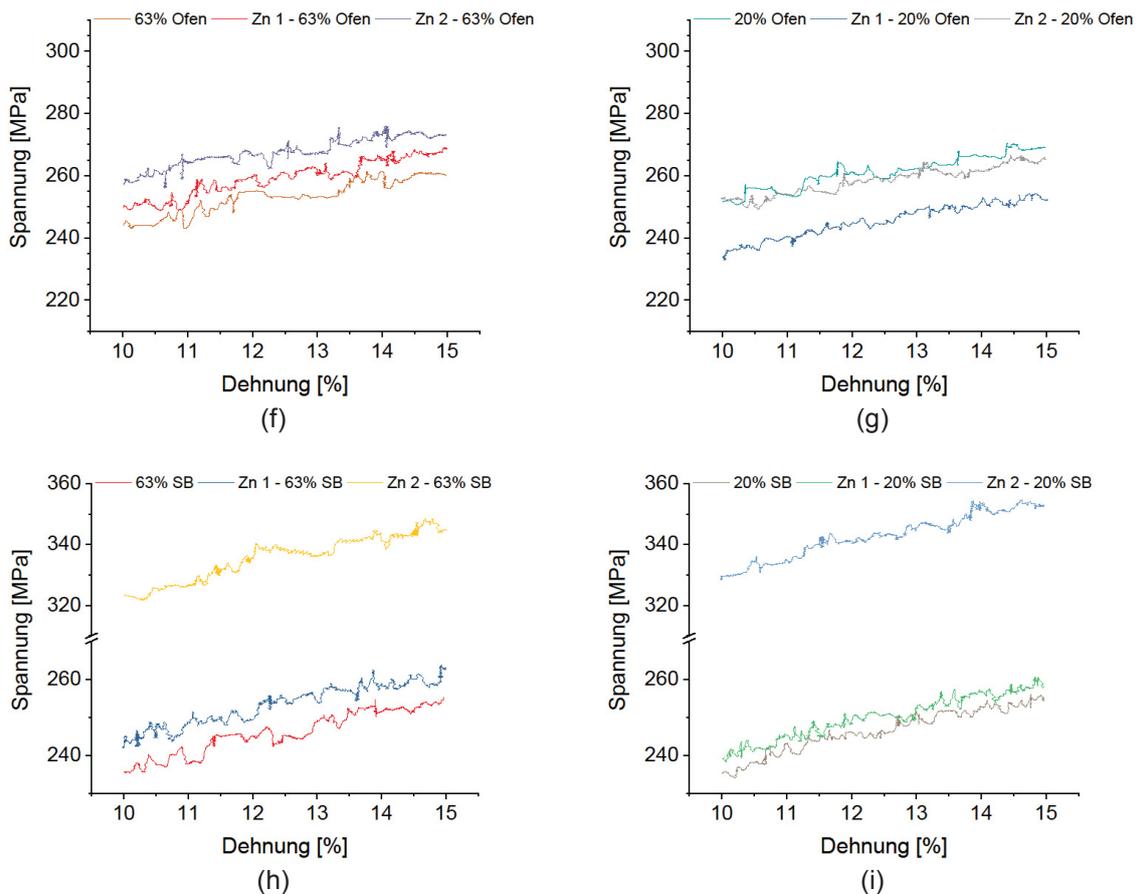
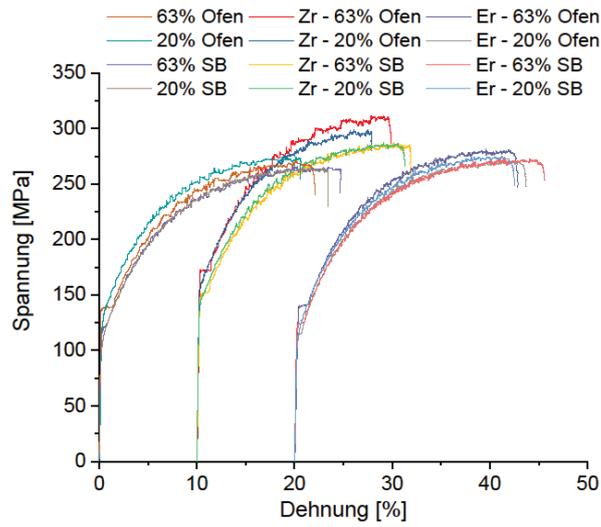


Abbildung 34: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichen Zusätzen von Zn mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Rekalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad

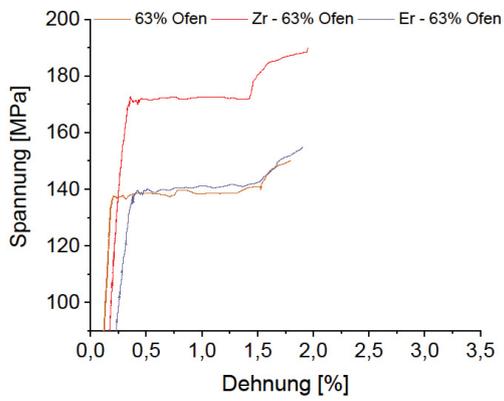
Die Zr-haltige Versuchslegierung weist bei allen Prozessrouten eine deutlich erhöhte Festigkeit auf, besonders nach der Umluftofen-Weichglühung bei 63 % KWG, wo die Zugfestigkeit über 25 MPa über jener der Referenz-Legierung liegt. Die Salzbad-Wärmebehandlung liefert einen Festigkeitszuwachs von ca. 10–20 MPa. Die Bruchdehnung sinkt jedoch in allen Fällen unter jene der 5182 Standard-Versuchslegierung. Darüber hinaus ist die Lüdersdehnung bei den Blechen mit hohem Kaltwalzgrad sehr stark ausgeprägt. Die Ursache für diese Veränderungen der mechanischen Eigenschaften ist in Abschnitt 4.3 aufgezeigt und wird in 5.4 diskutiert.

Das Zulegieren von Erbium resultierte in Kombination mit der Salzbad-Wärmebehandlung nur in geringfügigen Veränderungen der mechanischen Eigenschaften. Nach der Umluftofen-Glühung konnte eine hohe Bruchdehnung bei gleichzeitig verringerter Festigkeit (20 % KWG, mit leichtem Knick statt der Lüdersdehnung) bzw. leicht erhöhter Festigkeit (63 % KWG) beobachtet werden.

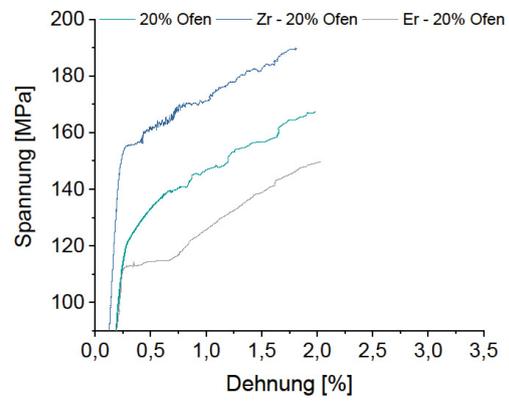
Die  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven beider Legierungsvarianten sind in Abbildung 35 ersichtlich.



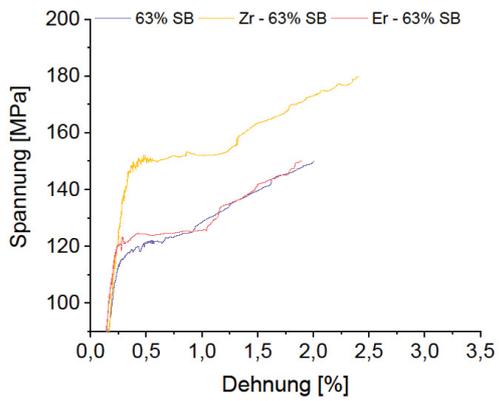
(a)



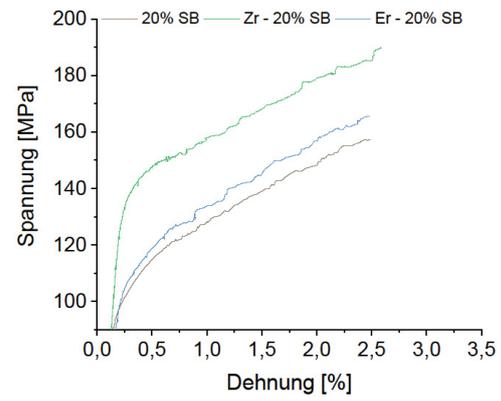
(b)



(c)



(d)



(e)

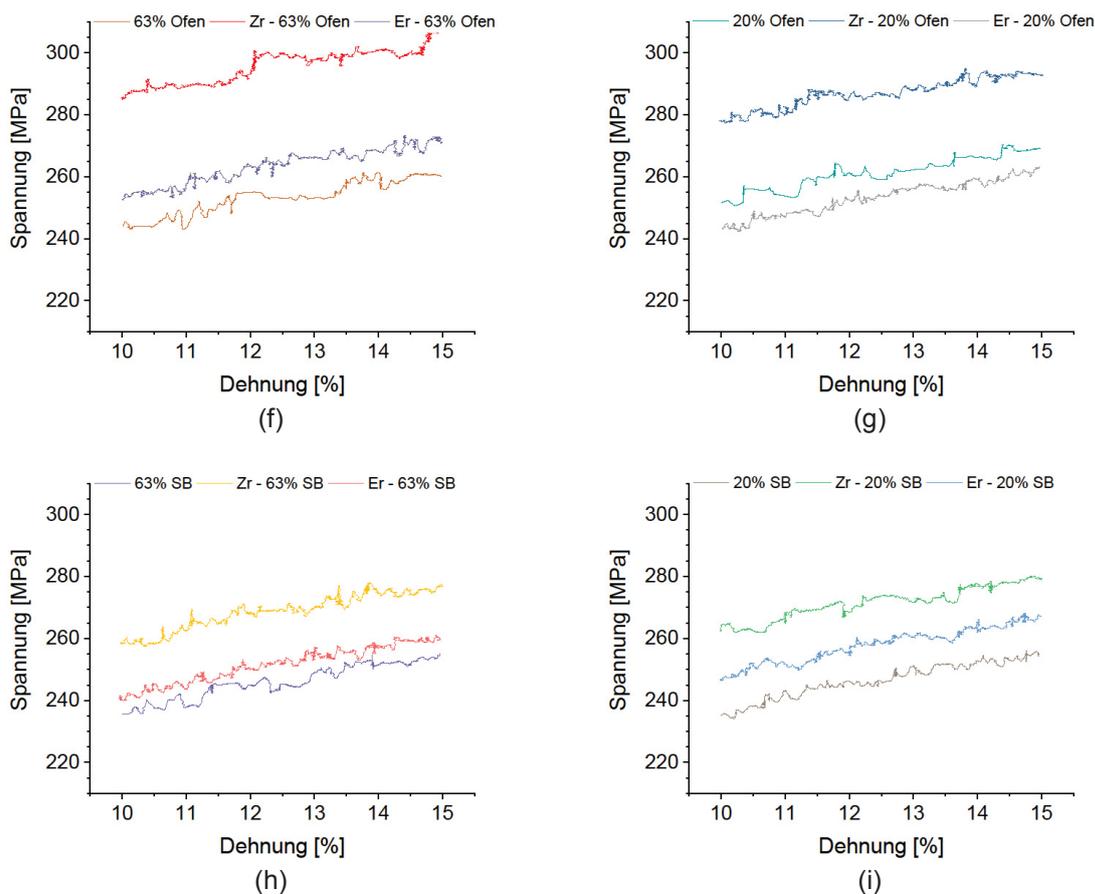


Abbildung 35: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit Zusätzen von Zr und Er mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad

Eine Zusammenfassung der wichtigsten mechanischen Kennwerte der eigenen Versuchslegierungen in den eben dokumentierten Zuständen ist in Tabelle 13 angeführt.

Tabelle 13: Mechanische Kennwerte der Versuchslegierungsbleche mit 63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad, Umluftofen-Weichglüfung bei 370 °C bzw. Salzbad-Wärmebehandlung bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken;  $R_{p0,2}$  0,2 % – Proportionalitätsstreckgrenze,  $R_{eH}$  – obere Streckgrenze,  $R_{eL}$  – untere Streckgrenze,  $R_m$  – Zugfestigkeit,  $A_{80}$  – Bruchdehnung (Anfangsmesslänge 80 mm)

Legierung	Kaltwalzgrad	Wärmebehandlung	$R_{p0,2}$	$R_{eH}$	$R_{eL}$	$R_m$	$A_{80}$
	[%]		[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[%]
5182 Standard	63	Umluftofen	140	140	138	275	21
	20	Umluftofen	132	-	-	277	20
	63	Salzbad	120	122	121	268	24
	20	Salzbad	108	-	-	262	23
Mg 2	63	Umluftofen	125	126	123	153	21
	20	Umluftofen	106	-	-	251	21

	Kaltwalzgrad	Wärmebehandlung	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>eH</sub>	R <sub>eL</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>80</sub>
	63	Salzbad	116	117	115	258	22
	20	Salzbad	102	-	-	247	23
Mg 3	63	Umluftofen	120	120	118	245	21
	20	Umluftofen	115	-	-	245	18
	63	Salzbad	108	111	110	244	23
	20	Salzbad	98	-	-	237	22
Mn 1	63	Umluftofen	137	138	135	274	21
	20	Umluftofen	108	-	-	266	21
	63	Salzbad	116	119	118	263	23
	20	Salzbad	114	-	-	268	23
Mn 2	63	Umluftofen	126	127	126	256	21
	20	Umluftofen	98	98	97	249	22
	63	Salzbad	100	-	-	248	22
	20	Salzbad	97	-	-	241	25
Fe	63	Umluftofen	149	149	146	297	23
	20	Umluftofen	113	-	-	265	22
	63	Salzbad	126	127	125	271	25
	20	Salzbad	115	-	-	271	23
Cu 1	63	Umluftofen	144	143	142	292	21
	20	Umluftofen	121	-	-	292	21
	63	Salzbad	121	124	123	280	26
	20	Salzbad	116	-	-	288	23
Cu 2	63	Umluftofen	139	140	138	287	19
	63	Salzbad	135	136	135	303	25
Zn 1	63	Umluftofen	133	134	132	276	21
	20	Umluftofen	109	-	-	265	23
	63	Salzbad	124	125	123	272	24
	20	Salzbad	110	-	-	269	24
Zn 2	63	Umluftofen	118	-	-	279	18
	20	Umluftofen	103	-	-	268	17
	63	Salzbad	195	195	194	362	24
	20	Salzbad	183	-	-	368	20
Zr	63	Umluftofen	166	168	165	302	20
	20	Umluftofen	159	-	-	299	18
	63	Salzbad	151	152	149	287	22
	20	Salzbad	145	152	151	288	20
Er	63	Umluftofen	140	141	139	283	22
	20	Umluftofen	113	113	112	269	23
	63	Salzbad	123	123	121	275	25
	20	Salzbad	111	-	-	275	22

Die Standardabweichungen der Zugfestigkeiten und der Bruchdehnungen sind in Tabelle 20 im Anhang A aufgelistet.

#### 4.1.5 Oberflächenqualität der Versuchslegierungsbleche

Die Bewertung der Oberflächenqualität der Proben erfolgte nach dem in Kapitel 3.3.1 erläuterten fünfteiligen Schema. Es sei hier nochmals darauf hingewiesen, dass die gesamte Zugprüfung zur Einstufung herangezogen wurde, die Oberflächeneffekte also vom ersten Auftreten weg über den ganzen Existenzbereich als Bewertungsgrundlage dienten. Da die optische Ausprägung der Lüderslinien und die Größe der Lüdersdehnung miteinander in Verbindung stehen, ist in Tabelle 14 auch die Lüdersdehnung angegeben. In jenen Fällen, wo die Lüdersdehnung nicht horizontal sondern unter einem Winkel verläuft, ist die projizierte Lüdersdehnung aufgelistet. Besonders die Bleche mit geringem Kaltwalzgrad wiesen häufig Anzeichen des Orangenhaut-Effektes auf, dies ist ebenfalls in Tabelle 14 angegeben. Da die Orangenhaut die Lüderslinien bzw. die ersten Ansätze der Typ B-Fließfiguren überdecken kann, war die Bewertung in diesen Fällen etwas schwieriger. Ganz allgemein zeigten die Umluftofen-Varianten mit geringem Kaltwalzgrad stärker ausgeprägte Orangenhaut als die äquivalenten Salzbad-Glühungen.

Tabelle 14: Bewertung der Oberflächenqualität der eigenen Versuchsbleche; Bewertungsschema nach Tabelle 8; \* Orangenhaut kann Lüderslinien oder beginnende Typ B-Fließfiguren überdecken oder beeinflussen; <sup>k</sup> Verlauf der Lüdersdehnung nicht waagrecht, sondern geneigt oder Knick-förmig; + betrifft die ersten 5 % plastische Dehnung

Legierung	Kaltwalz- grad	Wärme- behandlung	Lüders- dehnung	Bewertung Lüderslinien	Bewertung Typ B- Fließfiguren	Orangenhaut
	[%]		[%]			
5182 Standard	63	Umluftofen	1,3	5	5	Nein
	20	Umluftofen	-	2*	3	Ja
	63	Salzbad	0,7 <sup>k</sup>	2	3	Nein
	20	Salzbad	-	2*	2	Wenig
Mg 2	63	Umluftofen	1,2	4	4	Nein
	20	Umluftofen	-	2*	3	Ja
	63	Salzbad	0,5 <sup>k</sup>	2	2	Nein
	20	Salzbad	-	2*	2	Wenig
Mg 3	63	Umluftofen	0,6	3	4	Nein
	20	Umluftofen	-	2*	3	Ja
	63	Salzbad	0,6 <sup>k</sup>	1	2	Nein
	20	Salzbad	-	1*	2	Wenig
Mn 1	63	Umluftofen	1,3	5	5	Nein
	20	Umluftofen	0,1 <sup>k</sup>	2*	2	Ja
	63	Salzbad	0,4 <sup>k</sup>	2	2	Nein
	20	Salzbad	-	1*	2	Wenig
Mn 2	63	Umluftofen	1,4	4	4	Nein
	20	Umluftofen	0,1 <sup>k</sup>	2*	2	Ja
	63	Salzbad	0,2 <sup>k</sup>	1	2	Nein
	20	Salzbad	-	1*	2	Wenig

	Kaltwalz- grad	Wärme- behandlung	Lüders- dehnung	Bewertung Lüderslinien	Bewertung Typ B- Fließfiguren	Orangenhaut
Fe	20	Umluftofen	0,2	2*	3	Ja
	63	Salzbad	0,6	2	3	Nein
	20	Salzbad	-	2*	2	Wenig
Cu 1	63	Umluftofen	1,0	4	4	Nein
	20	Umluftofen	0,2 <sup>k</sup>	2*	3	Ja
	63	Salzbad	0,5 <sup>k</sup>	1	3	Nein
	20	Salzbad	-	2*	2	Ja
	63	Umluftofen	0,9	4	4	Nein
Cu 2	63	Salzbad	0,4 <sup>k</sup>	2	3	Nein
	63	Umluftofen	1,0	4	4	Nein
Zn 1	20	Umluftofen	0,3 <sup>k</sup>	1*	2	Ja
	63	Salzbad	0,5 <sup>k</sup>	2	3	Nein
	20	Salzbad	-	1*	3	Wenig
Zn 2	63	Umluftofen	0,4	2	3	Nein
	20	Umluftofen	-	1*	2	Wenig
	63	Salzbad	0,8	1	3,1 <sup>+</sup>	Nein
	20	Salzbad	-	1*	3,1 <sup>+</sup>	Wenig
	63	Umluftofen	1,1	4	4	Nein
Zr	20	Umluftofen	0,2 <sup>k</sup>	2*	2	Wenig
	63	Salzbad	1,0	3	3	Nein
	20	Salzbad	0,4	2*	3	Wenig
Er	63	Umluftofen	1,1	3	4	Nein
	20	Umluftofen	0,5	2*	3	Ja
	63	Salzbad	0,8	2	3	Nein
	20	Salzbad	-	1*	3	Ja

Die optische Erscheinung der Fließfiguren an den Versuchsblechen kann grob in drei Gruppen unterteilt werden:

- Lüderslinien und Typ B-Fließfiguren ausgeprägt: 63 % Kaltwalzgrad und Umluftofen-Weichglühung; kleinere Abweichungen unter den verschiedenen Legierungen
- Keine oder wenig Lüderslinien bzw. Orangenhaut, Typ B-Fließfiguren reduziert: 20 % KWG für beide Weichglühbehandlungen; die Salzbad-Wärmebehandlung führte zu deutlich geringerer Ausprägung der Typ B-Fließfiguren
- Keine oder annähernd keine Lüderslinien, reduzierte Typ B-Fließfiguren: 63 % KWG und Wärmebehandlung im Salzbad; im Durchschnitt über alle Legierungsvariationen lieferte diese Herstellungsrouten die beste Oberflächenqualität

Einige Kombinationen aus Legierung und Prozessführung lieferten besonders beachtenswerte Ergebnisse hinsichtlich Oberflächenqualität:

- Die Legierungen mit niedrigem Mg-Gehalt wiesen im Vergleich zur Referenz eine glattere, an Typ B-Fließfiguren reduzierte Verformungsoberfläche auf, besonders bei 63 % KWG und Umluftofen-Glühung.
- Beide Mn-reduzierten Varianten zeigten ein leicht verbessertes optisches Erscheinungsbild bzgl. Fließfiguren, trotz einem Knick bei der Dehngrenze nach der Salzbad-Wärmebehandlung.
- An der Versuchslegierung mit 2,08 Massen-% Zn wurden bei 63 % KWG deutlich reduzierte Fließfiguren beobachtet. Während jedoch nach der Umluftofen-Weichglühung beide Typen verbessert sind, war nach dem Salzbad bei den Lüderslinien sowie in den ersten 5 % plastischer Dehnung eine optimierte Oberfläche zu sehen.
- Mit einem Cu-Zusatz von 0,75 Massen-%, 63 % KWG und Salzbad-Weichglühung waren die Lüderslinien signifikant reduziert.

Auch unterdurchschnittliche Oberflächenqualitäten wurden detektiert:

- Die Zr-haltige Legierungsmodifikation wies nach allen Herstellungsrouten eine deutlich Fließfiguren-reichere Oberfläche auf, insbesondere jedoch Lüderslinien.
- Mit 20 % KWG und Umluftofen-Glühung zeigten sowohl die Er-Variante als auch jene mit 0,20 Massen-% Mn eine etwas schlechtere Oberflächenqualität. Bei der Er-haltigen Legierung trat dies auch mit 63 % KWG und Salzbad-Wärmebehandlung auf.

#### 4.1.6 Zugversuche an industriellen Versuchsblechen

Einer der Ausgangspunkte für die vorliegende Dissertation war die Verbesserung von bereits vorliegenden industriellen Blechen durch Maßnahmen wie neuartige Weichglühbehandlungen oder das Aufbringen von Vorverformung. In weiterer Folge sollten auch Kombinationen verschiedener Prozessvariationen durchgeführt werden.

##### 4.1.6.1 Standardproduktion, alternative Weichglühungen und Versuchswalzgerüst

Das Ausgangsmaterial für diese Versuchsreihe war industriell produziertes Blech EN AW-5182 ohne abschließende Weichglühung. Für diese Standard-Glühung (siehe auch Abbildung 20) sollte eine leicht zu realisierende Alternative gefunden werden.

Im ersten Schritt fiel die Wahl auf Umluftofen-Weichglühungen, bei denen Temperatur, Haltezeit sowie Abkühlgeschwindigkeit variiert wurden. Darüber hinaus erfolgten auch Versuche mit industrienahen Aufheiz- und Abkühlbedingungen im Umluftofen bei erhöhten Temperaturen. Auf Grund der vorhandenen Ofensteuerung musste die Aufheizkurve mit einem linearen Temperaturanstieg approximiert werden. Tabelle 3 führt die gesamte Liste der

getesteten Varianten auf. Bei jene Wärmebehandlungen, die mit „FastHeat“ gekennzeichnet sind, kam eine Chargierung der Bleche in den vorgeheizten Ofen zum Einsatz.

Die Auswertung der Zugversuche der Versuchsbleche mit alternativen Umluftofen-Wärmebehandlungen ergab keine signifikanten Veränderungen der mechanischen Eigenschaften oder der Oberflächenqualität während der Verformung. Abbildung 36 stellt die Ergebnisse mit den größten Unterschieden dar. Auf die Abbildung der  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven der einzelnen alternativen Weichglühungen im Umluftofen wird wegen des mangelnden Informationsgehaltes verzichtet.

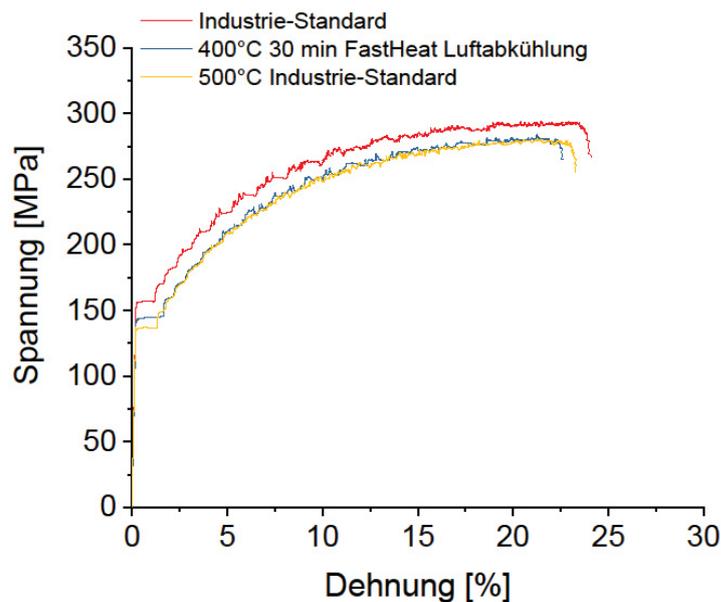


Abbildung 36: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der alternativen Umluftofen-Weichglühungen an industriellen Standard-Versuchsblechen mit den größten Auswirkungen (vgl. Tabelle 3 und Tabelle 4)

Parallel zur Herstellung der Versuchslegierungsbleche wurde ein Walzbarren aus einem industriell gegossenen Material (Position  $t/4$  im Gussbarren) auf dieselbe Weise gewalzt und wärmebehandelt wie die im Labor gegossenen Legierungen. Die entsprechenden Zugversuchskurven sind in Abbildung 37 dargestellt (vergleiche Tabelle 4, „Versuchswalzgerüst“).

