



Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie

Masterarbeit



Mikrostrukturelle Charakterisierung
einer Mg-Al-Ca-Mn-Legierung bei der
Herstellung von Schmiedeteilen

Bernhard Trink, BSc

September 2020

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen Personen, welche durch ihre fachliche und persönliche Unterstützung die Umsetzung dieser Masterarbeit ermöglichten, meinen Dank aussprechen.

Besonders will ich mich bei meinen Betreuern Dipl.-Ing. Dr.mont. Irmgard Weißensteiner und Assoz.Prof.Dipl-Ing. Dr.mont Stefan Pogatscher, welche mir tatkräftig mit ihrem Fachwissen zur Seite standen, bedanken. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Peter J. Uggowitz, Dipl.-Ing. Jakob Grasserbauer, sowie Dipl.-Ing. Dr.mont. Thomas Kremmer danke ich für ihre Hilfsbereitschaft.

Mein Dank gilt weiters Assoz.Prof.Dipl-Ing. Dr.mont Stefan Pogatscher für das in mich gesetzte Vertrauen, und der Chance, dass ich am Christian Doppler Labor für Fortgeschrittene Aluminium-Legierungen arbeiten durfte. Ich habe in dieser Zeit viel gelernt und mich auch vom Zwischenmenschlichen gut aufgehoben gefühlt. Weiters danke ich dem Leichtmetallkompetenzzentrum Ranshofen GmbH und Dipl.-Ing Nikolaus Papenberg für die Bereitstellung des Probenmaterials.

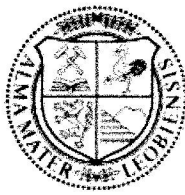
Ebenso will ich mich bei allen Kollegen und Freunden, welche mich im Laufe meines Studiums begleiteten, für die schöne gemeinsame Zeit bedanken, sowie ein großes Dankeschön an meine Eltern, meine Familie und engen Freunden für ihre bedingungslose Unterstützung aussprechen.

Abstract

As part of this master thesis, the process parameters for metallographic preparation, including grinding, polishing and etching, for the magnesium-alloy Mg-Al-Ca-Mn are presented. The grinding, polishing and etching steps are also transferable to other low-alloy magnesium systems. The sample material includes as cast, homogenized, extruded, forged, T5- and T6-heat-treated conditions. The microstructure was first examined in a light microscope (grain size determination) and then in a scanning electron microscope to determine the present phases. Since the grain size in magnesium plays a very important role in terms of strength and ductility, also an analysis of the grain size controlling dispersoids is important. Those particles pin the grain boundaries after recrystallization as a result of warm forming and heat treatment. They appear as intermetallic phases of the composition Al_8Mn_5 , which are rod- or plated-shaped and thermally stable after their formation, but tend to coarsen in the further treatments. Their morphology was also confirmed via transmission electron microscopy. For a prediction of the maximum grain size depending on the phase fraction and morphology of second phases, the Zener equation was applied. The maximum grain size determined by the Zener Drag does not match the measured grain sizes. Therefore, modified Zener formulas were tested for their applicability and possible mechanisms for the interaction of the grain boundaries with the Al-Mn-particles were discussed.

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Masterarbeit wird ein Verfahren zur Schliffherstellung und zur Gefüge-Ätzung der Magnesiumbasislegierung Mg-Al-Ca-Mn vorgestellt. Die Schleif-, Polier- und Ätzschritte sind ebenso auf andere niedrig legierte Magnesiumlegierungen übertragbar. Zu untersuchende Proben umfassen gegossene, homogenisierte, stranggepresste, geschmiedete, T5- und T6-wärmebehandelte Zustände. Über die Prozessschritte hinweg wurde die Mikrostruktur zuerst im Lichtmikroskop (Korngrößenbestimmung) und dann im Rasterelektronenmikroskop auf die vorhandenen Phasen untersucht. Da die Korngröße in Magnesium hinsichtlich Festigkeit und Duktilität, eine große Rolle einnimmt, ist eine Analyse der korngrenzkontrollierenden Dispersoide von Bedeutung. Jene Partikel pinnen die Korngrenzen nach der Rekristallisation in Folge des Strangpressens. Sie erscheinen als intermetallische Phasen der Zusammensetzung Al_8Mn_5 , welche stäbchen- und plättchenförmig im Gefüge vorkommen. Nach deren Bildung während der Homogenisierung sind sie thermisch stabil, neigen jedoch zur Vergrößerung. Die Morphologie der Dispersoide wurde im Transmissionselektronenmikroskop bestätigt. Über die Anwendung der Zener-Formel kann die maximale Korngröße in Abhängigkeit von dem Phasenanteil und der Morphologie der sekundären Phasen vorhergesagt werden. Da die durch den Zener-Druck bestimmte maximale Korngröße nicht zu den gemessenen Werten passen, wurden modifizierte Zener-Formeln auf ihre Anwendbarkeit getestet und mögliche Mechanismen bei der Interaktion der Korngrenzen mit den Al-Mn-Teilchen diskutiert.



EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 31.08.2020

Bernhard Trink

Unterschrift Verfasser/in
Bernhard, Trink

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
2	TECHNISCHE GRUNDLAGEN	3
2.1	Bezeichnung von Magnesiumlegierungen	3
2.2	Eigenschaften von Magnesium	3
2.2.1	Legierungssysteme von Magnesium	4
2.2.2	Verformungsverhalten von Magnesium	5
2.2.3	Wirtschaftliche Bedeutung von Magnesium	7
2.3	Materialkundliche Grundlagen	8
2.3.1	Kristallbaufehler	8
2.3.2	Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung	9
2.3.3	Rekristallisation in Magnesiumlegierungen	12
2.3.4	Festigkeitssteigernde Mechanismen	15
2.4	Die aushärtbare niedriglegierte Magnesiumlegierung AXM	16
2.4.1	Legierungsaufbau	17
2.4.2	Härteentwicklung und Festigkeit	20
2.4.3	Extrusionsverhalten von AXM-Legierungen	21
3	EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN	23
3.1	Versuchsplanung	23
3.2	Probenmaterial	24
3.3	Probenentnahme	27
3.4	Präparation für LIM1 und REM	28
3.4.1	Ätzung der Proben für LIM1-Aufnahmen	31
3.5	Untersuchungen im LIM1 und REM	33
3.6	TEM-Probenpräparation und Untersuchungen	35
4	ERGEBNISSE	36
4.1	Auswertung der Korngröße	36
4.2	Auswertung der REM-Aufnahmen	41
4.2.1	Gussgefüge	41
4.2.2	Homogenisiertes Gefüge	42
4.2.3	Extrudiertes und T5-wärmebehandeltes Gefüge	43
4.2.4	T6-wärmebehandeltes Gefüge	44
4.2.5	Auswertung der Al-Mn-Dispersoide	44
4.2.6	Auswertung der EBSD Ergebnisse	49
4.3	Auswertung der TEM-Ergebnisse	49
5	DISKUSSION	52
6	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	59
7	LITERATURVERZEICHNIS	61
8	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	65
9	TABELLENVERZEICHNIS	68
10	ANHANG	69

1 Einleitung

Magnesium, als leichtestes Strukturmetall, wird in einer Vielzahl von Anwendungen hinsichtlich des Leichtbaus mit steigendem Interesse eingesetzt. Vor allem im Flugzeug- und Automobilbau werden immer mehr Magnesiumteile verbaut, um das Gewicht zu mindern und damit Energie zum Transport einzusparen. Auch der CO₂-Ausstoß wird dadurch reduziert. In der Boeing 727 finden bereits zirka 1200 Teile aus Magnesium und seinen Legierungen Anwendung. Beispiele für Autoteile aus Magnesium sind unter anderem: Autodächer, Heckklappen, Lenkräder, Sitzrahmen und vieles mehr (siehe Abbildung 1). [1, 2]

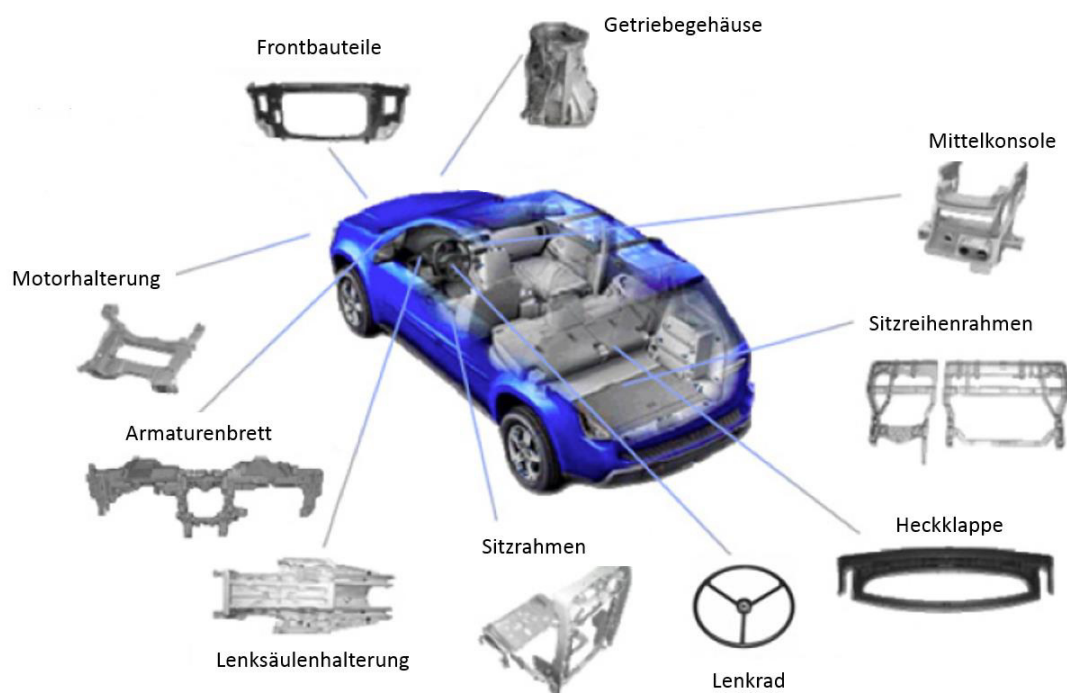


Abbildung 1: Beispiele für Anwendungen von Magnesiumlegierungen in der Automobilindustrie [2]

Während der Großteil der Magnesiumteile im Druckguss hergestellt wird, muss für strukturelle Anwendungen mit hohen Anforderungen an die Zuverlässigkeit, Funktionalität und die mechanischen Eigenschaften ein Umformprozess (zumeist Strangpressen, Schmieden, Walzen) durchgeführt werden, um das Gefüge hinsichtlich dieser Eigenschaften zu optimieren. Schmiedeprodukte aus Magnesiumlegierungen zeichnen sich durch eine hohe Festigkeit bei gleichzeitig sehr niedrigem Gewicht aus und finden unter anderem für Produkte im Sport- oder im Militärbereich Verwendung. [3]

Aufgrund der limitierten Umformbarkeit müssen Magnesiumlegierungen bei erhöhten Temperaturen geschmiedet werden. Üblicherweise kommen beheizte Werkzeuge zum Einsatz, um eine rasche oberflächliche Abkühlung und dadurch eine mögliche Rissbildung zu verhindern. In Abhängigkeit vom Legierungssystem, dem nötigen Umformgrad, der

Umformgeschwindigkeit etc. findet der Schmiedeprozess innerhalb eines bestimmten Temperaturfensters, meist zwischen 290 °C und 450 °C statt. Nach unten hin ist dieses Fenster begrenzt durch Rissbildung aufgrund der Erschöpfung der Umformbarkeit und nach oben durch Heißrissbildung wegen lokaler Aufschmelzungen. Ebenso muss beim Schmieden das anisotrope Fließverhalten des Magnesiums mitberücksichtigt werden. [1, 2]

Ein vielversprechendes Legierungssystem auf Magnesiumbasis stellt das System Mg-Al-Ca-Mn (AXM) dar. Dieses soll bei der Produktion von Schmiedeteilen ihre Anwendung finden und durch den niedrigen Legierungsgehalt von unter 1 Atomprozent einen Preisvorteil gegenüber anderen Legierungen nutzen. Die Hauptlegierungselemente sind Aluminium, Kalzium, Mangan und Zink. Durch die Ausscheidung bestimmter Phasen (Dispersoide) und durch Rekristallisation beim und nach dem Umformprozess soll ein feines Gefüge mit guten mechanischen Eigenschaften erzielt werden. Zudem können über Wärmebehandlungen ausscheidungshärtende Teilchen gebildet und die Festigkeit gesteigert werden. [4]

Die ersten drei Produktionsschritte umfassen das Gießen, eine Homogenisierungs-Behandlung, bei welcher sich die kornwachstumshemmenden Phasen ausscheiden und das Strangpressen, das eine Rekristallisation zur Folge hat, wodurch sich ein feines Gefüge einstellt. In den letzten zwei Schritten findet ein Schmiedevorgang und eine Wärmebehandlung zur Ausscheidungshärtung statt. Da die Korngröße (vor allem im Bereich unter 10 µm) einen sehr großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Endproduktes ausübt, ist es das Ziel, diese und die Mikrostruktur im Allgemeinen nach den einzelnen Prozessschritten zu analysieren und zu charakterisieren, um so mögliche Verbesserungsoptionen aufzuzeigen.

2 Technische Grundlagen

In den nachfolgenden Unterpunkten wird auf die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Magnesium und auf die Benennung von Magnesiumlegierungen eingegangen. Nach einer Einführung in die metallkundlichen Grundlagen wird das System AXM näher beschrieben.

2.1 Bezeichnung von Magnesiumlegierungen

Magnesiumlegierungen werden in Guss und Knetlegierungen eingeteilt. Die am häufigsten in der Literatur angewandte Bezeichnungsmethode für Mg-Legierungssysteme geht auf die ASTM-Norm (American Society for Testing and Materials) B951-11 zurück. Die Legierungselemente werden mit Großbuchstaben abgekürzt und von links nach rechts mit abnehmendem Gehalt angeordnet. Die Zahlen stellen die gerundeten Gehalte der einzelnen Elemente in Gewichtsprozent dar. In Tabelle 1 sind die Abkürzungen der Elemente, basierend auf dem ASTM System für Legierungsbenennung (B951-11) gegeben. [3, 5, 6]

Tabelle 1: Abkürzungen der Elemente in Magnesiumlegierungen basierend auf der ASTM-Norm [3, 5, 6]

A	Aluminium (Al)	F	Eisen (Fe)	N	Nickel (Ni)	T	Zinn (Sn)
B	Wismut (Bi)	H	Thorium (Th)	P	Blei (Pb)	W	Yttrium (Y)
C	Kupfer (Cu)	K	Zirkonium (Zr)	Q	Silber (Ag)	X	Kalzium (Ca)
D	Cadmium (Cd)	L	Lithium (Li)	R	Chrom (Cr)	Y	Antimon (Sb)
E	Seltene Erden	M	Mangan (Mn)	S	Silizium (Si)	Z	Zink (Zn)

Als Beispiel besteht eine AXM-Legierung neben Magnesium aus den Elementen Aluminium, Kalzium und Mangan und eine AZ91 ist mit 9 Gew.-% Aluminium und 1 Gew.-% Zink legiert. [3, 5]

2.2 Eigenschaften von Magnesium

Die Stärke von Magnesium liegt vor allem in der geringen Dichte ($1,74 \text{ g/cm}^3$), welche zirka zwei Drittel von Aluminium ($2,70 \text{ g/cm}^3$) beträgt. Mit zunehmender Bedeutung des Leichtbaus im Transport und Verkehr steigt die Attraktivität von Materialien mit einer hohen spezifischen Festigkeit. Ebenso zeichnen sich die Magnesiumlegierungen durch ihre gute Legierbarkeit und gute Gießbarkeit, jedoch auch durch ihre schlechte Kaltumformbarkeit aufgrund des hexagonalen Kristallgitters aus. Hinderlich für den Einsatz als Konstruktionswerkstoff sind die geringe Korrosionsbeständigkeit und der niedrige E-Modul von 45 GPa im Vergleich zu

Aluminiumlegierungen. Durch das Legieren mit bestimmten Elementen können die meisten Nachteile abgeschwächt werden. So führt der Zusatz von seltenen Erden, wie beispielsweise Yttrium, zu einer Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit durch Deckschichtbildung und bietet die Möglichkeit der Ausscheidungshärtung. Eine Erhöhung des E-Moduls ist legierungstechnisch nur schwer möglich. Allerdings ist diese Eigenschaft in besonderen Anwendungen wie bei Implantaten ein Vorteil, da der E-Modul von Magnesium nahe am Wert von menschlichen Knochen liegt. Des Weiteren ist Mg aufgrund des niedrigen Schmelzpunktes von 650 °C und der hohen Sauerstoffaffinität (niedriger Flammpunkt) nicht für hohe Einsatztemperaturen geeignet. [5, 7]

Aus chemischer Sicht ist Magnesium sehr reaktiv. Es wird bereits in kaltem Wasser angegriffen und löst sich in heißem Wasser schnell. In destilliertem H₂O wird der Angriff durch die Bildung eines Hydroxidfilms gestoppt. In Laugen ist Mg stabil, sowie auch in Flusssäure, da es in diesem Fall zur Bildung von Magnesiumfluorid kommt. Mit anderen Säuren reagiert es zu Salzen, wobei Wasserstoff entsteht. Erwähnenswert ist, dass bei der Handhabung von Magnesiumstäuben erhöhte Brand- und Explosionsgefahr herrscht. [5]

2.2.1 Legierungssysteme von Magnesium

In diesem Unterpunkt wird die Auswirkung der Elemente Aluminium, Kalzium, Mangan und Zink in Magnesium besprochen, da diese die wesentlichen Legierungselemente in AXM darstellen.

Aluminium war eines der ersten und ist heute noch das bedeutendste Legierungselement in Magnesium. Mehr als 90 % der Mg-Strukturbauteile beruhen auf dem Mg-Al-System, wie beispielsweise AZ91 und AM60 [8]. Aluminium erhöht die Festigkeit und verbessert die Gießbarkeit. Zudem besitzt es eine hohe maximale Löslichkeit in Magnesium im Vergleich zu anderen Legierungselementen wie beispielsweise Kalzium. Jedoch bewirkt die geringe Diffusionsgeschwindigkeit von Al starke Seigerungen, was die Bildung von unerwarteten Eutektika im Gefüge hervorrufen kann. Das Vorhandensein solcher Eutektika führt zu einer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften. [3, 5]

Zink ist neben Aluminium das zweitwichtigste Legierungselement. In geringen Mengen legiert werden dadurch die Festigkeit (Mischkristallverfestigung) und die Korrosionsbeständigkeit (in Kombination mit Aluminium) verbessert. Mg-Al-Zn ist das bedeutendste Legierungssystem mit Al-Gehalten zwischen 3 und 9 Gew.-% und Zn-Gehalten unter 1 Gew.-%. [9]

Kalzium als Legierungselement besitzt verschiedene positive Eigenschaften, wovon die kornwachstumshemmende Wirkung aufgrund von Ca-Aggregationen an den Korngrenzen [10], die Verringerung der ansonsten stark ausgeprägten basalen Anisotropie in verformtem Mg [11, 12] und die Steigerung der Kriechfestigkeit zu nennen sind [13]. Zudem besitzt Kalzium im Magnesium gelöst die Eigenschaft über intermetallische Phasen (Mg₂Ca, Al₂Ca)

auszuhärten [14] und wirkt der Oxidation der Matrix entgegen, wodurch der Abbrand bei höheren Temperaturen vermieden werden kann. [15]

Mangan erhöht die Korrosionsbeständigkeit durch das Abbinden von Eisen. Dadurch wird die Bildung von unerwünschten Ausscheidungen, welche als kathodische Lokalelemente wirken, verhindert. [5] In Al-legierten Mg-Systemen bilden sich Dispersoide, welche während der Umformung die Rekristallisation beeinflussen und damit die Körngröße mitbestimmen. Der härtende Effekt durch die Mangan-Partikel selbst ist vernachlässigbar klein, während durch das feinere Korn ein signifikanter Anstieg in der Festigkeit, als auch in der Duktilität gewonnen werden kann. [4]

Abbildung 2 zeigt Ausschnitte der binären Phasendiagramme Mg-Al, Mg-Ca, Mg-Zn und Mg-Mn. Diese wurden mithilfe der Software FactSage 7.3 berechnet.