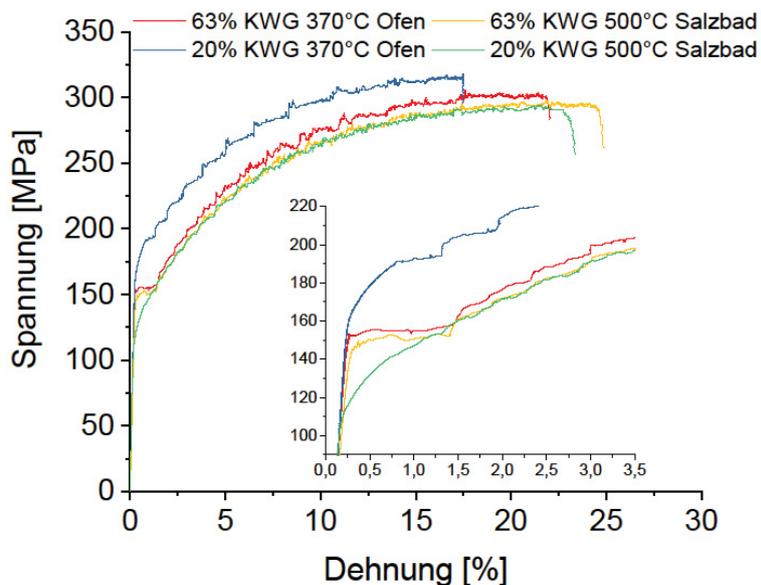


Abbildung 37: Spannungs-Dehnungs-Kurven industriell gegossener Versuchsbleche mit Weichglühung im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und 63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad sowie Salzbad-Wärmebehandlung mit anschließendem Wasserabschrecken und 63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad; Walzen erfolgte am Versuchswalzgerüst; KWG – Kaltwalzgrad

Auffällig ist in Abbildung 37 (20 % KWG und Bundofen-Weichglühung) der stufige Verlauf der  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurve sowie die geringe Bruchdehnung bei gleichzeitig vergleichsweise hoher Zugfestigkeit. Dies ist auf das, besonders im oberflächennahen Bereich, nicht vollständig rekristallisierte Gefüge zurückzuführen. Im Vergleich zu den Ergebnissen der Standard-Versuchslegierung aus der Laborproduktion (siehe Abbildung 29) ist das erhöhte Festigkeitsniveau aller Prozessvariationen zu beachten. Für dessen Ursache sei sowohl auf Kapitel 4.7 als auch auf Kapitel 5.6 verwiesen, wobei in letzterem die Ergebnisse interpretiert und diskutiert werden. In Tabelle 15 sind die mittleren Korngrößen dieser am Versuchswalzgerüst gewalzten Bleche aufgelistet. Die Bleche mit geringem Kaltwalzgrad und Umluftofen-Weichglühung zeigten dabei ein in Längsrichtung orientiertes Gefüge mit langgestreckten Körnern.

Tabelle 15: Korngrößen der industriellen EN AW-5182 Versuchsbleche am Versuchswalzgerüst gewalzt für zwei unterschiedliche Wärmebehandlungen in L- und LT-Richtung. \* große Abweichung zwischen mittlerer und maximaler Korngröße

Legierung	Kaltwalzgrad	Wärmebehandlung	Mittlere	Mittlere
			Korngröße L-Richtung	Korngröße LT-Richtung
	[%]		[ $\mu\text{m}$ ]	[ $\mu\text{m}$ ]
<b>5182</b>	63	Umluftofen	20,5	20,5
<b>Industrie</b>	20	Umluftofen	19,3*	19,2*
<b>Versuchs-</b>	63	Salzbad	10,5	10,1
<b>walzgerüst</b>	20	Salzbad	33,4	32,4

#### 4.1.6.2 Vorverformung

Das Aufbringen einer Vorverformung stellt eine gängige Methode zur Verringerung der Lüdersdehnung dar. Anlagentechnisch gibt es mehrere Möglichkeiten dies zu bewerkstelligen:

- Dressieren: ein zusätzlicher Stich beim Kaltwalzen nach dem abschließenden Weichglühen; typisch im Bereich weniger % Stichabnahme
- Streckrichten: Aufbringen einer Zugspannung mittels eines Richtgerüsts; typisch bis 1 % Dehnung (siehe Abbildung 38); typisch im Bereich weniger mm

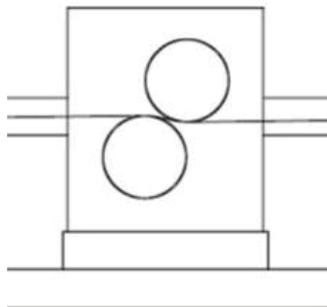


Abbildung 38: Schematische Darstellung des Biegerichtens [117]

Die vor allem in der Automobilindustrie gängige Oberflächenqualität „EDT“ (engl. Electron Discharge Texturing, elektroerosive Texturierung) wird über spezielle EDT-Walzen am Ende des Kaltwalzprozesses auf das Blech übertragen. Dieser Walzstich entspricht etwa einem Dressierstich von 6 % Dickenabnahme. Die hier getesteten Dressiergrade wurden zusätzlich zur EDT-Oberfläche appliziert.

Die geprüften Parameter sind in Tabelle 3 angegeben. Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die zusammengefassten Resultate des Dressierens (Abbildung 39) und Streck- bzw. Biegerichtens (Abbildung 40).

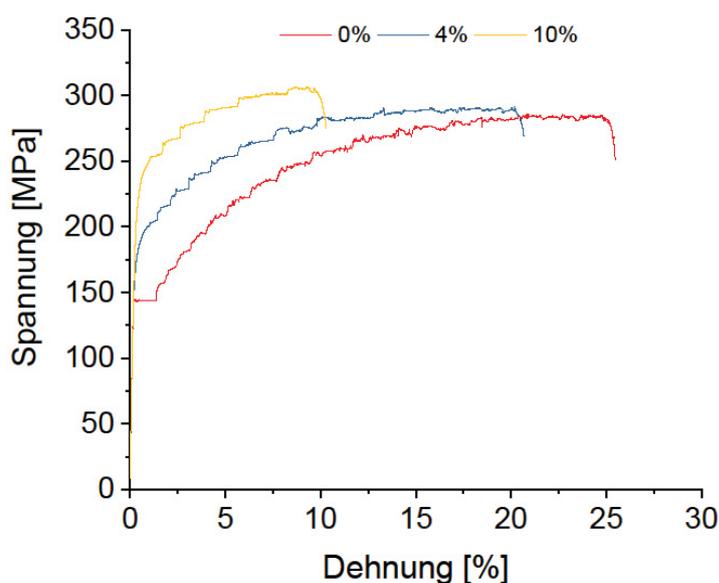


Abbildung 39: Spannungs-Dehnungs-Diagramm industrieller Standard-Versuchsbleche mit unterschiedlichen Dressiergraden

Es zeigte sich, dass das über den EDT-Stich hinausgehende Dressieren ein hohes Maß an Vorverformung einbringt, sodass die Lüdersdehnung eliminiert wird und eine Kaltverfestigung des Materials erfolgt. Jedoch betrug der Verlust an Umformbarkeit bzw. Bruchdehnung absolut bis zu 15 %, wie in Abbildung 39 zu sehen ist.

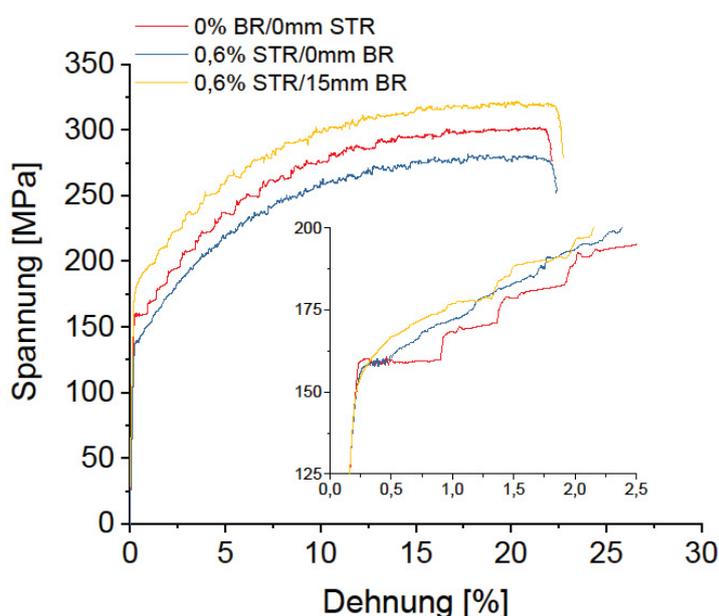


Abbildung 40: Spannungs-Dehnungs-Diagramm industrieller Standard-Versuchsbleche ohne Richten, mit 0,6 % Streckrichten sowie 0,6 % Streckrichten plus 15 mm Biegerichten; zur besseren Sichtbarkeit ist die Kurve des Materials mit Streck- und Biegerichten um 20 MPa nach oben und jene des streckgerichteten Materials um 20 MPa nach unten verschoben; Detail zeigt den Bereich um die Lüdersdehnung bzw. Dehngrenze im Originalmaßstab; BR – Biegerichten, STR - Streckrichten

Sowohl Streckrichten als auch die Kombination aus Streck- und Biegerichten führten zu einer deutlichen Reduktion oder der vollständigen Unterdrückung der Lüdersdehnung ohne signifikante Verschlechterung der Dehnungswerte. Nach dem reinen Streckrichten waren allerdings deutliche Fließfiguren Typ A (Lüderslinien) zu erkennen.

#### 4.1.6.3 Reduzierter Kaltwalzgrad und alternative Weichglühungen

Nach einer Evaluierung der ersten Ergebnisse mit im Labor hergestellten sowie industriellen Versuchsblechen erfolgte die Planung und Umsetzung von Versuchsreihen mit reduziertem Kaltwalzgrad und unterschiedlichen alternativen Wärmebehandlungen.

Eine Versuchsreihe mit enger Staffelung des Kaltwalzgrades (4–18 % bei Salzbad-Wärmebehandlung) diene zum einen zur Bestimmung des kritischen Umformgrades für die Rekristallisation ( $R_{xx}$ ) bei gegebener Wärmebehandlung, zum anderen um jenes Maß an Kaltwalzen (und der damit verbundenen Gefügeeigenschaften) zu finden, ab welchem keine Orangenhaut mehr auftritt.

Mittels des Austestens der Salzbad-Temperatur konnte überprüft werden, ob es eine Minimaltemperatur oder ein Optimum für die Reduktion der Lüdersdehnung gibt.

Aus Gründen der Übersicht sowie Relevanz werden nur die wichtigsten bzw. vielversprechendsten Resultate detaillierter beschrieben. Die zusammengefassten Ergebnisse der übrigen Versuche sind im Folgenden kurz aufgelistet.

- 25 % Kaltwalzgrad, Umluftofen 370–500 °C: keine signifikanten Unterschiede zwischen den Glühtemperaturen; Lüdersdehnung weiterhin vorhanden; Ergebnisse zur 370 °C Umluftofen-Glühung siehe unten
- 25 % Kaltwalzgrad, Salzbad 450–500 °C: Lüdersdehnung leicht reduziert im Vergleich zur Standard-Prozessführung
- 15 % Kaltwalzgrad, Umluftofen 370–500 °C: bis einschließlich 450 °C keine vollständige Rekristallisation und Riesenkornwachstum; starke Orangenhaut-Ausbildung; Ergebnisse zur 500 °C Umluftofen-Glühung siehe unten
- 15 % Kaltwalzgrad, Salzbad 450–500 °C: keine Lüdersdehnung im  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm; in Abstimmung mit den Versuchen mit feiner Unterteilung der Kaltwalzgrade (4–18 %) wurde die Variante mit 18 % Kaltwalzgrad als erfolgsversprechender angesehen; Ergebnisse zu 18 % Kaltwalzgrad siehe unten
- 63 % Kaltwalzgrad, Salzbad 350–475 °C: mit steigender Salzbad-Temperatur verringerte sich die Lüdersdehnung, wobei auch bei 475 °C eine Lüdersdehnung detektiert wurde

25 % Kaltwalzgrad, Umluftofen 370 °C: An dieser Prozessvariante wurde eine geringfügige Verbesserung, d.h. Verringerung, der Lüdersdehnung von über 1 % auf ca. 0,6 % beobachtet.

Die mechanischen Kennwerte verringerten sich im Vergleich zur Referenz leicht auf  $R_{p0,2}$  130 MPa,  $R_m$  289 MPa und  $A_{80}$  22 %. Die mittlere Korngröße betrug  $32\pm 18 \mu\text{m}$ . Die Blechoberfläche wies Fließfiguren beider Typen auf. Abbildung 41 zeigt das entsprechende  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm.

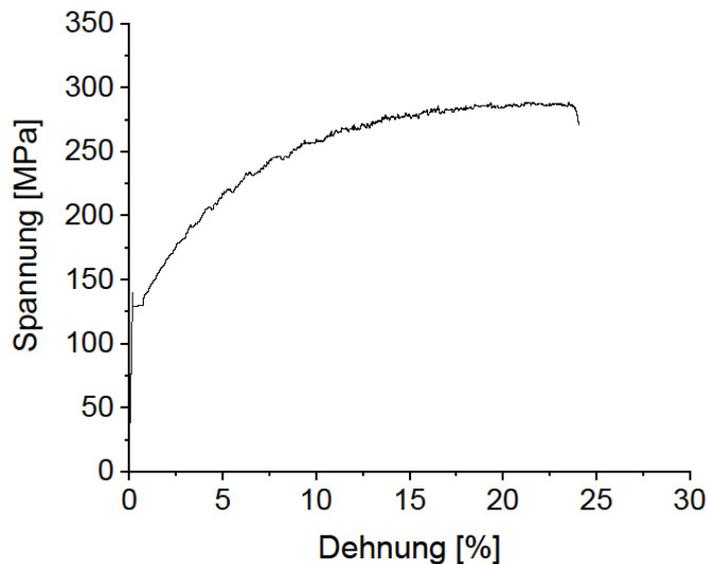


Abbildung 41: Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines industriellen Versuchsbleches mit 25 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen bei 370 °C

15 % Kaltwalzgrad, Umluftofen 500 °C: Das Ausmaß der Lüdersdehnung lag bei diesem Versuchsblech bei ca. 0,2 %, was zu einer reduzierten, aber dennoch sichtbaren Ausprägung von Lüderslinien an der Oberfläche führte. Bedingt durch die durchschnittliche Korngröße von  $62 \mu\text{m}$  trat Orangehaut-Bildung auf. Die wichtigsten mechanischen Eigenschaften betragen für  $R_{p0,2}$  114 MPa, für  $R_m$  281 MPa und für  $A_{80}$  21 %. Wie in Abbildung 42 ersichtlich, war die  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurve nach der Lüdersdehnung wesentlich „glatter“ als z.B. die Raumtemperatur-Kurven in Abbildung 26, was auf schwächere Fließfiguren Typ B hindeutet. Die mittlere Korngröße lag bei  $62\pm 22 \mu\text{m}$ .

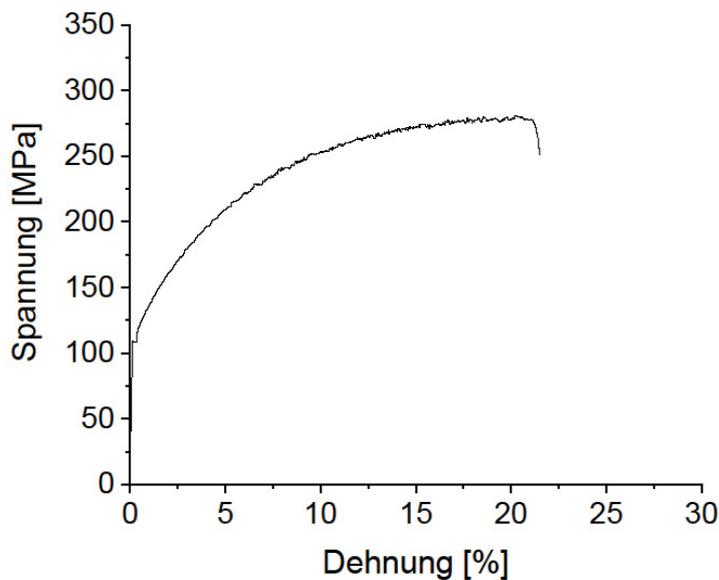


Abbildung 42: Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines industriellen Versuchsbleches mit 15 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen bei 500 °C

18 % Kaltwalzgrad, Salzbad 500 °C mit Wasserabschrecken: Diese Herstellroute erwies sich auf Grund der mechanischen wie optischen Eigenschaften als besonders vielversprechend für weitere Untersuchungen. In Abbildung 43 ist ersichtlich, dass keine Lüdersdehnung in der Messkurve erkennbar ist, was sich in einem Ausbleiben von Lüderslinien an der Blechoberfläche während der Zugprüfung niederschlug. Auch Typ B-Fließfiguren waren in ihrem Aussehen deutlich abgeschwächt. Die durchschnittlichen mechanischen Eigenschaften lagen nur wenig unter jenen des industriellen Standard-Materials mit  $R_{p0,2}$  124 MPa,  $R_m$  294 MPa und  $A_{80}$  23,4 %.

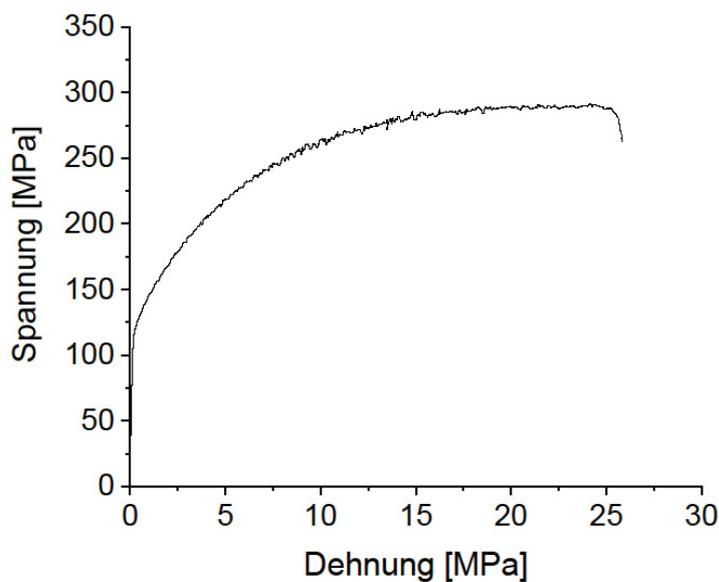


Abbildung 43: Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines industriellen Versuchsbleches mit 18 % Kaltwalzgrad und Salzbad-Wärmebehandlung bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken

#### 4.1.6.4 Reduzierter Kaltwalzgrad und Vorverformung

Bleche, die großtechnisch im Bundofen geglüht werden, sind im Gegensatz zu jenen, die durch einen Banddurchzugsofen laufen, nicht passivierbar. Da jedoch auch diese blanken Bleche Absatz finden, ist eine möglichst fließfigurenfreie Variante aus dem Bundofen anzustreben. Aufbauend auf den Resultaten aus den Kapiteln 4.1.6.2 und 4.1.6.3 wurden Versuche an industriellen Versuchsblechen mit reduziertem Kaltwalzgrad und Vorverformung realisiert. Wie in der nachfolgenden Abbildung 44 zu sehen ist, zeigen sowohl die Varianten mit Verstreckung als auch jene mit kombiniertem Streck- und Biegerichten keine Lüdersdehnung auf. Die maximale Dehnung blieb in diesen Fällen annähernd auf dem Niveau der Referenz (industrielle Standard-Versuchsbleche), ebenso wie die Korngröße von 32  $\mu\text{m}$ . Die Oberfläche zeigte sowohl nach dem Richten als auch während der Zugprüfung keine Lüderslinien, Typ B-Fließfiguren waren deutlich abgeschwächt.

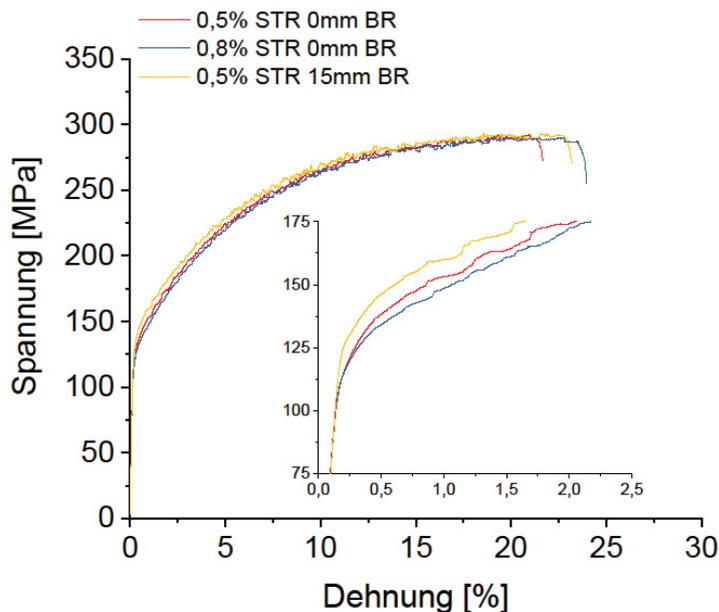


Abbildung 44: Spannungs-Dehnungs-Diagramme industrieller Versuchsbleche mit 25 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen bei 370 °C mit 0,5 % Streckrichten, 0,8 % Streckrichten sowie 0,5 % Streckrichten und 15 mm Biegerichten

#### 4.1.7 Partikelanalyse Industrieguss – Laborguss

Der Vergleich der Ergebnisse der im Labor gegossenen Standard-Legierung mit den korrespondierenden Daten für industrielle Versuchsbleche (siehe Abbildung 29 und Abbildung 37) hinsichtlich Festigkeit und Gefüge zeigte, dass die großtechnisch produzierten Bleche feineres Korn und ein höheres Festigkeitsniveau aufweisen. Auch dass die industriellen Bleche bei gleicher thermomechanischer Prozessführung teils nicht vollständig rekristallisieren (siehe Abbildung 37) sowie ein unterschiedliches Ansprechverhalten auf das Abschrecken von hohen Temperaturen, „Abschreck-Effektivität“, aufweisen, gab Anlass für nähere Untersuchungen. Es erfolgte eine automatisierte Analyse der Partikel mit einer Fläche von über 1  $\mu\text{m}^2$  am REM. Diese Randbedingung zielt insbesondere auf die Detektion von Primärphasen ab, die während des Gusses bzw. der Erstarrung entstehen und durch das Walzen zerbrochen werden. Abbildung 45 zeigt die Häufigkeitsverteilung der Partikelgrößen für ein industrielles sowie ein Versuchslegierungsblech mit 63 % Kaltwalzgrad. Da die Daten unter 10  $\mu\text{m}^2$  keine signifikanten Unterschiede aufwiesen, wird im nachfolgenden Diagramm nur auf Partikelgrößen über 10  $\mu\text{m}^2$  eingegangen.

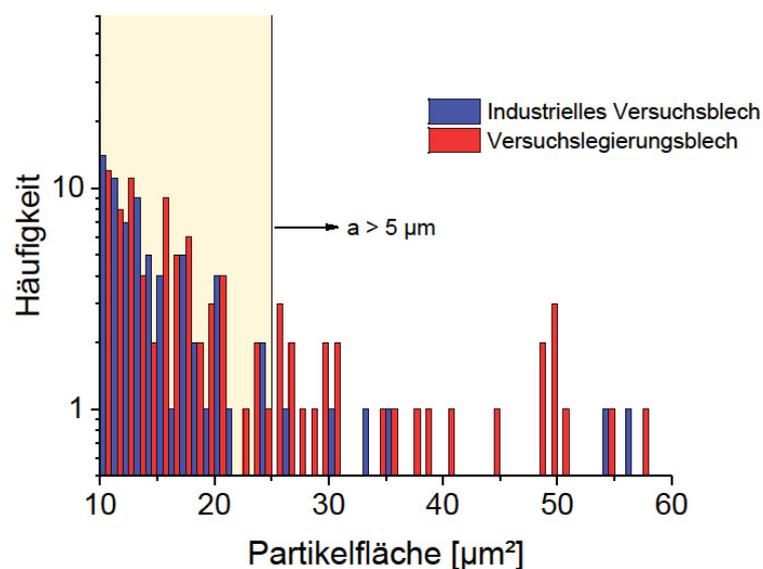


Abbildung 45: Vergleich der Häufigkeitsverteilung der Partikelgrößen in industriellem (blau) und Versuchslegierungsblech (rot); beide mit 63 % Kaltwalzgrad; 25 µm<sup>2</sup> Fläche entsprechen einer Kantenlänge a von 5 µm eines ideal kubischen Partikels

Klar zu erkennen ist in Abbildung 45, dass im Versuchslegierungsblech Partikel mit einer Größe von mehr als 25 µm<sup>2</sup>, respektive 5 µm Kantenlänge, in beträchtlicher Anzahl vorhanden sind, in der industriellen Variante jedoch fast vollständig fehlen. Das ist von besonderem Interesse, da beide Versuchsbleche auf dem Versuchswalzgerüst auf die Enddicke gebracht wurden. Die Ursache für die unterschiedlichen Partikelgrößen kann, da die chemische Zusammensetzung in etwa gleich ist, nur in den Guss- bzw. Erstarrungsbedingungen liegen. Für eine Interpretation dieser Analyse bzw. dem Einfluss der Partikelverteilung auf beobachtete Phänomene wie die Abschreck-Effektivität sei an dieser Stelle auf Kapitel 5.6 verwiesen.

#### 4.1.8 Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI)

Electron Channeling Contrast Imaging bietet die Möglichkeit oberflächennahe Versetzungsstruktur zu beobachten ohne dass die Präparation von dünnen Proben, wie im Transmissionselektronenmikroskop TEM, notwendig ist. Mit entsprechender Probenvorbereitung (siehe Kapitel 3.4.4) können Blechproben von mehreren Millimeter Dicke untersucht werden. Im Zuge der Auswertung der Versuchsreihen zum Thema „Fließfiguren“ stellte sich heraus, dass die groben Partikel von mehreren Mikrometer Durchmesser eine entscheidende Rolle im Materialverhalten spielen. Deshalb lag der Fokus der ECCI-Messungen auf der Analyse der Versetzungsstruktur in unmittelbarer Nähe ebendieser groben Primärphasen. Auch die Unterschiede der Zahl und Anordnung der Versetzungen rund um kleine Partikel, wie Dispersoide, sollte ermittelt werden.

Abbildung 46a zeigt in der Mitte eine grobe Primärphase (Partikel 1, ca.  $10 \times 9 \mu\text{m}^2$ ) in der Nähe eines für ECCI geeigneten Kornes, das an der fast schwarzen Farbe erkennbar ist. Das Schwarz entsteht dadurch, dass die Primärelektronen des Strahls zwischen die annähernd senkrecht zur Probenoberfläche orientierten Gitterebenen des Kornes „channeln“, also kanalisiert werden. Der Rückstreuelektronen-Detektor bekommt somit wenig bis kein Signal von diesem Korn und stellt es schwarz dar. Fehler im Gitter, wie es Versetzungen sind, führen zu einem Signal am Detektor, da sie Elektronen zurückstreuen.