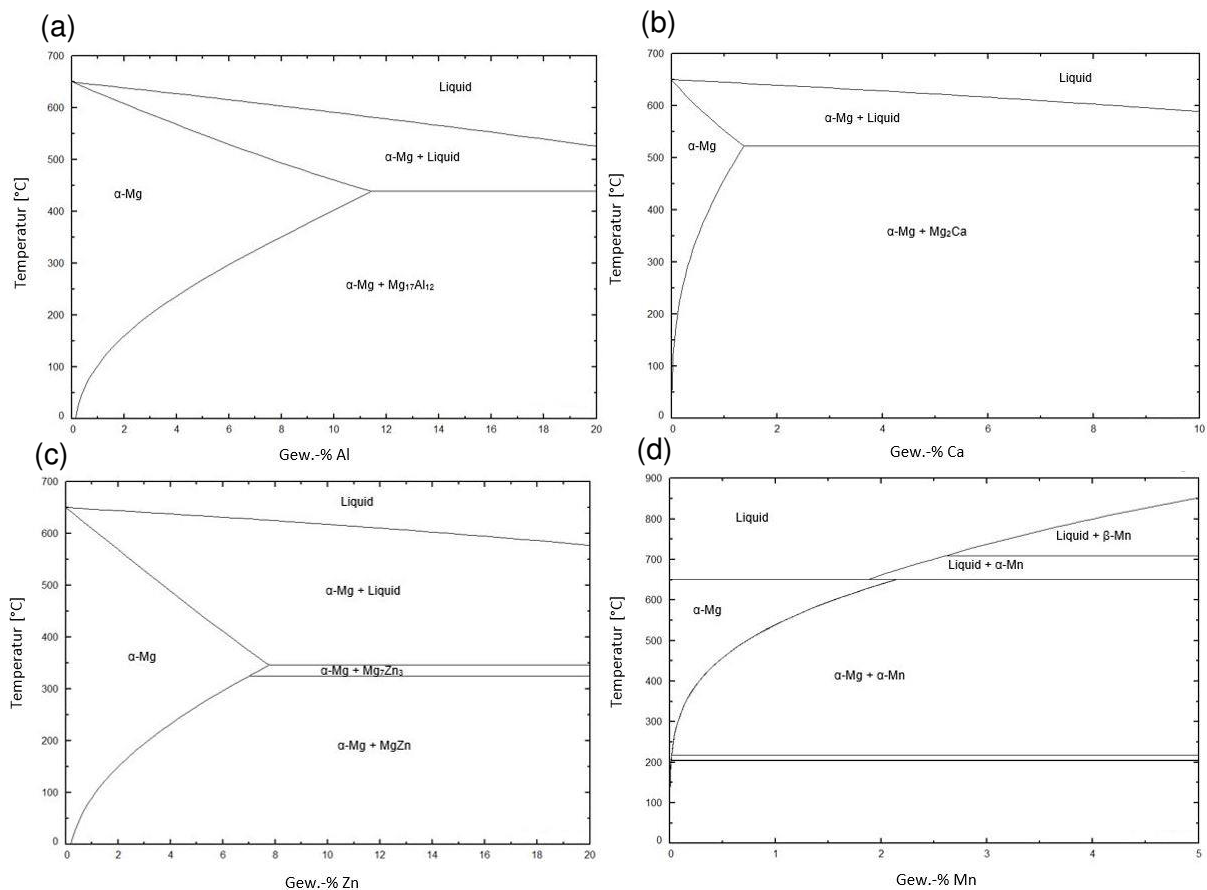


Abbildung 2: Phasendiagramme von (a) Mg-Al, (b) Mg-Ca, (c) Mg-Zn und (d) Mg-Mn

2.2.2 Verformungsverhalten von Magnesium

Wichtig für das Extrudieren und das Schmieden ist ein Verständnis für die Verformungsmechanismen von Magnesium und seinen Legierungen. Der Grund für das spröde Verhalten von Magnesium bei Raumtemperatur liegt an der hexagonalen Kristallstruktur, in welchem nur drei Gleitsysteme, nämlich die **Basalebene (0001)** mit den **drei Gleitrichtungen** $[11\bar{2}0]$, $[\bar{2}110]$, $[1\bar{2}10]$, vorhanden sind. Die Verformung beruht also

hauptsächlich auf Basalgleitung und Zwillingsbildung. Erst bei höheren Temperaturen (über 225 °C) werden bei Mg mehr Gleitsysteme aktiviert (Pyramiden- und Prismengleitung), wodurch höhere Dehnungen möglich sind und die Plastizität des Magnesiums sich jener von kubisch-raumzentrierten Metallen annähert. Abbildung 3 zeigt das hexagonale Gitter mit den unterschiedlichen Gleitsystemen. [16, 17]

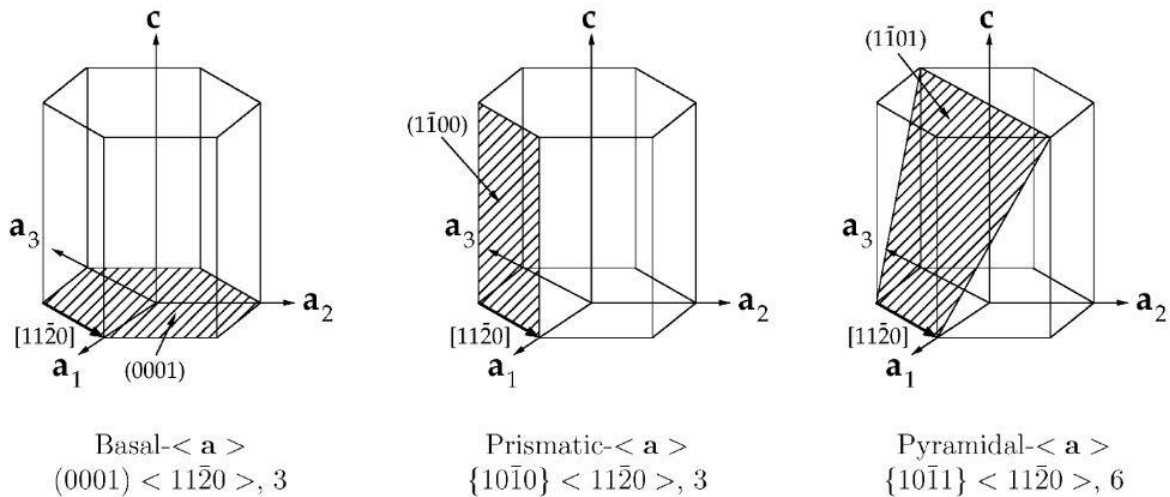


Abbildung 3: Hexagonales Kristallgitter (Basalgleitung, Prismengleitung, Pyramidengleitung) [16]

Bei der Verformung von Vielkristallen muss das von-Mises-Kriterium berücksichtigt werden, nach dem fünf voneinander unabhängige Gleitsysteme vorhanden sein müssen. Dies ist im hexagonalen Gitter nicht der Fall, weswegen es bei der Verformung zu mechanischer Zwillingsbildung kommt. Die Zwillingsbildung entspricht einer Scherverformung, bei der ein Kristallbereich in eine spiegelsymmetrische Position zur Ausgangslage (Matrix) überführt wird. Das Zwillingsgitter hat wegen seiner Spiegelsymmetrie dieselbe Kristallstruktur wie seine Umgebung. Die Spiegelebene ist eine kohärente Zwillingslebene und alle anderen Grenzflächen zwischen Zwilling und Matrix sind inkohärent (siehe Abbildung 4). [18]

Während der Zwillingsbildung verlängert sich das Material in eine Richtung und verkürzt sich in die andere abhängig vom c/a -Verhältnis (siehe Abbildung 4). Bei $c/a < 1,73$ verlängert sich der Kristall senkrecht zur Basisebene infolge der Zwillingsverformung und bei $c/a > 1,73$ verkürzt er sich. Hexagonale Gitter mit $c/a > 1,63$ verformen sich durch Basalgleitung mit 3 Gleitsystemen und durch Zwillingsbildung, während bei einem c/a -Verhältnis von $< 1,63$ hinreichend viele Gleitsysteme durch Prismen- und Pyramidengleitung gefunden werden können. Magnesium ist mit einem c/a -Verhältnis von 1,624 nahezu ideal dicht gepackt. Beim Kaltumformen eines Mg-Vielkristalls reagiert dieser spröde, während Mg-Einkristalle gut umformbar sind. Im Zugversuch zeigt sich die Zwillingscherung in einem ruckhaften Abfall der Fließspannung, da dieser Umklappvorgang, ähnlich zur Martensitbildung im Stahl, mit Schallgeschwindigkeit abläuft und so die Probe kurzzeitig entspannt. Während der Verformung

von Magnesiumlegierungen durch Basalgleitung kann sich eine Basaltextur einstellen. Dabei orientiert sich die Basalebene $\{0001\}$ parallel zur Extrusionsrichtung um. [18]

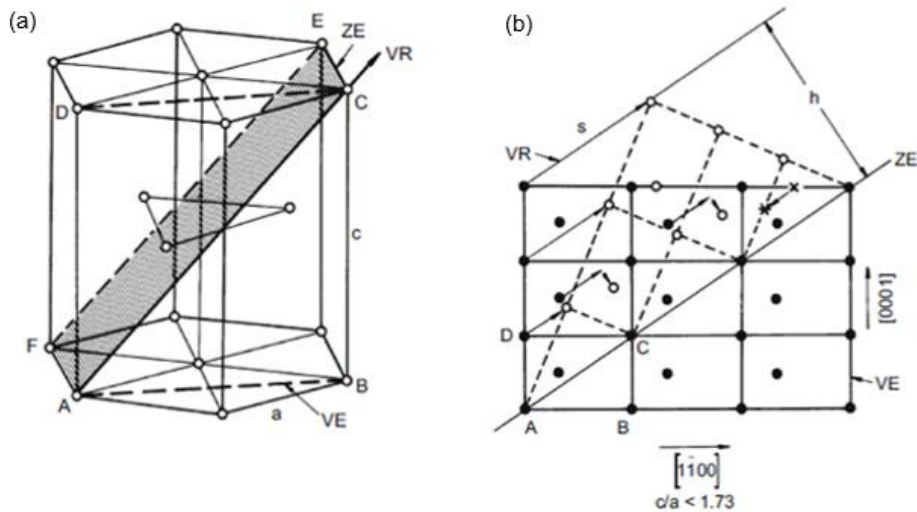


Abbildung 4: Zwillingsbildung in hexagonalen Kristallen; (a) hexagonales Gitter; (b) Umklappvorgang und Zwillingsbildung; Zwillingschene (ZE) $\{10\bar{1}2\}$, Verschiebungsebene (VE) $\{1\bar{2}10\}$, Verschiebungsrichtung (VR) $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ [18]

2.2.3 Wirtschaftliche Bedeutung von Magnesium

Fast die Hälfte des produzierten Magnesiums findet als Legierungselement für Aluminium Anwendung. Der zweitgrößte Markt liegt im Druckgussbereich. Der Löwenanteil der Druckgussteile geht in die Automobilindustrie. Jene Mg-Autoteile sind teure Produkte und finden unter anderem bei Sportwagen ihre Anwendung. Abbildung 5 zeigt die wichtigsten Mg-Märkte. [7]

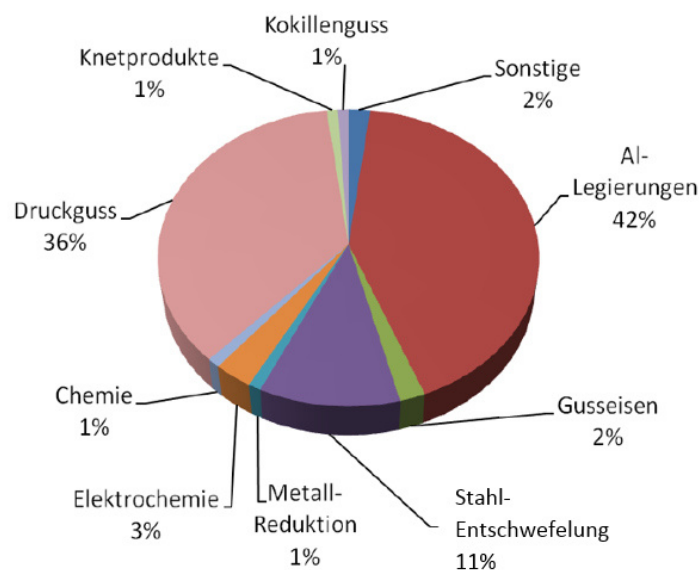


Abbildung 5: Die wichtigsten Mg-Märkte [7]

2.3 Materialkundliche Grundlagen

In diesem Kapitel werden die metallkundlichen Grundlagen erklärt, da diese wesentlich zum Verständnis diverser Mechanismen und deren Auswirkungen in Magnesiumlegierungen beitragen.

2.3.1 Kristallbaufehler

Unbesetzte Gitterplätze (**Leerstellen**), als auch die Besetzung von Zwischengitterplätzen (interstitiell gelöste Fremdatome) sind als eindimensionale Punktdefekte zu deklarieren. Die Leerstellenkonzentration ist von den thermodynamischen Bedingungen abhängig und sinkt mit abnehmender Temperatur. Durch eine rasche Abkühlung kann eine Übersättigung an Gitterlücken eingestellt werden, was thermisch aktivierte Prozesse, wie die Diffusion, positiv beeinflusst und daher die Keimbildung bei Ausscheidungsprozessen unterstützt. Überzählige Leerstellen heilen durch die Anlagerung an Senken im Gitter (Versetzungen, Fremdatome, Korngrenzen) aus. [18]

Eindimensionale Linienfehler, sogenannte **Versetzungen**, sind die Träger plastischer Verformung und werden durch die Aktivierung von Versetzungsquellen während dem Umformprozess gebildet. Sie lassen sich durch ihren Burgersvektor, jener Vektor, um den sich die Kristallsegmente gegenseitig verschieben, wenn sich die Versetzung weiterbewegt und ihr Linienelement, welches den Einheitsvektor tangential zur Versetzungslinie darstellt, definieren. Wird eine kritische Schubspannung überschritten, bewegen sich Versetzungen entlang von Gleitebenen in ihren bevorzugten Gleitrichtungen. Bei einer Erhöhung der Versetzungsdichte wechselwirken immer mehr Linienfehler über ihr Spannungsfeld miteinander und behindern sich gegenseitig, was zum Anstieg der Festigkeit der Legierung führt (Kaltverfestigung). Allgemein führt eine Bewegungshinderung von Versetzungen beispielsweise durch Dispersoide, Ausscheidungen oder Korngrenzen zu höheren Verformungsspannungen. Es wird zwischen zwei Typen von Liniendefekten unterschieden. Stufenversetzungen stellen eingeschobene Halbebenen im Gitter dar, während Schraubenversetzungen eine kontinuierliche Schraubenfläche aus den Kristallebenen formen. Während Schraubenversetzungen keine definierte Gleitebene besitzen und dadurch Quergleiten können, sind Stufenversetzungen an ihre bevorzugte Ebene im Gitter gebunden und sind nur durch die Anlagerung von Leerstellen in der Lage, diese zu verlassen (Klettern). Treffen Liniendefekte auf Ausscheidungen, werden diese entweder geschnitten oder umgangen. Partikel mit einer inkohärenten Grenzfläche können nur umgangen werden, da ihr Gitter nicht defektfrei fortgesetzt wird. Kohärente Teilchen werden aber nur dann geschnitten, wenn der Schneidwiderstand kleiner ist als der Quergleit- beziehungsweise Kletterwiderstand. [18]

Die Energie einer Versetzung ist proportional zum Quadrat ihres Burgersvektors und kann daher durch eine Aufspaltung in zwei Teilversetzungen verringert werden. Die bei dieser Aufteilung erzeugten **Stapelfehler** sind zweidimensionale Kristallbaufehler, welche Unregelmäßigkeiten im Aufbau der Gitterebenen darstellen. Die Aufspaltungsweite der Teilversetzungen ist umgekehrt proportional zur Stapelfehlerenergie, also der Energie zur Erzeugung eines Stapelfehlers. Mit zunehmendem Legierungsgehalt nimmt der Energieaufwand zur Bildung eines Stapelfehlers für gewöhnlich ab. [18]

2.3.2 Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung

In Mg-Legierungen werden die mechanischen Eigenschaften zu einem großen Anteil über die Erzeugung eines feinen Kornes durch Rekristallisation eingestellt, weshalb in diesem Kapitel näher darauf eingegangen wird.

Der kaltverformte Zustand eines Metalls ist instabil, da die dabei gebildete Versetzungsstruktur keinen Bestandteil des thermodynamischen Gleichgewichts darstellt.

Während der **Erholung** löschen sich Versetzungen mit entgegengesetztem Vorzeichen aus, verlassen den Kristall und/oder ordnen sich energetisch günstiger an, wobei Zellen oder Subkörner entstehen. Die Versetzungsdichte (Gesamtlänge der Linienfehler pro Volumeneinheit) wird verringert und das Material entfestigt. Dieser entfestigende Prozess ist im Wesentlichen durch das Quergleiten von Schrauben- und das Klettern von Stufenversetzungen möglich, wodurch die Linienfehler ihre aktive Gleitebene verlassen, Hindernisse überwinden und miteinander interagieren können. Beide Mechanismen sind thermisch aktiviert. Bei niedriger Temperatur befinden sich die Versetzungen im Anschluss an eine Verformung in einem mechanischen Kräftegleichgewicht, und deren gegenseitige Annihilation wird gehemmt. Generell hängt die Tendenz zur Erholung empfindlich von der Stapelfehlerenergie ab. Ein Metall mit niedriger Stapelfehlerenergie neigt weniger stark zur gegenseitigen Auslöschung von Versetzungen, da im aufgespaltenen Versetzungszustand das Quergleiten unterdrückt ist. [18]

Primäre **Rekristallisation** bezeichnet die Gefügebildung bei der Wärmebehandlung verformter Metalle. Die treibende Kraft bei der Rekristallisation ist, ebenso wie bei der Erholung, die Verringerung der Gesamtenergie des Systems durch den Abbau der Versetzungsdichte. Der wesentliche Unterschied zur Erholung liegt in der Wanderung und Neubildung von Korngrenzen. Zudem ist die Kinetik beider Vorgänge verschieden. Die Erholung macht sich bei Erhöhung der Temperatur sofort bemerkbar, während die Rekristallisation eine Inkubationszeit benötigt, da erst wachstumsfähige Keime entstehen müssen. Zur Bildung wachstumsfähiger Keime sind drei Kriterien zu erfüllen. Einerseits muss ein **kritischer Keimradius** erreicht werden, um thermodynamisch stabil zu sein. Da die Keimbildungsrate durch thermische Fluktuation zu klein ist, um Rekristallisation auszulösen,

ist davon auszugehen, dass überkritische Keime wie beispielsweise Zellen oder Subkörner bereits im verformten Gefüge vorhanden sind. Für deren Bildung sind Erholungsvorgänge notwendig. Weiters muss die Korngrenze eine **definierte Bewegungsrichtung** aufweisen, was mithilfe eines lokalen Ungleichgewichts der treibenden Kraft bewirkt beziehungsweise durch eine inhomogene Versetzungsverteilung oder über einzelne größere Subkörner verursacht wird. Als letzte Bedingung ist die **Beweglichkeit der Keimgrenzfläche** zu nennen, die jedoch nur auf Großwinkelkorngrenzen zutrifft. [18]

Für die Keimbildung aus verformtem Gefüge gibt es mehrere mögliche Mechanismen: diskontinuierliches Subkornwachstum, Bildung von Rekristallisationszwillingen sowie Keimbildung an vorhandenen Korngrenzen, Verformungsinhomogenitäten oder großen Partikeln. Alle drei Instabilitätsbedingungen müssen simultan erfüllt sein. Dadurch wird die Keimbildung, insbesondere in Bereichen hoher und inhomogen verteilter Versetzungsdichte (beispielsweise in der nahen Umgebung grober Teilchen) und an vorhandenen Großwinkelkorngrenzen bevorzugt. Die Zwillingsbildung kann in Metallen mit niedriger Stapelfehlerenergie ebenfalls die Keimbildung begünstigen, da sich dabei eine andere Orientierung und damit eine bewegliche Großwinkelkorngrenze ausbildet. Die Erzeugung von Keimen für die Rekristallisation ist also immer mit einer lokalen Umordnung von Versetzungen – also mit Erholungsvorgängen – verbunden, was auch das Vorhandensein der Inkubationszeit erklärt. Erholung und Rekristallisation konkurrieren um die gemeinsame treibende Kraft, nämlich der Verringerung der Versetzungsdichte. [18]

Die **Kinetik** der primären Rekristallisation wird von Keimbildung und -wachstum bestimmt, wobei beide Mechanismen thermisch aktiviert sind und die resultierende Korngröße bestimmen. Für ein feines Korn sollte die Keimbildungsrate hoch und die Wachstumsgeschwindigkeit der Keime klein sein. Mit steigendem Verformungsgrad werden kleinere Körner erzielt, da die Keimbildungsgeschwindigkeit stärker zunimmt als die Keimwachstumsgeschwindigkeit. Eine ähnliche Wirkung kann durch eine kleinere Korngröße vor der Verformung erreicht werden. Vollzieht sich die Rekristallisation während der Warmumformung wird der Vorgang als dynamisch beschrieben. **Dynamische Rekristallisation (DRX)** ist für die Warmformgebung von großer Bedeutung, da die Fließspannungen und damit die nötigen Umformkräfte klein gehalten werden können. Typische Materialien, welche zu DRX tendieren, wären neben Magnesium auch das Kupfer, da dieses eine niedrige Stapelfehlerenergie besitzt. Zudem korreliert die dynamisch rekristallisierte Korngröße mit der Fließspannung, sodass mit deren Anstieg feinere Körner erreicht werden. [18]

Von besonderer Bedeutung für die Rekristallisation in mehrphasigen Legierungen sind Dispersoide. Feste, größere Teilchen führen bei Verformung in ihrer nahen Umgebung zu inhomogenen Versetzungsstrukturen und bilden damit Keimstellen für die Rekristallisation.

Feine Partikel behindern sowohl die Versetzungsbewegung (Erholung), als auch die Korngrenzenbewegung (Rekristallisation). Bei Kontakt der Korngrenze mit der Teilchenoberfläche wird Grenzfläche eingespart, was eine Verringerung der Energie zur Folge hat. Beim Losreißen der Korngrenze von den Teilchen muss erneut Energie zur Erzeugung einer Grenzfläche aufgebracht werden, woraus eine rücktreibende Kraft, die sogenannte Zener-Kraft p_z (gegeben durch Gleichung 1) entsteht. Zur Stabilisierung der Korngröße nach der Primärrekristallisation sind kleine Dispersoide von großer technischer Bedeutung, da diese die Kornvergrößerung stark beeinflussen, oder sogar ganz unterdrücken können. [18]

$$p_z = -\frac{3 \cdot \gamma \cdot f}{d_p} \quad (1)$$

- d_p Teilchendurchmesser [m]
 f Volumenbruchteil an Teilchen [-]
 γ Korngrenzenenergie [J/m^2]
 p_z Zener-Kraft [J/m]

Sind bei gegebener Glüh Temperatur thermisch stabile Ausscheidungen im Material vorhanden, so findet stetige Kornvergrößerung laut Zener [19] nur bis zu einer bestimmten maximalen Korngröße statt. Jene hängt nur von der Partikelgröße und der Menge der dispergierten Phase ab. Die Korngrenzen werden sich solange von den Teilchen losreißen, solange die treibende Kraft der Kornvergrößerung höher ist als die rücktreibende Zener-Kraft [18, 20]. Da mit fortschreitendem Kornwachstum die Krümmung der Korngrenzen – und damit der Drang zur Begradigung – immer geringer wird, stellt sich ein Kräftegleichgewicht nach Gleichung 2 ein, woraus sich die maximale Korngröße aus Gleichung 3 berechnen lässt. [18]

$$\frac{2 \cdot \gamma}{\alpha \cdot d_{\max}} = \frac{3 \cdot \gamma \cdot f}{d_p} \quad (2)$$

$$d_{\max} = \frac{2 \cdot d_p}{3 \cdot \alpha \cdot f} \quad (3)$$

- α Proportionalitätskonstante zwischen Krümmungsradius der Korngrenze und Korndurchmesser [-]
 γ Korngrenzenenergie [J/m^2]
 f Volumenbruchteil an Teilchen [-]
 d_p Teilchendurchmesser [m]
 d_{\max} maximaler Korndurchmesser [m]

Bei höherer Temperatur neigen Ausscheidungen häufig zur Vergrößerung, wodurch nach Gleichung 4 auch d_{\max} ansteigt. [18]

Da die Mechanismen an den Korngrenzen und der Pinning-Effekt von sekundären Phasen in der Realität sehr komplex sind, wird in diversen Studien und Simulationen die Zener-Formel in modifizierten Formen vorgestellt. Im Anhang sind diverse modifizierte Zener-Formeln gelistet. [19, 21, 22]

Allgemein besitzen all diese modifizierten Zener-Formeln folgende Form (Gleichung 4):

$$d_{\max} = \frac{\beta \cdot d_p}{(\delta \cdot f)^\varepsilon} \quad (4)$$

β , δ und ε stellen darin Korrekturfaktoren für Form, Verteilung, Orientierung dar.

2.3.3 Rekristallisation in Magnesiumlegierungen

Die schwierige Bearbeitbarkeit von Magnesium beruht auf der Tatsache, dass Basalgleitung und Zwillingsbildung die dominanten Verformungsmechanismen bei Raumtemperatur darstellen. Die Duktilität (als auch die Festigkeit) wird durch Kornfeinung über Rekristallisation verbessert. Dabei liefern Korngrößen in Mikro- und Submikrobereich die besten Ergebnisse. Ein solch feines Korn wird in der Praxis üblicherweise während der Warmumformung erzeugt, bei welcher das Gefüge dynamisch rekristallisiert. Drei unterschiedliche Mechanismen können in Magnesium während dynamischer Rekristallisation stattfinden. Bei der **kontinuierlichen dynamischen Rekristallisation**, welche einen Erholungsvorgang darstellt, formieren sich Kleinwinkelkorngrenzen durch die Ansammlung von Versetzungen. Neue Körner bilden sich allmählich durch die fortschreitende Umwandlung der Kleinwinkelkorngrenzen in Großwinkelkorngrenzen. Im Kontrast dazu werden während der **diskontinuierlichen dynamischen Rekristallisation** neue Körner über Keimbildung und Wachstum von Großwinkelkorngrenzen gebildet. **Zwillingsbildung**, welche zur Ausbildung von groben Lamellen, umgeben von speziellen Korngrenzen führt, ist der dritte mögliche Rekristallisationsmechanismus in Magnesium. Drei Prozesse können für diese letzte Rekristallisationserscheinung verantwortlich sein: Das gegenseitige Schneiden von primären Zwillingen, das Auftreten von sekundären Zwillingen innerhalb von groben Lamellen, oder die Unterteilung der großen Zwillinge über verformungsinduzierte Kleinwinkelkorngrenzen, welche zu Großwinkelkorngrenzen umwandelt. Letzteres führt zu einer kettenartigen Erscheinung der rekristallisierten Körner. [23]

Zum Verständnis der Auswirkungen von den Umformparametern auf die dynamische Rekristallisation sind in [24] Heißkompressionsversuche bei Mg-Legierungen durchgeführt

worden. Hierbei durchläuft der Kurvenverlauf der wahren Spannung- Dehnungskurve ein Maximum (Kaltverfestigung), fällt dann ab und nimmt anschließend ein stabiles Niveau ein. Der Abfall der Kurve ist auf dynamische Rekristallisation zurückzuführen. Der Peak und die Gleichgewichtsposition steigen mit einer Verringerung der Temperatur und einer Erhöhung der Umformgeschwindigkeit (höherer Zener-Hollomon-Parameter oder Z-Wert). Der Z-Wert ist ein wichtiger Parameter in der Umformtechnik und beschreibt die Verformungsbedingungen bei erhöhten Temperaturen. Dieser Sachverhalt ist in Abbildung 6 aufgezeigt. [24–27]

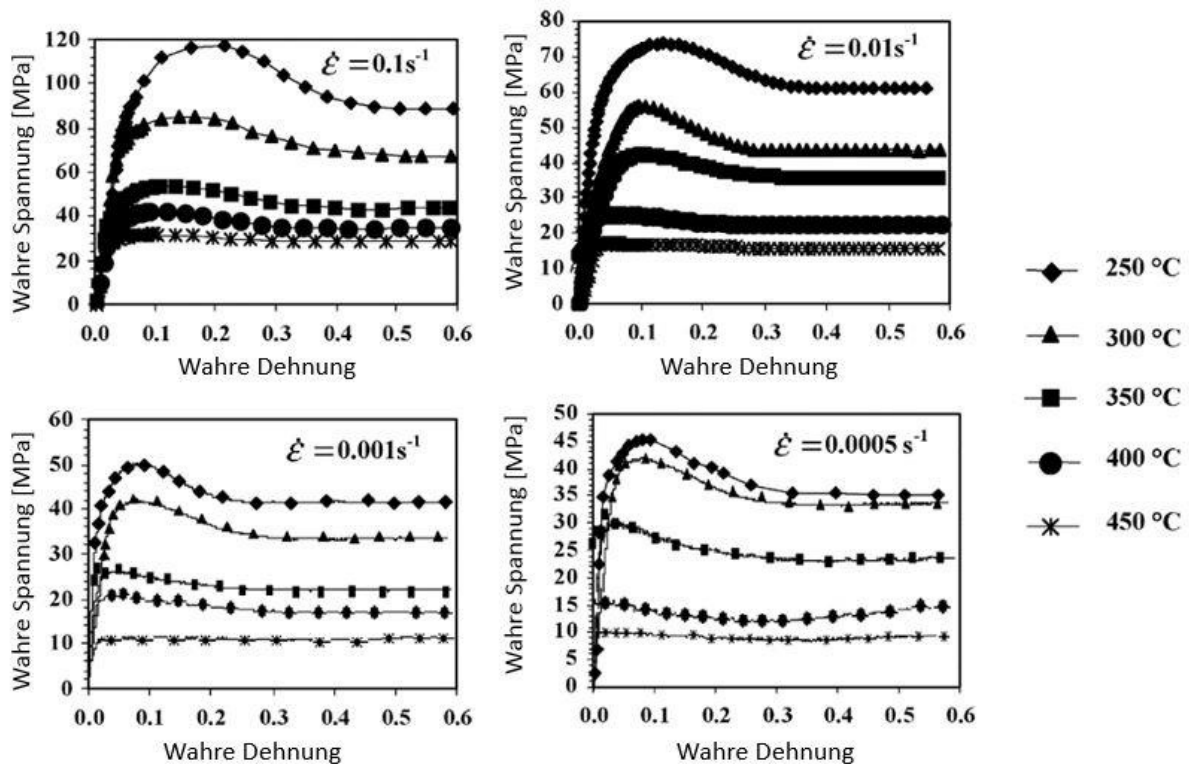


Abbildung 6: Wahre Spannungs-Dehnungskurven einer AZ31 bei verschiedenen Umformparametern [24]

Mit zunehmender Temperatur und abnehmender Dehngeschwindigkeit (niedrigerer Z-Wert) nimmt der Volumenanteil an dynamisch rekristallisierten Körnern zu (Abbildung 7a). Ein kleinerer Korndurchmesser wird hingegen durch eine niedrigere Temperatur und höhere Dehngeschwindigkeit (höherer Z-Wert) erreicht (Abbildung 7b). Die Menge an dynamisch rekristallisierten Körnern steigt mit der Dehnung sigmoidal an. Jenes Verhalten ist für Keimbildungs- und Wachstumsvorgänge ein häufiger Kurvenverlauf (Abbildung 7c). Oberhalb einer bestimmten Dehnung erreicht die Korngröße der dynamisch rekristallisierten Körner ein Plateau und verhält sich bei weiterer Verformung konstant (Abbildung 7d). [24]

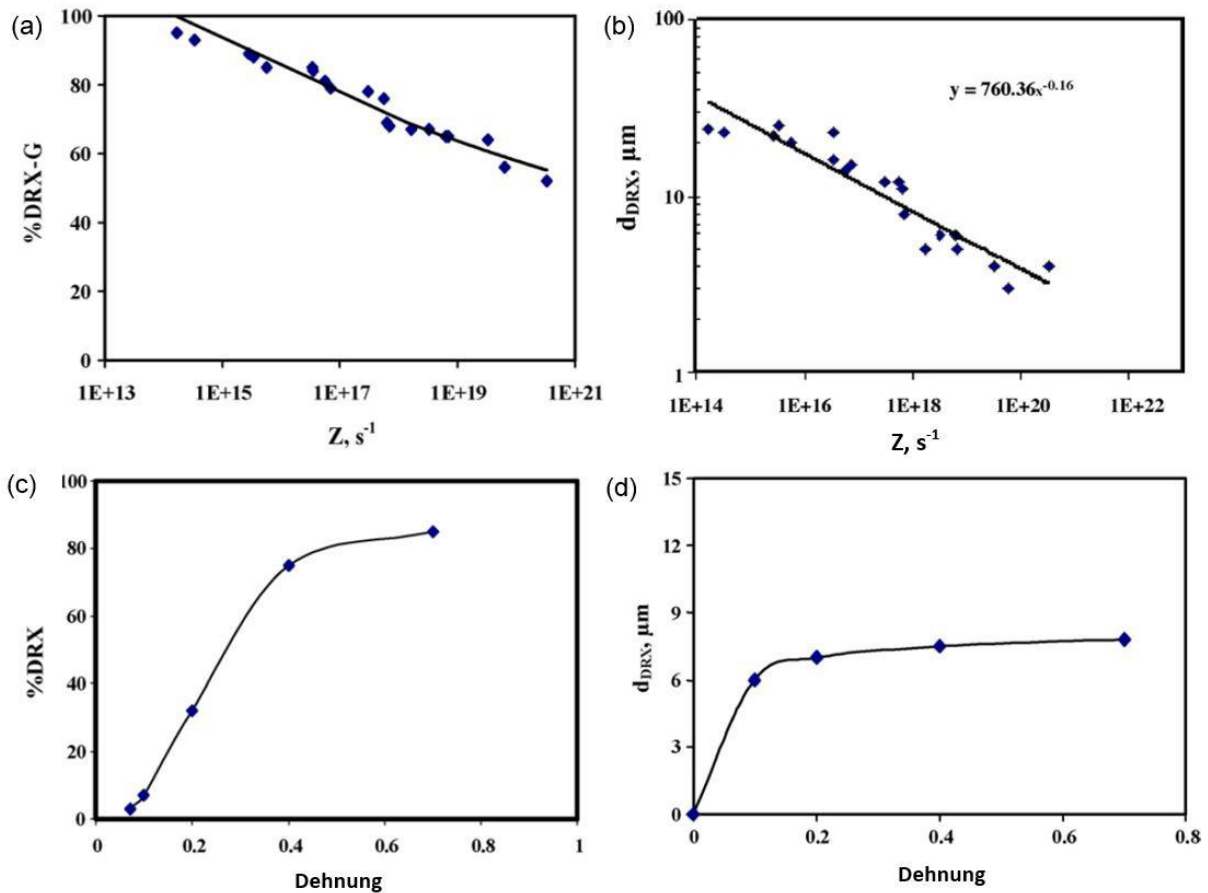


Abbildung 7: Einfluss des Z-Werts auf den Volumenanteil dynamisch rekristallisierter Körner (a) und der Korngröße (b); Einfluss der Dehnung auf den Volumenanteil dynamisch rekristallisierter Körner (c) und der Korngröße (d) adaptiert nach [24]

Scheiden sich während der Verformung dynamisch Teilchen aus, kann die DRX gehemmt werden, wodurch sowohl der Volumenanteil als auch die Größe der dynamisch rekristallisierten Körner sinkt. [28]

Die Entwicklung der Mikrostruktur während dynamischer Rekristallisation umfasst die Formation einer „Halsketten“-Struktur, welche durch die Keimbildung neuer Körner entlang von bereits vorhandenen Korngrenzen entsteht. Das Tempo, mit der sich das Korn im Anschluss an die DRX vergrößert, ist für hohe Temperaturen und hohe Dehnraten am größten. Bei Verformungsprozessen mit beträchtlichen Geschwindigkeiten, wie es bei den meisten Extrusionsprozessen für Magnesium der Fall ist, ist das Abschrecken im Anschluss zumeist nicht schnell genug, um die feine DRX-Mikrostruktur zu erhalten. [25, 29]

Dynamische Erholung erlaubt die Neuordnung von Versetzungen und die Ausbildung von Subkörnern, während die Ausrichtung der Basalebene parallel zur Umformrichtung oftmals erhalten bleibt. Dies konserviert die Basaltextur auch nach der Rekristallisation, wenn auch die Schärfe der Textur schwächer als jene des verformten Materials ist. Die Grenzflächenenergie und die Mobilität der Korngrenzen sind hauptverantwortlich für die Keimbildung und Wachstum von Körnern in bevorzugten Orientierungen. [30]

Zu erwähnen ist, dass die Textur in polykristallinen Magnesiumlegierungen einen Einfluss auf die Menge an rekristallisierten Körnern hat, jedoch der DRX-Korndurchmesser nahezu unbeeinflusst davon ist. Dies wurde in einer wissenschaftlichen Arbeit über den Textureinfluss auf die dynamische Rekristallisation in gewalzten und hochgradig plastisch umgeformten (equal channel angular pressing) AZ31 Magnesiumlegierungen aufgezeigt. [31]

2.3.4 Festigkeitssteigernde Mechanismen

Kornfeinung und Ausscheidungshärtung sind die dominanten festigkeitssteigernden Effekte, welche im Legierungssystem AXM zu Tragen kommen. Dieses Kapitel erklärt die metallkundlichen Grundlagen, die hinter diesen Mechanismen stehen.

Bei der Verformung in Vielkristallen muss jedes einzelne Korn an der Formänderung teilnehmen, und diese mit den Nachbarkörnern abstimmen, um den Zusammenhalt der Kristalle entlang ihrer Korngrenzen zu gewährleisten. Resultierend aus der unterschiedlichen Orientierung der Körner werden zunächst jene zur Umformung beitragen, deren Schmid-Faktor am höchsten ist, also günstig orientierte Gleitsysteme in Bezug auf die angreifende Spannung besitzen. Diese Formänderung wird jedoch nicht von den Nachbarkörnern unterstützt, wodurch hohe lokale Spannungen entstehen, bis auch in den ungünstig gelegenen Körnern die kritische Schubspannung erreicht ist. Die Versetzungen stauen sich an den Korngrenzen auf, da diese unüberwindbaren Hindernisse darstellen. Die aufgestauten Linienfehler üben eine Spannung auf nachfolgende Versetzungen und das unverformte Nachbarkorn aus, wodurch bei hinreichendem Druck Versetzungsquellen im nächsten Korn aktiviert werden. Die maximale Aufstaulänge ist durch den halben Korndurchmesser begrenzt. Abbildung 8 zeigt den Vorgang des Versetzungsaufbaus. [18]

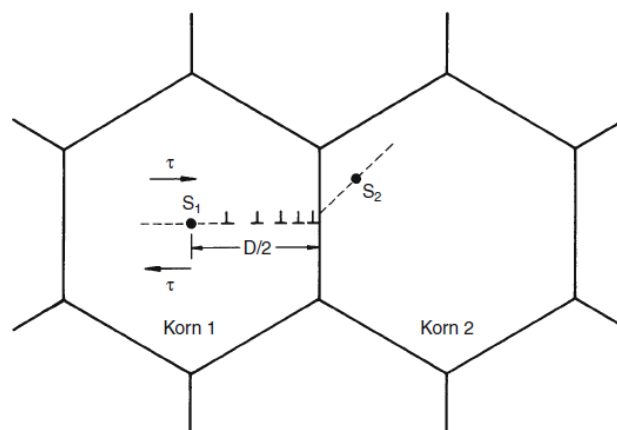


Abbildung 8: Ein Versetzungsaufbau in Korn 1 aktiviert eine Versetzungsquelle (S_2) in Korn 2 [18]

Der Anstieg in der Festigkeit in Abhängigkeit von der Korngröße ist über das Hall-Patch-Gesetz (Gleichung 5) berechenbar.

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (5)$$

σ	Spannung [N/m ²]
σ_0	Reibungsspannung für d=unendlich (Einkristall) [N/m ²]
k_y	Werkstoffkonstante [N/√m]
d.....	Korndurchmesser [m]

Ein wirksames Mittel zur Festigkeitssteigerung ist das Legieren des Reinmetalls. Fremdatome besitzen eine von der Matrix verschiedene Atomgröße, wodurch Spannungen im Gitter entstehen. Diese Spannungen sind reduziert, wenn sich die Legierungsatome in den geweiteten oder komprimierten Bereichen von Stufenversetzungen aufhalten. Bei der Fortbewegung der Versetzungen muss die elastische Verzerrungsenergie im Gitter aber wieder aufgewendet werden, was eine höhere Spannung zur Überwindung der rücktreibenden Kraft erfordert (Gitterparameter-Effekt). Weiters tragen Fremdatome, welche von der Matrix verschiedene Schubmodule besitzen, anders zur Gesamtenergie einer Versetzung bei und erzeugen einen Energieunterschied zum Reinmetall (Schubmodul-Effekt). [18]

Bei der Bewegung einer Versetzung durch ein kohärentes Teilchen wird dieses abgeschert, beziehungsweise die Atome oberhalb der Gleitebene um einen Burgersvektor verschoben. Hierbei wird neue Grenzfläche gebildet, deren Energie beim Schneiden durch die Verformungsspannung aufgebracht werden muss. Ist das Teilchen zudem geordnet, ist zusätzlich die Energie zur Bildung der Antiphasengrenze zu überwinden. Aufgrund verschiedener Stapelfehlerenergien zwischen Ausscheidung und Matrix ist die Aufspaltungsweite der Versetzungen in und außerhalb des Teilchens unterschiedlich, wodurch Energiedifferenzen beim Ein- und Auslaufen der Liniendefekten zu überwinden sind. All diese Eigenschaften kombiniert mit dem Gitterparameter- und Schubmodul-Effekt tragen zur Festigkeitssteigerung durch Ausscheidungshärtung infolge einer Behinderung der Versetzungsbewegung bei. [18]

2.4 Die aushärtbare niedriglegierte Magnesiumlegierung

AXM

Hohe Festigkeit, gute Verformbarkeit, niedrige Dichte sowie die wirtschaftliche Produktion sind Grundvoraussetzung eines modernen Leichtbauwerkstoffes. Durch einen sparsamen Einsatz von Legierungselementen kann – im Gegensatz zu höherlegiertem Material – die Verformbarkeit verbessert, und damit der Herstellungsprozess von Umformteilen einfacher und kostengünstiger gestaltet werden. Dieses „Lean-Alloy-Konzept“ wirkt hinsichtlich einer

hohen Festigkeit kontraintuitiv, da damit die Wirkung der Mischkristallverfestigung und die Menge an möglichen Ausscheidungen verringert werden. Die Korngrenzhärtung ist in mageren Magnesiumlegierungen besonders bedeutsam. [4] Die Hall-Petch-Konstante für Magnesium liegt mit $150\text{-}250 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$ [4, 32] weit über jener von polykristallinen Aluminium mit zirka $40 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$ [4, 33]. Feines Korn wirkt zudem duktilitätserhöhend und verringert die Anisotropie. [18]

2.4.1 Legierungsaufbau

Aufgrund der geringen Anzahl an wissenschaftlichen Veröffentlichungen zum Legierungssystem AXM wird vorrangig auf die Arbeit von Cihova und Schäublin et.al [4] eingegangen.

Das AXM-System kennzeichnet sich durch eine gute Warmaushärtbarkeit über die Bildung von Guinier-Preston (G.P.)-Zonen (monolagige, nanometergroße, metastabile Ausscheidungen) auf der Basalebene des hexagonalen Magnesiumgitters und der Bildung von feinen, thermisch stabilen Dispersoiden, welche das Kornwachstum nach der Kornneubildung durch Rekristallisation unterbinden sollen. Da in Magnesium die Basalgleitung dominiert, sind metastabile Ausscheidungen zur Festigkeitssteigerung in der Basalebene besonders effektiv. Legierungssysteme mit seltenen Erden wie Yttrium, Gadolinium oder Neodym weisen ebenso einen solchen Härtungseffekt auf, sind aber ökonomisch und ökologisch weniger attraktiv. Mit dem Konzept einer mageren Mg-Al-Ca-Mn-Legierung (AXM) werden sowohl eine gute Umformbarkeit als auch eine hohe Aushärtbarkeit angestrebt. [4, 14] Das AXM-Konzept beruht also auf Korngrenzhärtung und Warmauslagerung zur Erzielung hoher Festigkeitswerte. Die Dispersoide bilden sich während der Homogenisierungsglühung nachfolgend zum Abguss. Feine Teilchen, welche nach dem Strangpressen bei der Wärmebehandlung entstehen, sorgen für den Aushärtungseffekt. Der Legierungsgehalt ist auf maximal 1 At.-% begrenzt, um eine gute Formgebung zu gewährleisten und die Kosten gering zu halten. In Abbildung 9 sind sowohl die berechneten Phasendiagramme als Funktion von Al und Ca mit Variationen von (a) Mangangehalt und (b) Temperatur, als auch (c) die Phasenanteile in Abhängigkeit von der Temperatur für die Legierung AXM100 (Mg-Al_{0,6}-Ca_{0,28}-Mn_{0,25} in Gew.-%), sowie (d) die thermomechanische Prozessabfolge dargestellt. T5 (Warmauslagerung bei 200 °C) und T6 (Lösungsglühung bei 510 °C und anschließende Warmaushärtung bei 200 °C) beschreiben hierbei unterschiedliche Wärmebehandlungen. Abbildung 9 (c) zeigt einen Bereich für eine mögliche Lösungsglühung zwischen 460 °C und 550 °C. In diesem Temperaturintervall lassen sich die nicht thermisch stabilen Ausscheidungen in der Matrix auflösen um diese in feinerer Form erneut bilden, und um die Anzahl an groben Teilchen zu verringern. [4]

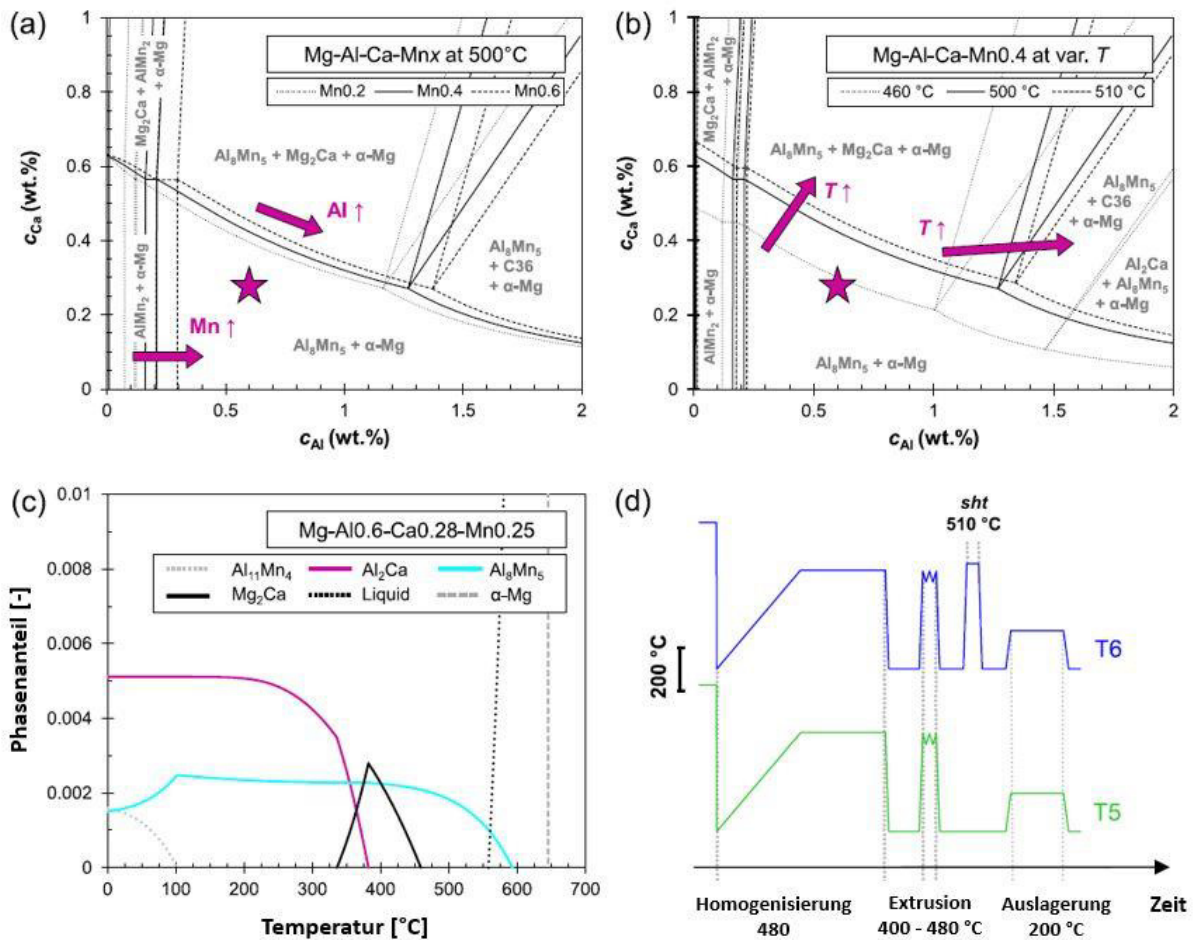
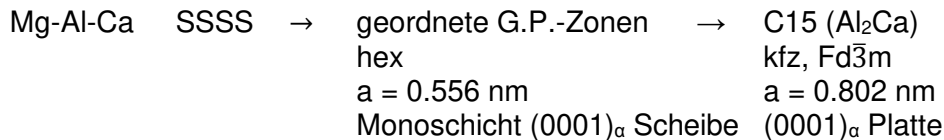