Der Bereich nahe des unteren Randes des Partikels in Abbildung 46a wird in Abbildung 46b dargestellt. Man erkennt, dass dort eine Vielzahl von Versetzungen vorhanden ist. Betrachtet man das mittelgroße Partikel in Abbildung 46c (Partikel 2) mit einer Querschnittsfläche von rund  $0,75 \times 0,63 \mu\text{m}^2$ , sind einige Versetzungen zu erkennen. Rund um das etwa  $0,60 \times 0,40 \mu\text{m}^2$  kleine Partikel (Partikel 3) in Abbildung 46d konnten jedoch fast keine Versetzungen detektiert werden.

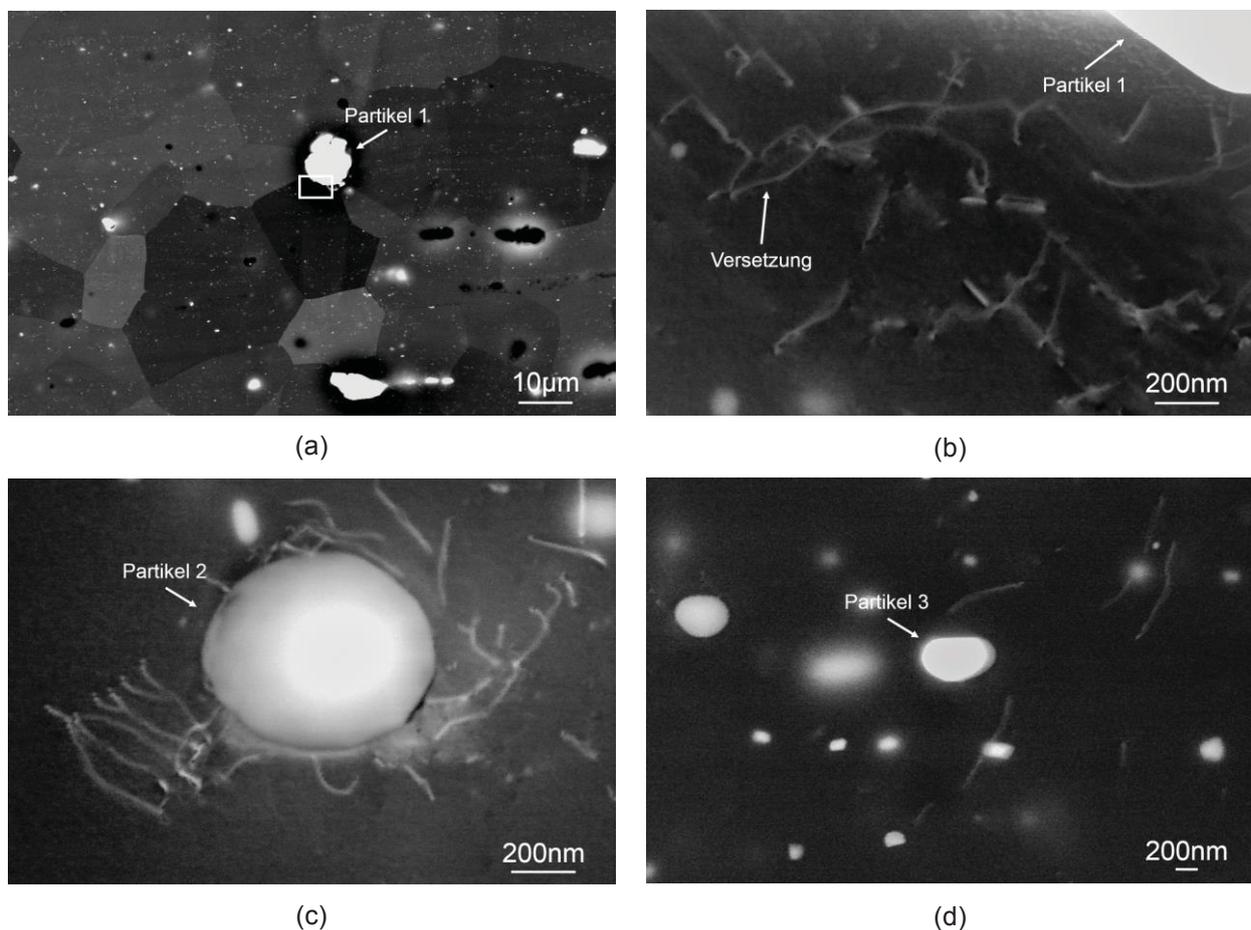


Abbildung 46: ECCI-Bild eines 5182 Standard-Versuchslegierungsbleches mit 63 % Kaltwalzgrad und Salzbad-Wärmebehandlung (a) mit ca.  $10 \times 9 \mu\text{m}^2$  groben Partikel nahe eines passend orientierten Kornes und der näher untersuchten Stelle (Markierung), (b) ECCI-Detailaufnahme nahe des Partikelrandes mit zahlreichen Versetzungen, (c)  $0,75 \times 0,63 \mu\text{m}^2$  mittelgroßes Partikels mit wenigen Versetzungen, (d) ECCI-Detailaufnahme eines  $0,6 \times 0,4 \mu\text{m}^2$  kleinen Partikels mit Versetzungen

Die Auswertung der ECCI-Aufnahmen hinsichtlich Versetzungen rund um die Partikel lässt auf einen Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und der Anzahl an Versetzungen, die sich in deren Nähe befinden, schließen. In Abschnitt 5.6 wird darauf näher eingegangen.

## 4.2 Versuche „Superplastische Verformung“

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Warmzugversuche, von licht- und elektronenmikroskopischen Untersuchungen sowie von EBSD-Messungen angeführt, die an der Legierung EN AW-5083 und einer Mn-reduzierten Variante durchgeführt wurden.

### 4.2.1 Warmzugversuche „Superplastische Verformung“

Um die Ergebnisse einer Standard-Legierung EN AW-5083 und einer Mn-reduzierten Variante direkt miteinander vergleichen zu können, sind die Daten der Warmzugversuche mit den gleichen Prüftemperaturen und Dehnraten zusammengefasst. In Abbildung 47 und Abbildung 48 sind die maximalen Dehnungen und maximalen Spannungen für beide Legierungen aufgetragen.

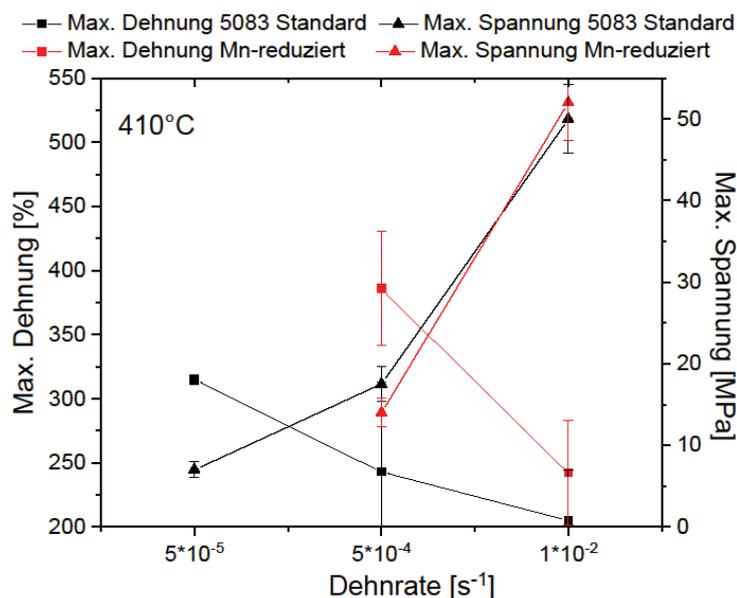


Abbildung 47: Maximale Dehnung und maximale Spannung der Standard-Legierung EN AW-5083 und der Mn-reduzierten Variante bei 410 °C und verschiedenen Dehnraten

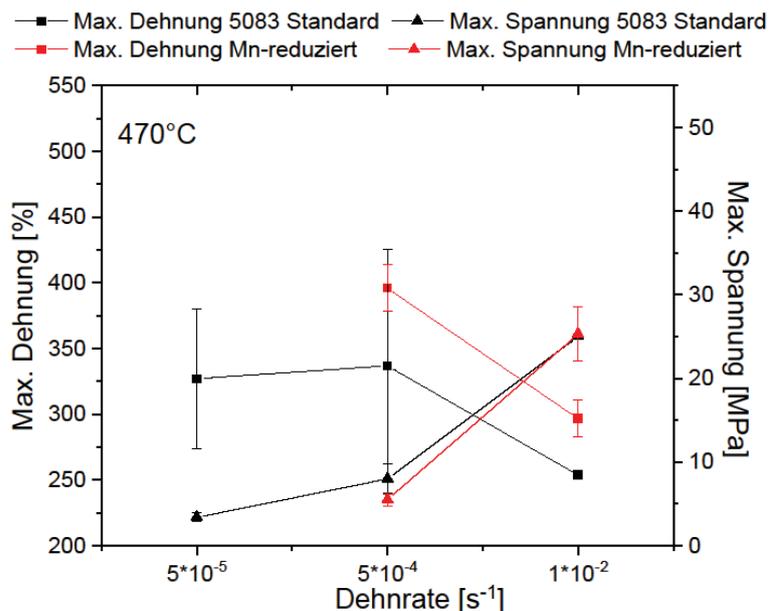


Abbildung 48: Maximale Dehnung und maximale Spannung der Standard-Legierung EN AW-5083 und der Mn-reduzierten Variante bei 470 °C und verschiedenen Dehnraten

Es ist deutlich zu sehen, dass die Mn-reduzierte Legierungsvariante bei gleichbleibender maximaler Spannung signifikant höhere maximale Dehnungen aufweist. Von besonderem Interesse ist hier die Steigerung der erreichten Dehnung bei 410 °C und  $5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$  von 243 % auf 386 % im Mittel. Bei den übrigen verglichenen Parameter-Kombinationen lag die Dehnungsverbesserung zwischen 37 % und 59 %. Tabelle 16 listet die exakten Ergebnisse der Warmzugversuche auf.

Da im industriellen Einsatz die Umformung zumeist bei Temperaturen unter 500 °C durchgeführt wird, wurde nur die Standard-Legierung bei 530 °C geprüft. Abbildung 49 zeigt die Resultate dieser Warmzugversuche.

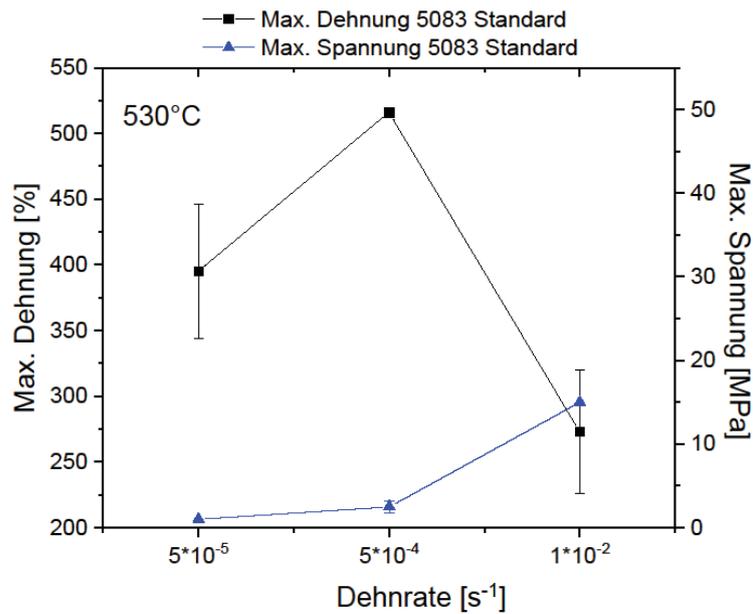


Abbildung 49: Maximale Dehnung und maximale Spannung der Standard-Legierung EN AW-5083 bei 530 °C und verschiedenen Dehnraten

Beachtenswert ist der deutliche Abfall der erreichten Dehnung bei 530 °C beim Sprung von der mittleren zur höchsten Verformungsgeschwindigkeit, vor allem da bei  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  die absolut höchsten Dehnungen erreicht wurden. In Abbildung 50 sind exemplarisch Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zugprüfung bei 410 °C dargestellt.

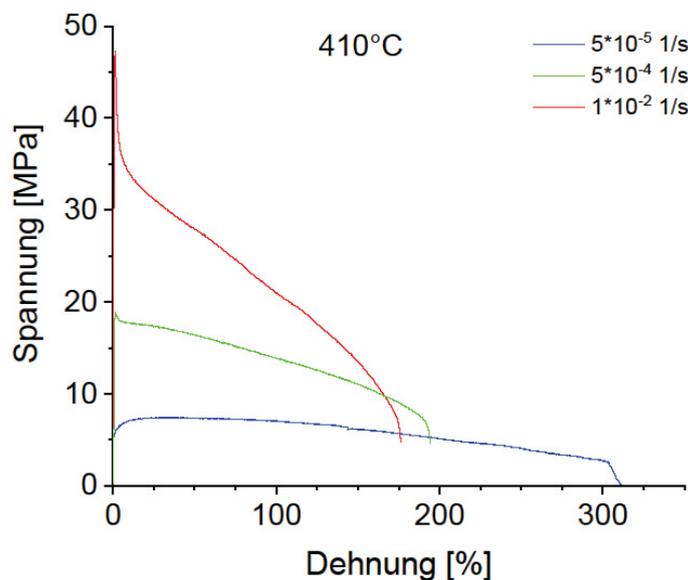


Abbildung 50: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Standard-Legierung EN AW-5083 bei Prüftemperatur 410 °C und verschiedenen Dehnraten

Tabelle 16: Maximale Dehnungen und maximale Spannungen der Warmzugversuche an EN AW-5083 (schwarze Schrift) und der Mn-reduzierten Variante (rote Schrift)

Prüftemperatur [°C]	Dehnrage in [s <sup>-1</sup> ]		
	5*10 <sup>-5</sup>	5*10 <sup>-4</sup>	1*10 <sup>-2</sup>
	Spannung in [MPa]		
	Dehnung in [%]		
530	395/-	516/-	273/-
	1/-	2,5/-	15/-
470	327/-	337/396	254/297
	3,4/-	8/5,5	25/25,3
410	315/-	243/386	205/242
	7/-	17,5/14	50/52

#### 4.2.2 Licht- und elektronenmikroskopische Untersuchungen „Superplastische Verformung“

Zur Ermittlung der Versagensursache sowie des Schadensbildes nach Versagen der Proben wurden metallographische Schliffe angefertigt und im Lichtmikroskop beurteilt. In Abbildung 51a-f ist eine Gegenüberstellung der Schliffbilder dargestellt.

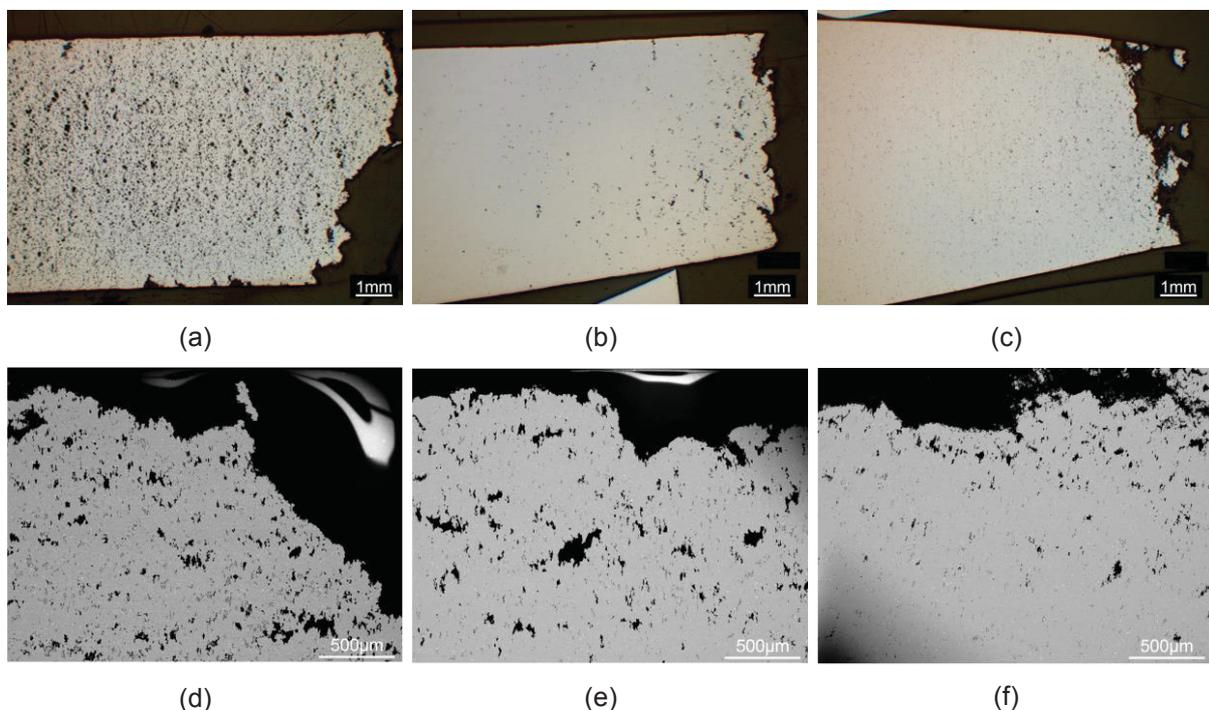


Abbildung 51: Lichtmikroskopische Schliffbilder gebrochener Warmzugproben geprüft bei 410 °C und (a) 5\*10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>, (b) 5\*10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> bzw. (c) 1\*10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>; (d-f) korrespondierende elektronenmikroskopische Aufnahmen zu (a-c)

Während bei der langsamsten Verformungsgeschwindigkeit keine Einschnürung zu erkennen ist, ist diese bei  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  stark ausgeprägt. Gleichzeitig verändert sich das Erscheinungsbild der Poren massiv: von vielen großen Poren hin bei langsamer Verformung hinzu wenigen kleinen bei schneller Verformung. Die Auswirkungen der unterschiedlichen Schadensbilder und die Schlüsse, die daraus gezogen werden können, werden in Abschnitt 5.7 eingehend diskutiert. Einige Partikel befinden sich direkt an oder in Poren, was auf einen Zusammenhang zwischen Poren bzw. deren Bildung und der Partikel hindeutet. Eine Analyse mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) zeigt, dass es sich um Teilchen vom Typ  $\text{Al}_x(\text{Mn,Fe})_y$  handelt, wie in Abbildung 52 und Tabelle 17 dargestellt ist.

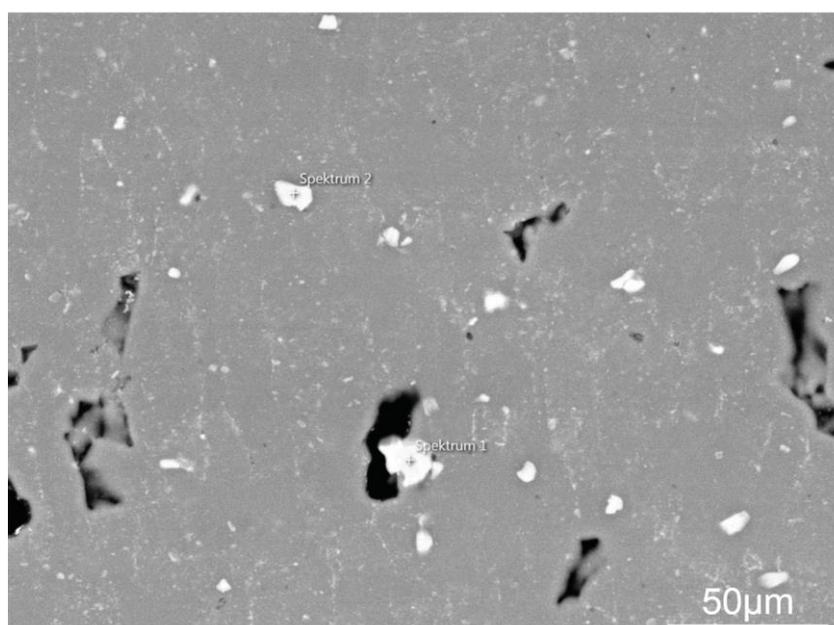


Abbildung 52: Rasterelektronenmikroskopische Detailaufnahme einer geprüften EN AW-5083 mit Pore und Partikel; Spektrum 1 ist in Tabelle 17 angegeben

Tabelle 17: Chemische Zusammensetzung des Partikels aus Abbildung 52, gemessen mittels EDX

Mn	Fe	Al
Elementgehalte in [Massen-%]		
14,7	11,2	72,6

Eine Untersuchung einer Probe, die bei  $410 \text{ °C}$  und  $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  geprüft wurde, mittels EBSD an vier Messpunkten, von direkt an der Bruchfläche bis 13 mm entfernt davon, ergab nur eine sehr schwach ausgeprägte Textur, wie in Abbildung 53 festgehalten ist.

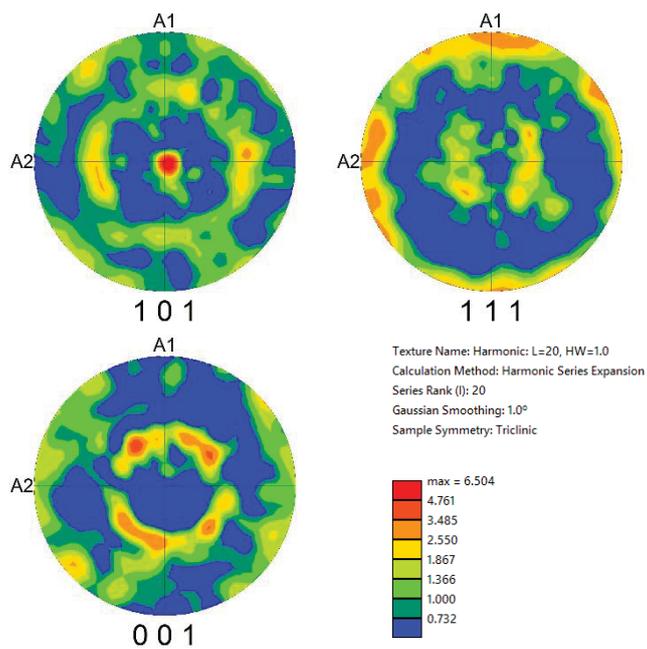


Abbildung 53: Polfigur einer EBSD-Messung nahe der Bruchfläche nach Prüfung bei 410 °C und  $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; A1 – Zugrichtung, A2 – Walzrichtung

## 5 Diskussion

Abschnitt 5 interpretiert die Daten aus dem vorigen Kapitel und zeigt die Schlussfolgerungen, die gezogen werden können, auf. Die Einteilung erfolgt in thematisch zusammengefasste Bereiche und entspricht nur zum Teil jener des Kapitels 4.

### 5.1 Konventionelle Verformung

In diesem Kapitel werden die Erkenntnisse und Daten aus den Versuchsreihen zur konventionellen Verformung der Versuchslegierungsbleche sowie der industriell abgegossenen Bleche diskutiert.

#### 5.1.1 Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit

In Abbildung 26a ist der Einfluss der Temperatur auf die Lüdersdehnung sowie die dynamische Reckalterung gut erkennbar: je höher die Umformtemperatur ist, desto schwächer sind beide Effekte ausgeprägt. Eine Erklärung kann in beiden Fällen beim allgemeinen Temperatureinfluss auf die Diffusion gefunden werden: wie in Kapitel 2.2.2 und 2.3.2 beschrieben, erhöht sich die Diffusionsgeschwindigkeit bzw. wird die Diffusion mit steigender Temperatur erleichtert. Zusätzlich wird auch die Versetzungsbewegung vereinfacht. Dadurch laufen einerseits die Versetzungen, die sich von den Korngrenzen losreißen und in benachbarten Körnern die Versetzungsbewegung initiieren, schneller durch das Material, was zu einer kleineren Lüdersdehnung führt. Andererseits finden mehr Sprünge von Mg-Atomen über den Versetzungskern, wie sie Curtin et al. [37] beschrieben haben, statt. Durch das erleichterte Springen verringert sich auch der „Vorteil“ der höheren Bindungsenergie der Mg-Atome auf der Zugseite der Versetzung, was die Höhe der Spannungsausschläge erniedrigt.

Bei der gleichzeitigen Erhöhung der Frequenz wie auch des Ausmaßes der Spannungsausschläge im Bereich nach der Lüdersdehnung mit sinkender Verformungsgeschwindigkeit muss berücksichtigt werden, dass es sich um einen dynamischen Vorgang handelt. Je langsamer umgeformt wird, desto mehr Zeit bleibt den gelösten Mg-Atomen über den Versetzungskern zu springen. Deshalb werden mehr dieser Sprünge vollzogen bzw. kann eine Versetzung, die durch die Verformung losgerissen wird, wieder von einem Magnesium-Atom gepinnt werden.

#### 5.1.2 Gussgefüge Labor-Versuchslegierungen

Der Großteil der gemessenen Gusskorngrößen der Labor-Versuchslegierungen befindet sich zwischen ca. 90  $\mu\text{m}$  und 120  $\mu\text{m}$ . Drei Ausreißer sind jedoch darunter: Mg 2 (72,45  $\mu\text{m}$ ) sowie Zn 1 (141,12  $\mu\text{m}$ ) und Zr (206,13  $\mu\text{m}$ ). Während die geringe Gusskorngröße unter Umständen

auf eine überdurchschnittlich wirksame Kornfeinung zurückzuführen ist, kann die Vergröberung in der Zr-haltigen Versuchslegierung von der „Vergiftung“ des Kornfeiners abgeleitet werden. Dabei heben Elemente wie z.B. Zirkon die Wirkung des eigentlichen Kornfeinungsmittels  $TiB_2$  auf. [118] Interessanterweise trat dieses Phänomen bei Zusatz von Erbium nicht auf, obwohl dies hinsichtlich Dispersoidbildung ähnlich wirkt wie Zirkon.

### 5.1.3 Industrielle Versuchsbleche – Fehlentwicklungen

Bei dem Versuch industrielle Versuchsbleche hinsichtlich Fließfiguren zu verbessern, gab es auch, im übertragenen Sinn, entwicklungstechnische „Sackgassen“, die keinen Erfolg brachten. Um dies für zukünftige Arbeiten festzuhalten sind diese im Folgenden erwähnt.

Wie in Abschnitt 4.6.1 dargelegt, zeigten Modifikationen der finalen Weichglühung im Umluftofen keine Verbesserungen. Weder die graduelle Erhöhung der Glühtemperatur bis auf  $500\text{ °C}$  noch Veränderungen der Haltezeit auf bis zu 120 min brachten den gewünschten Erfolg. Die Betrachtung der Gefüge dieser industriellen Versuchsbleche zeigte, dass keine signifikanten Unterschiede in der Korngröße oder der Kornform bestehen. Alle derartigen Glühvariationen wiesen ähnliche Gefüge auf. Es liegt auf der Hand, dass die getesteten Variationen der Glühtemperatur bzw. Haltezeit keinen nennenswerten Einfluss auf die Gefügeausbildung, insbesondere die Rekristallisation haben. Wenn auch die Anhebung der Wärmebehandlungstemperatur um  $130\text{ °C}$  groß erscheint, ändert sich die Aufheizrate kaum. Ebendiese hat jedoch massive Auswirkungen auf die Triebkraft der Rekristallisation.