Abbildung 9: Phasendiagramme von AXM als Funktion von Al und Ca mit Variationen von (a) Mangangehalt und (b) Temperatur. (c) Phasenanteile in Abhängigkeit von der Temperatur für die Legierung AXM100 (Mg-Al0,6-Ca0,28-Mn0,25 in Gew.-%). (d) Thermomechanische Prozessabfolge und Definition der Temperaturen T5 und T6. [4]

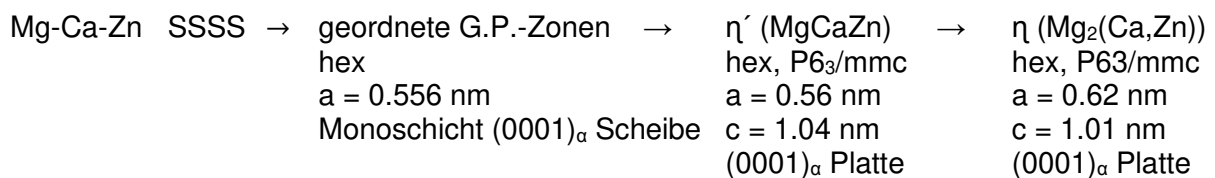
Die beiden binären Legierungssysteme Mg-Ca und Mg-Al zeigen nur einen limitierten Aushärtungseffekt verglichen mit deren kombinierter Wirkung. Verantwortlich für den Festigkeitsgewinn ist die Bildung von G.P.-Zonen bei niedriger Temperatur. Diese weisen die C15-Struktur auf und stellen einen Vorgänger der kubisch flächenzentrierten Al_2Ca -Gleichgewichtsphase dar. Das atomare Al:Ca-Verhältnis der G.P.-Zonen ist ähnlich zur Al_2Ca -Lavesphase 2:1. Sowohl die Menge an Al und Ca, als auch deren Verhältnis sind ausschlaggebend für die Aushärtung. [4, 34]

Der Ausscheidungsdruck der Al_2Ca -Vorgängerphase wird von der Übersättigung der Legierungselemente im Mischkristall bestimmt. Aufgrund der geringen Löslichkeit von Ca in Mg ist bei Raumtemperatur die Mg_2Ca -Phase selbst bei geringen Ca-Gehalten thermodynamisch stabil. Durch den Zusatz von Aluminium kann die Menge an gebildeten groben Mg_2Ca -Ausscheidungen und die Ca-Löslichkeit im Magnesium reduziert werden. Die Bildung der Gleichgewichtsphasen Mg_2Ca (C14), Al_2Ca (C15) und $(Mg,Al)_2Ca$ (C36) sollen so gut als möglich vermieden werden, um eine möglichst große Menge an gelösten Elementen

zur Bildung der metastabilen und härtewirksamen G.P.-Zonen zu ermöglichen. Zudem können diese groben, bei höheren Temperaturen gebildeten Ausscheidungen, risseinleitend wirken und damit die Umformbarkeit verschlechtern. Die Kontrolle der Ausscheidungsphasen spiegelt sich in der Wichtigkeit eines Lösungsglühfensters wider. Beim Legierungssystem AXM100 ist im T6-Zustand ist die Teilchendichte sehr viel größer und der Teilchenradius um einiges kleiner im Vergleich zur T5-Wärmebehandlung. Im Folgenden ist die Ausscheidungssequenz der **Al₂Ca-Lavesphase** dargestellt. [4, 14, 35]



In Kombination mit Zink zeigt sich ein ähnliches Ausscheidungsverhalten über die Bildung von geordneten G.P.-Zonen, für die **Mg₂Ca**-Phase. Jenes wird nachfolgend aufgezeigt - [14]:



Diese geordneten, plattenförmigen und kohärenten Ausscheidungen liegen auf der Basalebene der hexagonalen Magnesiummatrix und kommen in Mg-Ca-Al- und Mg-Ca-Zn-Legierungen vor. Es ist sehr wahrscheinlich, dass die Versetzungen über den Schneidprozess aufgrund der Kohärenz, der kleinen Teilchengröße und der hohen Teilchendichte mit den G.P.-Zonen interagieren, worauf der Anstieg der Festigkeit durch Behinderung der Versetzungsbewegung beruht. [12, 34]

Mangan weist als Legierungselement in Magnesium eine kornfeinende Wirkung auf. In Aluminium-legiertem Magnesium ist dies auf die Bildung von Al-Mn-Dispersoiden, welche die Korngrenzen festhalten, zurückzuführen. Diese intermetallische Phase vom Typ Al₈Mn₅ ist über den gesamten Prozess hinweg thermisch stabil (Lösungstemperatur von zirka 600 °C). Die Al₈Mn₅-Partikel können sich aus dem Guss (primär), als auch während der Homogenisierungsglühung (sekundär) aus der Mg-Matrix bilden. Während der Lösungsglühung trägt nur jener Aluminium-Anteil, der nicht an Mn gebunden ist zur Übersättigung des Mischkristalls und zur späteren Formierung der G.P.-Zonen bei. Der Druck, welcher dem Kornwachstum entgegenwirkt (Zenerkraft) nimmt bei gleichbleibendem Volumenanteil mit kleiner werdenden Teilchenradius zu (siehe Gleichung 1). Besonders feine Al-Mn-Ausscheidungen hemmen daher stark die Kornvergrößerung. Im Gegensatz zu den metastabilen Al₂Ca-Vorläuferphasen tragen die Al₈Mn₅-Teilchen nur marginal zur

Ausscheidungshärtung bei. Der Al-Gehalt der AXM-Legierung ist laut [4] auf die Bildung einer ausreichenden Menge von Al-Mn-Dispersoiden und metastabilen Al-Ca-Phasen abgestimmt.

2.4.2 Härteentwicklung und Festigkeit

In Abbildung 10 (a) ist die Vickershärte von AXM100 gegen die Auslagerungszeit bei 200 °C und variabler Extrusionsgeschwindigkeit aufgetragen. In Abbildung 10 (b) sind Spannungs-Dehnungs-Kurven in unterschiedlichen thermomechanischen Zuständen dargestellt. [4]

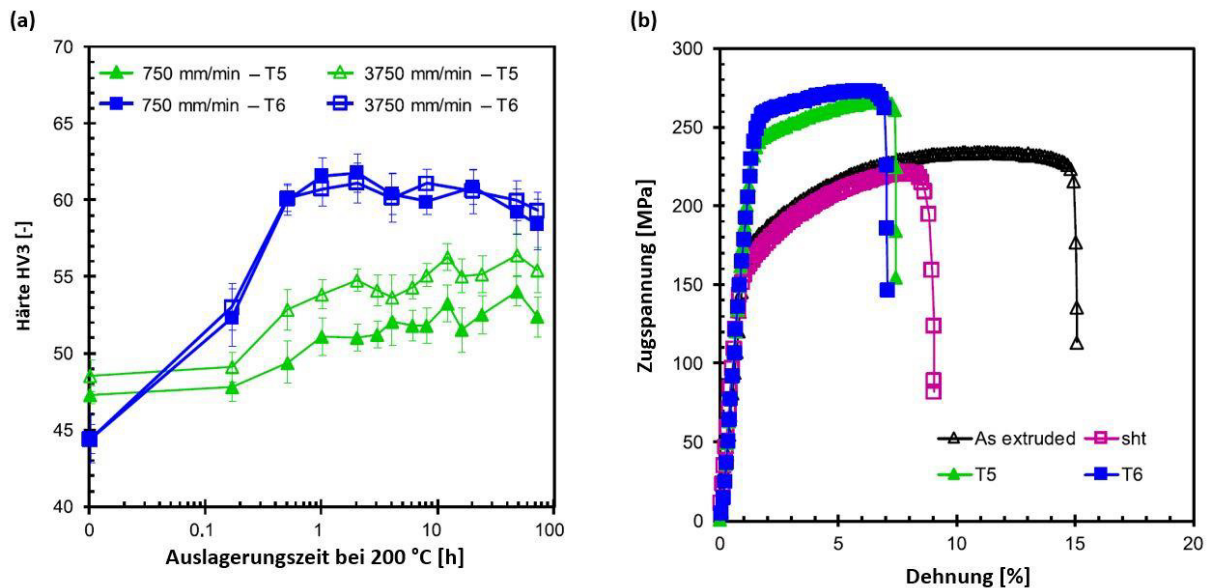


Abbildung 10: Vickershärte als Funktion der Auslagerungszeit bei 200 °C und verschiedener Extrusionsgeschwindigkeiten (a) und Spannungs-Dehnungs-Kurven nach unterschiedlicher thermomechanischer Behandlung (b) der AXM100-Legierung [4]

Während der isothermen Alterung im Anschluss zum Strangpressen ist bis zu einer Zeit von etwa einer Stunde ein stetiger Anstieg der Härte erkennbar und erreicht ein Maximum von 54 HV. Wird vor der Auslagerung lösungsgeglüht und abgeschreckt (T6), beginnt die Härtekurve tiefer, erreicht jedoch weitaus größere Werte während der Wärmebehandlung. Im Anschluss fällt die Härte leicht mit der Zeit ab. Die Ursache liegt hierbei im Auflösen und erneuten Bilden von festigkeitssteigernden Phasen mit feinerer Struktur (G.P.-Zonen) und anschließender Vergrößerung. Zudem ist anzumerken, dass eine höhere Extrusionsgeschwindigkeit nur im T5-Zustand einen eindeutigen Härteanstieg im Vergleich zum langsam umgeformten Material verursacht. Anhand der Zugkurven ist der Festigkeitsgewinn im wärmebehandelten Zustand (T5 und T6) klar erkennbar und erstreckt sich bis auf über 100 MPa im Vergleich zum stranggepressten (As-extruded) und lösungsgeglühten Zustand (sht). Die stranggepresste Legierung AXM100 erreicht ohne Wärmebehandlung eine beeindruckende Dehnung von 14 %. [4]

2.4.3 Extrusionsverhalten von AXM-Legierungen

Durch das Extrudieren wird ein hoher Grad an Verformung eingebracht, wodurch DRX einsetzt und das grobe Gussgefüge in ein feineres, rekristallisiertes Gefüge umwandelt. Strangpressgeschwindigkeit und -temperatur müssen aufeinander abgestimmt sein, um lokale Aufschmelzungen (fir-tree cracking oder speed-cracking), induziert durch die Verformungswärme bei schneller Umformung, zu vermeiden. In Abbildung 11 ist ein Prozessfenster (grün) abgebildet, in welchem es laut [4] bei AXM100 nicht zu oben genannten Fehlertypen kommt. Aus wirtschaftlicher Sicht ist eine T5-Wärmebehandlung einer T6 vorzuziehen, da die Lösungsglühung hier entfällt, und damit Energie und Zeit gespart wird. In diesem Fall muss die Extrusionstemperatur oberhalb der Löslichkeitstemperatur der Mg_2Ca -Phase liegen, was den Prozessbereich auf über 460 °C einschränkt und geringe Geschwindigkeiten erfordert. Der Grund hierfür ist, dass wenn ein Anteil des Kalziums bereits an Magnesium gebunden ist, steht dieses nicht mehr für die Ausscheidung der festigkeitssteigernden G.P.-Zonen zur Verfügung, und die abschließende Warmauslagerung verliert an Wirkung. [4]

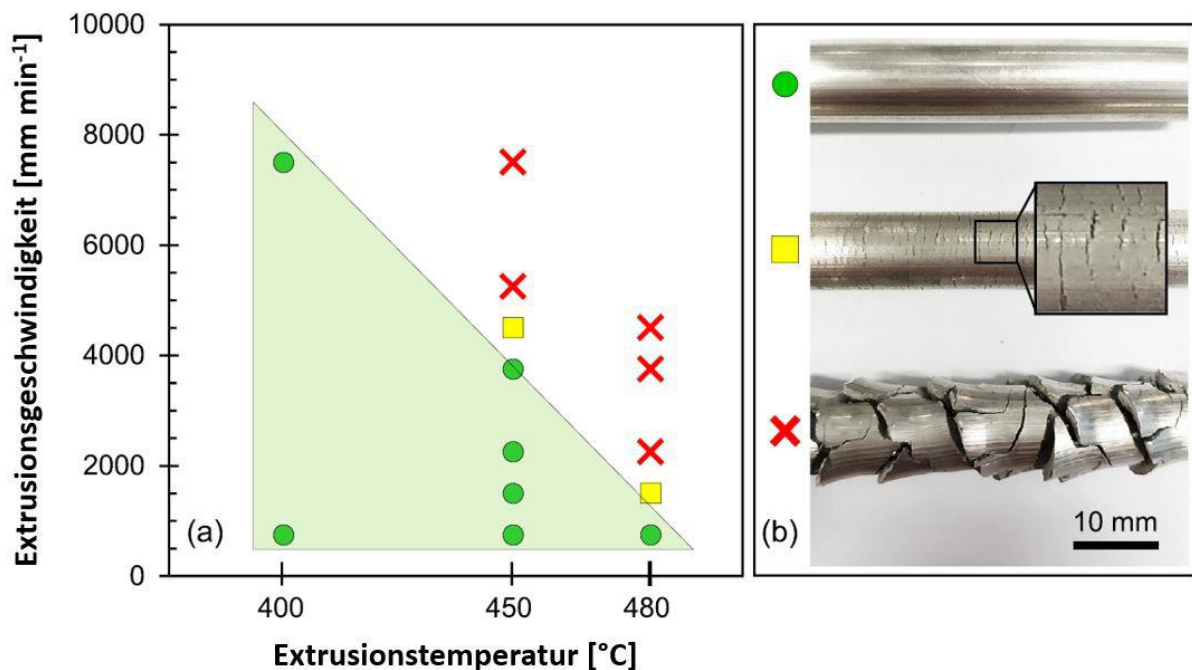


Abbildung 11: Prozessfenster (grün) für eine gute Oberflächenqualität beim Strangpressen von AXM100 [4]

Allgemein ist Magnesium mit geringen Gehalten an Aluminium, Kalzium und Mangan sehr gut extrudierbar, da im Vergleich zu anderen Magnesiumlegierungen die Liquidustemperatur hoch ist und so lokale Aufschmelzungen erst bei sehr hohen Geschwindigkeiten an der Oberfläche zum Vorschein kommen. So erreicht eine AXM-Legierung ($Mg-0,30Al-0,21Ca-0,47Mn$ in Massen-%) eine Austrittsgeschwindigkeit von 60 m/min ohne Oberflächenfehler. Die

herkömmliche Extrusionsgeschwindigkeit einer 6061 Al-Legierung liegt vergleichsweise bei 50 m/min. [12]

Der Mangengehalt hat einen großen Einfluss auf die Oberflächenqualität einer stranggepressten AXM-Legierung. Dies wird in Abbildung 12 deutlich, nach welcher ein steigender Mn-Gehalt positiv zur Vorbeugung von Oberflächenrisse wirkt. Zu viel Mangan ist aus der Sicht der Festigkeitssteigerung jedoch kontraproduktiv, da ab einem bestimmten Mn-Anteil die Aushärtbarkeit über G.P.-Zonen bei konstanten Al- und Ca-Gehalt verloren geht. Der Festigkeitsgewinn, welcher mit dem Mangan einhergeht, ist auf Kornfeinung, beziehungsweise auf das Pinnen der Korngrenzen während der Rekristallisation beim Strangpressen zurückzuführen. [36, 37]

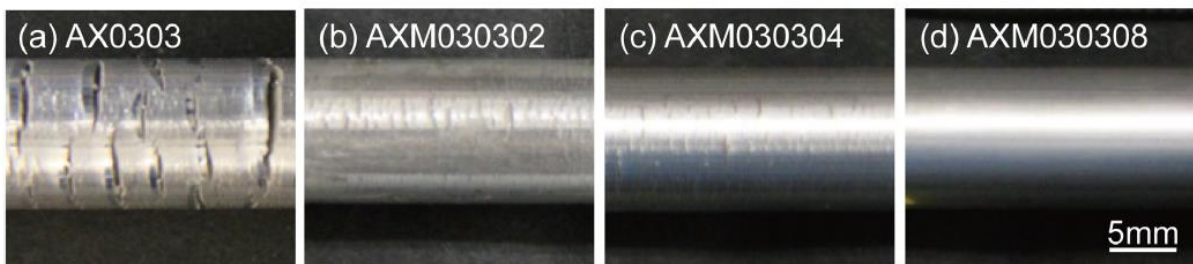


Abbildung 12: Auswirkung des Mangangehalts das Extrusionsergebnis (Extrusionsgeschwindigkeit: 60 m/min, Temperatur: 400 °C) [36]

Anzumerken ist, dass ab einem bestimmten Anteil an Al-Mn-Dispersoiden die Körner nicht noch feiner werden. Der Pinning-Effekt der Teilchen ist beispielsweise bei einer Erhöhung auf 0,8 Gew.-% Mangan bereits gesättigt. [36, 38]

3 Experimentelle Untersuchungen

Zum Verständnis der Gefügeentwicklung wurde die Mikrostruktur einer AXM-Legierung über den Herstellungsprozess, angefangen vom Gusszustand bis hin zum Schmiedeteil, untersucht. Der Gesamtprozess gliedert sich in: Gießen, Homogenisieren, Strangpressen, Schmieden, T5- oder T6-Wärmebehandlung. Die Phasen, welche in den einzelnen Schritten auftreten, wurden charakterisiert, mit besonderem Augenmerk auf die Al-Mn-Dispersoide, da diese Teilchen die Korngröße nach der Rekristallisation bestimmen und damit die mechanischen Eigenschaften festlegen. Thermodynamische Berechnungen sollen das Auftreten bestimmter Phasen vorhersagen. Das Probenmaterial für die Untersuchungen wurde vom Leichtmetallkompetenzzentrum Ranshofen, kurz LKR, bereitgestellt.

3.1 Versuchsplanung

Der Ablauf der experimentellen Arbeiten ist in Abbildung 13 grafisch dargestellt. Zu Beginn der Arbeit musste ein geeignetes Schleif- und Polierprogramm zur Präparation der Magnesiumproben erstellt werden. Ebenso war ein Ätzmittel zu finden, welches für die jeweiligen Gefügestände die bestmöglichen lichtmikroskopischen Aufnahmen liefert. Diese grundlegenden Punkte ermöglichen im Anschluss die Bestimmung der Korngröße mithilfe des Linienschnittverfahrens im Lichtmikroskop (LIMI).

Im Rasterelektronenmikroskop (REM) waren die vorhandenen Phasen zu charakterisieren. Hierfür wurden für alle Gefügestände (gegossen, homogenisiert, extrudiert, T5, T6, geschmiedet) EDX (energiedispersive Röntgenstrahlung) -Analysen und Aufnahmen der auftretenden Phasen ausgewertet. Thermodynamische Berechnungen bestätigten das Auftreten der gefundenen Phasen. Zur Bewertung des Pinning-Effekts wurden BSE (Rückstreuelektronen) -Aufnahmen mithilfe des Bildbearbeitungsprogramms „ImageJ“ hinsichtlich der Al-Mn-Dispersoide analysiert, da diese hauptverantwortlich für ein feines Korn sind. Monte-Carlo-Simulationen halfen dabei, die theoretisch maximale Korngröße (Zener-Radius) zu bestimmen um diese anschließend mit der tatsächlichen Korngröße abzugleichen. EBSD (Elektronenrückstreubeugung) Analysen am REM waren notwendig, um eine mögliche kristallographische Vorzugsorientierung der Dispersoide aufzeigen.

Zuletzt wurden auch TEM (Transmissionselektronenmikroskop)-Proben erstellt, um die Dispersoid-Morphologie näher untersuchen zu können.

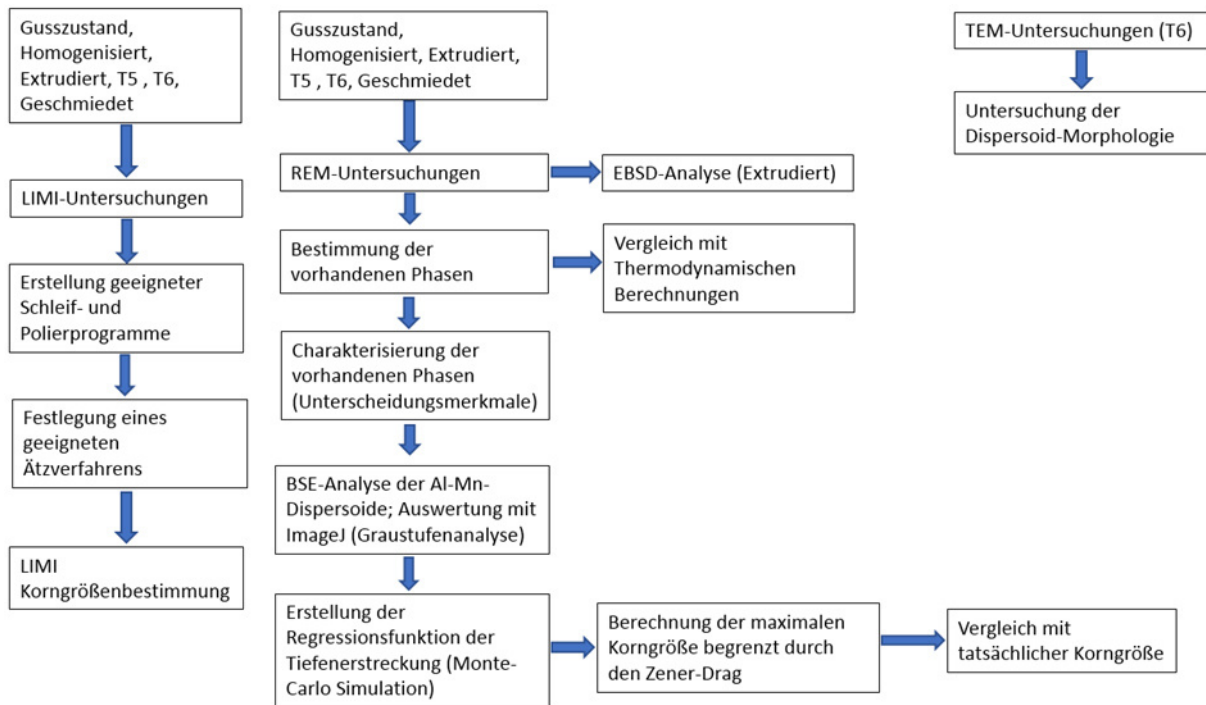


Abbildung 13: Versuchsplanung

3.2 Probenmaterial

Die Soll- und die Ist-Zusammensetzung des AXM-Legierungssystems sind in Tabelle 2 gegeben. Die chemische Analyse wurde mittels Funkenspektroskopie am LKR Ranshofen durchgeführt.