Die zweite erwähnenswerte Entwicklungsrouten war das Aufbringen von Vorverformung in Form von Dressieren und Biegerichten bzw. Streckrichten auf ein ansonsten unverändertes Standard-Versuchsblech aus industrieller Fertigung (63 % KWG, Umluftofen-Weichglühung bei  $370\text{ °C}$ ). Beide zusätzlich zum EDT-Stich aufgebrauchten Dressierstiche (4 % und 10 %) resultierten in einem deutlichen Duktilitätsverlust bei gleichzeitiger Verfestigung. Es wurde somit eine „klassische“ Kaltverfestigung durchgeführt, die jedoch keine bzw. sogar negative Auswirkungen auf die optische Ausprägung der Fließfiguren hatte.

Dass das Aufbringen einer Vorverformung jedoch auch Potential bzgl. Verbesserung der Fließfiguren auf der Blechoberfläche hat, zeigen die Ergebnisse aus 4.6.4 und Abschnitt 5.6.

### 5.1.4 Grundlegende Gefügeanalyse

Die vier Prozessrouten, in denen die Versuchslegierungsbleche hergestellt wurden, führen zu vier Grundtypen der Mikrostruktur:

- 63 % Kaltwalzgrad, Umluftofen-Weichglühen: relativ feines Korn, leichte Stauchung in Dickenrichtung (Orientierung in Walzrichtung), Korngrenzen unregelmäßig und gezackt, breite Verteilung der Korngröße

- 20 % KWG, Umluftofen-Weichglühen: grobes bis sehr grobes Korn, sonst wie oben beschrieben; gelegentlich Riesenkornwachstum
- 63 % KWG, Salzbad-Wärmebehandlung: feines bis sehr feines Korn, polygonalere Kornform als nach dem Umluftofen, annähernd globulares Korn, schmälere Verteilung der Korngröße
- 20 % KWG, Salzbad-Wärmebehandlung: mittlere Korngröße, sonst wie bei 63 % KWG

Betrachtet man eben beschriebenen Gefüge, wie in Abbildung 27, ist zu erkennen, dass unterschiedliche Mechanismen den Mikrostrukturen nach dem Umluftofen bzw. dem Salzbad zugrunde liegen. Das Weichglühen im Umluftofen bei 370 °C bewirkt eine starke Erholung des Gefüges. Die unregelmäßige Kornform ist ein Indiz dafür. Die Tatsache, dass der niedrige Kaltwalzgrad in Kombination mit der Weichglühung im Umluftofen teilweise zu Riesenkornwachstum führt, lässt darüber hinaus den Schluss zu, dass dieser Materialzustand nur knapp über dem kritischen Umformgrad für Rekristallisation befindet. Im Gegensatz dazu können bei den industriellen Versuchsblechen wesentlich niedrigere Kaltwalzgrade realisiert werden, ohne dass Riesenkornwachstum oder ähnliches auftritt. Dies beruht auf zwei Ursachen: zum einen findet in der Industrieproduktion eine wesentlich raschere Erstarrung bzw. Abkühlung aus dem Guss statt als bei der Herstellung im Labor (vgl. Abbildung 16), was zu feineren Partikeln (Primärphasen und Dispersoide) führt. Diese feineren Teilchen bewirken einen höheren Zener Drag bzw. Zener-Druck auf die Korngrenzen als grobe Partikel und behindern so die Bewegung der Korngrenzen. [101, 112] Zum anderen wird durch die Walzgerüste der Industrie, deren Walzendurchmesser bei über 600 mm liegen, das Blech stärker über die gesamte Dicke verformt. Das Versuchswalzgerüst mit Walzendurchmesser von 249 mm und signifikant niedrigeren Walzkräften kann eine derartige Umformung nicht zustande bringen. Die im Vergleich zu den Industrieanlagen ungleichmäßigere Verformung über die Blechdicke trägt auch zum Riesenkornwachstum nahe der Blechoberfläche bei. Ein weiterer Grund für das Überwiegen der Erholung nach der Umluftofen-Weichglühung ist die langsame Aufheizgeschwindigkeit, wie in Abbildung 20 ersichtlich ist. Dadurch bleibt die Triebkraft für die Rekristallisation zusätzlich niedrig. In Verbindung mit der Partikelgrößenverteilung, wie sie nach dem Labor-Guss vorherrscht, stehen weniger Keimstellen für die  $R_{xx}$  zur Verfügung. Diese werden durch das langsame Aufheizen auf eine relativ niedrige Temperatur somit nicht oder kaum aktiviert.

Konträr dazu weist die Mikrostruktur nach der Wärmebehandlung im Salzbad mit anschließendem Wasserabschrecken wesentliche morphologische Kennzeichen eines rekristallisierten Gefüges auf: polygonale und großteils globulare, nicht gestreckte Kornform und viele 120 °-Tripelpunkte zwischen den Körnern. Ein entscheidender Faktor für die Rekristallisation liegt in der sehr raschen Aufheizrate: die Bleche werden in das 500 °C heiße Salzbad eingetaucht und sind damit innerhalb kürzester Zeit auf der Endtemperatur, auf der

sie dann 5 min gehalten werden, bevor sie in Wasser abgeschreckt werden. Dadurch ist die Triebkraft für die Rekristallisation besonders hoch. Auch bei der Salzbad-Wärmebehandlung liefert der höhere Kaltwalzgrad mehr Rekristallisationskeime und somit ein feineres Gefüge. Die Korngröße sowie, bis zu einem gewissen Grad, die Kornform wirken sich auf das Erscheinungsbild der Verformungsoberfläche auf. Die Überlegungen zum Einfluss der Korngröße werden im Abschnitt 5.6 dargelegt. Wie in 4.4 berichtet, lagen die mittleren Korngrößen des rekristallisierten Gefüges der eigenen Versuchsbleche mit 20 % KWG nach der Salzbad-Wärmebehandlung bei etwa 35–40  $\mu\text{m}$ . An der Oberfläche ebendieser Bleche konnte eine Orangenhaut-Bildung beobachtet werden. Dies ist insofern interessant, als dass in klassischer Literatur eine Korngröße von 40–70  $\mu\text{m}$  als Schwellwert für den Orangenhaut-Effekt in Aluminium angegeben wird. [45] Der Grund hierfür liegt offenbar in der Kornform. Es ist zu bedenken, dass der Orangenhaut-Effekt von den Auswirkungen der nicht von Korngrenzen behinderten Verformung oberflächennaher Körnern herrührt, welche unterschiedliche kristallographische Orientierung sowie anisotropes Verformungsverhalten aufweisen. [119–121] Diese Auswirkungen sind mikroskopisch als das Herausragen inhomogen verformter Körner bzw. Teilen davon und makroskopisch als Aufrauen der Oberfläche auszumachen. In diesem Kontext scheint die rundliche, rekristallisierte Kornform anfälliger für den Orangenhaut-Effekt zu sein als die oft langgestreckten Körner in erholtem Material.

Ein Effekt von besonderem Interesse sind die nicht oder nur teilweise rekristallisierten Mikrostrukturen der Zr-haltigen Versuchslegierung, wie sie in Abbildung 28 dargestellt sind. Dass der  $R_{\text{xx}}$ -Anteil mit steigendem Kaltwalzgrad und von Umluftofen zu Salzbad zu steigen scheint, fügt sich in die übrigen Ergebnisse sowie die Überlegungen in diesem Kapitel ein. Der Grund für die starke Verzögerung bzw. Resistenz gegenüber der Rekristallisation liegt in der hohen Zener-Pinnig-Kraft, die die  $\text{Al}_3\text{Zr}$ -Partikel auf die Korngrenzen ausüben. [98, 110, 113, 122, 123] Auf Grund der feinen  $\text{Al}_3\text{Zr}$ -Dispersoide wird die Bewegung der Korngrenzen so stark verzögert oder gänzlich behindert, dass keine vollständige Rekristallisation des Materials auch bei 63 % KWG und Salzbad-Wärmebehandlung zustande kommt. Wie zu erwarten wirkt sich dieses zeilige, stark in Längsrichtung orientierte teils nicht rekristallisierte Gefüge auch auf die mechanischen Eigenschaften aus und bewirkt eine erhöhte Festigkeit. Die ermittelten Festigkeitswerte und insbesondere die Bruchdehnungswerte müssen jedoch im Kontext mit der Prüfrichtung der Zugproben betrachtet werden. Da die Versuchslegierungsbleche nur wenig breiter als die Walzbarren (80 mm Breite) sind, erfolgt die Probenfertigung nur längs zur Walzrichtung. Im Umkehrschluss ist zu erwarten, dass die Zr-haltigen Versuchsbleche bei Zugprüfung quer zur Walzrichtung (LT-Richtung) eine signifikant niedrigere Bruchdehnung zeigen würden.

Entgegen der Erwartung durch die Zr-haltige Legierung zeigt das Versuchslegierungsblech mit 0,08 Massen-% Erbium kein nicht rekristallisiertes Walzgefüge, sondern eine herkömmliche feine  $R_{xx}$ -Mikrostruktur. Eine mögliche Ursache kann sein, dass die alleinige Zugabe von Erbium nicht ausreicht, um eine derart starke  $R_{xx}$ -Verzögerung zu erzielen. Untersuchungen mit zusätzlichem Scandium bzw. Zirkon stützen diese Theorie. [122, 124] Die alternative, wenn auch triviale, Erklärung könnte sein, dass 0,08 Massen-% Erbium schlichtweg zu wenig sind, um eine ausreichende Anzahl an  $Al_3Er$ -Dispersoiden für die  $R_{xx}$ -Behinderung zu bilden.

### 5.1.5 Einfluss von Legierungselementen in Versuchslegierungen

Die Modifikation bzw. das Legieren zusätzlicher Legierungselemente brachte unterschiedliche Ergebnisse. Während Reduktion von Mangan nur geringfügige Veränderungen der mechanischen und optischen Eigenschaften verursachte, zeigte die Verringerung des Magnesiumgehalts deutlichere Ergebnisse. Mit dem Zusatz von Zink oder Kupfer konnten bemerkenswerte Resultate hinsichtlich mechanischer Kennwerte erreicht werden, während die Oberflächenqualität konstant oder etwas stieg. Insbesondere das Zulegieren von 2,08 Massen-% Zn brachte eine geringere Lüdersdehnung sowie unterdrückte Typ B-Fließfiguren in den ersten 5 % plastischer Dehnung. Eine Zirkon-Zugabe bewirkte eine Verzögerung der Rekristallisation, wie in 5.4 eingehend beschrieben wird, was in weiterer Folge die Fließfiguren negativ beeinflusste. Die Ergebnisse der Er-haltigen Versuchslegierung wichen nur geringfügig von denen der Referenz ab. Nachfolgende Erkenntnisse wurden auch in [125] publiziert.

Die Reduktion von Mangan, als dispersoidbildendes Element in 5xxx, hat zweifachen Einfluss auf die Entwicklung des Gefüges: zum einen werden bei geringerem Mn-Gehalt weniger große Partikel wie Primärphasen gebildet, was die Effektivität des Abschreckens verringert. Der dafür verantwortliche Mechanismus wird in Abschnitt 5.6 erläutert. Zum anderen bedingt ein geringerer Mn-Gehalt auch die Verringerung der Anzahl an Dispersoiden, die über den Zener-Druck, der auf die Korngrenzen ausgeübt wird, die Korngröße kontrollieren. Bei weniger Dispersoiden stellt sich nach dem Weichglühen demnach eine größere Korngröße ein. Durch das gröbere Gefüge kann die leicht verbesserte Ausprägung der Fließfiguren bei den Mn-reduzierten Legierungsvarianten erklärt werden. Der geringste Mn-Gehalt von 0,2 Massen-% ist demnach zu niedrig und es werden zu wenige grobe wie auch feine Partikel gebildet.

An den Legierungen mit 4,16 Massen-% bzw. 3,60 Massen-% Mg zeigte sich, dass mit sinkendem Mg-Gehalt sowohl die Festigkeit als auch die Bruchdehnung zurückgeht. Die Ursachen dieses Verhaltens sind nicht alle einfach zu finden: einerseits ist der Festigkeitsverlust zum Teil auf die verminderte Mischkristallhärtung zurückzuführen, die vom geringeren Mg-Gehalt hervorgerufen wird. [1] Hinzu kommt, dass mit sinkendem Mg-Anteil mehr mobile Versetzungen „eingefangen“ werden und die Auslöschungsrate von

unbeweglichen Versetzungen zunimmt. [46] Diese Faktoren, sowie die Zunahme der Erholungsneigung wie auch die reduzierte Multiplikation der mobilen Versetzungen [46] können für den Rückgang der Bruchdehnung zusammenspielen. Die beobachtete Verbesserung der optischen Ausprägung der Fließfiguren ist in Übereinstimmung mit gängiger Literatur (siehe Abschnitt 2.2.2 und 2.3.2). [4, 17, 21, 29, 36, 45, 46, 126–128]

Die Versuchslegierungen mit Zusätzen von Cu und Zn weisen sowohl ein verbessertes Erscheinungsbild der Fließfiguren als auch erhöhte mechanische Eigenschaften auf, wobei beide Phänomene in der hoch Zn-haltigen Legierung am deutlichsten sind. Diese Veränderungen sind auf die Auswirkungen einer Kaltauslagerung zurückzuführen. (Die Versuchslegierungsbleche wurden zwischen Weichglühen und der mechanischen Prüfung für ca. 14 Tage bei Raumtemperatur gelagert. In dieser Zeitspanne erfolgte auch die Probenfertigung.) Der positive Einfluss des Zn auf die Spannungsausschläge, die während der dynamischen Reckalterung in 5xxx Al-Legierungen auftreten, beruht auf der Bildung von Zn-Mg-Clustern während der Kaltauslagerung. [129, 130] Diese Zn-Mg-Cluster sind Vorstufen der T-Phase  $Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ . Vergleichbare Vorgänge sind auch in den Cu-haltigen Legierungen mit Cu-Mg-Clustern zu beobachten. [131] Ebenso ist die deutliche Festigkeitssteigerung in diesen Legierungen der verfestigenden Wirkung der Cluster bzw. GP-Zonen, die während der Kaltauslagerung gebildet werden, zuzuschreiben. [132]

Wie in Abbildung 34 bzw. Tabelle 14 ersichtlich, führt nur die Wärmebehandlung im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Abschrecken zu den oben beschriebenen Verbesserungen der Oberflächenqualität und der mechanischen Eigenschaften. Im Salzbad ist die Glühtemperatur deutlich über der Solvustemperatur der T-Phase, die nach Berechnungen mit Pandat [133] für die Legierung Zn 2 bei 348 °C liegt, und die Legierungselemente gehen vollständig in feste Lösung. Im Gegensatz dazu reichen die Umluftofen-Temperatur von 370 °C sowie die langsame Abkühlung im Ofen nicht aus, um eine ausreichende Übersättigung im Mischkristall zu erreichen. Die positiven Einflüsse von Cu und Zn gehen somit verloren. Die Feststellung, dass Zn-Zusätze in 5xxx Al-Legierungen ein großes Potential hinsichtlich Teilchenhärtung aufweisen und mit einer geeigneten Warmauslagerung weitere signifikante Festigkeitssteigerungen möglich sind [131, 132, 134, 135], kann zu neuen Einsatzmöglichkeiten für derartig modifizierte AlMgMn-Legierungen führen.

Ein weiterer möglicher Ursprung der Reduktion der Lüdersdehnung durch zusätzliche (grobe) Partikel in Kombination mit der Salzbad-Wärmebehandlung mit anschließendem Abschrecken ist im folgenden Kapitel 5.6 beschrieben.

### 5.1.6 Theoretische Betrachtungen zu Korngröße, Magnesiumgehalt, Partikelgröße und Versetzungen

Der Abgleich der Daten zu Korngröße und Prozessroute, Lüdersdehnung bzw. dem Kurvenverlauf um  $R_{p0,2}$  und der Oberflächenqualität zeigt mehrere Auffälligkeiten. Zum einen bedeutet eine größere Korngröße tendenziell geringere Lüdersdehnung und somit weniger Lüderslinien, allerdings nur bis der unerwünschte Orangenhaut-Effekt auftritt. Des Weiteren bedeutet eine gewisse Korngröße nicht automatisch, dass die Lüdersdehnung verringert bzw. verschwunden ist. Dies ist besonders beim Vergleich zwischen den Versuchslegierungsblechen und den industriellen Versuchsblechen augenscheinlich. Die Gegenüberstellung der Blech-Herstellrouten, Labor und Industrie, deutet außerdem darauf hin, dass verschiedene Bleche unterschiedlich stark auf die Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken ansprechen. Die folgende Interpretation bezieht sich auf die in [136] veröffentlichten Erkenntnisse.

Um die Zusammenhänge besser erkennen zu können, wurden, mit Anleihen aus der Literatur, alternative Darstellungen der bisher generierten Daten angefertigt. [136] Abbildung 54 zeigt so die Lüdersdehnung  $\varepsilon_L$  in Abhängigkeit der Korngröße  $d$  für verschiedene getestete Versuchsliegierung und industrielle Blech-Varianten. Nachstehend findet sich eine Definition wichtiger Begriffe, die in diesem Kapitel Verwendung finden:

- $\sigma_{yL}$ : Lüders-Fließspannung; die Spannung zu Beginn der Lüdersdehnung
- $\Delta\sigma_L$ : Anstieg der (Lüders-) Fließspannung, wenn Lüdersdehnung und somit eine Lüders-Fließspannung auftritt; würde das Material keine Lüdersdehnung zeigen, wäre die Spannung eine
- $\sigma_{yv}$ : virtuelle Fließspannung

Zur besseren Übersichtlichkeit werden im Folgenden einige wichtige Materialzustände mit Abkürzungen bezeichnet, die in Tabelle 18 erläutert sind.

Tabelle 18: Definition wichtiger Materialzustände und deren Abkürzungen; KWG - Kaltwalzgrad

Bezeichnung	Herstellung	KWG	Wärmebehandlung –	Korngröße $d$
		[%]	Abkühlung	
			[°C/min]	[ $\mu\text{m}$ ]
A	Industrie	15	500/60 – Luft	62 $\pm$ 22
B	Industrie	25	370/60 – Luft	32 $\pm$ 18
C	Industrie	63	370/60 – Luft	20 $\pm$ 10
D	Industrie	63	500/5 – Wasser	10 $\pm$ 6
E	Labor	63	500/5 – Wasser	15 $\pm$ 7
F	Industrie	25	370/60 – Luft + Richten	32 $\pm$ 18

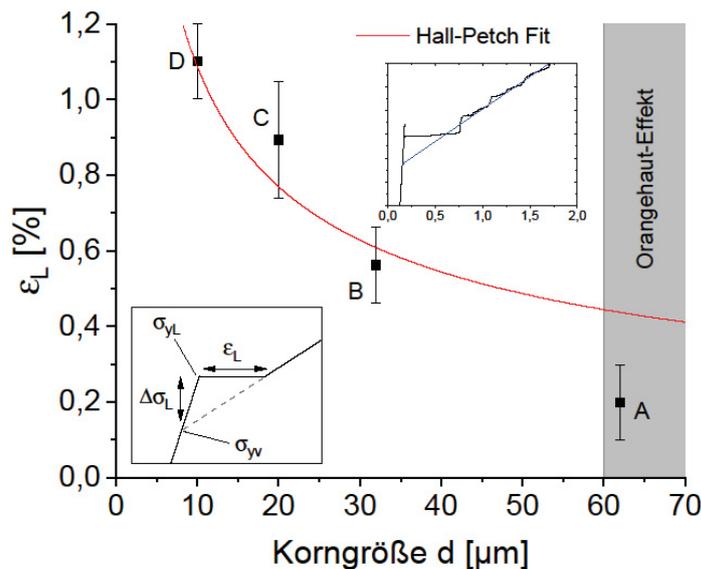


Abbildung 54: Diagramm der Lüdersdehnung  $\epsilon_L$  in Abhängigkeit der Korngröße  $d$  mit Fit nach der Hall-Petch-Gleichung für verschiedene Versuchsbleche; Inserts zeigen eine exemplarische Lüdersdehnung sowie die schematische Darstellung der Lüdersdehnung, der Fließspannung bei Lüdersdehnung  $\sigma_{yL}$ , und dem Anstieg der Lüders-Fließspannung  $\Delta\sigma_{yL}$  basierend auf einer virtuellen Fließspannung  $\sigma_{yv}$

In Abbildung 54 ist gut zu erkennen, dass mit zunehmender Korngröße die Lüdersdehnung immer weiter abnimmt, bis der Orangenhaut-Effekt auftritt. Da dieser unerwünscht ist, wurde dessen Existenzbereich als „verbotene Zone“ grau hinterlegt. Es wird deutlich, dass ausschließlich mit der Erhöhung der Korngröße kein von Lüderslinien freies Material, das auch keine Orangenhaut aufweist, zu realisieren ist. Um die Abhängigkeit der Lüdersdehnung von der Korngröße besser verstehen zu können, muss an dieser Stelle die Theorie zur Entstehung der Lüdersdehnung erläutert werden:

Basierend auf den grundlegenden Mechanismen der Lüdersdehnung, die die Literatur [7, 16–18] liefert, wird deutlich, dass, wenn keine mobilen Versetzungen im Material vorhanden sind, Versetzungsquellen aktiviert werden müssen. Diese Aktivierung benötigt jedoch auf Grund des Cottrell-Pinning-Effektes der Mg-Atome [137] zusätzliche Energie in Form von angelegter Spannung. Sind die Quellen aktiv, emittieren sie schlagartig Versetzungen, die sich in weiterer Folge an den Korngrenzen aufstauen. Ist nun die Spannung vor diesen Aufstauungen groß genug um mit Mg blockierte Versetzungsquellen in benachbarten Körnern oder in der Korngrenze zu aktivieren, kann das Gleiten in angrenzende Körner übertragen werden („slip transfer“). Dieser Vorgang wiederholt sich dann von Korn zu Korn durch die gesamte Probe. Es ist davon auszugehen, dass sich die zusätzlich benötigte Spannung zur Aktivierung dieser Versetzungs-„Lawinen“ in einer Veränderung der makroskopischen Fließspannung  $\Delta\sigma_L$  niederschlägt, welche sich parallel zur Lüdersdehnung erhöht. Das Insert in Abbildung 54 illustriert diesen Zusammenhang.

Das eben beschriebene Aufstauen der Versetzungen kann, bei näherer Betrachtung, auch als temporäre, zusätzliche virtuelle Feinkornhärtung betrachtet werden. In der Hall-Petch-Gleichung, Formel 2,

$$\sigma = \sigma_i + k_y d^{-0,5} \quad (2)$$

mit  $\sigma_i$  der Reibungsspannung und der Korngröße  $d$ , repräsentiert die Hall-Petch-Konstante  $k_y$  die benötigte Energie zur Aktivierung einer Versetzungsquelle. Somit hängt  $k_y$  davon ab, wie stark die Quelle von Fremdatomen wie Mg behindert wird. Eine verstärkte Behinderung bzw. erhöhtes Pinning resultiert in höheren  $k_y$ -Werten. Folglich werden jene Materialzustände, die Lüdersdehnung zeigen, höhere Werte für die Hall-Petch-Konstante aufweisen. Für die weiteren Ausführungen ist es notwendig  $k_y$  exakter zu definieren und deshalb in  $k_{yL}$  umzubenennen, wenn Lüdersdehnung auftritt. Formel 2 kann nun neu definiert werden zu

$$\sigma = \sigma_i + k_{yL} d^{-0,5} = \sigma_i + (k_{y0} + k_L) d^{-0,5} \quad (3)$$

$k_{yL}$ ..... Hall-Petch-Konstante bei Auftreten von Lüdersdehnung [MPa·mm<sup>0,5</sup>]

$k_{y0}$ ..... Hall-Petch-Konstante [MPa·mm<sup>0,5</sup>]

$k_L$ ..... zusätzlicher Anteil der Hall-Petch-Konstante während der Lüdersdehnung, hervorgerufen durch das Aufstauen von Versetzungen an Korngrenzen [MPa·mm<sup>0,5</sup>]; entspricht temporärer zusätzlicher Feinkornhärtung

$d$ ..... Korngröße [mm]

Die zusätzliche Spannung für die Lüdersdehnung ergibt sich so zu

$$\Delta\sigma_L = k_L d^{-0,5} \quad (4)$$

$\Delta\sigma_L$ ..... Veränderung der makroskopischen Fließspannung bei Auftreten von Lüdersdehnung [MPa]; vgl. Insert Abbildung 54

Wird von einem annähernd linearen Zusammenhang zwischen  $\Delta\sigma_L$  und  $\epsilon_L$  ausgegangen, für die vorliegenden Daten  $\sim 25$  MPa/% (siehe Insert Abbildung 54), kann die Lüdersdehnung mit der Korngröße zu  $\epsilon_L \propto d^{-0,5}$  verknüpft werden. Einen ähnlichen Konnex beschrieb Al-Haidary et al. bei einer AlMg<sub>2,24</sub>-Legierung. Für Korngrößen von 25  $\mu\text{m}$  bis 125  $\mu\text{m}$  stimmt diese Abhängigkeit mit  $d^{-0,5}$  gut überein. [138] Abbildung 55 stellt die Daten der untersuchten Materialzustände dar.