Tabelle 2: Soll- und Ist-Zusammensetzung der AXM-Legierung

	Al	Ca	Mn	Zn	Si	Fe	Mg
Soll-Zustand in Gew.-%	0,75	0,4	0,3	0,25	0	0	98,3
Ist-Zustand in Gew.-%	0,65	0,44	0,31	0,24	0,023	0,008	98,33

Für Ist- und Sollzusammensetzung sind mit dem Programm FactSage 7.3 die entsprechenden Phasendiagramme erstellt worden (siehe Abbildung 14 a und b).

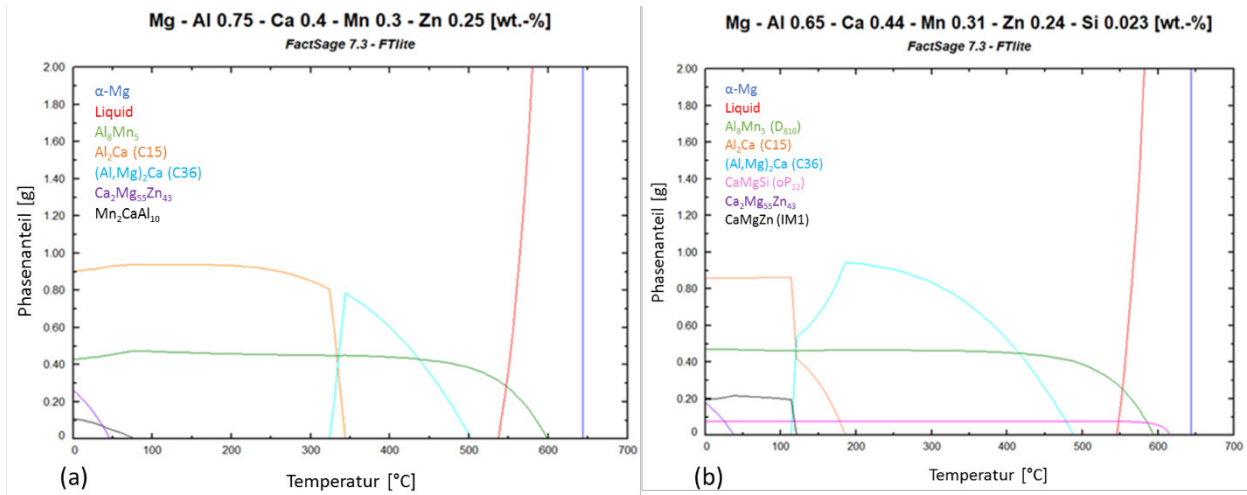


Abbildung 14: Phasendiagramm der Versuchslegierung (a) Soll- und (b) Ist-Zusammensetzung

Zur Übersicht zeigt Abbildung 15 den gesamten Prozessverlauf. Es wurde Material in den Zuständen „Guss“, „Homogenisiert“, „Extrudiert“, „Geschmiedet“, „T5“ und „T6“ untersucht.

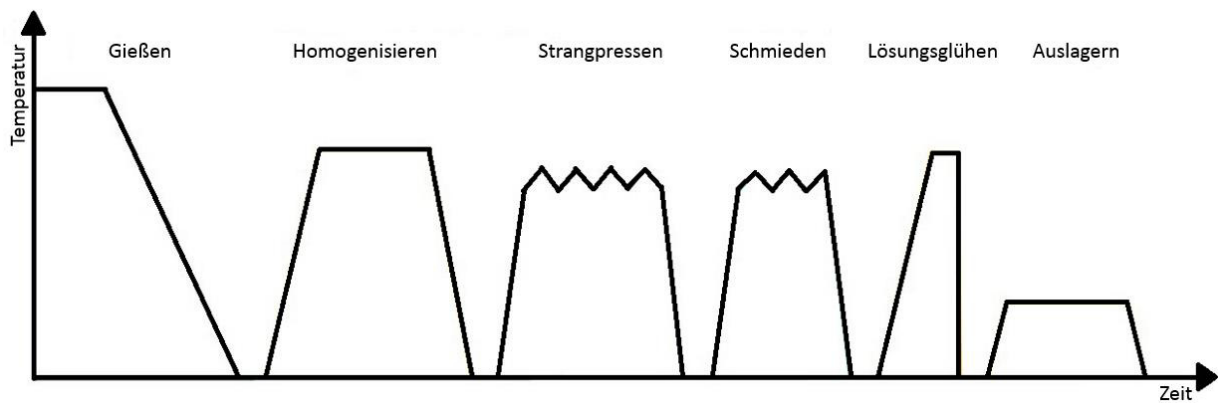


Abbildung 15: Prozessbetrachtung

Ein Guss-Bolzen mit einem Durchmesser von 74 mm wurde senkrecht und waagrecht in vier flache Halbzylinder mit einer Dicke von 20 mm getrennt (siehe Abbildung 16).

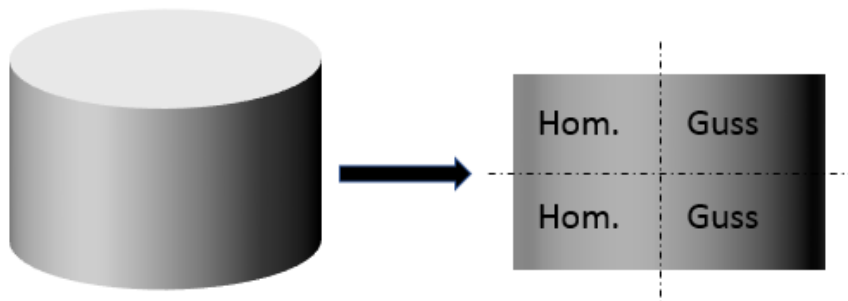


Abbildung 16: Probenaufteilung Guss- und homogenisiertes Material

Zwei Teile erfuhren eine 3-stufige Homogenisierungsbehandlung (Abbildung 17), mit dem Ziel der Bildung von AlMn-Dispersoide und der homogenen Verteilung der Legierungselemente. Der andere Teil verblieb im Gusszustand.

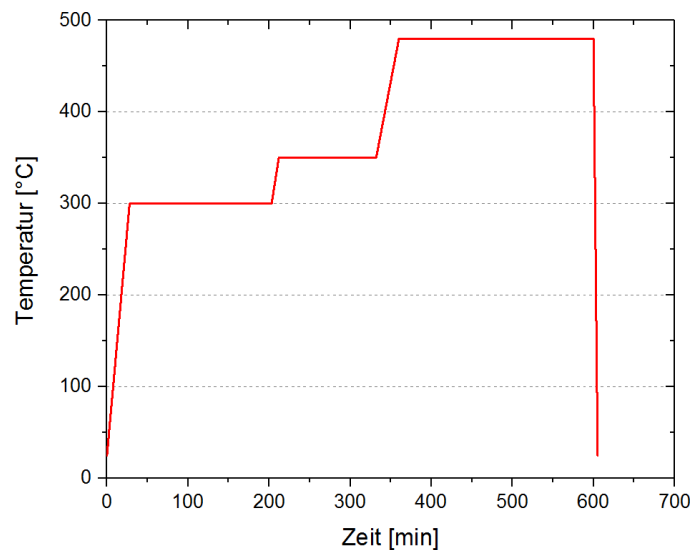


Abbildung 17: Schema der 3-stufigen Homogenisierungsbehandlung

Beim Strangpressen wurde ein Bolzendurchmesser von 48,5 mm auf ein Flachstangenprofil mit den Maßen 25x12,5 mm² bei einer Temperatur von 400 °C und einer Stempelgeschwindigkeit von 2 mm/s direkt stranggepresst. Während der T5-Wärmebehandlung zur Härtung über die Ausscheidung von Al₂Ca-Vorläuferphasen wurde das Material eine Stunde lang bei 200 °C belassen. Die T6-Wärmebehandlung unterscheidet sich von dieser durch eine vorherige Lösungsglühung bei 490 °C über einen Zeitraum von 20 Minuten. Dies hat den Sinn bereits ausgeschiedene grobe Ca-Phasen wieder zu lösen um einen größeren Anteil an Al₂Ca-Vorläuferphasen in der zweiten Stufe der WBH zu generieren. In Abbildung 18 (a) und (b) sind schematisch die T5- und T6-Wärmebehandlungen als Temperatur-Zeitverläufe dargestellt.

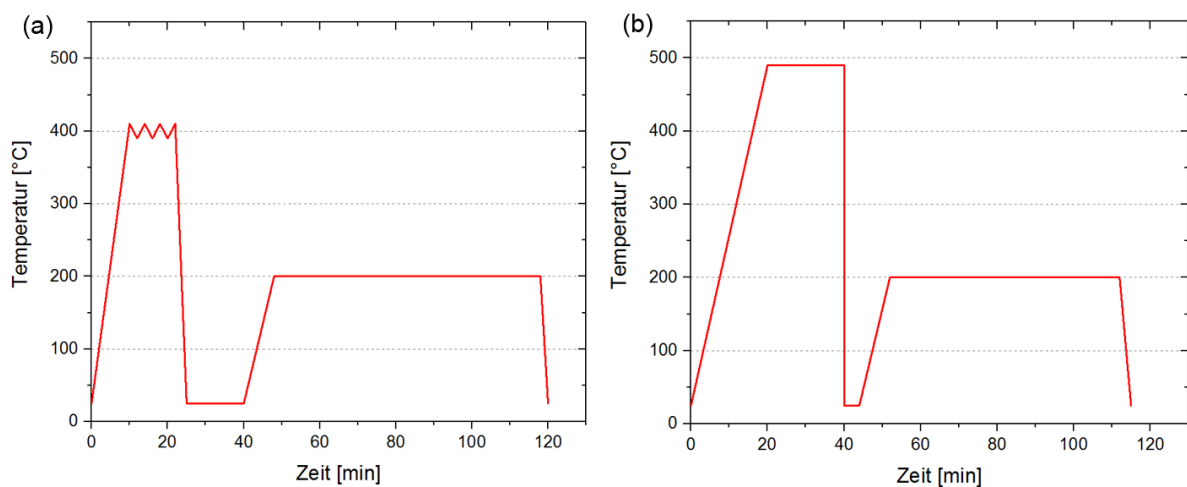


Abbildung 18: Schematische Darstellung der (a) T5-Wärmebehandlung, (b) T6-Wärmebehandlung

Von dem extrudierten als auch von dem T5 und dem T6 Probenmaterial stand jeweils ein Flachstangenprofil (25x12,5 mm) zur Verfügung. Zusätzlich wurden auch zwei Schmiedeproben untersucht, welche unterschiedlich weiterverarbeitet wurden. Im Anschluss an das Strangpressen wurde isotherm bei 450 °C geschmiedet. Die erste Probe wurde nach dem Schmiedeprozess langsam an Luft abkühlt und anschließend eine T5-Wärmebehandlung durchgeführt, während die zweite Probe nach dem Schmiedevorgang in Wasser abgeschreckt und einer T6-Wärmebehandlung unterzogen wurde.

3.3 Probenentnahme

Für die Untersuchungen im REM und LIM1 wurden jeweils vier Proben aus dem vorhandenen Material entnommen. Die Probenentnahme erfolgte mittels einer Nasstrennmaschine der Firma Struers und einer Siliziumkarbid-Trennscheibe.

Es wurden jeweils vier der stranggepressten-, T5-wärmebehandelten- und T6-wärmebehandelten-Proben anhand der in Abbildung 19 a gezeigten Schnitte entnommen. Der Blickwinkel bei den Untersuchungen im LIM1 und im REM ist in Extrusionsrichtung. Abbildung 19 b zeigt die Probenentnahme bei Guss- und homogenisiertem Material. Die Proben weisen alle einen rechteckigen Querschnitt und eine Dicke von 7 mm auf.

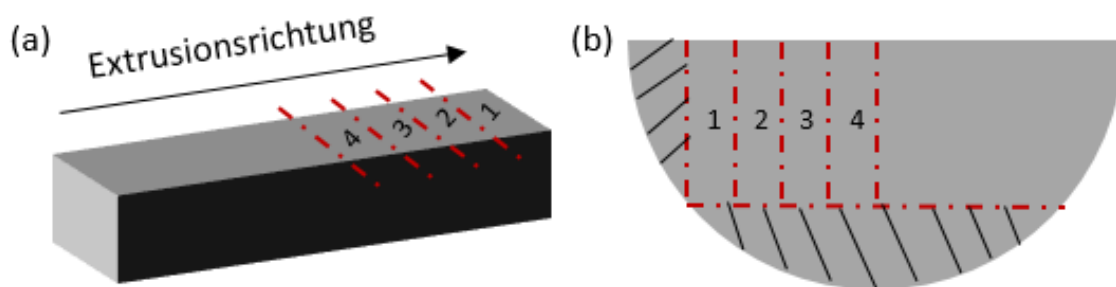


Abbildung 19: Skizze der Probenentnahme bei (a) Extrudierten, T5, T6 und bei (b) Guss und homogenisiertem Material

Zudem wurden bei den Zuständen „Extrudiert“, T5, und T6 jeweils zwei Proben über einen mittigen Schnitt längs der Extrusionsrichtung entnommen, um einen Längsschnitt des Materials zu untersuchen. Bei den Schmiedeproben war der Grat zu entfernen und jeweils zwei 8 mm dicke Scheiben vom Probenmaterial abzutrennen. In Abbildung 20 sind die getätigten Schnitte und die daraus resultierende Probengeometrie zu sehen.



Abbildung 20: Probenentnahme Schmiedeproben

3.4 Präparation für LIM und REM

Die Herstellung von Mg-Schliffen für Untersuchungen im REM und LIM erfordert andere Präparationsparameter als z.B. für Aluminiumlegierungen. Aus diesem Grund wurde im Rahmen dieser Arbeit das folgende Schleif- und Polierprogramm erstellt, mit dem gute und reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden konnten.

Zu Beginn sollten an allen Proben die Kanten händisch entfernt werden, da vor allem scharfe Kanten sich ungünstig auf den späteren Polierprozess auswirken. Unter anderem sinkt dadurch das Risiko, dass die Proben den Halt von der Aufklebefläche verlieren und die Polierscheibe beschädigen. Die Befestigung an Stahlzylindern erfolgt mithilfe eines herkömmlichen Kerzenwachses. Hierfür ist der Stahlzylinder auf einer Heizplatte auf 60 °C bis 70 °C zu erhitzen, wodurch das Wachs schmilzt und die Proben werden auf die mit flüssigem Wachs bedeckte Fläche gesetzt. Während der Abkühlung in einer kleinen mit Wasser gefüllten Kristallisierschale verfestigt sich das Wachs und die Proben kleben an der Oberfläche fest. Mit Wasser kühlen die Proben wesentlich schneller und die Zeit der Temperatureinwirkung ist kurz. Ist das Wachs getrocknet, sind die an den Stahlzylindern befestigten Proben in die Mehrfach-Probenhalterscheibe „PEDAL“ einzuspannen und in die automatische Polier- und Schleifmaschine (Struers Tegramin-30) einzubauen (siehe Abbildung 21 a, b, c, d).

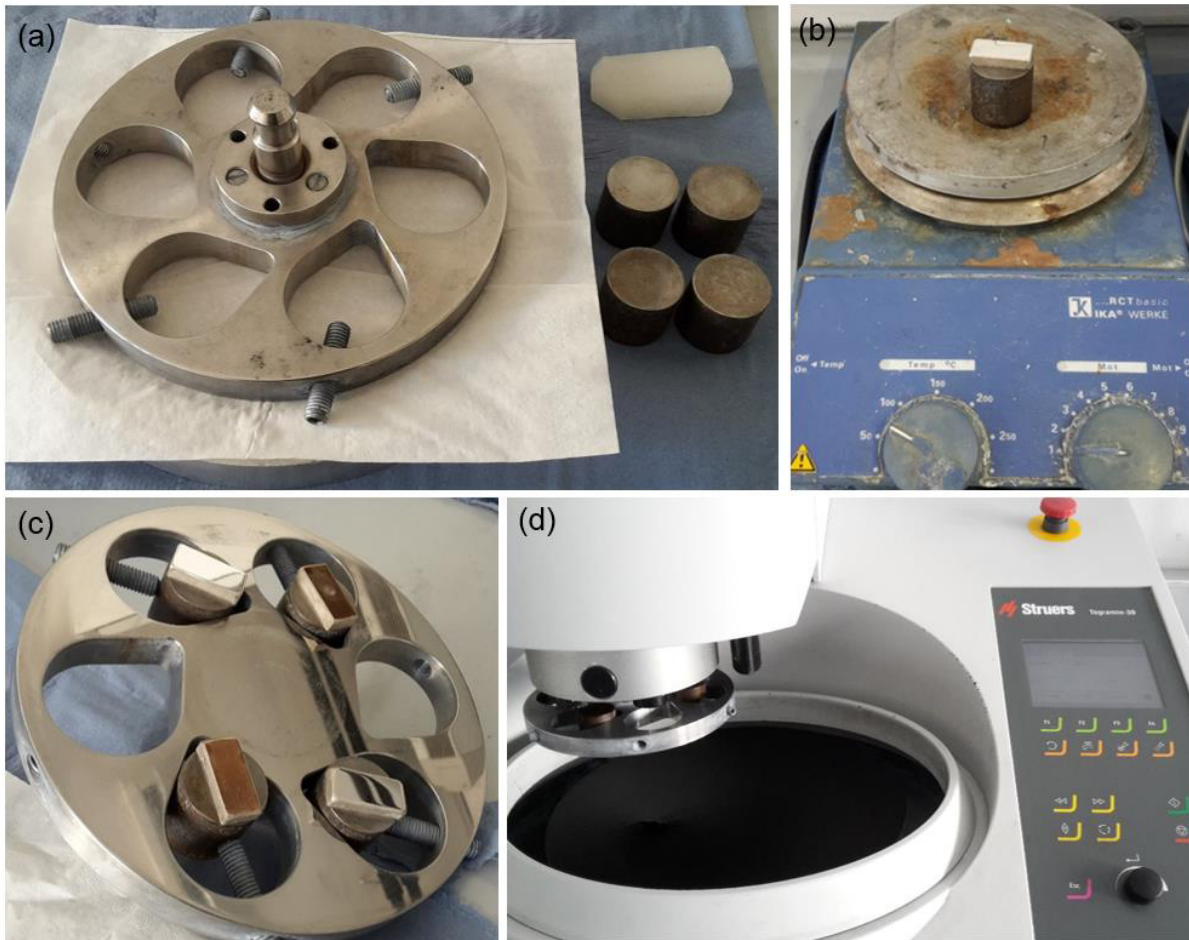


Abbildung 21: Vorbereitungen zum Schleifen: (a) Probenhalter, Stahlzylinder, Wachs; (b) Heizplatte; (c) am Probenhalter befestigte Proben; (d) Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin-30

Zum Abtrag der durch die Probenentnahme eingebrachten Deformationsschicht und zum Plan- und Feinschleifen stellte sich das in Tabelle 3 angeführte Schleifprogramm als günstig heraus. Es ist anzumerken, dass der Materialabtrag bei Magnesiumlegierungen um einiges schneller ist als beim Schleifen von Aluminium. Die Kühlung beim Schleifprozess erfolgt mit Wasser. Nach jedem Schleifschritt sollte der gesamte Probenhalter inklusive der Proben gründlich mit Wasser gespült werden, um ein Mittragen von Schleifpartikeln in den nächsten Schritt zu verhindern. Da immer vier Proben im Mehrfachprobenhalter eingespannt sind (siehe Abbildung 21), beläuft sich die Anpresskraft pro Probe auf 10 N.

Tabelle 3: Schleifprogramm mit Mehrfachprobenhalter

Unterlage	Zeit [min]	Anpresskraft [N]
SiC-Papier, Körnung 800	0:10	40
SiC-Papier, Körnung 1200	0:20	40
SiC-Papier, Körnung 2000	0:40	40
SiC-Papier, Körnung 4000	1:40	40

Nach dem letzten Schleifschritt wird der Probenhalter samt Proben erneut gründlich mit Wasser gereinigt und die Vorbereitungen zum Polieren werden getroffen.

Das Poliertuch OP-Chem (Neoprentuch) ist vor jedem Poliervorgang gründlich mit etwas Seife und einer Bürste zu reinigen, und dann mit destillierten H₂O abzuspülen, bis kein Schaum von der Seife mehr sichtbar ist. Ein Ethanolbad, groß genug für den Probenhalter, ist bereits vor Polierbeginn bereitzustellen (siehe Abbildung 22 a).

Folgende Polierlösung erwies sich als optimal für AXM, für den Poliervorgang werden 250 ml wie folgt angemischt:

100 ml destilliertes Wasser werden in ein Becherglas gefüllt und mit **10 ml 25 %-iger Ammoniaklösung** vermischt. Anschließend wird mit **140 ml OP-S NonDry** aufgefüllt.

Der Poliervorgang dauert 8 Minuten, währenddessen händisch jede Sekunde tropfenweise Polierlösung nachzugeben ist. Die Kühlung mit Wasser ist dabei ausgeschaltet, es ist sehr darauf zu achten, dass ab dieser Stufe die polierten Oberflächen nicht mehr in Kontakt mit Wasser kommen, da ansonsten der gesamte Polierschritt wiederholt werden muss. Beim Gussgefüge ist bei längeren Polierzeiten mit einer Reliefbildung zu rechnen. Am Ende des Vorgangs wird der Probenhalter schnellstmöglich ausgebaut und mit den polierten Proben in das Ethanolbad eingelegt (Abbildung 22 a). Ein Kunststoffscheibe in der Mitte dient als Auflage für den Probenhalter und sorgt dafür, dass die polierten Oberflächen nicht in Kontakt mit dem Glasboden kommen. Es folgt eine 10-minütige Ultraschallbehandlung (Abbildung 22 b), um den größten Anteil an OPS Rückstand von den Proben zu entfernen. Danach wird der Probenhalter samt Proben aus dem Ethanolbad genommen und mit Isopropanol abgespült. Mit der Innenseite eines herkömmlichen Gummihandschuhs für Laborarbeiten ist die polierte Fläche vorsichtig (ohne Druck aufzubringen) von oben nach unten abzuwischen (Abbildung 22 c). Da die Polierfläche währenddessen nicht trocknen darf ist sie stetig mit Isopropanol zu befeuchten. Ist die Probe einmal trocken, sind restliche OPS-Rückstände kaum mehr zu entfernen und der gesamte Polierschritt ist zu wiederholen. Aus diesem Grund ist es erforderlich, das Abwischen und Nachbefeuchten so gründlich als möglich durchzuführen. Zuletzt werden die Proben mit Warmluft getrocknet und vom Probenhalter ausgebaut. Die Verwendung von Wachs und Stahlzylinder erleichtert die Abnahme der Proben gegenüber der Anwendung von Kleber enorm, da sich diese durch erneutes Erwärmen auf der Heizplatte leicht lösen lassen.