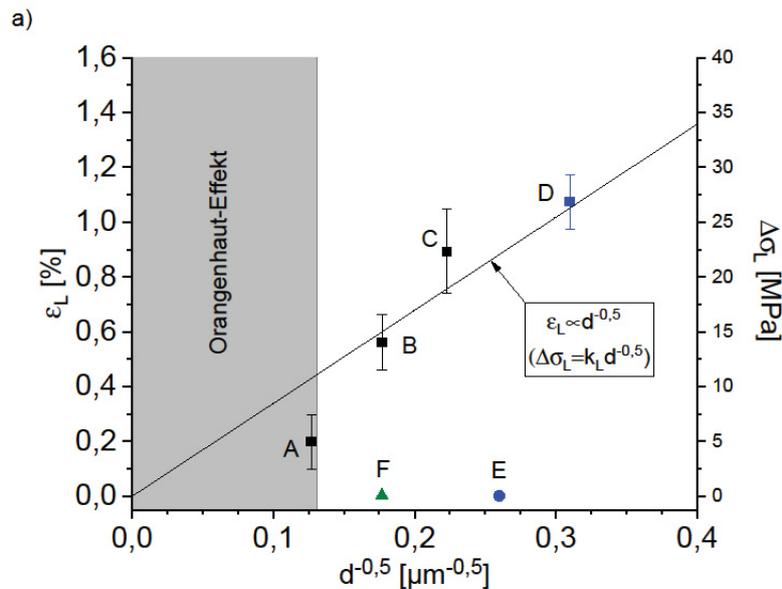


Abbildung 55: Lüdersdehnung  $\epsilon_L$  und „Lüders-Spannung“  $\Delta\sigma_L$  in Abhängigkeit der reziproken Wurzel der Korngröße  $d^{-0,5}$ ; das unerwünschte Auftreten des Orangenhaut-Effektes ist grau markiert; Materialzustände A–F siehe Tabelle 18

Es ist gut zu erkennen, dass die Proben mit Umluftofen-Weichglühung (A–C) und das abgeschreckte, feinkörnige Material D mit guter Näherung der beschriebenen Abhängigkeit  $\epsilon_L \propto d^{-0,5}$  entsprechen. Der  $k_L$ -Wert lässt sich aus Formel 4 und Abbildung 55 zu  $\sim 90 \pm 10 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$  berechnen, der gesamte  $k_{yL}$ -Wert bei Auftreten der Lüdersdehnung ( $k_{y0} + k_L$ ) ergibt sich für die Proben zu  $\sim 240 \pm 85 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$ . Für den theoretischen, virtuellen, Fall, dass keine Lüdersdehnung auftritt, also eine virtuelle Fließspannung  $\sigma_{yv}$  vorliegt, die durch Extrapolieren der Spannungs-Dehnungs-Kurve bis  $\epsilon_L = 0$  abgelesen werden kann, resultiert die virtuelle Hall-Petch-Konstante  $k_{yv}$  mit  $\sim 125 \pm 50 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$ . Ähnliche Überlegungen stellten auch Lloyd und Jin für eine AA5754-Legierung mit 3,1 Massen-% Mg an. [18] Deren Werte lagen bei  $k_{yv} = 120 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$  und  $k_{yL} = 240 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$ . Lloyd und Jin merkten darüber hinaus an, dass der berechnete  $k_y$ -Wert nach der Lüdersdehnung wieder auf das Niveau der virtuellen Situation ohne  $\epsilon_L$  fällt. In diesem Fall haben die Quellen bereits mobile Versetzungen emittiert und slip transfer ist möglich.

In Abbildung 56 ist ein Überblick über Hall-Petch-Konstanten in AlMg-Legierungen in Abhängigkeit des Mg-Gehalts gegeben, mit ( $k_{yL}$ ) und ohne ( $k_{y0}$ ) Lüdersdehnung, virtuell lüdersdehnungsfreie Fälle ( $k_{yv}$ ) sowie Werte knapp nach der Lüdersdehnung. Die Daten dieser Arbeit sind ebenfalls enthalten.

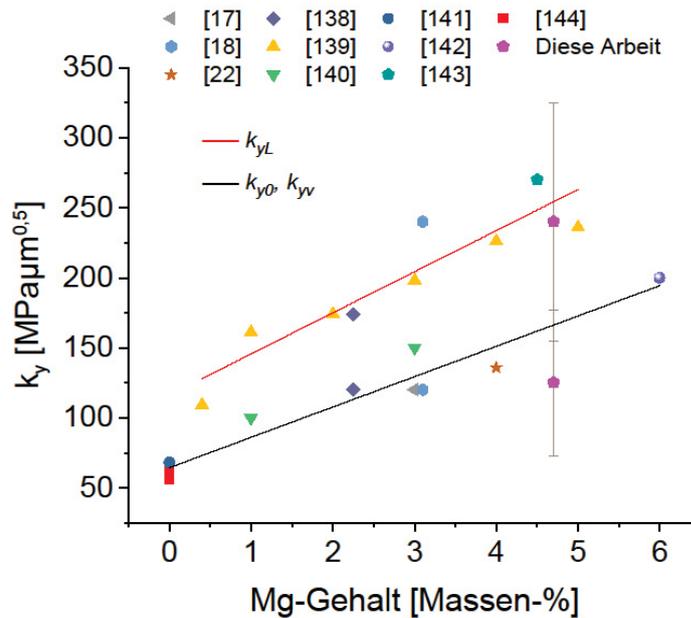


Abbildung 56: Hall-Petch-Konstanten  $k_y$  aus der Literatur und dieser Arbeit in Abhängigkeit des Mg-Gehaltes; Daten für Spannungs-Dehnungs-Kurven mit ( $k_{yL}$ ) und ohne ( $k_{y0}$ ) Lüdersdehnung sowie für auf virtuellen Fließspannungen basierende ( $k_{yv}$ ) Werte [17, 18, 22, 138–144]

Abbildung 56 liefert drei erkennbare Trends:

- $k_{yL}$ -Werte sind höher als  $k_{y0}$ - oder  $k_{yv}$ -Werte
- Alle  $k_y$ -Werte steigen mit zunehmendem Mg-Gehalt
- Der Anstieg der  $k_{yL}$ -Werte mit dem Mg-Gehalt ist stärker als jener der  $k_{y0}$ - bzw.  $k_{yv}$ -Daten

Der erste Trend ist eine Konsequenz aus der zuvor erläuterten Notwendigkeit Versetzungsquellen, die durch Mg-Atome gepinnt sind, zu aktivieren. Dies wird durch  $k_L$  in Formel 3 und 4 ausgedrückt und ergibt sich zu  $\sim 75 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$ . Die zweite Erkenntnis kann durch den Einfluss von Magnesium auf das Gleitverhalten erklärt werden. Es ist bekannt, dass AlMg-Legierungen mit zunehmendem Mg-Gehalt verstärkt zu planarem Gleiten tendieren, was Korngrenzen zu stärkeren Hindernissen macht. [24–26] Die dritte Entwicklung kann darauf zurückgeführt werden, dass Mg vornehmlich zu den Korngrenzen segregiert [19, 20] und Versetzungsquellen an bzw. in der Nähe von Korngrenzen unter Umständen erhöhtes Mg-Pinning mit steigendem Mg-Gehalt erfahren, was die steigenden  $k_L$ -Werte hervorruft.

Neben den Blechen A–D, deren Verhalten sich mit der „klassischen“ Hall-Petch-Beziehung erklären lassen, sind in Abbildung 55 auch die Materialien bzw. Zustände E und F dargestellt. Diese beiden Werkstoffe weisen eine vollständig unterdrückte Lüdersdehnung auf. Den oben dargelegten Ausführungen folgend, ist davon auszugehen, dass in diesen beiden Materialien ausreichend viele mobile Versetzungen vorhanden sind, damit slip transfer über Korngrenzen stattfinden kann, ohne dass gepinnte Versetzungsquellen aktiviert werden. Während jedoch

der Ursprung der mobilen Versetzungen in Zustand F klar scheint, der nach der Weichglühung aufgebrachte Richt-Vorgang, ist es für Zustand E erst auf den zweiten Blick ersichtlich. Wie auch Material D wurde E nach dem Salzbad in Wasser abgeschreckt. Der große Unterschied liegt jedoch in den unterschiedlichen Erstarrungs- und Abkühlbedingungen nach dem Guss, welche bei E deutlich langsamer waren. Vor der Betrachtung der konkreten Auswirkungen der Gussparameter sollte an dieser Stelle die Theorie hinter den mobilen Versetzungen durch das Abschrecken näher beleuchtet werden.

Es ist davon auszugehen, dass der Unterschied der thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\Delta\alpha$  zwischen Al-Matrix und den Primärphasen von entscheidender Bedeutung ist. Des Weiteren kann die Annahme getroffen werden, dass sich während des Abschreckens Matrix und Partikel ungleich zusammenziehen und so eine volumetrische Fehlpassung, ein Mismatch, entsteht. Um diesen Mismatch zu kompensieren, ist es aus rein geometrischen Gründen nötig Versetzungen zu generieren. Mit Hilfe von thermodynamischen Simulationen mit der Software Pandat [133] kann berechnet werden, dass Mn-reiche Primärphasen vom Typ  $\text{Al}_{13}(\text{Mn},\text{Fe})$  und  $\text{Al}_{15}\text{FeMn}_3\text{Si}_2$  während der Erstarrung entstehen und in beiden Blechen D und E einen Anteil von ca. 0,8 Mol-% haben. In einer unlängst veröffentlichten Arbeit von Ma sind Daten für den thermischen Ausdehnungskoeffizienten von derartigen AlMn-Partikeln zu finden: die mittlere Differenz  $\Delta\alpha$  zwischen 800 K und 300 K liegt bei ca.  $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . [145] Daraus ergibt sich für das Abschrecken von 500 K auf Raumtemperatur ein dementsprechender Volumen-Mismatch. In Anlehnung an die Ideen von Ashby [146] kann postuliert werden, dass Versetzungsringe (engl. loops) diesen Mismatch kompensieren müssen. Eine simple Rechnung liefert dann die Anzahl  $n$  der geometrisch notwendigen Versetzungen für ein kubisches Partikel, siehe Formel 5:

$$n = A \cdot \frac{\Delta\alpha\Delta T}{b} \cdot a \quad (5)$$

$n$ ..... Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungen zur Kompensation des Volumen-Mismatches nach dem Abschrecken

$A$  ..... Geometrischer Faktor (~3 für kubische Partikel, etwas kleiner für sphärische)

$\Delta\alpha$  ..... Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Matrix und Partikel

$\Delta T$  ..... Temperaturdifferenz beim Abschrecken

$b$ ..... Burgersvektor Aluminium ~0,29 nm

$a$ ..... Kantenlänge des Partikels [ $\mu\text{m}$ ]

Wobei sich der konstante Vorfaktor  $A \sim 3$  geometrisch aus der thermischen Ausdehnung eines kubischen Partikels in alle drei Raumrichtungen ergibt. Im Falle eines sphärischen Partikels ist  $A$  etwas reduziert.

Für den Abschreckvorgang von 500 °C auf 20 °C und mit den oben erwähnten Annahmen resultieren ca. 70 Versetzungen für  $a = 1 \mu\text{m}$  und ca. 350 Versetzungen für  $a = 5 \mu\text{m}$ . Nun muss betrachtet werden, wie viele Versetzungen slip transfer in ein Nachbarkorn ermöglichen. Um von der Lüdersdehnung zurückrechnen zu können, wie viele Versetzungen zu  $\epsilon_L$  beitragen, sind Vereinfachungen zu treffen. Die erste Annahme ist, dass von einer angelegten Schubspannung  $\tau$  die resultierende Verformung der Körner ein Vielfaches des Burgersvektors  $b$ , somit  $n \cdot b$ , ist, wie Abbildung 57 schematisch illustriert.

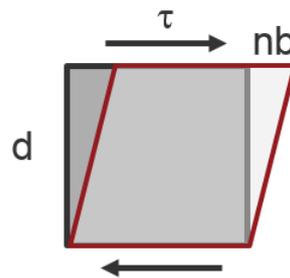


Abbildung 57: Schematische Darstellung der Verformung eines Kornes mit Korngröße  $d$  bei einer angelegten Schubspannung  $\tau$  (Pfeile); in einer vereinfachten Annahme entspricht die Verformung des Kornes einem Vielfachen  $n$  des Burgersvektors  $b$

Die zweite Vereinfachung besagt, dass die Schubspannung äquivalent der resultierenden Dehnung, in diesem Fall der Lüdersdehnung, ist. Zuletzt wird die Annahme getroffen, dass jede Versetzung denselben Anteil zur Verformung liefert.

$$n = \frac{\epsilon_L}{b} \cdot d \quad (6)$$

$n$ ..... Anzahl der Versetzungen, die zur Lüdersdehnung beitragen [-]

$\epsilon_L$ ..... Lüdersdehnung

$b$ ..... Burgersvektor Aluminium  $\sim 0,29 \text{ nm}$

$d$ ..... Korngröße [ $\mu\text{m}$ ]

Für Zustand D mit einer Korngröße von 10  $\mu\text{m}$  und 1,1 % Lüdersdehnung tragen rund 400 Versetzungen bei, wobei jede Versetzung  $b \sim 0,29 \text{ nm}$  entspricht. Ähnliche Werte, zwischen 400 und 650 Versetzungen, können für die übrigen Materialzustände berechnet werden. Daraus ergibt sich, dass Partikel, die ausreichend Versetzungen erzeugen, im Bereich größer als 5  $\mu\text{m}$  sein müssen.

Zur Verifikation dieser Vorhersage werden die Größenverteilungen der Primärpartikel der Materialien D und E verglichen, wobei besonderes Augenmerk auf groben Phasen liegt. Bei

Analyse von Abbildung 58 für die Zustände D und E ergibt sich tatsächlich, dass in Zustand E (mit langsamer Erstarrung und Abkühlung nach dem Guss) deutlich mehr grobe Primärphasen mit zu finden sind als in Zustand D.

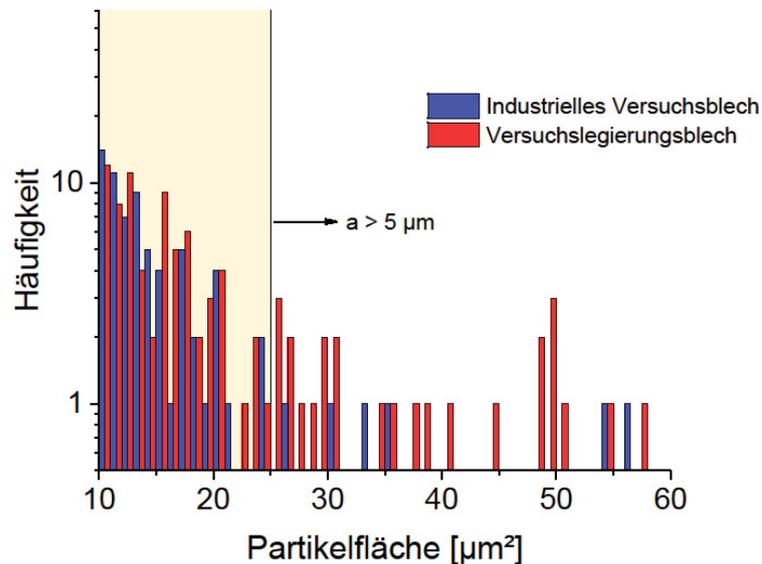


Abbildung 58: Größenverteilung der Primärphasen in Materialzuständen D und E (siehe Tabelle 18); 25 µm<sup>2</sup> Fläche entsprechen einer Kantenlänge a von 5 µm eines kubischen Partikels; siehe auch Abbildung 45

Während Zustand D nur einige wenige Partikel über 25 µm<sup>2</sup> Fläche (entspricht >5 µm Kantenlänge) aufweist, zeigt E eine vergleichsweise hohe Anzahl an Teilchen dieser Größenfraktion.

Um das Vorhandensein der neu gebildeten Versetzungen um die groben Primärphasen auch beweisen zu können, sind ebendiese Versetzungen sichtbar zu machen. Für Bulk-Material ist ECCI die geeignetste Methode, wie in Abschnitt 4.8 dargelegt. Wie in Abbildung 46a+b zu sehen, befinden sich tatsächlich eine große Zahl an Versetzungen unmittelbar um ein Partikel mit einer Größe von ca. 10x9 µm<sup>2</sup>. Im Vergleich dazu sind um ein mittelgroßes (ca. 0,75x0,63 µm<sup>2</sup>; Abbildung 46d) signifikant weniger und in der Nähe eines kleinen Partikels (ca. 0,6x0,4 µm<sup>2</sup>; Abbildung 46c) nur vereinzelte Versetzungen zu erkennen, was sich mit der entwickelten Theorie deckt. In früheren Arbeiten machten sowohl Lloyd et al. [16] als auch Robinson und Shaw [27] darauf aufmerksam, dass Versetzungen in AA5182 nach dem Abschrecken bevorzugt rund um grobe Partikel vorkommen, lieferten jedoch keine hinreichenden Erklärungen diesbezüglich. Es wurde angemerkt, dass eine reduzierte Abschrecktemperatur weniger effektiv ist, um die Lüdersdehnung zu unterdrücken und dass dieses Verhalten möglicherweise an den Term  $\Delta\alpha\Delta T$  gebunden ist.

Führt man die Schlussfolgerungen und Erkenntnisse bzgl. Partikelgröße und deren Verteilung mit jenen zur Korngrößenabhängigkeit zusammen, ist aus statistischer Sicht augenscheinlich,

dass es wahrscheinlicher ist, dass ein grobes Partikel in einem großen Korn vorkommt als in einem sehr kleinen. Dieser Umstand würde erklären, warum die Daten dieser Arbeit (Abbildung 55) und jene aus der Literatur [18, 27, 138, 147] bei sehr großen Korngrößen eine Abweichung vom streng linearen Zusammenhang  $\epsilon_L \propto d^{-0.5}$  in Richtung niedrigerer  $\epsilon_L$ -Werte aufweisen.

## 5.2 Erkenntnisse zu superplastischer Verformung

Zur Bestimmung der optimalen Verformungsparameter sowie der Abschätzung der Lage der dominanten Verformungsmechanismen wurden Warmzugversuche an EN AW-5083 bei Temperaturen zwischen 410 °C und 530 °C durchgeführt. Drei unterschiedliche Dehnraten ( $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) spreizen einen Rahmen um die bei industriellen SPF-Prozessen vorherrschenden Parameter. Die wichtigsten mechanischen Eigenschaften sind die maximal auftretende Spannung sowie die maximal erreichbare Dehnung. Die Ergebnisse sind in Abbildung 47–38 graphisch dargestellt und in Tabelle 16 aufgelistet.

Das Maximum der Dehnung, 516 %, erreichte die Standard-Legierung EN AW-5083 bei der höchsten Temperatur von 530 °C und der mittleren Dehnrade von  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Bei weiterer Erhöhung der Dehnrade fiel die maximale Dehnung rapide auf 273 % ab. Die maximalen Spannungen stiegen bei allen Temperaturen erwartungsgemäß mit der Dehnrade an, wobei die Maxima hier zwischen MPa-Werten im niedrig einstelligen Bereich (530 °C,  $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) und ca. 50 MPa (410 °C,  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) lagen.

Um das Potential einer Legierungsvariation quantifizieren zu können, wurde eine Mn-reduzierte Variante dem Standard-Material gegenüber gestellt. Hier erfolgte die Prüfung bei 410 °C und 470 °C sowie den beiden höheren Dehnraten, da diese Parameter-Kombinationen die tatsächlichen industriellen Bedingungen am besten repräsentieren.

Es zeigte sich, dass das Mn-reduzierte Material im Vergleich zum Standard durchwegs deutlich höhere Dehnungen erreichte. Dabei blieben die maximalen Spannungen auf dem gleichen Level wie beim Referenz-Material.

Werden die Schadensbilder nach der Warmzugprüfung im Licht- bzw. Rasterelektronenmikroskop untersucht, siehe Abbildung 51, wird deutlich, dass unterschiedliche Verformungs- und Schadensmechanismen wirken müssen. Während bei der langsamsten Verformung viele große Poren bis weit in Richtung Probenkopf auftreten und die Probe keinerlei Einschnürung zeigt, ist die am schnellsten umgeformte Probe stark eingeschnürt und die Poren sind verhältnismäßig klein und befinden sich nahe der Bruchfläche. Daraus lässt sich auf zwei wichtige Verformungsmechanismen schließen, die bereits in Abschnitt. 2.4.1 beschrieben wurden: Korngrenzgleiten (engl. grain boundary sliding, GBS) im Falle der langsamsten und vom gelösten Magnesium beeinflusstes

Versetzungskriechen (engl. solute drag creep SDC) bei der schnellsten Verformung. Charakteristisch für SDC ist unter anderem die Ausbildung einer starken Verformungstextur, zumeist einer Zwei-Komponenten-Faser-Textur (siehe Kapitel 2.4). Gleichzeitig fehlt bei idealem GBS eine Textur im verformten Material völlig. In Abbildung 53 sind Polfiguren einer bei 410 °C und  $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  testeten Standard-Legierung abgebildet. Es sind Ansätze einer Verformungstextur zu erkennen, wobei die maximale Intensität von ca. 6,5 niedrig ist. Bei einer stark ausgeprägten Textur liegt das Maximum typischerweise um ein Vielfaches höher. Daraus lässt sich schließen, dass bei diesen Verformungsparametern kein „reines“ Korngrenzen-gleiten vorherrscht, sondern SDC bereits eine Rolle spielt, obwohl in Abbildung 51a keine Einschnürung erkennbar ist.

Eine weitere Auffälligkeit lag in der Feststellung, dass sich viele Poren direkt an oder in unmittelbarer Nähe von Partikeln bildeten, wie es in Abbildung 52 zu sehen ist. Eine EDX-Analyse ergab einen Mn-Gehalt von 14,7 Massen-%, Eisen 11,2 Massen-% und 72,6 Massen-% Aluminium. Unter der Annahme, dass durch den Elektronenstrahl beim Aufnehmen des EDX-Spektrums auch Matrix-Material angeregt wurde und die Elementgehalte somit einer gewissen Schwankung unterworfen sind, kann das Partikel als  $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$  identifiziert werden. Dieser Typ an Teilchen ist für EN AW-5083 (und weitere 5xxx-Legierungen) typisch. Es ist anzunehmen, dass die Mn-Reduktion die Bildung dieser Partikel signifikant beeinflusst. In Anbetracht der verbesserten Bruchdehnungen der Mn-reduzierten Variante liegt die Folgerung nahe, dass hauptsächlich grobe Mn-reiche Partikel von der Reduktion des Mn-Gehaltes betroffen sind, welche sich negativ auf die maximale Dehnung sowie die Porenbildung auswirken. Die feinen Partikel, wie  $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ , die zum Großteil für das Zener-Pinning der Korngrenzen bei hohen Temperaturen verantwortlich sind, scheinen nicht oder nur geringfügig beeinflusst zu sein.

Aus den gewonnenen Daten kann auf eine ungefähre Lage der Verformungsmechanismen im getesteten Parameterfeld aus Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit geschlossen werden. Abbildung 59 zeigt eine derartige Abschätzung für die Referenz-Legierung EN AW-5083.

Nach Analyse der gesamten mechanischen und mikroskopischen Daten ist es möglich eine Erklärung für das Einbrechen der mechanischen Eigenschaften bei 530 °C zu finden: beim Dehnraten-Sprung auf  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  könnte, vereinfacht gesprochen, das Verformungsmaximum des Materials überschritten worden sein. Ab diesen Bedingungen übersteigt die Entfestigung bereits von Beginn der Warmzugprüfung an die Verfestigung. Das Fehlen einer Spannungsspitze bzw. –erhöhung der  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurve bei der langsamsten Dehnrates und „nur“ 410 °C (siehe Abbildung 50) deuten ebenfalls auf eine derartige Interpretation hin.

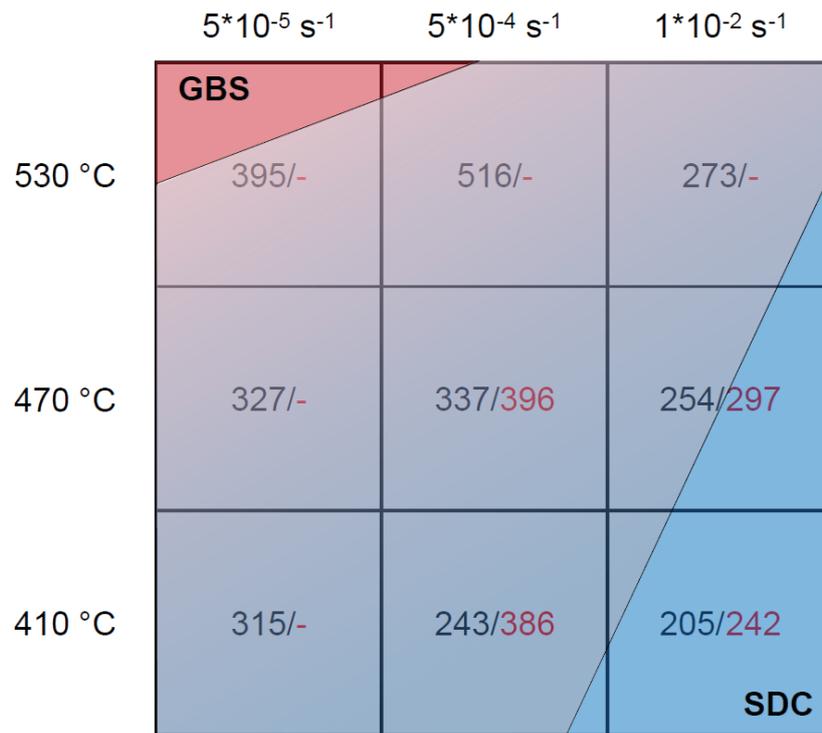


Abbildung 59: Graphische Darstellung der Abschätzung der Lage der aktiven Verformungsmechanismen Korngrenzgleiten (engl. grain boundary sliding, GBS) und vom gelösten Magnesium beeinflusstes Versetzungskriechen (engl. solute drag creep, SDC) bei den getesteten Parametern Temperatur und Dehnrates für die Standard-Legierung EN AW-5083 (schwarze Schrift) sowie einer Mn-reduzierten Variante (rote Schrift); der Farbverlauf repräsentiert den fließenden Übergang der Verformungsmechanismen

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Eine der zentralen Fragen der vorliegenden Dissertation beschäftigte sich mit dem Auftreten und der optischen Ausprägung von Fließfiguren beider Typen, Lüderslinien und Fließfiguren Typ B, in 5xxx-Aluminiumlegierungen. Wegen des häufigen Einsatzes in der Automobilindustrie fiel die Wahl auf EN AW-5182 als Referenzlegierung. Sowohl industriell hergestellte als auch Versuchslegierungsbleche wurden getestet. Die Herstellung der Versuchslegierungen erfolgte von der Schmelze, über den Guss und den Walzprozess bis hin zu den Wärmebehandlungen im Labormaßstab. Parameter wie Stichabnahmen und Temperaturverläufe entsprachen weitgehend jenen aus der industriellen Produktion. Auf diese Weise wurden auf Basis EN AW-5182 Legierungen mit unterschiedlichem Gehalt an Magnesium, Mangan, Eisen, Kupfer und Zink sowie mit Zugabe von Zirkon bzw. Erbium als Bleche gefertigt. Die gewählten Materialzustände waren 63 % und 20 % Kaltwalzgrad sowie zwei unterschiedliche Weichglühbehandlungen: im Umluftofen mit langsamer Aufheiz- und Abkühlrate bei 370 °C für 1 h und im Salzbad mit anschließendem Abschrecken in Wasser bei 500 °C für 5 min. Alle Versuchslegierungsbleche wurden in diesen Kombinationen aus Kaltwalzgrad und Weichglühung produziert und getestet. Die Versuchsreihen an industriellen Blechmaterial umfassten folgende Untersuchungen: Variation der Dehnrates und Prüftemperatur, alternative Umluftofen-Weichglühungen und Bleche mit reduziertem Kaltwalzgrad. Die zuletzt genannten wurden mit alternativen Wärmebehandlungen (Umluftofen und Salzbad) sowie mit Vorverformung analysiert.

An den Versuchslegierungen brachte die Auswertung der Spannungs-Dehnungs-Kurven sowie die Betrachtung und Bewertung der Blechoberfläche während der Umformung eine Reihe von Erkenntnissen:

- Das Weichglühen im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken bewirkt im Allgemeinen eine deutliche Verbesserung hinsichtlich Fließfiguren im Vergleich zur Glühung im Umluftofen. Vor allem die Lüdersdehnung mit den damit einhergehenden Lüderslinien konnten reduziert oder ausgemerzt werden. Bei reduziertem Kaltwalzgrad trat teilweise ab einer Korngröße von 35–40 µm Orangenhautbildung auf.
- Die Erstarrungs- und Abkühlbedingungen des Laborgusses führen zum Auftreten von groben Primärphasen im Vergleich zu industriellem Guss. In Verbindung mit der Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken haben diese jedoch einen positiven Einfluss auf die Vermeidung der Lüdersdehnung.
- Der mittlere Mn-Gehalt (0,34 Massen-%) zeigte eine gute Balance zwischen Festigkeit, Bruchdehnung und Oberflächenqualität, wenn der Einfluss des Mangan auf die Fließfiguren auch eher gering ist. Eine weitere Verringerung des Mn-Gehaltes

verschlechterte die Eigenschaften. Die Reduktion des Mg-Gehaltes bewirkte zum einen eine signifikante Verringerung der Fließfiguren, zum anderen jedoch deutlich verminderte Festigkeiten und Bruchdehnungen.

- Die Zugabe von 2,08 Massen-% Zn führte nach der Salzbad-Wärmebehandlung zu einer Erhöhung der Zugfestigkeit um ca. 100 MPa bei guter Dehnung. Das Glühen im Umluftofen reduzierte die Umformbarkeit. Darüber hinaus sind nach beiden Weichglühungen und 63 % Kaltwalzgrad die Lüderslinien deutlich reduziert, bei 2,08 Massen-% Zn sind die ersten 5 % der plastischen Dehnung frei von Spannungsspitzen auf Grund von dynamischer Reckalterung.
- Die Legierungsvariante mit 0,15 Massen-% Cu zeigte hohe Bruchdehnung nach der Salzbad-Wärmebehandlung, vor allem beim höheren Walzgrad. Die Zugabe von 0,75 Massen-% erhöhte sowohl die mechanischen Eigenschaften als auch die Oberflächenqualität bei 63 % Kaltwalzgrad und der Behandlung im Salzbad mit Wasserabschrecken.
- An der Versuchslegierung mit 0,15 Massen-% Zr konnte eine starke Verzögerung bzw. Unterdrückung der Rekristallisation beobachtet werden, sogar nach dem Salzbad. Grund dafür ist der hohe Zener-Druck, den die  $Al_3Zr$ -Partikel auf die Korngrenzen ausüben. Hinsichtlich Fließfiguren trat eine starke Verschlechterung des Erscheinungsbildes auf. Das Zulegieren von 0,08 Massen-% Er brachte kaum Veränderung der Blecheigenschaften.

Nach Analyse der Daten, welche mit industriellen Versuchsblechen generiert wurden, konnten mehrere Schlussfolgerungen gezogen werden: der Industrieguss erlaubt das Einstellen sehr geringer Kaltwalzgrade im Vergleich zur Laborroute. Diese sind notwendig, da selbst hohe Salzbad-Temperaturen nicht den gleichen positiven Effekt brachten wie bei den Versuchslegierungsblechen. Die Kombination aus niedrigem Kaltwalzgrad (18 %) und 500 °C im Salzbad mit Wasserabschrecken brachte gute Ergebnisse hinsichtlich der Fließfiguren-Ausprägung und der mechanischen Eigenschaften. Das Aufbringen von Vorverformung, Streck- bzw. Biegerichten oder eine Kombination, ist nur in Verbindung mit einem niedrigen Kaltwalzgrad und der Weichglühung im Umluftofen bei Standard-Bedingungen zielführend und bringt gute Ergebnisse hervor.

Der Abgleich aller Daten aus den Zugprüfungen und der licht- bzw. elektronenmikroskopischen Untersuchungen über den gesamten Herstellungsprozess ließ die nachfolgenden Schlüsse zu: die Versuchsbleche mit Lüdersdehnung zeigten die aus der Hall-Petch-Gleichung (Formel 2) abgeleitete Abhängigkeit der Lüdersdehnung von  $d^{-0,5}$ . Die in Wasser abgeschreckten und vorverformten Bleche wichen von diesem Zusammenhang ab. Die ermittelten Werte für die Hall-Petch-Konstanten der Versuchsbleche mit Lüdersdehnung überstiegen jene der Lüdersdehnungsfreien um den Faktor 1,7. Hervorgerufen wird diese Erhöhung durch die

zusätzlich benötigte Spannung, die zur Aktivierung der von Mg-Atomen blockierten Versetzungsquellen (die zentrale Ursache der Lüdersdehnung) nötig ist. Folglich kann dieser Spannungsanstieg durch die Lüdersdehnung als temporär erhöhte Feinkornhärtung angesehen werden. Die Hall-Petch-Gleichung kann dementsprechend angepasst werden.

Das Aufbringen einer Vorverformung und das Abschrecken von hohen Temperaturen reduzieren bzw. unterdrücken die Lüdersdehnung. Zurückgeführt wird dies auf die Bildung von neuen mobilen Versetzungen. Deren Ursprung ist bei der Vorverformung schlicht die plastische Verformung, beim Abschrecken entstehen sie durch den Ausgleich der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Matrix und groben Primärphasen. Anhand einer simplen Abschätzung ist es möglich zu berechnen, wie viele Versetzungen bei einer vorgegebenen Partikelgröße entstehen. Diese kann bei der Herstellung durch die Erstarrungs- und Abkühlbedingungen aus dem Guss eingestellt werden.

Die vorliegende Dissertation zeigte somit verschiedene Wege auf, mit denen Fließfiguren reduziert oder gänzlich vermieden werden können, sowie den Einfluss zusätzlicher Legierungselemente zu der Ausgangslegierung EN AW-5182. Darüber hinaus konnte eine neue Erklärung der Korngrößenabhängigkeit der Lüdersdehnung sowie der dahinterstehenden Mechanismen gefunden werden.

Zur Thematik „superplastische Verformung“ wurden Bleche einer EN AW-5083 sowie einer Mn-reduzierten Variante bei Temperaturen zwischen 410 °C und 530 ° getestet. Die Dehnraten ( $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  bis  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) richteten sich nach den industriellen Bedingungen bei der superplastischen Umformung. Mit der Reduktion des Mn-Gehaltes konnte eine signifikante Erhöhung der maximalen Dehnung bei gleichbleibendem Spannungsniveau erreicht werden. Im Umkehrschluss können Bleche dieser Legierungsvariation bei konstanter maximaler Dehnung schneller umgeformt werden, was die Produktionskosten reduziert und die Einsatzmöglichkeiten dieses Verfahrens erweitern.

Trotz der Reduktion und teils gänzlicher Vermeidung von Lüderslinien bei den getesteten Blechvarianten, bietet das Feld der fließfigurenarmen 5xxx-Aluminiumbleche noch einiges an Verbesserungspotential. So versprechen die erhaltenen Ergebnisse mit Kupfer und Zink bei weiterer Optimierung der thermomechanischen Prozessführung ausgezeichnete Ergebnisse hinsichtlich Fließfiguren und mechanischer Eigenschaften. Fließfigurenfreie AlMgMnX-Legierungen könnten so in Zukunft 6xxx-Legierungen als Außenbleche im Automobil ersetzen und neue Einsatzgebiete erschließen. Auch die Weiterentwicklung von superplastisch umformbaren 5xxx-Al-Werkstoffen durch die Optimierung der chemischen Zusammensetzung, etwa durch Zulegieren von Zirkon, verspricht Erfolge für den Einsatz dieser Technologie.

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] Ostermann F.: Anwendungstechnologie Aluminium. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg (2007).
- [2] Wen S. P. et al.: The effect of erbium on the microstructure and mechanical properties of Al–Mg–Mn–Zr alloy. *Materials Science and Engineering A*, 516 (2009), 42–49.
- [3] Picu R. C. et al.: Strain rate sensitivity of the commercial aluminum alloy AA5182-O. *Materials Science and Engineering A*, 390 (2005), 334–343.
- [4] Wen W., Y. Zhao und J. G. Morris: The effect of Mg precipitation on the mechanical properties of 5xxx aluminum alloys. *Materials Science and Engineering A*, 392 (2005), 136–144.
- [5] Aboufadi H. et al.: Dynamic strain aging studied at the atomic scale. *Acta Materialia*, 86 (2015), 34–42.
- [6] Li J. et al.: The effect of prestrain and subsequent annealing on the mechanical behavior of AA5182-O. *Materials Science and Engineering A*, 528 (2011), 3905–3914.
- [7] Phillips, V.A., Swain, A.J., Eborall, R.: Yield-Point Phenomena and Stretcher-Strain Markings in Aluminum-Magnesium Alloys. *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 81 (1952-53), 625–647.
- [8] Portevin, A., Le Chatelier, F.: Sur un phénomène observé lors de l'essai de traction d'alliages en cours de transformation. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris*, 176 (1923), 507–510.
- [9] Cottrell A. H.: Report of a Conference on Strength of Solids, London (1948).
- [10] Cottrell A. H. und B. A. Bilby: Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron. *Proceedings of the Physical Society. Section A*, 62 (1949), 49–62.
- [11] Sylwestrowicz W. und E. O. Hall: The Deformation and Ageing of Mild Steel. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64 (1951), 495–502.
- [12] Hall E. O.: The Deformation and Ageing of Mild Steel. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64 (1951), 742–747.
- [13] Hall E. O.: The Deformation and Ageing of Mild Steel. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64 (1951), 747–753.
- [14] Lloyd D.J. und L.R. Morris: Luders band deformation in a fine grained aluminium alloy. *Acta Metallurgica*, 25 (1977), 857–861.

- 
- [15] Schneider R. et al.: An analysis of the surface quality of AA5182 at different testing temperatures. *Materials & Design*, 64 (2014), 750–754.
- [16] Lloyd D. J., S. A. Court und K. M. Gatenby: Lüders elongation in Al-Mg alloy AA5182. *Materials Science and Technology*, 13 (1997), 660–666.
- [17] Lloyd D. J. und S. A. Court: Influence of grain size on tensile properties of Al-Mg alloys. *Materials Science and Technology*, 19 (2003), 1349–1354.
- [18] Lloyd D. J. und H. Jin: Inhomogeneous yielding and work hardening of a fine grained Al-Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*, 585 (2013), 455–459.
- [19] Petrik M. V. et al.: Ab initio based analysis of grain boundary segregation in Al-Mg and Al-Zn binary alloys (2017).
- [20] Soer W. A. et al.: Effects of solute Mg on grain boundary and dislocation dynamics during nanoindentation of Al-Mg thin films. *Acta Materialia*, 52 (2004), 5783–5790.
- [21] Wen W. und J. G. Morris: The effect of cold rolling and annealing on the serrated yielding phenomenon of AA5182 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering A*, 373 (2004), 204–216.
- [22] Wagenhofer M. et al.: Influences of strain rate and grain size on yield and serrated flow in commercial Al-Mg alloy 5086. *Scripta Materialia*, 41 (1999), 1177–1184.
- [23] Jin H., M. Gallerneault und D. J. Lloyd: Low Work Hardening and Its Mitigation in Ultra-Fine Grained Aluminium Alloys. In: Weiland, H., Rollett, A. D., Cassada, W. A. (Hg.): ICAA13 Pittsburgh. Proceedings of the 13th International Conference on Aluminum Alloys. Cham, s.l.: Springer International Publishing, 1741–1746.
- [24] Kuhlmann-Wilsdorf D.: The Connection between Recovery and Glide Type in Aluminum and Al-Mg. *Materials Science Forum*, 331-337 (2000), 689–702.
- [25] Hughes D. A.: Microstructural evolution in a non-cell forming metal. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41 (1993), 1421–1430.
- [26] Zhao D. et al.: Combined effect of Mg and vacancy on the generalized planar fault energy of Al. *Journal of Alloys and Compounds*, 690 (2017), 841–850.
- [27] Robinson J. M. und M. P. Shaw: Observations on deformation characteristics and microstructure in an Al-Mg alloy during serrated flow. *Materials Science and Engineering A*, 174 (1994), 1–7.
- [28] Ohtani S. und H. Inagaki: Effect of Heat Treatment on Yield Point Elongation and P-L Effect in 5182 Al-Mg Alloys. *Materials Science Forum*, 396-402 (2002), 1049–1054.

- 
- [29] Wen W. und J. G. Morris: An investigation of serrated yielding in 5000 series aluminum alloys. *Materials Science and Engineering A*, 354 (2003), 279–285.
- [30] Chihab K. et al.: The kinetics of the Portevin-Le Chatelier bands in an Al-5at%Mg alloy. *Scripta Metallurgica*, 21 (1987), 203–208.
- [31] Yilmaz A.: The Portevin–Le Chatelier effect. *Science and Technology of Advanced Materials*, 12 (2011), 63001.
- [32] Thomas T. Y.: Grid rotation in Lüders bands. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 40 (1954), 565–572.
- [33] P. Nielsen M. und B. Jensen: A Note on Yield Lines and Lüders' Bands in v'Mises Materials. *Proceedings of the Danish Society for Structural Science and Engineering*, 46 (1975), 145–150.
- [34] Picu R.C.: A mechanism for the negative strain-rate sensitivity of dilute solid solutions. *Acta Materialia*, 52 (2004), 3447–3458.
- [35] Picu R. C. und D. Zhang: Atomistic study of pipe diffusion in Al–Mg alloys. *Acta Materialia*, 52 (2004), 161–171.
- [36] Ait-Amokhtar H., C. Fressengeas und K. Bouabdallah: On the effects of the Mg content on the critical strain for the jerky flow of Al–Mg alloys. *Materials Science and Engineering A*, 631 (2015), 209–213.
- [37] Curtin W. A., D. L. Olmsted und L. G. Hector: A predictive mechanism for dynamic strain ageing in aluminium-magnesium alloys. *Nature materials*, 5 (2006), 875–880.
- [38] Soare M. A. und W. A. Curtin: Solute strengthening of both mobile and forest dislocations. *Acta Materialia*, 56 (2008), 4046–4061.
- [39] Picu R. C. et al.: Effect of solute distribution on the strain rate sensitivity of solid solutions. *Scripta Materialia*, 54 (2006), 71–75.
- [40] Soare M. A. und W. A. Curtin: Single-mechanism rate theory for dynamic strain aging in fcc metals. *Acta Materialia*, 56 (2008), 4091–4101.
- [41] Cheng X.-M. und J.G. Morris: The anisotropy of the portevin-le chatelier effect in aluminum alloys. *Scripta Materialia*, 43 (2000), 651–658.
- [42] Russell B.: Repeated yielding in tin bronze alloys. *Philosophical Magazine*, 8 (1963), 615–630.
- [43] Brindley B.J. und P.J. Worthington: Serrated yielding in Aluminium-3% Magnesium. *Acta Metallurgica*, 17 (1969), 1357–1361.

- 
- [44] McCormick P. G.: Effect of grain size on serrated yielding in an Al-Mg-Si alloy. *Philosophical Magazine*, 23 (1971), 949–956.
- [45] Choi I., S. Jin und S. Kang: Effects of Microstructure and Alloy Contents on the Lüders Line Formation in Al-Mg Alloys. *Scripta Materialia*, 38 (1998), 887–892.
- [46] Horváth G. et al.: Plastic instabilities and dislocation densities during plastic deformation in Al-Mg alloys. *Materials Science and Engineering A*, 445–446 (2007), 186–192.
- [47] Reed J. M. und M. E. Walter: Observations of serration characteristics and acoustic emission during serrated flow of an Al-Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*, 359 (2003), 1–10.
- [48] Codes R. N. de et al.: Spatial and Temporal Characteristics of Propagating Deformation Bands in AA5182 Alloy at Room Temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42 (2011), 3358–3369.
- [49] Lebedkin M. A. und L. R. Dunin-Barkovskii: Dynamic mechanism of the temperature dependence of the Portevin-Le Châtelier effect. *Physics of the Solid State*, 40 (1998), 447–452.
- [50] Chihab K. und C. Fressengeas: Time distribution of stress drops, critical strain and crossover in the dynamics of jerky flow. *Materials Science and Engineering A*, 356 (2003), 102–107.
- [51] Balík J., P. Lukáč und L.P. Kubin: Inverse critical strains for jerky flow in Al-Mg alloys. *Scripta Materialia*, 42 (2000), 465–471.
- [52] Abbadi M., P. Hähner und A. Zeghloul: On the characteristics of Portevin–Le Chatelier bands in aluminum alloy 5182 under stress-controlled and strain-controlled tensile testing. *Materials Science and Engineering A*, 337 (2002), 194–201.
- [53] Pink E., S. Kumar und B. Tian: Serrated flow of aluminium alloys influenced by precipitates. *Materials Science and Engineering A*, 280 (2000), 17–24.
- [54] Chibane N., H. Ait-Amokhtar und C. Fressengeas: On the strain rate dependence of the critical strain for plastic instabilities in Al-Mg alloys. *Scripta Materialia*, 130 (2017), 252–255.
- [55] Ziani L. et al.: Unstable plastic flow in the Al–2%Mg alloy, effect of annealing process. *Materials Science and Engineering A*, 536 (2012), 239–243.
- [56] Fu S. et al.: The influence of temperature on the PLC effect in Al-Mg alloy. *Science China Technological Sciences*, 54 (2011), 1389–1393.

- [57] Matsuura K., T. Nishiyama und S. Koda: Portevin-Le Chatelier Effect in Aluminium-Magnesium Alloys. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 10 (1969), 429–436.
- [58] Clausen A. H. et al.: Flow and fracture characteristics of aluminium alloy AA5083–H116 as function of strain rate, temperature and triaxiality. *Materials Science and Engineering: A*, 364 (2004), 260–272.
- [59] Pink E. und A. Grinberg: Stress drops in serrated flow curves of A15Mg. *Acta Metallurgica*, 30 (1982), 2153–2160.
- [60] Robinson J. M.: Aspects of serrated flow in aluminium alloys. Doctoral Thesis, University of Cape Town, Cape Town (1992).
- [61] Kabirian F., A. S. Khan und A. Pandey: Negative to positive strain rate sensitivity in 5xxx series aluminum alloys. *International Journal of Plasticity*, 55 (2014), 232–246.
- [62] Chatterjee A. et al.: Effect of Heat Treatment on the Portevin-Le Chatelier Effect of Al-2,5% Mg Alloy. *International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering* (2010), 632–636.
- [63] Pink E. und A. Grinberg: Praktische Aspekte des Portevin-Le-Chatelier-Effektes (I). *Aluminium*, 60 (1984), 687–691.
- [64] Pink E. und A. Grinberg: Praktische Aspekte des Portevin-Le Chatelier-Effektes. T. 2. *Aluminium*, 60 (1984), 764–768.
- [65] Zdunek J. et al.: The influence of specimens geometry on the PLC effect in Al–Mg–Mn (5182) alloy. *Materials Characterization*, 58 (2007), 46–50.
- [66] Robinson J. M. und M. P. Shaw: The influence of specimen geometry on the Portevin-Le Chatelier effect in an Al–Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*, 159 (1992), 159–165.
- [67] Maj P. et al.: The effect of a notch on the Portevin–Le Chatelier phenomena in an Al–3Mg model alloy. *Materials Characterization*, 96 (2014), 46–53.
- [68] Thevenet D., M. Mliha-Touati und A. Zeghloul: The effect of precipitation on the Portevin-Le Chatelier effect in an Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Materials Science and Engineering A*, 266 (1999), 175–182.
- [69] Boissiere, R., Terzi, S., Blandin, J.J., Salvo, L.: Quick-Plastic Forming: Similarities and Differences with Super-Plastic Forming. EuroSPF 2008, Carcassone, France (2008) online proceedings.
- [70] Krajewski P. E. und J. G. Schroth: Overview of Quick Plastic Forming Technology. *Mat Sci For (Materials Science Forum)*, 551-552 (2007), 3–12.

- [71] McNelley T. R. et al.: Characteristics of the Transition from Grain-Boundary Sliding to Solute Drag Creep in Superplastic AA5083. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39 (2008), 50–64.
- [72] Sherby O. D. und E. M. Taleff: Influence of grain size, solute atoms and second-phase particles on creep behavior of polycrystalline solids. *Materials Science and Engineering A*, 322 (2002), 89–99.
- [73] Kassner M. E.: Creep Behavior of Particle-Strengthened Alloys. In: Kassner, M. E. (Hg.): *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. Amsterdam: Elsevier Science, 167–188.
- [74] Kulas M.-A. et al.: Deformation mechanisms in superplastic AA5083 materials. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36 (2005), 1249–1261.
- [75] Green W. P. et al.: Deformation and failure of a superplastic AA5083 aluminum material with a cu addition. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37 (2006), 2727–2738.
- [76] Vetrano J. S. et al.: Superplastic behavior in a commercial 5083 aluminum alloy. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 30 (1994), 565–570.
- [77] Pérez-Prado M. T. et al.: Texture analysis of the transition from slip to grain boundary sliding in a discontinuously recrystallized superplastic aluminum alloy. *Acta Materialia*, 49 (2001), 2259–2268.
- [78] Kulas M.-A. et al.: Failure mechanisms in superplastic AA5083 materials. *Met Mater Trans A (Metallurgical and Materials Transactions A)*, 37 (2006), 645–655.
- [79] Mikhaylovskaya A. V. et al.: Superplastic deformation mechanisms in fine-grained Al–Mg based alloys. *Materials Science and Engineering A*, 627 (2015), 31–41.
- [80] Agarwal S., P. E. Krajewski und C. L. Briant: Dynamic Recrystallization of AA5083 at 450 °C. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39 (2008), 1277–1289.
- [81] Cleveland R.M., A.K. Ghosh und J.R. Bradley: Comparison of superplastic behavior in two 5083 aluminum alloys. *Materials Science and Engineering A*, 351 (2003), 228–236.
- [82] Kannan K., C. H. Hamilton und C. H. Johnson: A study of superplasticity in a modified 5083 Al-Mg-Mn alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29 (1998), 1211–1220.
- [83] Vetrano J. S., C. A. Lavender und S. M. Bruemmer: Interfacial segregation and deformation of superplastically deformed Al-Mg-Mn alloys. Pacific Northwest Lab., Richland, WA (United States) (1995).

- [84] Vetrano J. S., E. P. Simonen und S. M. Bruemmer: Grain Boundary Structure and Composition Following Superplastic Deformation of Al-Mg Alloys. *Mat Sci For (Materials Science Forum)*, 243-245 (1997), 493–498.
- [85] Vetrano J.S., E.P. Simonen und S.M. Bruemmer: Evidence for excess vacancies at sliding grain boundaries during superplastic deformation. *Acta Materialia*, 47 (1999), 4125–4129.
- [86] Wu H.-y. et al.: Cavitation characteristics of a superplastic 5083 Al alloy during gas blow forming. *Journal of Materials Science*, 41 (2006), 7446–7453.
- [87] Bae D. H., A. K. Ghosh und J. R. Bradley: Stress-state dependence of cavitation and flow behavior in superplastic aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34 (2003), 2449–2463.
- [88] Ridley N., P. S. Bate und B. Zhang: Effect of strain rate path on cavitation in superplastic aluminium alloy. *Materials Science and Engineering A*, 463 (2007), 224–230.
- [89] Verma R. et al.: Characterization of superplastic deformation behavior of a fine grain 5083 Al alloy sheet. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27 (1996), 1889–1898.
- [90] Kulas M.-A. et al.: Forming-Limit Diagrams for Hot-Forming of AA5083 Aluminum Sheet. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 16 (2007), 308–313.
- [91] Verma R. et al.: Grain refinement and superplasticity in 5083 Al. *Materials Science and Engineering A*, 191 (1995), 143–150.
- [92] Belov N. A., D. G. Eskin und A. A. Aksenov: *Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys*. Elsevier Science (2005).
- [93] Radetić T., M. Popović und E. Romhanji: Microstructure evolution of a modified AA5083 aluminum alloy during a multistage homogenization treatment. *Materials Characterization*, 65 (2012), 16–27.
- [94] Nebti S., D. Hamana und G. Cizeron: Calorimetric study of pre-precipitation and precipitation in Al-Mg alloy. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (1995), 3583–3588.
- [95] Portnoy V. K. et al.: The influence of chromium on the structure and superplasticity of Al-Mg-Mn alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 581 (2013), 313–317.
- [96] Vetrano J. S. et al.: Influence of the particle size on recrystallization and grain growth in Al-Mg-X alloys. *Materials Science and Engineering A*, 238 (1997), 101–107.

- [97] Boydon Jr. J. F.: Study of Cavitation and Failure Mechanisms of a Superplastic 5083 Aluminum Alloy. Master Thesis, Naval Postgraduate School, Monterey, California (2003).
- [98] Kannan K., J. S. Vetrano und C. H. Hamilton: Effects of alloy modification and thermomechanical processing on recrystallization of Al-Mg-Mn alloys. *Met Mater Trans A (Metallurgical and Materials Transactions A)*, 27 (1996), 2947–2957.
- [99] Lee S.-L. und S.-T. Wu: Identification of dispersoids in Al-Mg alloys containing Mn. *Met Trans A (Metallurgical Transactions A)*, 18 (1987), 1353–1357.
- [100] WATANABE H., K. OHORI und Y. Takuechi: Superplastic Behavior of Al-Mg-Cu Alloys. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 27 (1987), 730–733.
- [101] Humphreys F. J. und M. Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier Science (2012).
- [102] Robson J. D. und P. B. Prangnell: Dispersoid precipitation and process modelling in zirconium containing commercial aluminium alloys. *Acta Materialia*, 49 (2001), 599–613.
- [103] Robson J.D. und P.B. Prangnell: Modelling Al<sub>3</sub>Zr dispersoid precipitation in multicomponent aluminium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 352 (2003), 240–250.
- [104] Clouet E. et al.: Precipitation kinetics of Al<sub>3</sub>Zr and Al<sub>3</sub>Sc in aluminum alloys modeled with cluster dynamics. *Acta Materialia*, 53 (2005), 2313–2325.
- [105] Kotov A. D., A. V. Mikhaylovskaya und V. K. Portnoy: Effect of the solid-solution composition on the superplasticity characteristics of Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr Alloys. *The Physics of Metals and Metallography*, 115 (2014), 730–735.
- [106] Wu H. et al.: Hot deformation behavior and processing map of a new type Al-Zn-Mg-Er-Zr alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 685 (2016), 869–880.
- [107] Verma R. und S. Kim: Superplastic Behavior of Copper-Modified 5083 Aluminum Alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 16 (2007), 185–191.
- [108] Ratchev P. et al.: Hot ductility of an Al-4wt.%Mg-0.5wt.%Cu alloy. *Materials Science and Engineering A*, 222 (1997), 189–196.
- [109] Ratchev P. et al.: Precipitation hardening of an Al-4.2wt% Mg-0.6wt% Cu alloy. *Acta Materialia*, 46 (1998), 3523–3533.
- [110] Lavender C. A. et al.: Development of Superplasticity in 5083 Aluminum with Additions of Mn and Zr. *Mat Sci For (Materials Science Forum)*, 170-172 (1994), 279–286.