Abbildung 22: Vorgehensweise im Anschluss zum Polierschritt: (a) Probenhalter samt Proben eingelegt in einem Ethanolbad; (b) Ultraschallbehandlung; (c) Entfernung des restlichen OPS-Rückstands mithilfe eines Gummihandschuhs und Isopropanol

3.4.1 Ätzung der Proben für LIM1-Aufnahmen

Zur Bewertung des Gefüges im Lichtmikroskop müssen die Proben geätzt werden. Um das bestmögliche Ätzmittel zur Kontrastierung zu finden werden fünf verschiedene getestet. Bekannte Ätzverfahren wurden aus der Literatur (Ätzen von Günter Petzow et.al [39]) entnommen und zur Anwendung an den verschiedenen Gefügezuständen der AXM-Legierung getestet und angepasst.

Tabelle 4: Ätzmittel nach [39]

Empfohlener Anwendungsbereich	Zusammensetzung	Bedingungen
<i>Reines Mg und die meisten Mg-Legierungen (auch im gegossenen und geschmiedeten Zustand)</i>	<i>100 ml Ethanol oder destilliertes Wasser 1-8 ml Salpetersäure 65%ig (Nital-Ätzmittel)</i>	<i>Sekunden bis Minuten</i>
<i>Reines Mg, Mg-Al, Mg-Al-Zn, Mg-Mn, Mg-Th-Zr und Mg-Zn-Zr-Leg. Auch stranggepresste Sorten</i>	<i>100 ml destilliertes Wasser 2 g Oxalsäure</i>	<i>6 bis 10 Sekunden</i>
<i>Mg-Al, Mg-Mn und Mg-Mn-Al-Zn-Leg. Fließlinien, Korngröße in Gussstücken</i>	<i>90 ml destilliertes Wasser 2-10 g Weinsäure</i>	<i>10 Sekunden bis 2 Minuten</i>
<i>Reines Mg und Mg-Cu-Leg.</i>	<i>100 ml Ethanol 2-11 g Zitronensäure</i>	<i>bis 30 Sekunden Wischätzen. Probe in heißem Wasser abspülen</i>
<i>Mg-Si-Leg.</i>	<i>100 ml destilliertes Wasser 100 ml Ethanol 5 g Pikrinsäure</i>	<i>bis 30 Sekunden</i>

Die folgende Pikrinsäure-Essigsäure-Mischung lieferte die besten Ergebnisse. Sie ätzt verstärkt die Korngrenzen und ist für lichtmikroskopische Aufnahmen unter polarisiertem Licht geeignet.

5,6 g Pikrinsäure werden in **100 ml Ethanol** gelöst. **40 ml dieser Pikrinlösung** wird anschließend mit einer Mischung aus **5 ml Essigsäure** und **5 ml destillierten Wasser** in einem **50 ml fassenden Messkolben** zusammengeführt.

Jene Säuremischung kann in einem luftdicht verschlossenen Glaskolben aufbewahrt werden und ist mehrmals wiederverwendbar. Die Säure verliert nach mehrmaligem Gebrauch die hellgelbe Farbe und färbt sich bräunlich (siehe Abbildung 23). In diesem Zustand ist das Ätzmittel zwar noch immer für Gefügeätzungen anwendbar, jedoch lässt ihre Stärke nach, wodurch die Ätzeiten verlängert werden müssen.

Der Aufbau beim Ätzen ist in Abbildung 23 dargestellt. Hierfür werden 3 Bechergläser benötigt, wobei in das erste (links im Bild) die Säure gefüllt wird. Mithilfe einer Kunststoffpinzette wird

die Probe mit der polierten Oberfläche nach oben in die Säure getaucht. Die Verweilzeiten variieren dabei mit dem Gefügestand und sind in Tabelle 5 gegeben. Im Anschluss wird die Probe über dem zweiten Becherglas (mittig im Bild) mit Isopropanol abgespült und dann in das dritte, mit Isopropanol gefüllte Becherglas (rechts im Bild) gelegt. Zuletzt wird die Probe dem Isopropanolbad entnommen und mit einem ebenfalls mit Isopropanol getränkten Papiertuch vorsichtig die polierte und geätzte Oberfläche abgewischt.

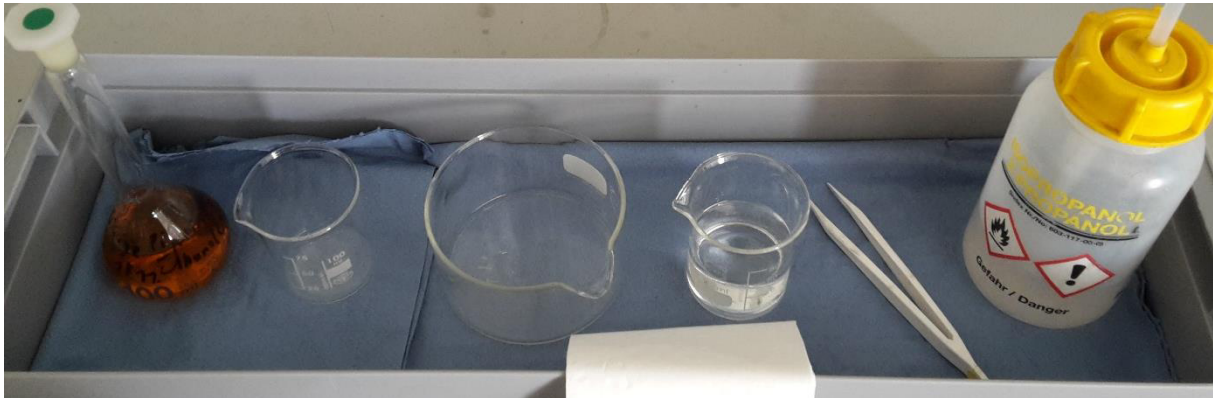


Abbildung 23: Vorbereitungen zum Ätzen mit Pikrinsäure

Tabelle 5: Ätzdauer in Pikrinsäure in Abhängigkeit vom Gefügestand

Gefügestand	Eintauchzeit in Pikrinsäure
Guss	7 – 8 Sekunden
Homogenisiert	7 – 8 Sekunden
Stranggepresst	1 – 2 Sekunden
T5	2 – 3 Sekunden
T6	3 – 4 Sekunden
Geschmiedet (T5 und T6)	2 – 3 Sekunden

3.5 Untersuchungen im LIM und REM

Die Eigenschaften von Metallen sind stark von der Form, Größe, Homogenität und Ausrichtung der enthaltenen Kristalle (Körner) abhängig. Vor allem die Korngröße liefert wichtige Informationen über die Festigkeit und der Duktilität. Aus diesem Grund wurden alle Gefügestände (Guss, Homogenisiert, Stranggepresst, T5 und T6) hinsichtlich der Größe und der Form der Körner unterm Lichtmikroskop untersucht.

Da Magnesium zu den optisch anisotropen Metallen zählt, empfiehlt sich die Polarisationsmikroskopie zur Bewertung des Gefüges. Optisch anisotrope Metalle,

beziehungsweise alle nicht kubischen Phasen, reflektieren linear polarisiertes Licht als elliptisch polarisiertes Licht mit geänderter Polarisationssebene. [40] Durch die Drehung des Analysators am Mikroskop zeigen die einzelnen Körner abhängig von ihrer Kristallorientierung verschiedene Farben, wodurch ein Farbkontrast erzeugt wird.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen wurden bezüglich der Korngröße mittels Linienschnittverfahren im Programm PxF-Workbench ausgewertet. Vier horizontale und fünf vertikale Linien, welche sich jeweils über mindestens Dreiviertel des Gefügebildes erstrecken, überschneiden sich mit den Korngrenzen. Der Quotient aus der Gesamtlänge aller Linien und der Summe an Schnittpunkten ergibt die mittlere Sehnenlänge, welche zur Größenbeurteilung herangezogen wurde. Aufgrund der sehr stark verschiedenen Größe und Form der Körner im Stranggepressten- und im T5-Zustand wurden einerseits die fein- rekristallisierten Bereiche sowie einzelne große Körner ausgemessen. Abbildung 24 zeigt beispielhaft die Auswertung einer AXM-Gefügaufnahme im T6-Zustand im Programm PxF-Workbench.

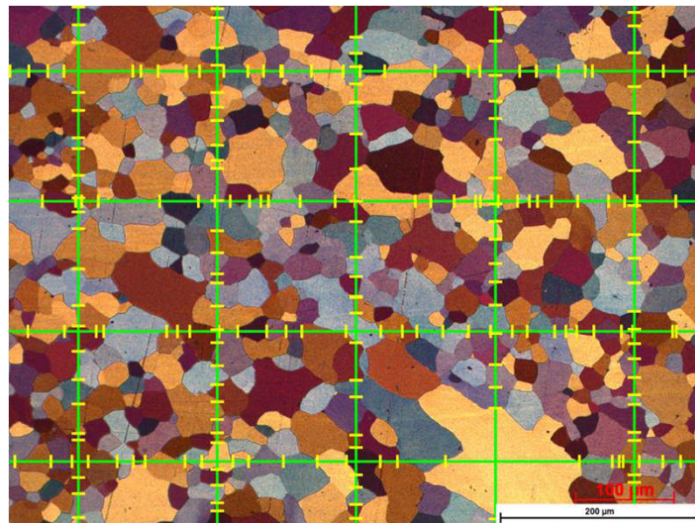


Abbildung 24: Bestimmung der mittleren Sehnenlänge im Programm PxF Workbench

Zur Charakterisierung der einzelnen Phasen in den verschiedenen Zuständen wurden an den polierten Proben im Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop JEOL 7200F EDX-Analysen (Elementkontrast über die Auswertung der charakteristischen Röntgenstrahlung) durchgeführt. Die Ermittlung der AlMn-Dispersoidverteilung und deren Flächendichte erfolgte über die Auswertung von BSE-Aufnahmen (Material- und Orientierungskontrast über die Auswertung von Rückstreuerelektronen) bei einer Beschleunigungsspannung von 5 keV, 10000-facher Vergrößerung und anschließender Bildbearbeitung und Analyse mit dem Programm ImageJ. Diese Bildbearbeitungssoftware erlaubt die Bestimmung der durchschnittlichen Teilchengröße, als auch deren Flächenanteil aus der elektronenmikroskopischen Aufnahme. In Anlehnung an die von Österreicher et.al [41] durchgeführten Berechnungen wurden mithilfe von Monte-Carlo-Simulationen im Programm Casino Version 3.3 die zweidimensionalen Ergebnisse in dreidimensionale Werte

umgewandelt. Dies ermöglicht die Bestimmung der Teilchendichte, also der Anzahl an AlMn-Dispersoide je Volumeneinheit, wodurch in weiterer Folge das Zener-Limit (siehe Kapitel 2.3.2) bestimmt werden kann. Zudem wurden eine extrudierte- und eine T6-Probe auf eine mögliche Vorzugsorientierung der AlMn-Teilchen mittels EBSD untersucht.

3.6 TEM-Probenpräparation und Untersuchungen

Im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) ist die Morphologie der Dispersoide näher untersucht worden. Hierfür wurde der stranggepresste und anschließend T6-wärmebehandelte Zustand gewählt, da die hexagonalen Kristallite eine bevorzugte Ausrichtung besitzen, als auch das Wachstum der Al-Mn-Dispersoide stagniert ist (siehe Kapitel 4.2.5). Zudem ist das Ausscheidungspotenzial der festigkeitssteigernden Phasen in diesem Zustand am größten, wodurch sich auch eine Untersuchung der G.P.-Zonen mittels Hochauflösung im TEM anbot. Aus zeitlichen Gründen und der Schwierigkeit der Herstellung von geeigneten Proben fiel der Schwerpunkt jedoch rein auf die Bestimmung der Dispersoid-Morphologie.

Die Probenentnahme erfolgte mittig und parallel zur Extrusionsrichtung, sodass die Schnittebene in der Basalebene liegt, da sich die Al_2Ca -Vorläuferphasen bevorzugt an jener kristallographischen Ebene im hexagonalen Gitter bilden. Im Anschluss daran wurde das Probenplättchen an einem Stahlstempel mit Wachs befestigt und händisch an der Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin-30 unter Wasserkühlung mit einem Schleifpapier der Körnung 2000 an beiden Seiten auf bis 100 μm gedünnt. Aus dieser dünnen Magnesiumfolie wurden die TEM-Proben, mit einem Durchmesser von 3,05 mm herausgestanzt.

Die Probe wurden anschließend elektrolytisch poliert (Struers TenuPol-5), um ein Loch mittig in der Probe auszubilden. Der Randbereich um das Loch sollte optimalerweise dünn genug für eine Auswertung im TEM, also elektronentransparent, sein. Hierfür kam eine Mischung aus 90 % Methanol und 10 % Perchlorsäure zum Einsatz, welche auf $-25,2\text{ }^\circ\text{C}$ gekühlt wurde. Die Polierspannung betrug 20 V. Während dem Poliervorgang ergibt sich ein Stromfluss von 122 mA. Aufgrund der Empfindlichkeit von Magnesium auf solch korrosive Bedingungen ist das erzeugte Loch relativ groß und der durchstrahlbare Randbereich klein, jedoch für eine Bestimmung der Morphologie der Dispersoide im STEM-HAADF (scanning transmission electron microscopy high-angle annular dark-field) ausreichend. Hierfür wurden bei 79000-facher Vergrößerung 13 Kippbilder von -60° bis $+60^\circ$ in 10° Intervallen erzeugt und die Al-Mn-Dispersoide im Ordnungszahlkontrast auf ihre Form untersucht. Um sicherzugehen, dass es sich bei den vorliegenden Teilchen auch um die Al-Mn-Partikel handelt wird zuvor ein EDX-Spektrum (Mapping) aufgenommen.

4 Ergebnisse

Die in Kapitel 3.4 beschriebenen Präparationsmethoden wurden an den zu untersuchenden Proben für die nachfolgenden Mikrostrukturanalysen angewandt.

4.1 Auswertung der Korngröße

Mittels Polarisationsmikroskopie wurden die polierten und mit Pikrinsäurelösung (siehe Kapitel 3.4) geätzten Proben im Lichtmikroskop untersucht. Die Bilder wurden mithilfe der Software PxF Workbench mit dem Linienschnittverfahren auf die mittlere Sehnenlänge, welche ein Maß für die Korngröße darstellt, ausgewertet. Abbildung 25 a, b, c und d zeigt die lichtmikroskopischen Aufnahmen einer Gussprobe (a und b) und einer homogenisierten Probe (c und d), jeweils mittig und am Rand.

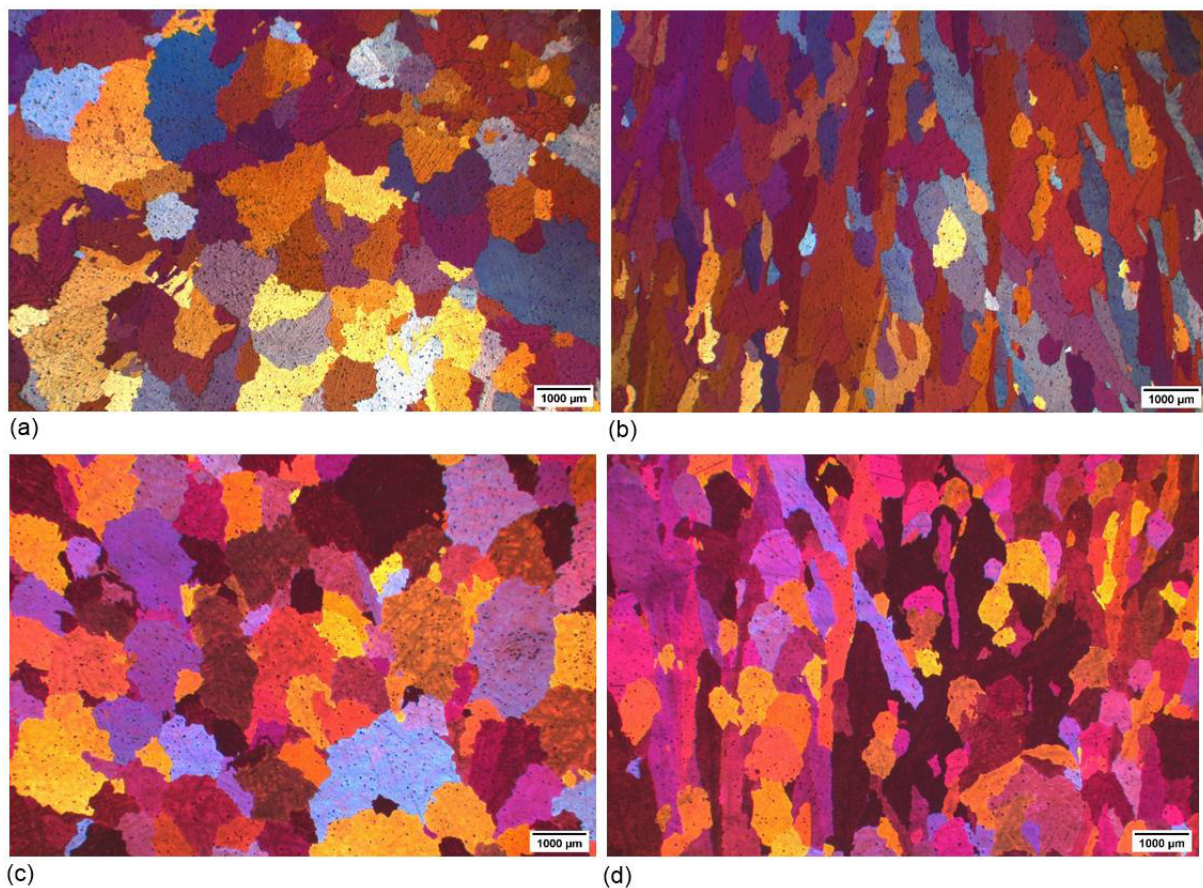


Abbildung 25: Gussgefüge mittig (a) und am Rand (b), Homogenisiertes Gefüge mittig (c) und am Rand (d)

Insgesamt wurden drei mittige und drei randnahe Bilder für jeweils Guss und homogenisierten Zustand ausgewertet. Die mittlere Sehnenlänge im Zentrum der Gussprobe beläuft sich auf $0,67 \pm 0,04$ mm und auf $0,52 \pm 0,05$ mm am Rand. Im homogenisierten Zustand ergibt sich eine mittlere Sehnenlängen von $0,70 \pm 0,03$ mm mittig und $0,55 \pm 0,02$ mm am Rand. Die

Körner befinden sich in einer Größenordnung, welche mit freiem Auge gut erkennbar ist (siehe Abbildung 26). Die in Abbildung 26 gezeigte große Gussprobe wurde händisch poliert.

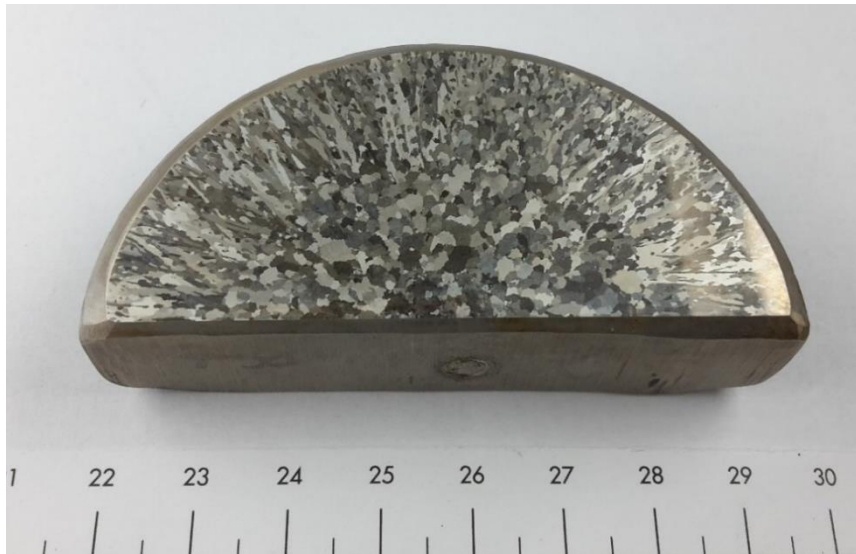


Abbildung 26: Polierter und geätzter Schliff einer AXM Gussprobe

Während der Homogenisierungsglühung kommt es zu keinem wesentlichen Kornwachstum, und das Gefüge unterscheidet sich kaum von jenem einer Gussprobe. Interessant ist, dass mit dem in Kapitel 3.4 und 3.4.1 vorgestellten Präparationsablauf auch Zwillingsgrenzen im Gefüge sehr gut sichtbar gemacht werden können (siehe Abbildung 27). Diese Zwillinge sind in den Guss- und homogenisierten Proben häufig anzutreffen und kommen vermehrt in der Probenmitte vor.

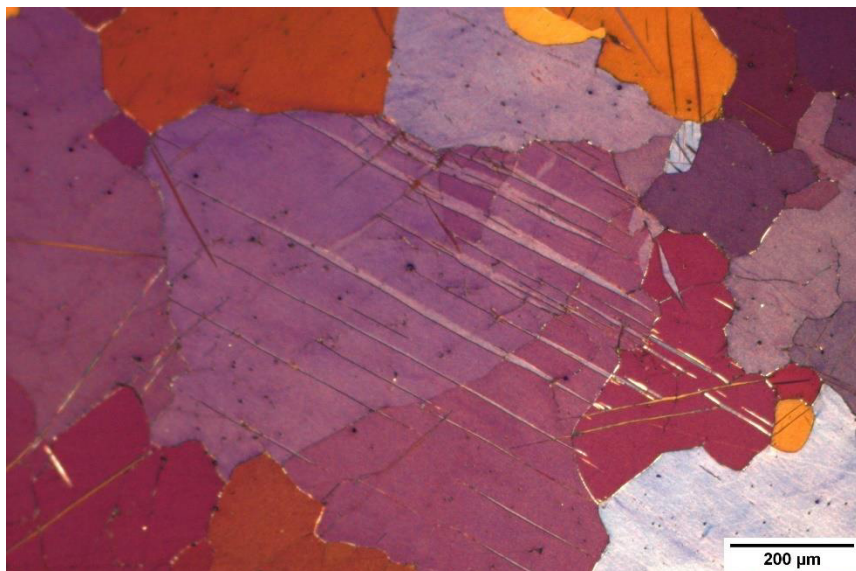


Abbildung 27: Zwillinge in der AXM-Gussprobe

Bei stark verformten Gefügestrukturen, wie es beim Extrudierten und im T5-Zustand der Fall ist, waren die fein-rekristallisierten Bereiche getrennt von den großen und gestreckten

Körnern, welche von Hand vermessen wurden, zu bearbeiten. In Abbildung 28 a und b ist das Gefüge nach dem Strangpressen dargestellt.