- [111] Vetrano J. S. et al.: Effect of precipitate structure on hot deformation of Al-Mg-Mn alloys. Pacific Northwest Lab., Richland, WA (United States), Pittsburgh, PA (1993).
- [112] Nes E., N. Ryum und O. Hunderi: On the Zener drag. *Acta Metallurgica*, 33 (1985), 11–22.
- [113] Mikhaylovskaya A. V. et al.: Superplastic behaviour of Al-Mg-Zn-Zr-Sc-based alloys at high strain rates. *Materials Science and Engineering A*, 659 (2016), 225–233.
- [114] Cipoletti D. E. et al.: The influence of heterogeneity in grain boundary sliding resistance on the constitutive behavior of AA5083 during high-temperature deformation. *Materials Science and Engineering A*, 504 (2009), 175–182.
- [115] Vetrano J. S., C. A. Lavender und S. M. Bruemmer: Impurity Segregation during Superplastic Deformation of Al-Mg-Mn Alloys. *Mat Sci For (Materials Science Forum)*, 170-172 (1994), 225–230.
- [116] Mondolfo L. F.: Aluminum alloys. Butterworths, London (1979).
- [117] BTU Bridle Technology GmbH & Co. KG: Richten. Internet: <http://btu-bridle.knight.westwerk.ac/de/die-prozesse/richten> (Zugriff: 21.12.2018).
- [118] Greer A. L. et al.: Grain Refinement of Aluminium Alloys by Inoculation. *Advanced Engineering Materials*, 5 (2003), 81–91.
- [119] Zhao Z., R. Radovitzky und A. Cuitiño: A study of surface roughening in fcc metals using direct numerical simulation. *Acta Materialia*, 52 (2004), 5791–5804.
- [120] Becker R.: Effects of strain localization on surface roughening during sheet forming. *Acta Materialia*, 46 (1998), 1385–1401.
- [121] Wouters O. et al.: On the evolution of surface roughness during deformation of polycrystalline aluminum alloys. *Acta Materialia*, 53 (2005), 4043–4050.
- [122] Pozdniakov A. V. et al.: Microstructure and mechanical properties of novel Al-Mg-Mn-Zr-Sc-Er alloy. *Materials Letters* (2017), 116–119.
- [123] Chen J.-z. et al.: Portevin-Le Chatelier effect in Al-Zn-Mg-Cu-Zr aluminum alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19 (2009), 1071–1075.
- [124] Vo N. Q., D. C. Dunand und D. N. Seidman: Improving aging and creep resistance in a dilute Al-Sc alloy by microalloying with Si, Zr and Er. *Acta Materialia*, 63 (2014), 73–85.
- [125] Ebenberger, P., Uggowitzer, P.J., Kirnstötter, S., Gerold, B., Pogatscher, P.: Effect of compositional and processing variations in new 5182 type AlMgMn alloys on the mechanical properties and deformation surface quality. submitted to *Materials* (2019).

- [126] Kang J. et al.: Effect of Mg content on Portevin–Le Chatelier band strain in Al–Mg sheet alloys. *Philosophical Magazine Letters*, 92 (2012), 647–655.
- [127] Ait-Amokhtar H., S. Boudrahem und C. Fressengeas: Spatiotemporal aspects of jerky flow in Al–Mg alloys, in relation with the Mg content. *Scripta Materialia*, 54 (2006), 2113–2118.
- [128] Inagaki H. und T. Komatsubara: Yield Point Elongation in Al–Mg Alloys. *Materials Science Forum*, 331–337 (2000), 1303–1308.
- [129] Matsumoto K. et al.: Effects of Zn Addition and Aging Condition on Serrated Flow in Al–Mg Alloys. *Materials Science Forum*, 794–796 (2014), 483–488.
- [130] Matsumoto K. et al.: Effects of Precipitation State on Serrated Flow in Al–Mg(–Zn) Alloys. *Materials Transactions*, 57 (2016), 1101–1108.
- [131] Engler O. et al.: Influence of copper additions on materials properties and corrosion behaviour of Al–Mg alloy sheet. *Journal of Alloys and Compounds*, 710 (2017), 650–662.
- [132] Hou S. et al.: Precipitation hardening behavior and microstructure evolution of Al–5.1 Mg–0.15Cu alloy with 3.0Zn (wt%) addition. *Journal of Materials Science*, 53 (2018), 3846–3861.
- [133] Pandat. Version: 2018.1. Datenbank: *PandatAl2018\_TH*. CompuTherm LLC.
- [134] Stemper, L., Mitas, B., Kremmer, T., Otterbach, S., Uggowitzer, P.J., Pogatscher, S.: Age-hardening of high pressure die casting AlMg alloys with Zn and combined Zn and Cu additions. submitted to *Materials & Design* (2019).
- [135] Meng C. et al.: Mechanical properties, intergranular corrosion behavior and microstructure of Zn modified Al–Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 617 (2014), 925–932.
- [136] Ebenberger, P., Uggowitzer, P.J., Kirnstötter, S., Gerold, B., Zaefferer, S., Pogatscher, P.: Processing-controlled suppression of Lüders elongation in AlMnMn alloys. *Scripta Materialia* (2019). accepted manuscript.
- [137] Yanagawa, M., Oie, S.: Yielding behavior in Al–Mg polycrystalline alloys. *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 41 (1991), 815–821.
- [138] Al-haidary J. T., N. J. Petch und E. R. de los Rios: The plastic deformation of polycrystals I. Aluminium between room temperature and 400°C. *Philosophical Magazine A*, 47 (2006), 869–890.

- 
- [139] Rossig H. H., G. Ibe und W. Gruhl: Streckgrenzeneffekte in vielkristallinen Aluminium-Magnesium-Legierungen, Teil I. Metall, 28 (1974), 232–237.
- [140] Ryen O.: Work hardening and mechanical anisotropy of aluminium sheets and profiles. Doctoral thesis, NTNU, Trondheim (2003).
- [141] Kammer C.: Aluminium-Taschenbuch. Beuth, Berlin (2012).
- [142] Dubyna A., A. Mogucheva und R. Kaibyshev: Hall-Petch Relationship in an Al-Mg-Sc Alloy Subjected to ECAP. Advanced Materials Research, 922 (2014), 120–125.
- [143] Nichols H. und W. Rostoker: Mercury Embrittlement of Al-4,5 pct. Mg Alloy. Trans. Amer. Inst. Min. Metall. Eng. (1964), 251.
- [144] Wyrzykowski J. W. und M. W. Grabski: The Hall–Petch relation in aluminium and its dependence on the grain boundary structure. Philosophical Magazine A, 53 (1986), 505–520.
- [145] Ma D.: Elastic properties of Mn-rich  $\alpha$  intermetallic phase in engineering aluminum alloys. Journal of Applied Physics, 124 (2018), 85109.
- [146] Ashby M. F.: The deformation of plastically non-homogeneous materials. Philosophical Magazine, 21 (1970), 399–424.
- [147] Burger G. B. et al.: Microstructural control of aluminum sheet used in automotive applications. Materials Characterization, 35 (1995), 23–39.

## 8 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer AlMgMn-Legierung in welchem das Auftreten der Lüderslinien (A) und Fließfiguren Typ B (B) gekennzeichnet ist; eine exemplarische Darstellungen beider Fließfiguren-Typen befinden sich unter den jeweiligen Markierungen [15]....	4
Abbildung 2:	Schematische Darstellung der Lüdersdehnung $\epsilon_L$ und die auftretenden Spannungen; $\sigma_{yL}$ – Lüdersspannung (entspricht der Streckgrenze), $\Delta\sigma_L$ – Anstieg der Fließspannung gegenüber dem Materialzustand ohne Lüdersdehnung, $\sigma_{yv}$ – virtuelle Fließspannung für den theoretischen Fall ohne Lüdersdehnung .....	5
Abbildung 3:	Abhängigkeit der Lüdersdehnung von der Korngröße nach verschiedenen Wärmebehandlungen; batch – Ofenabkühlung, WQ – water quenching (Wasserabschrecken), AC – air cooling (Luftabkühlung); Temperaturen in [°C] [16].....	6
Abbildung 4:	Abhängigkeit der Lüdersdehnung von der Umformungstemperatur bei unterschiedlichen Korngrößen [16].....	7
Abbildung 5:	Konturplot der Bindungsenergie eines gelösten Mg-Atoms im Spannungsfeld einer Stufenversetzung, Versetzungskerne der aufgespaltenen Partialversetzungen sind als orange Bereiche erkennbar; Energie in [eV], positive Werte repräsentieren Bindung mit niedriger Gesamtenergie als außerhalb des Spannungsfeldes [37].....	8
Abbildung 6:	Schematische Darstellung der cross-core-diffusion; (a) vor der Diffusion, (b) nach der Diffusion, (c-f) Versetzungsbewegung bei zusätzlich angelegter Spannung; die Kernregionen wandern von den Positionen der bereits diffundierten gelösten Mg-Atome auf der Zugseite bzw. – ebene (T) weg hin zu Gebieten mit noch nicht diffundierten, regellos auf Zug- bzw. Druckebenen (T bzw. C) [37] .....	9
Abbildung 7:	(a) Abhängigkeit der Spannungsspitzen (serrations) $\Delta\sigma$ bei dynamischer Reckalterung in Abhängigkeit des Mg-Gehalts und der Dehnung [45]; (b) Anstieg der kritischen Dehnung $\epsilon_{krit}$ , ab der dynamische Reckalterung auftritt, in Abhängigkeit des Mg-Gehalts, Dehnrates $2,38 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; Kurve für 4,5 Massen-% Mg 50 MPa nach oben, Kurve für 3,2 Massen-% Mg 40 MPa nach oben verschoben [36] .....	10
Abbildung 8:	Abhängigkeit der kritischen Dehnung $\epsilon_{krit}$ von der angelegten Dehnrates $\dot{\epsilon}$ ..	11
Abbildung 9:	Spannungsamplitude der serrations in Abhängigkeit der Verformungstemperatur von AA5456 [56].....	11

Abbildung 10:	Schematische Darstellung der superplastischen Verformung mittels (a) Matrizenverfahren und (b) Patrizenverfahren [1].....	12
Abbildung 11:	Schematische Darstellung der superplastischen Verformung bei (a) Versetzungskriechen und (b) Korngrenzengleiten; in (a) ist beispielhaft die Ausbildung einer Verformungstextur dargestellt [77].....	14
Abbildung 12:	Doppelt-logarithmische Darstellung des Zener-Hollomon-Parameters über die E-Modul-normalisierte Spannung unter Verwendung einer einzelnen Aktivierungsenergie $Q_C$ von $110 \text{ kJmol}^{-1}$ ; GBS – Korngrenzengleiten, SDC – Solute drag creep; die Steigung entspricht dem Spannungsexponenten $n$ ; Legierungen auf Basis AA5083 abgegossen im Direct-Chill-Verfahren (DC) und Strangguss (Continuous Casting, CC) [74, 78].....	15
Abbildung 13:	Zugproben nach dem Versagen durch (a) Spannungslokalisierung und Einschnürung (Necking) im Bereich des Versetzungskriechen (Temperatur $450 \text{ }^\circ\text{C}$ , $\dot{\epsilon}=6 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) bzw. (b) Porenbildung im Bereich des Korngrenzengleitens (Temperatur $450 \text{ }^\circ\text{C}$ , $\dot{\epsilon}=3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) [78].....	16
Abbildung 14:	$\text{Al}_3(\text{Zr,Sc})$ -Partikel an der Korngrenze einer $\text{AlZnMgScZr}$ -Legierung; $e$ – erreichte wahre Dehnung [113] .....	17
Abbildung 15:	Abhängigkeit der (a) Fließspannung $\sigma$ bzw. der (b) Dehnratenempfindlichkeit $m$ von der Dehnrate $\dot{\epsilon}$ für $\text{AlMgMnCr}$ -Legierungen mit unterschiedlichem Mg-Gehalt bei Verformung bei $0,97 \cdot T_{\text{solvus}}$ [95]; (c) Spannungs-Dehnungs-Kurven für eine AA5083-Legierung (No. 1) mit unterschiedlicher Zugabe von Kupfer; aufsteigend No. 2–4 mit 0,2 Massen-% Cu, 0,4 Massen-% Cu, 0,6 Massen-% Cu [100].....	18
Abbildung 16:	Abkühlkurve eines im Labor abgegossenen Gussbarrens; die Temperaturmessung erfolgte mittels eines eingegossenen Thermoelementes in der Barrenmitte .....	22
Abbildung 17:	Gussbarren (a) im Originalzustand, (b) „Filetstück“ und (c) dessen relative Lage im Gussbarren schematisch skizziert .....	23
Abbildung 18:	Schematische Darstellung der Zeit-Temperaturverläufe der durchgeführten Homogenisierungsbehandlungen .....	24
Abbildung 19:	Thermomechanisches Prozessschema der Versuchsblechherstellung.....	25
Abbildung 20:	Temperatur-Zeit-Verlauf der Zwischen- und Weichglühung im Bundofen mit 1 h Haltezeit bei $370 \text{ }^\circ\text{C}$ .....	26
Abbildung 21:	Probenform für Warmzugversuche; Abmessungen in mm.....	34

Abbildung 22:	Konstruktionszeichnung des neu entwickelten Probenhalters für Warmzugversuche (a), tatsächlicher Versuchsaufbau mit geöffnetem Ofen (b).....	35
Abbildung 23:	Exemplarische Darstellung einer Beizscheibe; die Markierungen stellen die Messpunkte des Funkenspektrometers dar .....	37
Abbildung 24:	Bildausschnitt der Software „PxFWorkbench“ mit Erweiterung „Grain size“ während der Korngrößenmessung; gelbe Markierungen zeigen Schnittpunkte des Messrasters mit Korngrenzen an.....	38
Abbildung 25:	Schematische Darstellung der Probenlage relativ zur Walzrichtung (WR); longitudinal (L) und transversal (LT) .....	38
Abbildung 26:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm an industriellem EN AW-5182 bei unterschiedlichen Prüftemperaturen (a) und mehreren konstanten Dehnraten (b); zur besseren Übersichtlichkeit sind die Kurven um 15 MPa (a) bzw. 20 MPa (b) nach unten oder oben verschoben, Referenzkurven 45 °C (a) bzw. $6,7 \cdot 10^{-3}$ (b); LN <sub>2</sub> -Kurve in (a) ist nicht verschoben dargestellt .....	40
Abbildung 27:	Lichtmikroskopische Gefügebilder der vier auftretenden Gefüge-„Klassen“; alle Aufnahmen in LT-Richtung; Barker-Ätzung, polarisiertes Licht .....	43
Abbildung 28:	Lichtmikroskopische Gefügebilder des Versuchslegierungsbleches mit Zusatz von Zirkon, Weichglühung im Umluftofen bei 370 °C mit (a) 63 % und (b) 20 % Kaltwalzgrad bzw. Salzbad-Wärmebehandlung mit Wasserabschrecken mit (c) 63 % und (d) 20 % Kaltwalzgrad; alle Aufnahmen in L-Richtung; Barker-Ätzung, polarisiertes Licht, 100-fache Vergrößerung .....	44
Abbildung 29:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken; Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (c) .....	46
Abbildung 30:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichem Mg-Gehalt mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad.....	48

- Abbildung 31: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichem Mn-Gehalt mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad..... 50
- Abbildung 32: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichem Fe-Gehalt mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad..... 52
- Abbildung 33: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichen Zusätzen von Cu mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad..... 54
- Abbildung 34: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit unterschiedlichen Zusätzen von Zn mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad..... 56
- Abbildung 35: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der 5182 Standard-Versuchslegierung mit Zusätzen von Zr und Er mit 63 % und 20 % Kaltwalzgrad, Weichglühen im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und im Salzbad bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken (SB); Überblick (a), Details der Lüdersdehnung (b–e) sowie aus dem Bereich der dynamischen Reckalterung (f–i); KWG – Kaltwalzgrad..... 58
- Abbildung 36: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der alternativen Umluftofen-Weichglühungen an industriellen Standard-Versuchsblechen mit den größten Auswirkungen (vgl. Tabelle 3 und Tabelle 4)..... 63
- Abbildung 37: Spannungs-Dehnungs-Kurven industrieller Versuchsbleche mit Weichglühung im Umluftofen (Ofen) bei 370 °C und 63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad sowie Salzbad-Wärmebehandlung mit anschließendem

	Wasserabschrecken und 63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad; Walzen erfolgte am Versuchswalzgerüst; KWG – Kaltwalzgrad .....	64
Abbildung 38:	Schematische Darstellung des Biegerichtens [117] .....	65
Abbildung 39:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm industrieller Standard-Versuchsbleche mit unterschiedlichen Dressiergraden.....	66
Abbildung 40:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm industrieller Standard-Versuchsbleche ohne Richten, mit 0,6 % Streckrichten sowie 0,6 % Streckrichten plus 15 mm Biegerichten; zur besseren Sichtbarkeit ist die Kurve des Materials mit Streck- und Biegerichten um 20 MPa nach oben und jene des streckgerichteten Materials um 20 MPa nach unten verschoben; Detail zeigt den Bereich um die Lüdersdehnung bzw. Dehngrenze im Originalmaßstab; BR – Biegerichten, STR - Streckrichten .....	66
Abbildung 41:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines industriellen Versuchsbleches mit 25 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen bei 370 °C.....	68
Abbildung 42:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines industriellen Versuchsbleches mit 15 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen bei 500 °C.....	69
Abbildung 43:	Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines industriellen Versuchsbleches mit 18 % Kaltwalzgrad und Salzbad-Wärmebehandlung bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken .....	70
Abbildung 44:	Spannungs-Dehnungs-Diagramme industrieller Versuchsbleche mit 25 % Kaltwalzgrad und Weichglühung im Umluftofen bei 370 °C mit 0,5 % Streckrichten, 0,8 % Streckrichten sowie 0,5 % Streckrichten und 15 mm Biegerichten .....	71
Abbildung 45:	Vergleich der Häufigkeitsverteilung der Partikelgrößen in industriellem (blau) und Versuchslegierungsblech (rot); beide mit 63 % Kaltwalzgrad; 25 $\mu\text{m}^2$ Fläche entsprechen einer Kantenlänge a von 5 $\mu\text{m}$ eines ideal kubischen Partikels .....	72
Abbildung 46:	ECCI-Bild eines 5182 Standard-Versuchslegierungsbleches mit 63 % Kaltwalzgrad und Salzbad-Wärmebehandlung (a) mit ca. 10x9 $\mu\text{m}^2$ groben Partikel nahe eines passend orientierten Kornes und der näher Untersuchten Stelle (Markierung, (b) ECCI-Detailaufnahme nahe des Partikelrandes mit zahlreichen Versetzungen, (c) 0,75x0,63 $\mu\text{m}^2$ mittelgroßes Partikels mit wenigen Versetzungen, (d) ECCI-Detailaufnahme eines 0,6x0,4 $\mu\text{m}^2$ kleinen Partikels mit Versetzungen .....	73
Abbildung 47:	Maximale Dehnung und maximale Spannung der Standard-Legierung EN AW-5083 und der Mn-reduzierten Variante bei 410 °C und verschiedenen Dehnraten .....	74

Abbildung 48:	Maximale Dehnung und maximale Spannung der Standard-Legierung EN AW-5083 und der Mn-reduzierten Variante bei 470 °C und verschiedenen Dehnraten .....	75
Abbildung 49:	Maximale Dehnung und maximale Spannung der Standard-Legierung EN AW-5083 bei 530 °C und verschiedenen Dehnraten.....	76
Abbildung 50:	Spannungs-Dehnungs-Kurven der Standard-Legierung EN AW-5083 bei Prüftemperatur 410 °C und verschiedenen Dehnraten .....	76
Abbildung 51:	Lichtmikroskopische Schlibbilder gebrochener Warmzugproben geprüft bei 410 °C und (a) $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , (b) $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bzw. (c) $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ; (d-f) korrespondierende elektronenmikroskopische Aufnahmen zu (a-c).....	77
Abbildung 52:	Rasterelektronenmikroskopische Detailaufnahme einer geprüften EN AW-5083 mit Pore und Partikel; Spektrum 1 ist in Tabelle 17 angegeben ..	78
Abbildung 53:	Polfigur einer EBSD-Messung nahe der Bruchfläche nach Prüfung bei 410 °C und $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; A1 – Zugrichtung, A2 – Walzrichtung .....	79
Abbildung 54:	Diagramm der Lüdersdehnung $\epsilon_L$ in Abhängigkeit der Korngröße $d$ mit Fit nach der Hall-Petch-Gleichung für verschiedene Versuchsbleche; Inserts zeigen eine exemplarische Lüdersdehnung sowie die schematische Darstellung der Lüdersdehnung, der Fließspannung bei Lüdersdehnung $\sigma_{yL}$ , und dem Anstieg der Lüders-Fließspannung $\Delta\sigma_{yL}$ basierend auf einer virtuellen Fließspannung $\sigma_{yv}$ .....	87
Abbildung 55:	Lüdersdehnung $\epsilon_L$ und „Lüders-Spannung“ $\Delta\sigma_L$ in Abhängigkeit der reziproken Wurzel der Korngröße $d^{-0,5}$ ; das unerwünschte Auftreten des Orangehaut-Effektes ist grau markiert; Materialzustände A–F siehe Tabelle 18 .....	89
Abbildung 56:	Hall-Petch-Konstanten $k_y$ aus der Literatur und dieser Arbeit in Abhängigkeit des Mg-Gehaltes; Daten für Spannungs-Dehnungs-Kurven mit ( $k_{yL}$ ) und ohne ( $k_{y0}$ ) Lüdersdehnung sowie für auf virtuellen Fließspannungen basierende ( $k_{yv}$ ) Werte [17, 18, 22, 138–144] .....	90
Abbildung 57:	Schematische Darstellung der Verformung eines Kornes mit Korngröße $d$ bei einer angelegten Schubspannung $\tau$ (Pfeile); in einer vereinfachten Annahme entspricht die Verformung des Kornes einem Vielfachen $n$ des Burgersvektors $b$ .....	92
Abbildung 58:	Größenverteilung der Primärphasen in Materialzuständen D und E (siehe Tabelle 18); $25 \mu\text{m}^2$ Fläche entsprechen einer Kantenlänge $a$ von $5 \mu\text{m}$ eines kubischen Partikels; siehe auch Abbildung 45.....	93
Abbildung 59:	Graphische Darstellung der Abschätzung der Lage der aktiven Verformungsmechanismen Korngrenzgleiten (engl. grain boundary	

---

sliding, GBS) und vom gelösten Magnesium beeinflusstes Versetzungskriechen (engl. solute drag creep, SDC) bei den getesteten Parametern Temperatur und Dehnrates für die Standard-Legierung EN AW-5083 (schwarze Schrift) sowie einer Mn-reduzierten Variante (rote Schrift); der Farbverlauf repräsentiert den fließenden Übergang der Verformungsmechanismen.....	96
--	----

## 9 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Chemische Zusammensetzung der Versuchslegierungen im Labormaßstab; Durchschnittswerte aus sechs Funkenspektrometer-Messungen; Erbiumgehalt mittels ICP gemessen (inductively coupled plasma – induktiv gekoppeltes Plasma).....	22
Tabelle 2:	Walzschema für die Herstellung der Versuchslegierungen; KWG - Kaltwalzgrad.....	26
Tabelle 3:	Überblick über die untersuchten industriellen Versuchsbleche mit Standard-Walzprozess; KWG - Kaltwalzgrad .....	28
Tabelle 4:	Überblick über die untersuchten industriellen Versuchsbleche mit verändertem Walzprozess und Vorverformung; KWG - Kaltwalzgrad .....	29
Tabelle 5:	Chemische Zusammensetzung der industriellen Versuchsbleche .....	30
Tabelle 6:	Chemische Zusammensetzung der untersuchten industriell produzierten Legierungen für superplastische Verformung auf Basis EN AW-5083 .....	31
Tabelle 7:	Verwendete Standard-Einstellungen in der Zugprüf-Software testXpert II für Prüfgeschwindigkeiten .....	32
Tabelle 8:	Skala zur Bewertung der optischen Ausprägung von Fließfiguren.....	33
Tabelle 9:	Temperaturen und konstante Dehnraten für Warmzugversuche.....	33
Tabelle 10:	REM-Parameter für Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) Untersuchungen.....	39
Tabelle 11:	Gusskorngrößen der eigenen Versuchslegierungen (siehe Tabelle 1).....	41
Tabelle 12:	Korngrößen der eigenen Versuchsbleche in L- und LT-Richtung.....	42
Tabelle 13:	Mechanische Kennwerte der eigenen Versuchslegierungen mit 63 % bzw. 20 % Kaltwalzgrad und Umluftofen-Weichglühung bei 370 °C bzw. Salzbad-Wärmebehandlung bei 500 °C mit anschließendem Wasserabschrecken; $R_{p0,2}$ 0,2 % – Proportionalitätsgrenze, $R_{eH}$ – obere Streckgrenze, $R_{eL}$ – untere Streckgrenze, $R_m$ – Zugfestigkeit, $A_{80}$ – Bruchdehnung (bei Anfangsmesslänge 80 mm) .....	58
Tabelle 14:	Bewertung der Oberflächenqualität der eigenen Versuchsbleche; Bewertungsschema nach Tabelle 8; * Orangenhaut kann Lüderslinien oder beginnende Typ B-Fließfiguren überdecken oder beeinflussen; <sup>k</sup> Verlauf der Lüdersdehnung nicht waagrecht, sondern geneigt oder Knick-förmig; <sup>+</sup> betrifft die ersten 5 % plastische Dehnung.....	60
Tabelle 15:	Korngrößen der industriellen EN AW-5182 Versuchsbleche am Versuchswalzgerüst gewalzt für zwei unterschiedliche Wärmebehandlungen in L- und LT-Richtung .....	65

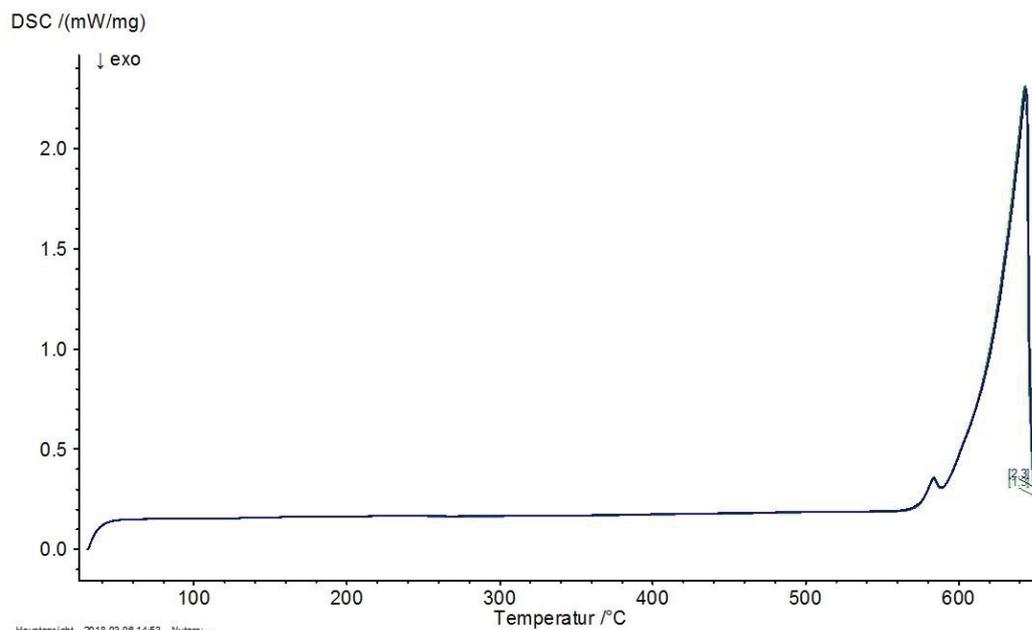
---

Tabelle 16:	Maximale Dehnungen und maximale Spannungen der Warmzugversuche an EN AW-5083 (schwarze Schrift) und der Mn-reduzierten Variante (rote Schrift).....	77
Tabelle 17:	Chemische Zusammensetzung des Partikels aus Abbildung 52, gemessen mittels EDX .....	78
Tabelle 18:	Definition wichtiger Materialzustände und deren Abkürzungen; KWG - Kaltwalzgrad.....	86
Tabelle 19:	Gewogene und erschmolzene Mengen an Legierungselementen und Vorlegierungen für eigene Versuchsbleche .....	120

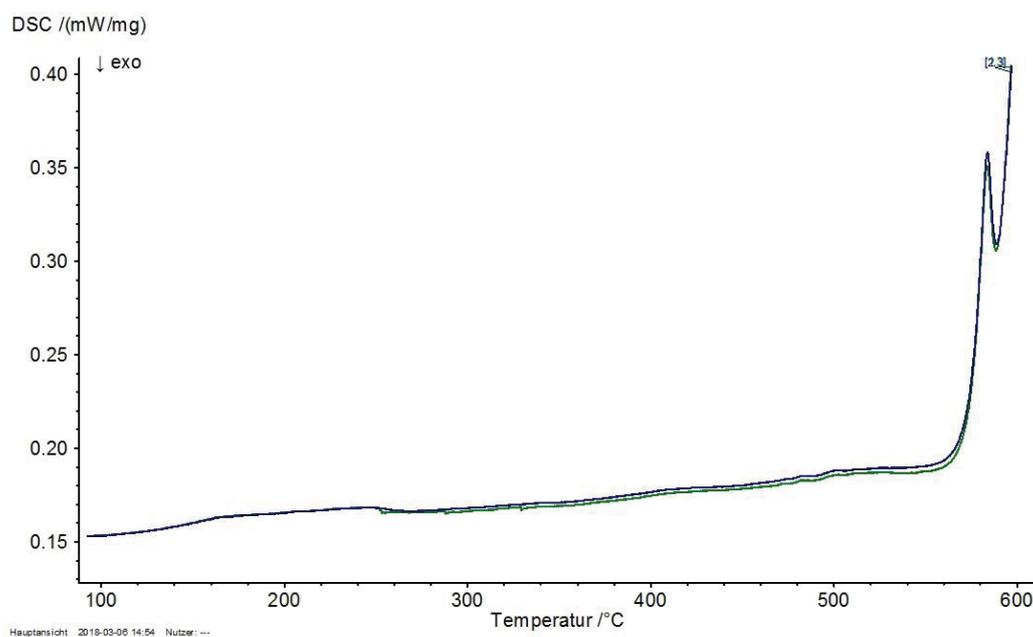
## 10 Anhang A

Tabelle 19: Gewogene und erschmolzene Mengen an Legierungselementen und Vorlegierungen für eigene Versuchsbleche

Legierung	Al	Mg	AlMn75	AlFe75	Si	Cu	Zn	AlZr10	Er	AlTiB <sub>2</sub>	AlCr75
Mengenangaben in [g]											
<b>5182 Standard</b>	28440	1367,2	172,5	54,8	25,0	-	-	-	-	32,5	-
<b>Mg 2</b>	28500	1225,7	172,2	55,0	30,1	-	-	-	-	33,0	-
<b>Mg 3</b>	28650	1056,1	172,9	55,1	26,6	-	-	-	-	32,8	-
<b>Mn 1</b>	28320	1428,7	140,4	55,1	25,1	-	-	-	-	31,3	-
<b>Mn 2</b>	28380	1323,0	80,1	55,2	25,5	-	-	-	-	33,0	-
<b>Fe</b>	28320	1410,0	172,2	27,5	30,3	-	-	-	-	30,9	-
<b>Cu 1</b>	28240	1415,1	173,2	55,9	30,7	45,6	-	-	-	33,1	-
<b>Cu 2</b>	28060	1417,0	172,8	55,6	30,4	226,4	-	-	-	32,8	-
<b>Zn 1</b>	28320	1412,9	172,2	55,7	30,8	-	76,6	-	-	30,9	-
<b>Zn 2</b>	27720	1412,1	172,2	55,4	30,7	-	650,0	-	-	31,0	-
<b>Zr</b>	28000	1414,1	172,2	55,0	31,0	-	-	308,3	-	31,8	-
<b>Er</b>	28120	1410,0	172,0	55,7	30,0	-	-	-	29,6	30,9	-
<b>5083 SPF</b>	28170	1380,0	340,0	38,0	15,0	-	-	-	-	30,9	135,0



(a)



(b)

Abbildung 60: Wärmestrom-Temperatur-Kurve der Legierung Cu 1 im Überblick (a) sowie im Detail (b); Probenentnahme in der Blechmitte; ermittelt bei einer Aufheizrate von 10 K/min an einer Netsch DSC 204 F1 Phoenix

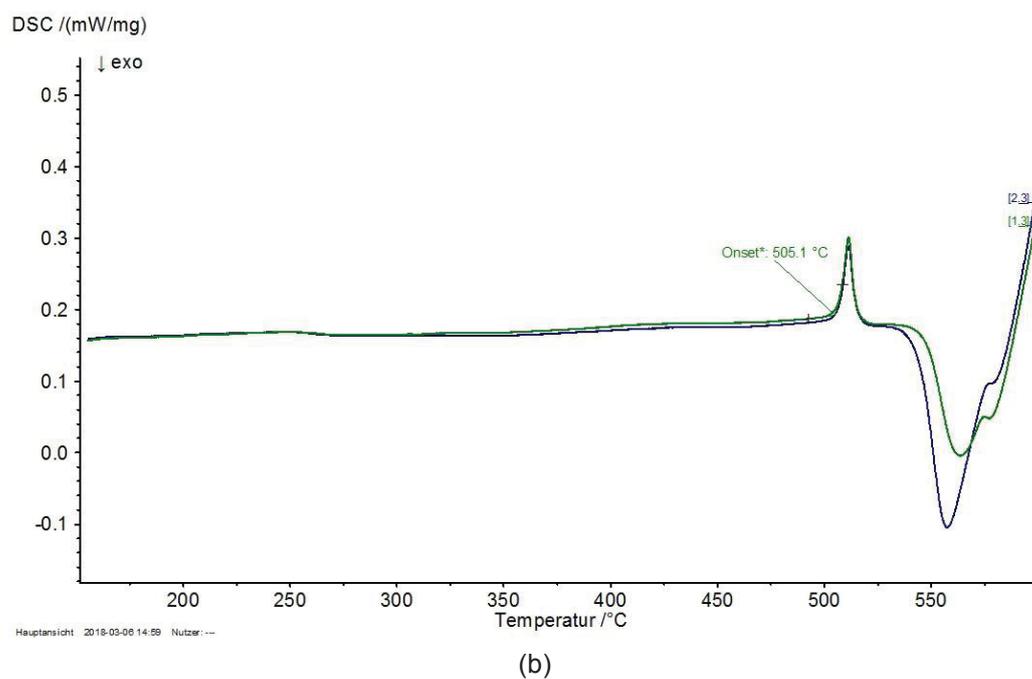
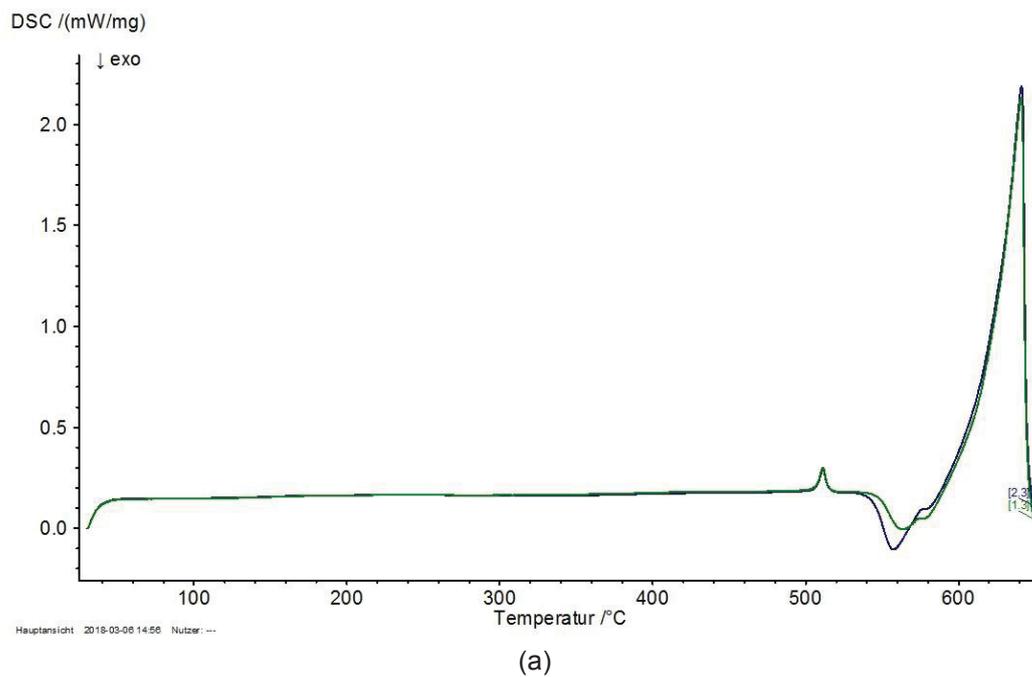


Abbildung 61: Wärmestrom-Temperatur-Kurve der Legierung Cu 2 im Überblick (a) sowie im Detail (b); Probenentnahme in der Blechmitte; ermittelt bei einer Aufheizrate von 10 K/min an einer Netsch DSC 204 F1 Phoenix

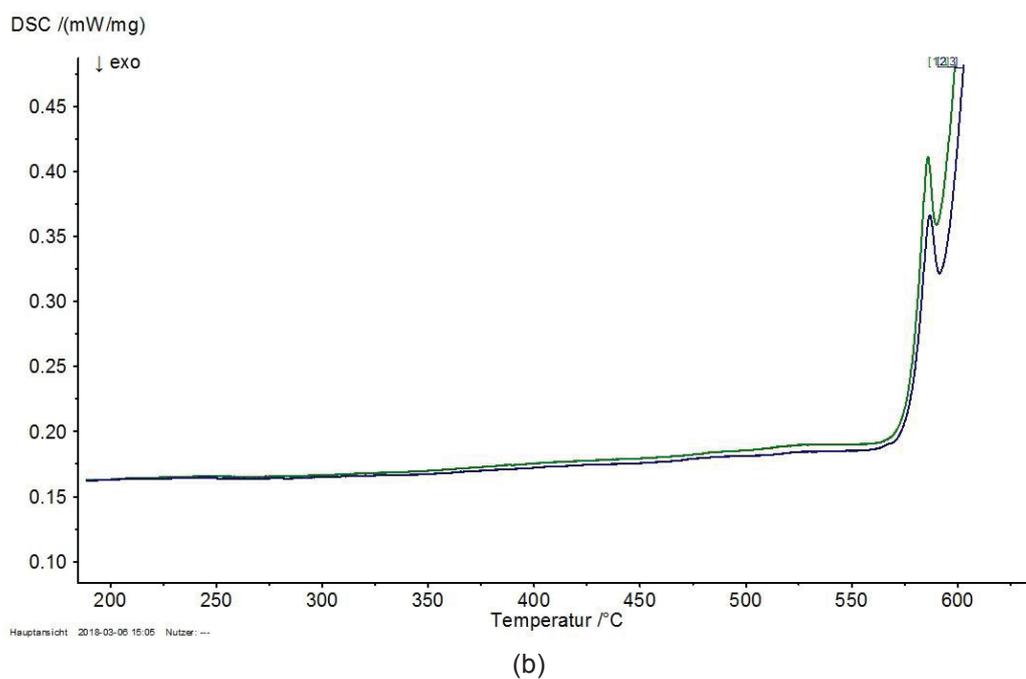
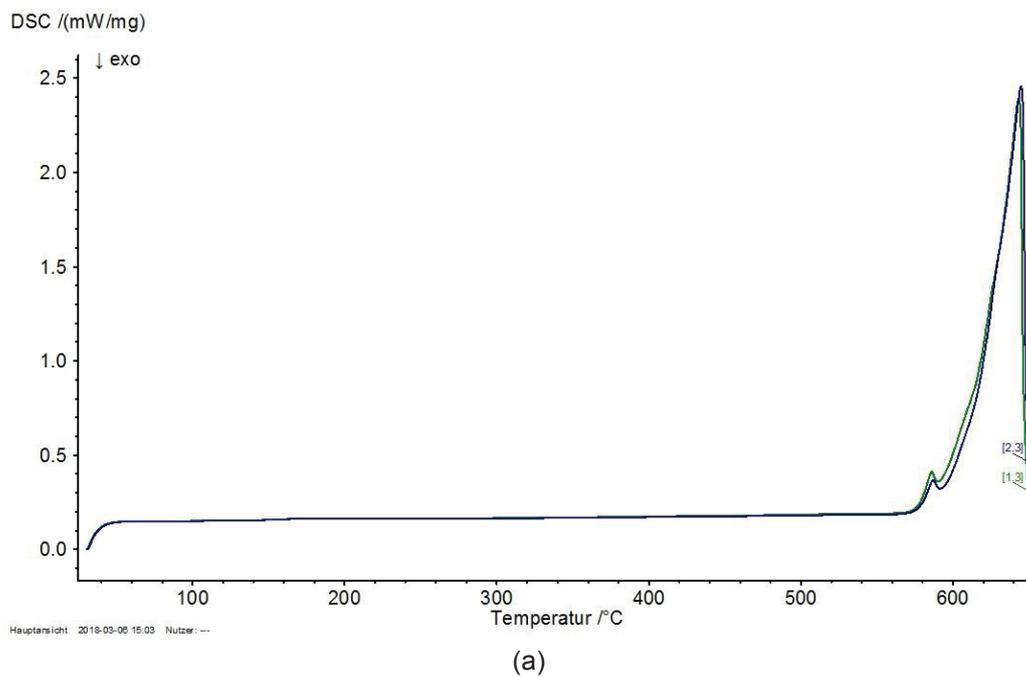


Abbildung 62: Wärmestrom-Temperatur-Kurve der Legierung Zn 1 im Überblick (a) sowie im Detail (b); Probenentnahme in der Blechmitte; ermittelt bei einer Aufheizrate von 10 K/min an einer Netsch DSC 204 F1 Phoenix

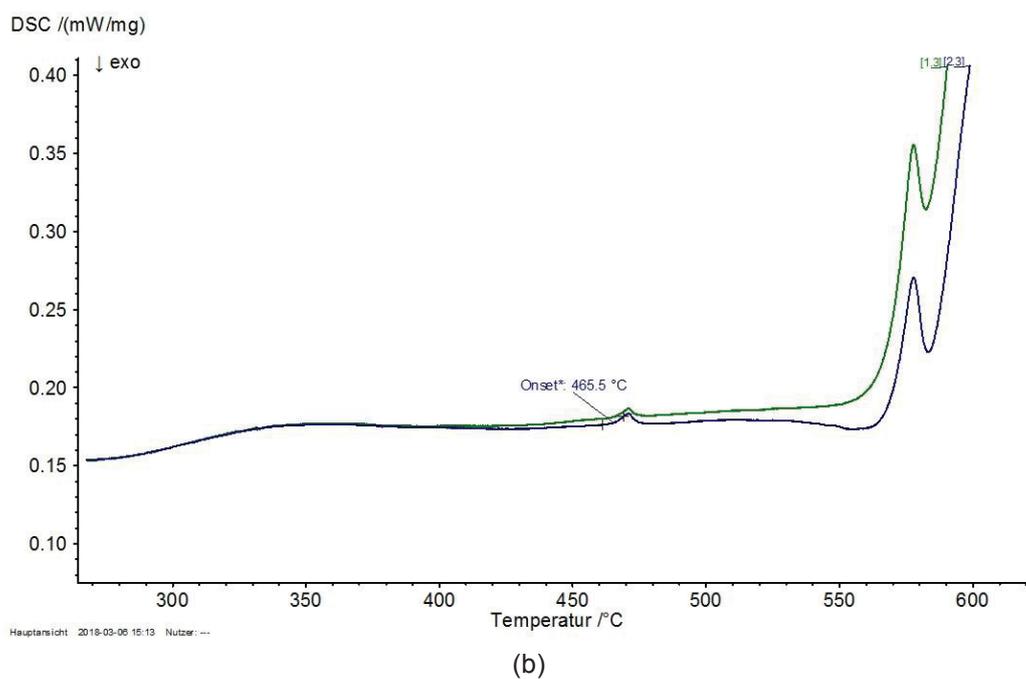
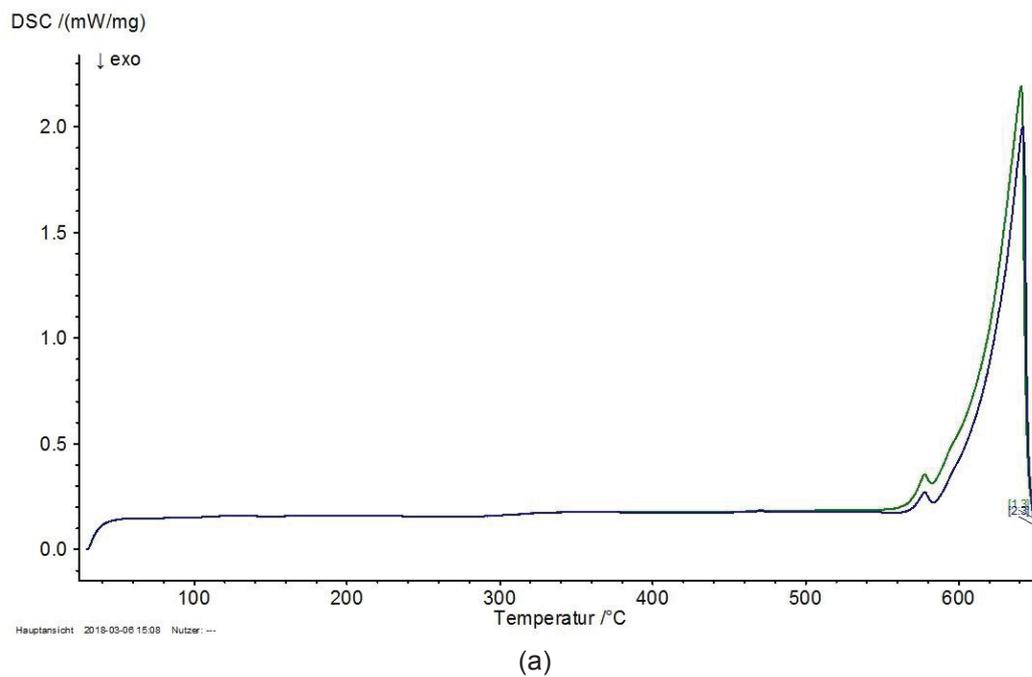
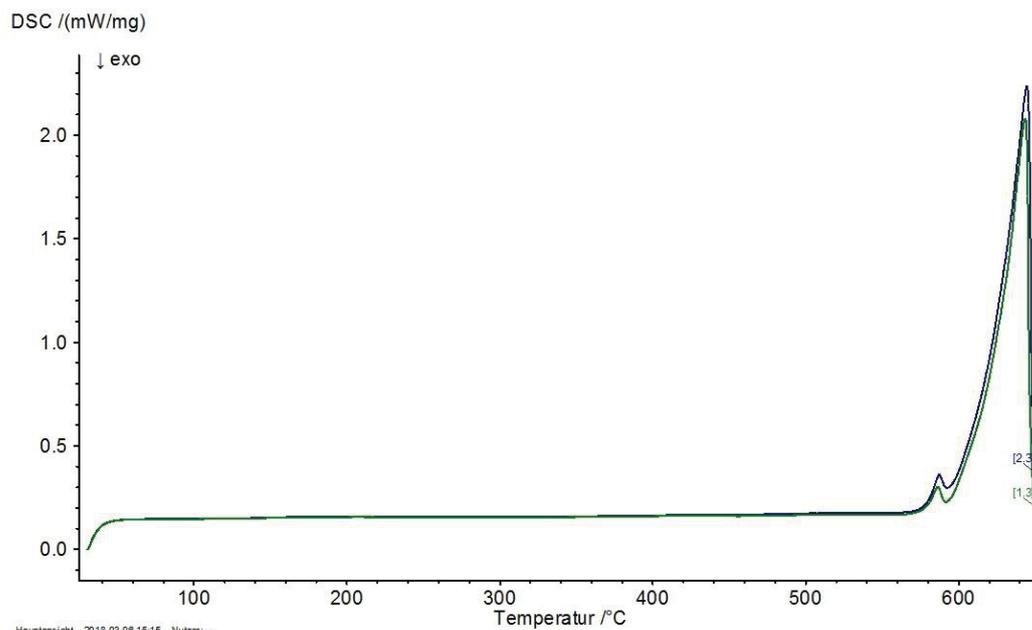
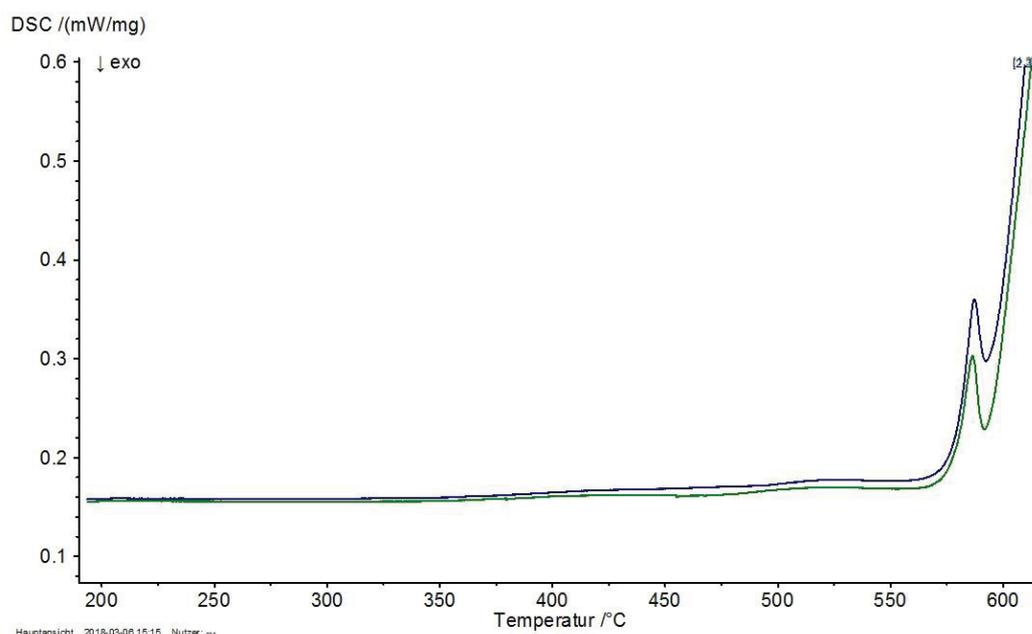


Abbildung 63: Wärmestrom-Temperatur-Kurve der Legierung Zn 2 im Überblick (a) sowie im Detail (b); Probenentnahme in der Blechmitte; ermittelt bei einer Aufheizrate von 10 K/min an einer Netsch DSC 204 F1 Phoenix



(a)



(b)

Abbildung 64: Wärmestrom-Temperatur-Kurve der Legierung Zr im Überblick (a) sowie im Detail (b); Probenentnahme in der Blechmitte; ermittelt bei einer Aufheizrate von 10 K/min an einer Netsch DSC 204 F1 Phoenix

Tabelle 20: Standardabweichungen der Zugfestigkeiten  $R_m$  und Bruchdehnungswerte  $A_{80}$  der getesteten Versuchslegierungsbleche

Legierung	Kaltwalzgrad	Wärmebehandlung	Standardabweichung	Standardabweichung
			$R_m$	$A_{80}$
	[%]		[MPa]	[%]
5182 Standard	63	Umluftofen	3,1	1,0
	20	Umluftofen	2,8	0,9
	63	Salzbad	0,9	1,4
	20	Salzbad	2,9	1,3
Mg 2	63	Umluftofen	5,6	1,9
	20	Umluftofen	1,9	1,7
	63	Salzbad	4,3	0,3
	20	Salzbad	4,0	1,6
Mg 3	63	Umluftofen	4,8	1,1
	20	Umluftofen	2,2	1,6
	63	Salzbad	3,3	1,8
	20	Salzbad	0,8	0,3
Mn 1	63	Umluftofen	2,1	1,9
	20	Umluftofen	1,6	0,2
	63	Salzbad	4,3	1,9
	20	Salzbad	4,9	1,9
Mn 2	63	Umluftofen	5,2	2,6
	20	Umluftofen	2,9	1,1
	63	Salzbad	6,5	2,6
	20	Salzbad	2,5	0,7
Fe	63	Umluftofen	3,7	1,2
	20	Umluftofen	3,1	2,0
	63	Salzbad	1,6	1,3
	20	Salzbad	4,1	1,5
Cu 1	63	Umluftofen	5,2	1,4
	20	Umluftofen	11,0	0,6
	63	Salzbad	0,8	1,8
	20	Salzbad	4,2	0,7
Cu 2	63	Umluftofen	1,5	0,8
	63	Salzbad	0,8	2,5
Zn 1	63	Umluftofen	0,0	1,0
	20	Umluftofen	2,2	1,2
	63	Salzbad	2,4	0,2
	20	Salzbad	4,1	0,8
Zn 2	63	Umluftofen	2,2	1,2
	20	Umluftofen	0,5	0,6
	63	Salzbad	2,9	1,6
	20	Salzbad	4,9	1,9
Zr	63	Umluftofen	6,6	1,4
	20	Umluftofen	1,6	0,8
	63	Salzbad	0,5	1,8
	20	Salzbad	1,0	1,2
Er	63	Umluftofen	1,4	1,1
	20	Umluftofen	2,1	1,1
	63	Salzbad	1,4	1,0
	20	Salzbad	0,0	0,2