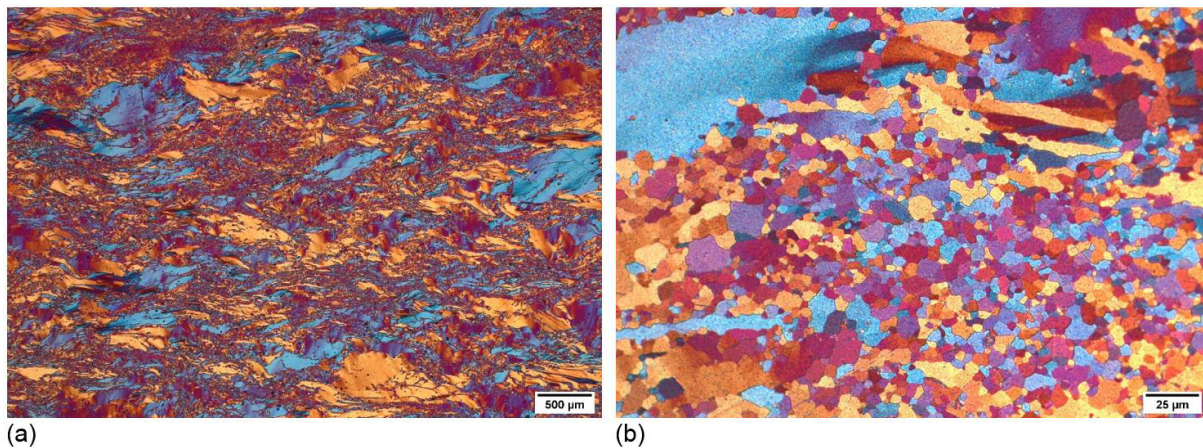


Abbildung 28: Stranggepresstes Gefüge bei (a) 25-facher und (b) 500-facher Vergrößerung parallel zur Extrusionsrichtung

Nach der Extrusion ist ein Mischgefüge aus kleinen dynamisch rekristallisierten Körnern, entlang von großen getreckten Kristalliten vorhanden (Halskettenstruktur). Die Körner im rekristallisierten Bereich besitzen nach dem Strangpressen eine mittlere Sehnenlänge von $5,0 \pm 0,1 \mu\text{m}$, während jene großen Kristallite, die während der Umformung erhalten geblieben sind, eine durchschnittliche Größe von $970 \pm 236 \mu\text{m}$ aufweisen.

Abbildung 29 a und b zeigt das T5-wärmebehandelte Gefüge.

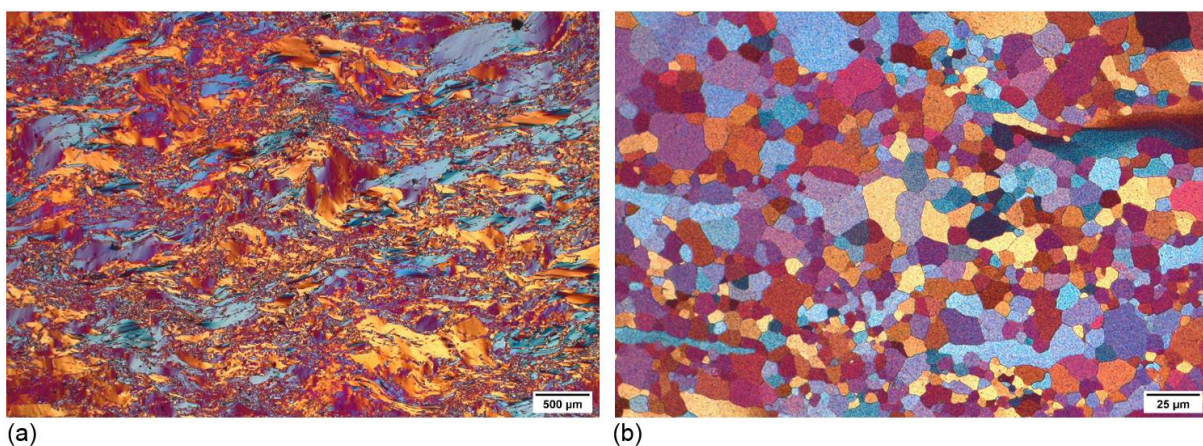


Abbildung 29: T5-Gefüge bei (a) 25-facher und (b) 500-facher Vergrößerung parallel zur Extrusionsrichtung

Wird das Material im Anschluss an die Extrusion einer T5 Wärmebehandlung bei $200 \text{ }^\circ\text{C}$ unterzogen, wachsen die fein rekristallisierten Körner nur wenig, während die großen gestreckten Körner annähernd dieselbe Größe einnehmen. Das T5 Gefüge ähnelt jenem des Extrudierten stark. Im T5-Zustand besitzen die rekristallisierten Körner eine mittlere Sehnenlänge von $8,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$. Die mittlere Sehnenlänge jener Kristallite, welche nicht rekristallisiert sind, beläuft sich auf $869 \pm 212 \mu\text{m}$.

Abbildung 30 a und b zeigt LIM-I-Aufnahmen des T6-Zustandes.

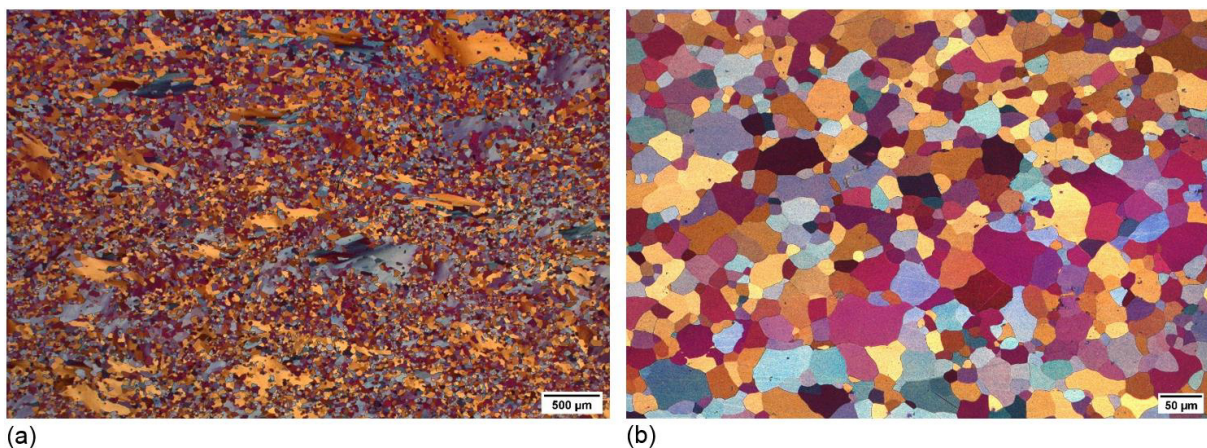


Abbildung 30: T6-Gefüge bei (a) 25-facher und (b) 200-facher Vergrößerung parallel zur Extrusionsrichtung

Im T6-Zustand ist das Gefüge wieder weitgehend homogen. Während der Wärmebehandlung (490 °C Lösungsglühung und Auslagerung bei 200 °C) rekristallisiert das Gefüge nahezu vollständig und es sind nur mehr vereinzelt größere Körner ($617 \pm 200 \mu\text{m}$) vorhanden. Die feinen, dynamisch rekristallisierten Körner aus dem extrudierten Zustand wachsen dabei auf fast die fünffache Größe an. Die mittlere Sehnenlänge des T6-Gefüges beläuft sich auf $24,0 \pm 1,0 \mu\text{m}$.

Abbildung 31 a und b zeigen ein Übersichtsbild und eine Aufnahme im Steg-Bereich des bei 450 °C isotherm- geschmiedeten Materials nach der T5-Wärmebehandlung.

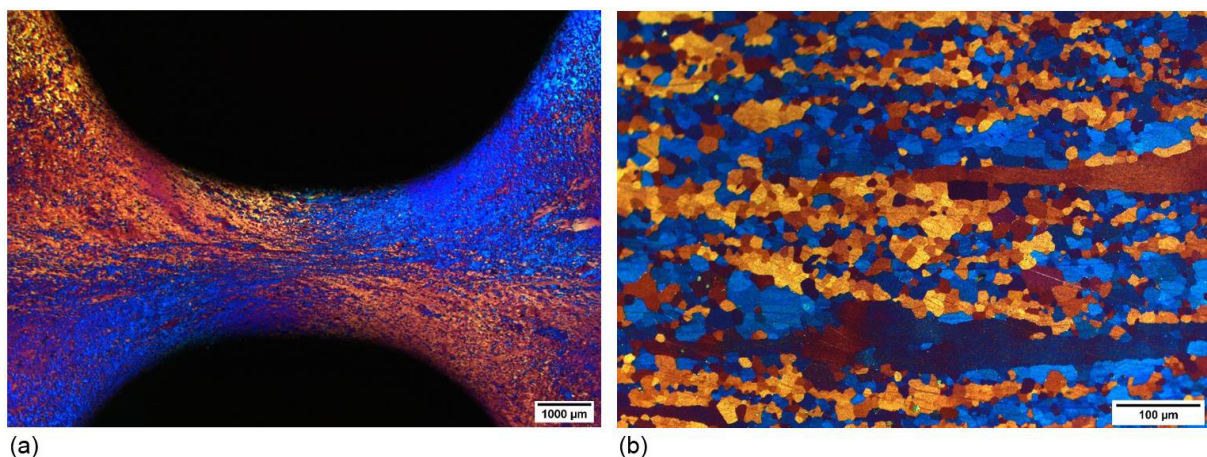


Abbildung 31: Geschmiedetes und T5-wärmebehandeltes Gefüge: (a) Übersichtsbild bei 12,5-facher Vergrößerung und (b) Aufnahme im mittleren Steg-Bereich bei 200-facher Vergrößerung

Im geschmiedeten und T5-wärmebehandelten Zustand beträgt die mittlere Sehnenlänge im Steg $12,4 \pm 0,4 \mu\text{m}$. Im Unterschied zum stranggepressten und T5-wärmebehandelten Gefüge sind weitaus weniger grobe, nicht rekristallisierte Körner vorhanden. Der Materialfluss während dem Schmiedeprozess ist ebenso zu erahnen. Jenes ist in Abbildung 31 a über den Farbunterschied durch die Polarisationsmikroskopie, die einen Orientierungskontrast der

Körner liefert, zu erkennen. So sind Körner mit derselben Farbe auch gleich im Gefüge ausgerichtet.

Abbildung 32 a und b zeigen ein Übersichtsbild und eine Aufnahme im Steg-Bereich des bei 450 °C isotherm- geschmiedeten Materials nach der T6-Wärmebehandlung.

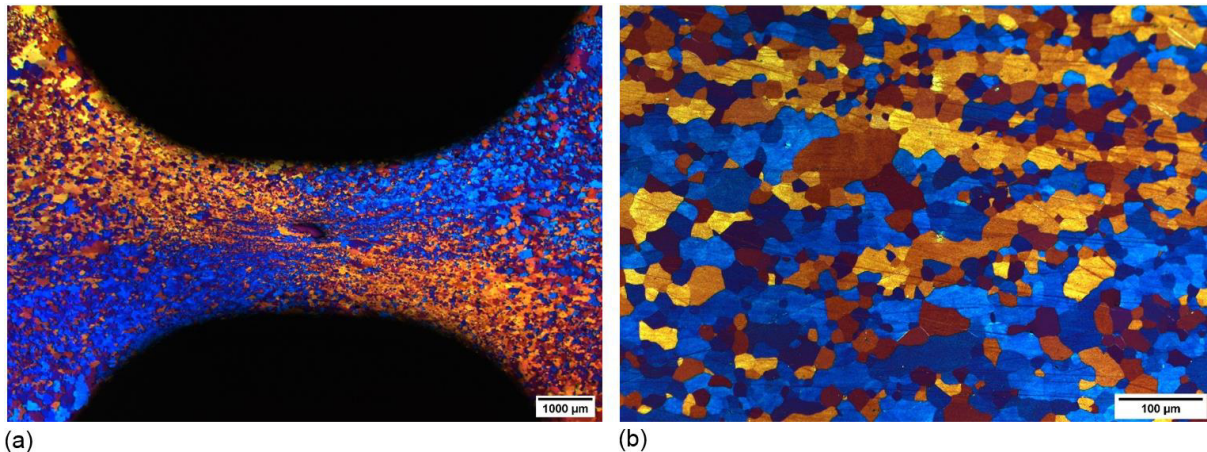


Abbildung 32: Geschmiedetes und T6-wärmebehandeltes Gefüge: (a) Übersichtsbild bei 12,5-facher Vergrößerung und (b) Aufnahme im mittigen Steg-Bereich bei 200-facher Vergrößerung

Mit einer mittleren Sehnenlänge von $22,0 \pm 2,1 \mu\text{m}$ ist das Gefüge im Steg nach dem Schmieden und einer T6-Wärmebehandlung um fast $10 \mu\text{m}$ größer als nach der T5-Wärmebehandlung. In Richtung des Randbereichs steigt die Korngröße weiter an. Im Vergleich zum stranggepressten- und T6-wärmebehandelten Gefüge wird durch den zusätzlichen Schmiedevorgang lediglich eine Feinung der Körner (im Steg-Bereich) um $2 \mu\text{m}$ erreicht. In Tabelle 6 sind nochmals die Korngrößen in den verschiedenen Gefügeständen zusammengefasst.

Tabelle 6: Mittlere Sehnenlängen der verschiedenen Gefügestände

Gefügestand	Mittlere Sehnenlänge
Guss (Mitte)	$0,67 \pm 0,04 \text{ mm}$
Guss (Rand)	$0,52 \pm 0,05 \text{ mm}$
Homogenisiert (Mitte)	$0,70 \pm 0,03 \text{ mm}$
Homogenisiert (Rand)	$0,55 \pm 0,02 \text{ mm}$
Extrudiert	$5,0 \pm 0,1 \mu\text{m}$ (rekristallisiert)
Extrudiert	$970 \pm 236 \mu\text{m}$ (nicht rekristallisiert)
T5	$8,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$ (rekristallisiert)
T5	$869 \pm 212 \mu\text{m}$ (nicht rekristallisiert)
T6	$24,0 \pm 1,0 \mu\text{m}$
Geschmiedet T5 (Steg-Bereich)	$12,4 \pm 0,4 \mu\text{m}$
Geschmiedet T6 (Steg-Bereich)	$22,0 \pm 2,1 \mu\text{m}$

4.2 Auswertung der REM-Aufnahmen

Im nachfolgenden Kapitel werden die REM-Aufnahmen hinsichtlich der vorhandenen Phasen analysiert. Außerdem wird die Teilchendichte der AlMn-Teilchen bestimmt und auf dieser Basis der Zener-Drag, beziehungsweise das Zener-Limit berechnet.

4.2.1 Gussgefüge

Abbildung 33 a zeigt ein Übersichtsbild der Gussstruktur einer AXM bei 300-facher Vergrößerung mit Rückstreuerelektronen-Signal. Auffallend sind die vielen rundlichen Primärphasen, welche in Abbildung 33 b bei höherer Vergrößerung gut sichtbar sind und an ein Eutektikum erinnern. Zudem sind auch Primärphasen länglicher und dendritischer Struktur erkennbar.

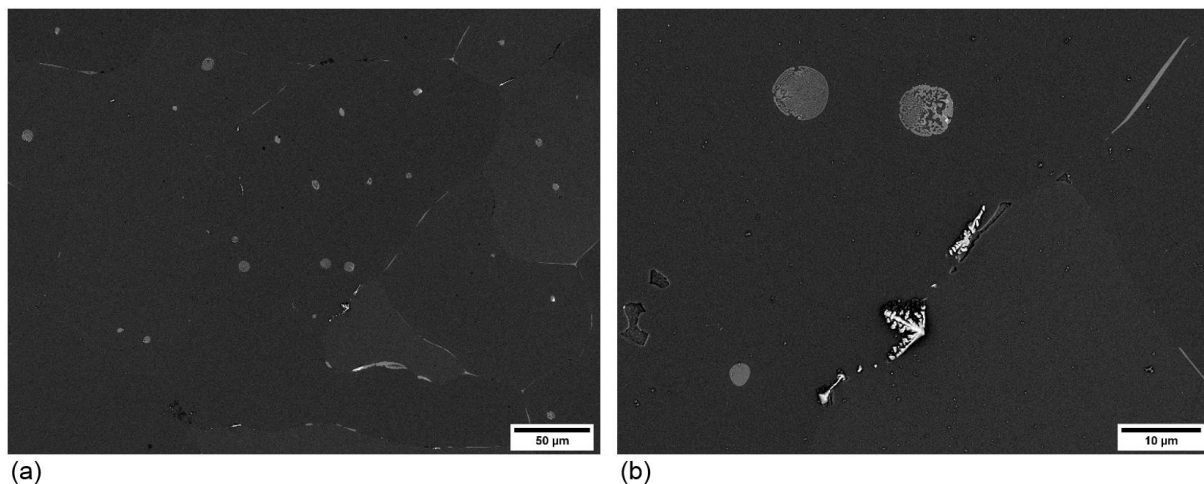


Abbildung 33: BSE-Aufnahme eines AXM-Gussgefüges (a) Übersichtsaufnahme und (b) Detail der Primärphasen

Mithilfe von EDX-Flächenanalysen kann die Elementverteilung dargestellt werden, wodurch die einzelnen Phasen bestimmbar sind. Bei den rundlichen, diskontinuierlich erstarrten Erscheinungsformen handelt es sich um Al-Ca-Phasen. Diese können allerdings auch länglich an den Korngrenzen vorliegen (siehe Abbildung 33 b). Zudem scheint sich an diesen rundlichen Al-Ca-Phasen Zink anzureichern. Ebenso wurden Si-Ca-Phasen gefunden, welche kein Aluminium enthalten. Diese sind von ihrer Form her sehr ähnlich zu den länglichen Al-Ca-Phasen, besitzen aber im Gegensatz dazu keine ausgeprägte innere Struktur. Primär aus der Schmelze gebildete, zumeist facettierte Al-Mn-Phasen sind im BSE-Bild die hellsten, da diese die höchste Dichte im Vergleich zu den anderen Spezies aufweisen. Sekundär ausgeschiedene Al-Mn-Teilchen sind hingegen nur selten im Gussgefüge zu finden und kommen zumeist stäbchen- oder plättchenförmig vor (siehe Abbildung 34 a und b). Über thermodynamische Berechnungen lassen sich die im REM gefundenen Phasen bestätigen (siehe Kapitel 3.2).

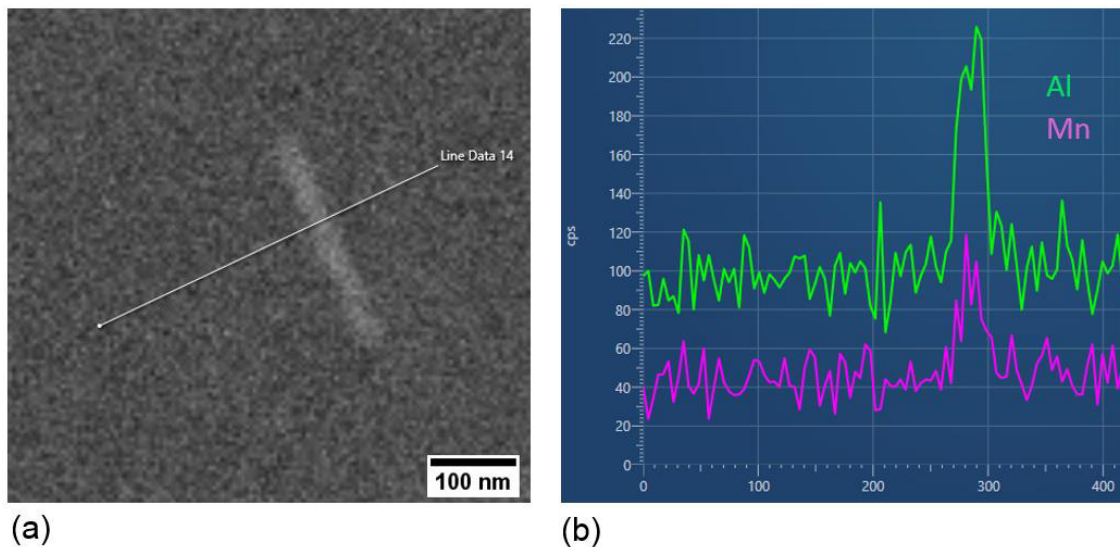


Abbildung 34: Al-Mn-Teilchen (stäbchenförmig)

4.2.2 Homogenisiertes Gefüge

Während der dreistufigen Homogenisierungsglühung kommt es zur starken Ausscheidung von sekundären, thermisch stabilen Al-Mn-Teilchen. Abbildung 35 a und b zeigen eine typische BSE-Aufnahme einer (a) Gussprobe und einer (b) homogenisierten Probe bei 10000-facher Vergrößerung im REM zum Vergleich. Die hellen Punkte stellen die Al-Mn-Dispersoide dar, wobei ein klarer Anstieg deren Anzahl vom Guss hin zum homogenisierten Gefüge erkennbar ist.

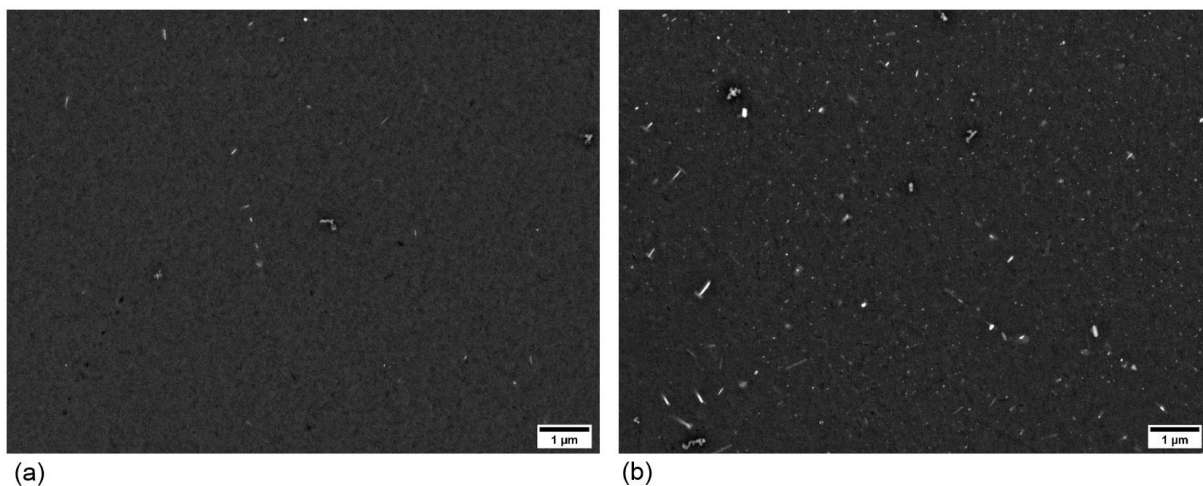


Abbildung 35: Vergleich der Teilchenanzahl (a) einer Gussprobe mit (b) einer homogenisierten Probe

Während im homogenisierten Zustand die länglichen Al-Ca-Phasen noch vorhanden sind, verschwinden die sphärischen Al-Ca-Phasen mit innerer Lamellenstruktur beinahe vollständig. Diese haben sich während der Glühung aufgrund ihrer größeren Oberfläche schneller gelöst als die länglichen Al-Ca-Teilchen. Weiters liegen die Si-Ca-Phasen unverändert im Gefüge vor. Auffallend ist, dass diese Phasen oft mit größeren Al-Mn-Dispersoiden vergesellschaftet

sind. In Abbildung 36 a und b sind eine (a) teilsaufgelöste Al-Ca-Phase und eine (b) mit Al-Mn-Dispersoiden vergesellschaftete Si-Ca-Phase dargestellt.

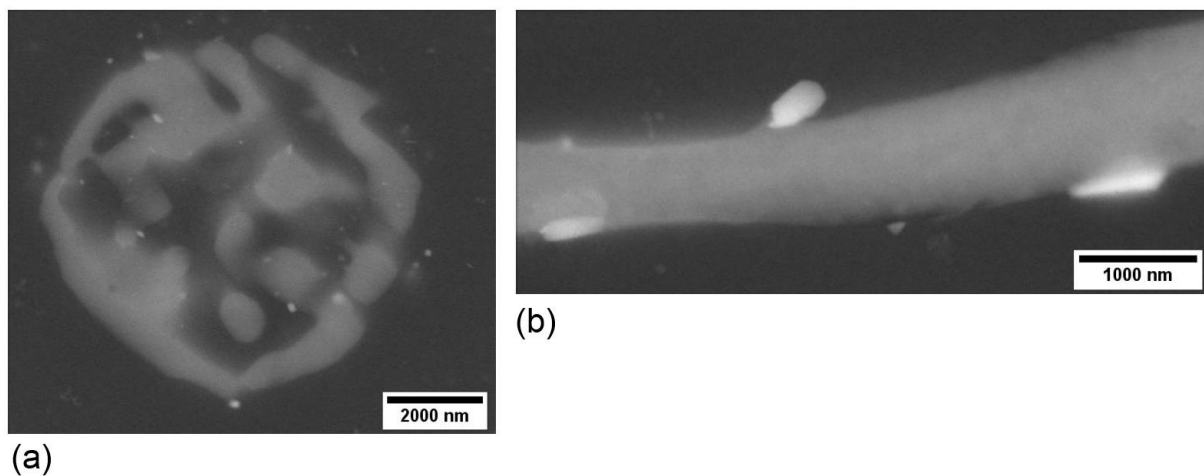


Abbildung 36: BSE-Aufnahme einer (a) Teilsaufgelöste Al-Ca-Phase und einer (b) mit Al-Mn-Dispersoiden vergesellschaftete Si-Ca-Phase

4.2.3 Extrudiertes und T5-wärmebehandeltes Gefüge

Nach der Extrusion des homogenisierten Materials sind nur mehr wenige grobe Al-Ca-Phasen vorhanden. Zudem wurden keine Si-Ca-Phasen mehr gefunden. Diese spröden Phasen werden während der Umformung höchstwahrscheinlich zerkleinert. Die Teilchenanzahl an Al-Mn-Dispersoiden ist geringer als jene des homogenisierten Zustandes. Eine Besonderheit des extrudierten und des T5-Gefüges ist das Auftreten von „Janus-Partikel“ [4]. Diese kennzeichnen sich durch eine stäbchenförmige Al-Mn-Phase und eine rundliche Al-Ca-Phase, welche wie in Abbildung 37 a zu sehen, unter dem helleren Stäbchen angeordnet ist. Abbildung 37 b zeigt die dazugehörige EDX-Linienanalyse in Massen-%.

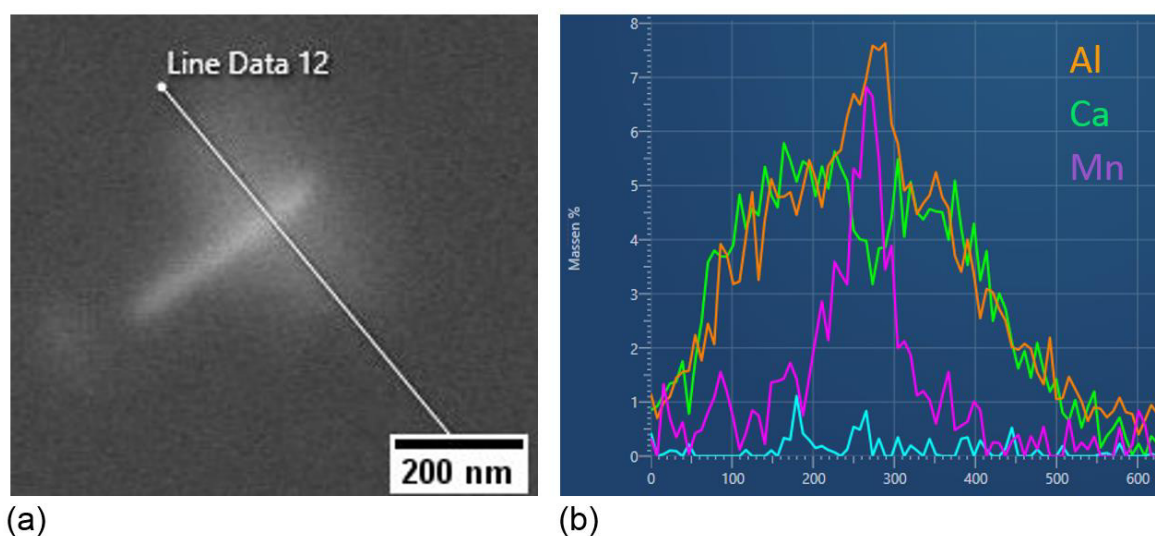


Abbildung 37: „Janus-Partikel“

4.2.4 T6-wärmebehandeltes Gefüge

Im T6-Zustand fällt neben den noch immer vorhandenen Al-Ca-Phasen vom Typ C15 oder C36 (Al-Ca-Mg-Phase), erstmals eine neue Mg-Ca-Phase (C14) auf, welche optisch im BSE-Bild nur schwer von ersteren unterscheidbar ist. Selbst während dem Lösungsglühen zur T6-Aushärtung werden also nicht alle Al-Ca-Phasen für ein maximales Aushärtungspotenzial gelöst. Zudem ist das Auftreten von Mg-Ca-Phasen ein Zeichen einer zu niedrigen Temperatur während der Lösungsglühung (siehe Abbildung 14). In Abbildung 38 a, b und c zeigen die Al-Ca- und die Mg-Ca-Phase nebeneinander und die zugehörigen EDX-Linienanalysen in Massen-%.

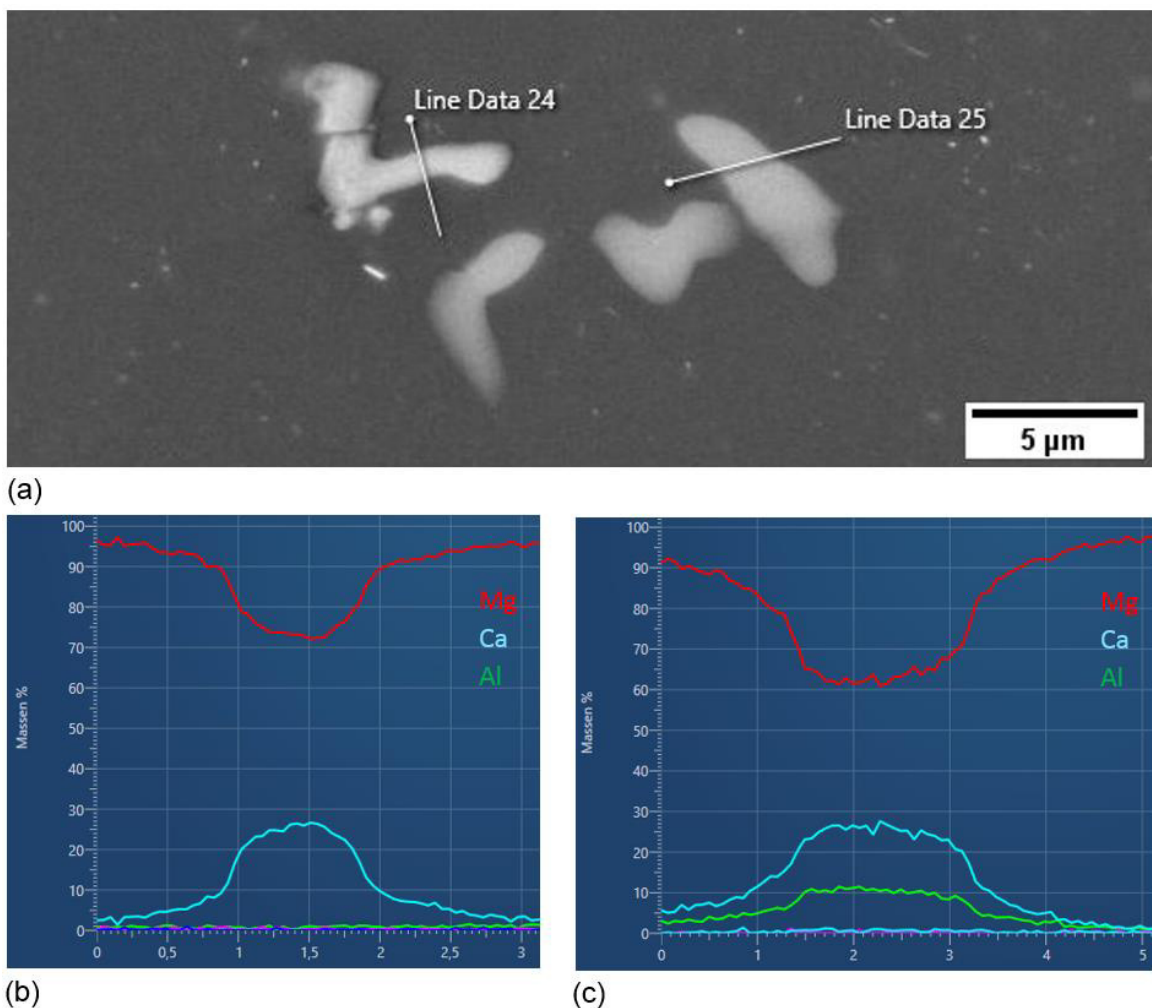


Abbildung 38: (a) BSE-Aufnahme einer T6-Probe, (b) Line Data 24 (Mg-Ca-Phase C14), (c) Line Data 25 (Al-Ca-Phase C15 oder Al-Ca-Mg-Phase C36)

4.2.5 Auswertung der Al-Mn-Dispersoide

Zur Bestimmung der Größenverteilung und des Flächenanteils der Al-Mn-Dispersoide in der Matrix wurden die 10000-fach vergrößerten BSE-Gefügeaufnahmen des homogenisierten, extrudierten, T5- und T6-Zustandes mit der Software „ImageJ“ ausgewertet. Abbildung 39 a,

b, c und d zeigen die Dispersoid-Größenverteilungen einer REM-Probe für die vorhin genannten Zustände. Vom Programm gefundene Teilchen mit einem Durchmesser kleiner als 10 nm sind aus den Datensätzen ausgeschlossen, da solch feine Punkte eher Fehler der Bildbearbeitungssoftware darstellen als tatsächlich aufgenommene Al-Mn-Teilchen.

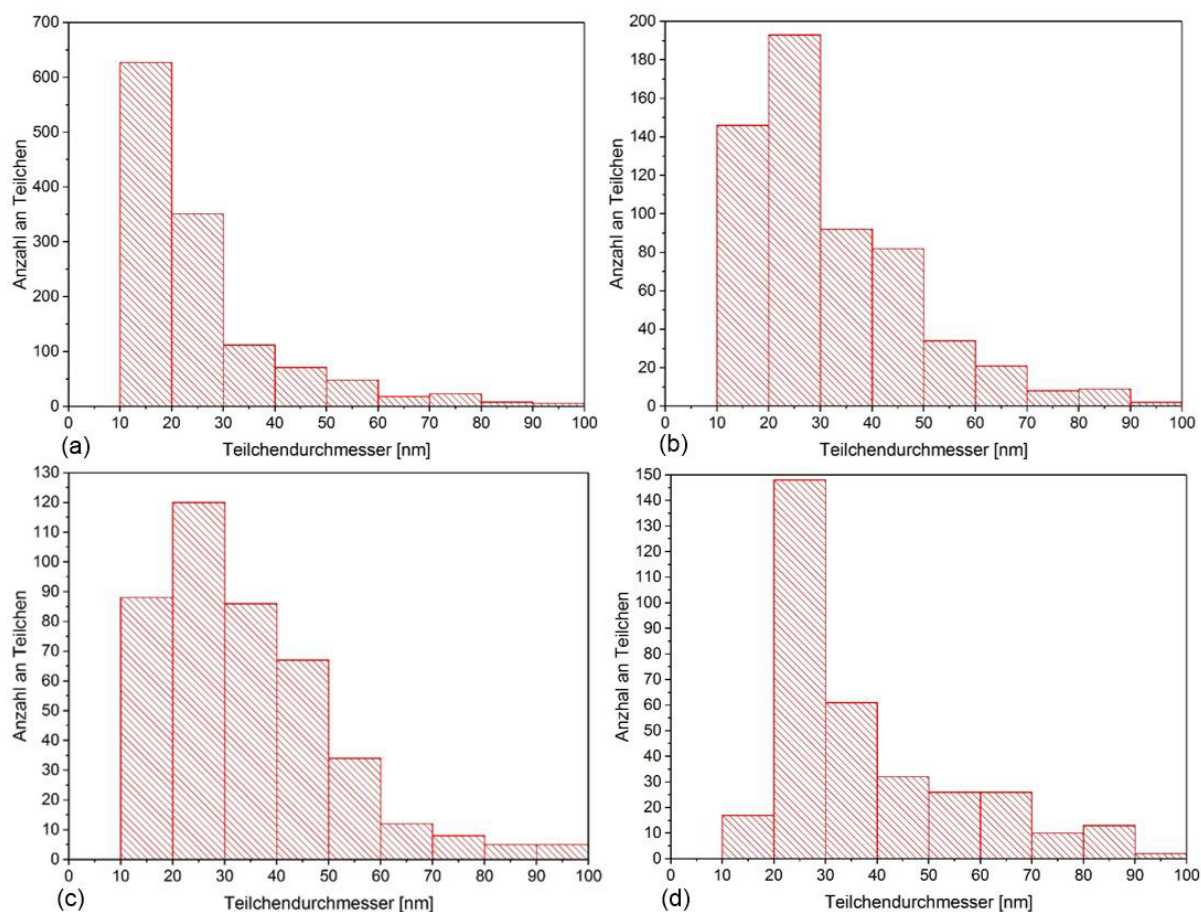


Abbildung 39: Al-Mn-Dispersoid-Größenverteilung einer (a) homogenisierten, (b) extrudierten, (c) T5- und (d) T6-Probe

Es ist ein klarer Trend erkennbar, nach welchem die Teilchenanzahl, welche größer als 80 nm ist, nur mehr sehr gering ist. Die vom Programm errechnete durchschnittliche Dispersoidgröße (bezogen auf deren Anzahl) wird durch die Mitnahme weniger sehr großer Teilchen verfälscht. Deshalb wurde der maximale Teilchendurchmesser auf 80 nm begrenzt und die vom Programm gemessene Fläche auf dieses Intervall angepasst. In Tabelle 7 finden sich die durchschnittlichen Teilchengrößen und die Flächenanteile, die sich aus dem Quotienten der Gesamtfläche aller Dispersoide und der Bildaufnahmeffläche errechnet.

Tabelle 7: Durchschnittlicher Al-Mn-Teilchendurchmesser und Flächenanteile im Intervall 10-80 nm

Gefügezustand	Teilchendurchmesser [nm]	Flächenanteil [%]
Homogenisiert	$24,2 \pm 0,4$	$0,59 \pm 0,09$
Extrudiert	$32,0 \pm 1,8$	$0,43 \pm 0,09$
T5	$36,5 \pm 4,0$	$0,44 \pm 0,03$
T6	$36,2 \pm 1,8$	$0,38 \pm 0,07$
Geschmiedet T5	$36,2 \pm 1,9$	$0,61 \pm 0,05$
Geschmiedet T6	$34,8 \pm 1,4$	$0,47 \pm 0,02$

In Abbildung 40 sind die berechneten Teilchendurchmesser in den unterschiedlichen Gefügezuständen grafisch dargestellt. Es ist ein deutlicher Anstieg (Vergrößerung) der Dispersoide erkennbar.

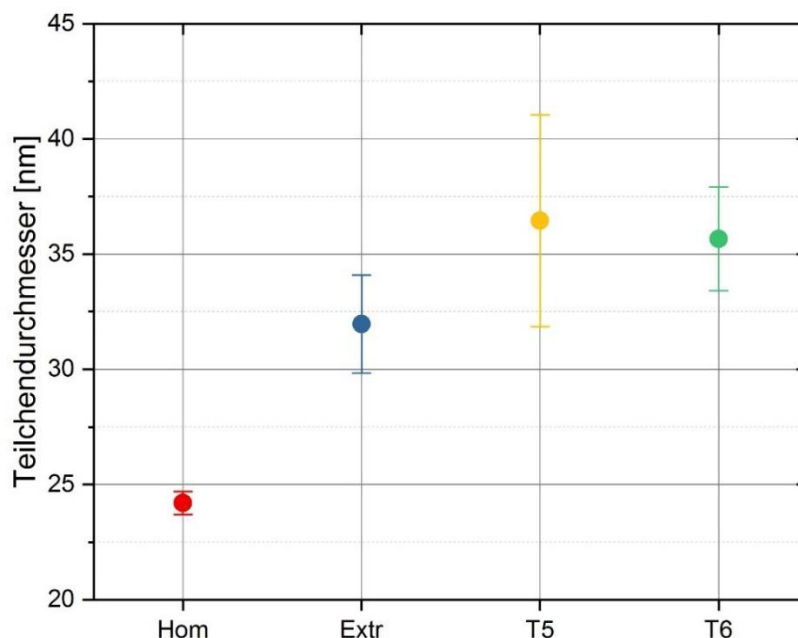


Abbildung 40: Darstellung der Teilchendurchmesser in den verschiedenen Gefügezuständen

Im Programm „Casino“ wurden mittels Monte-Carlo-Simulationen die maximalen Detektionstiefen der Partikel (z_{info}) mit einem Durchmesser von 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 140, 180 und 220 nm berechnet. Als Spezies dienen Al_8Mn_5 Teilchen, welche in der Simulation als rund angenommen werden, in einer Magnesium Matrix. Der simulierte Elektronenstrahl hat, ebenso wie bei den BSE-Aufnahmen im REM, eine Energie von 5 keV. Über polynomiale Regression der errechneten Informationstiefen der Durchmesserklassen ergibt sich die in Abbildung 41 dargestellte Funktion.

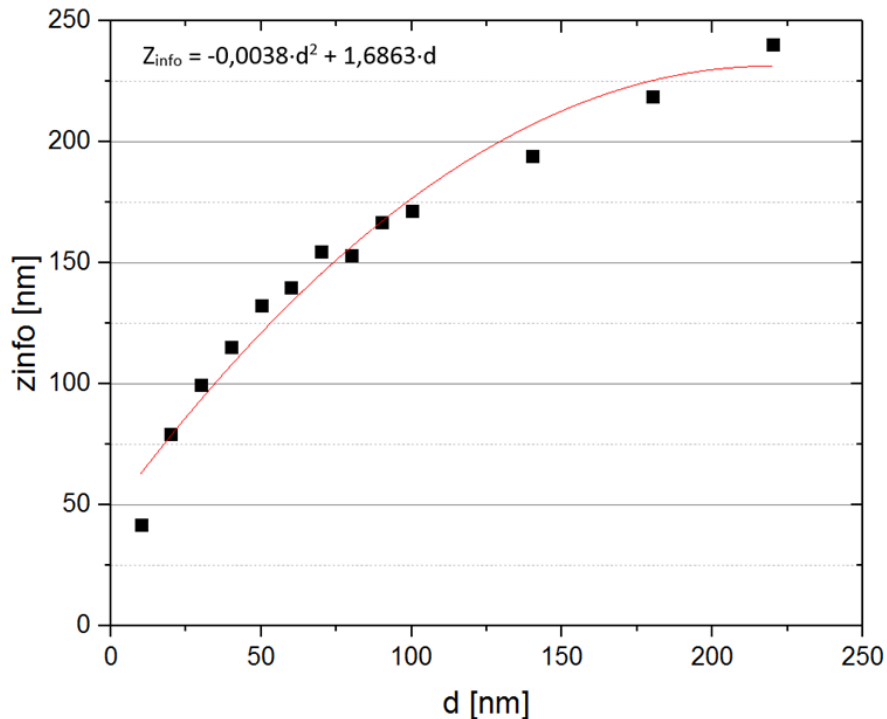


Abbildung 41: Polynomiale Regressionsfunktion der maximalen Detektionstiefen der Durchmesserklassen von 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 140, 180 und 220 nm

Durch die Anwendung von Gleichung 6, welche die Regressionsfunktion darstellt, kann die maximale Informationstiefe für einen bestimmten Teilchendurchmesser berechnet werden. Mithilfe von Gleichung 7 und 8 nach [41] ist dann eine Bestimmung des Volumenanteils an Dispersoiden in der Magnesiummatrix möglich.

$$z_{\text{info}} = -0,0038 \cdot d^2 + 1,6863 \cdot d \quad (6)$$

z_{info} Informationstiefe [nm]
 d Teilchendurchmesser [nm]

$$N_i = \frac{n_{\text{obs},i}}{A_{\text{ROI}} \cdot (z_{\text{info}} + \bar{r}_{\text{obs}})} \quad (7)$$

A_{ROI} Fläche der elektronenmikroskopischen Aufnahme [nm²]
 $n_{\text{obs},i}$ Anzahl der identifizierten Partikel [-]
 \bar{r}_{obs} durchschnittliche Radius der identifizierten Partikel [nm]
 N_i Partikelanzahl an Teilchen einer bestimmten Durchmesserklasse pro Volumeneinheit [nm⁻³]

$$f_i = N_i \cdot \bar{A}_i \cdot z_{\text{info}} \quad (8)$$

f_i Volumenanteil der Partikel [%]

\bar{A}_i Durchschnittliche Fläche der Partikel [nm^3]

Durch den errechneten Volumenanteil der Partikel ist es nun möglich, die laut Zener (Gleichung 3, Kapitel 2.3.2) maximal erreichbare Korngröße zu bestimmen. Die Proportionalitätskonstante zwischen Krümmungsradius der Korngrenze und des Korndurchmessers wurde hier mit 1 angenommen, woraus sich die originale Zener-Formel ergibt. Tabelle 8 zeigt die durch den Zener-Drage begrenzten maximalen Korngrößen der Gefügestände: homogenisiert, extrudiert, T5, T6 und geschmiedet (T5 und T6).

Tabelle 8: Errechneter Volumenanteil an Dispersoiden und durch Zener-Drage begrenzte maximale Korngröße

Gefügestand	Volumenanteil [%]	Korngröße d_z [μm]
Homogenisiert	0,47	3,4
Stranggepresst	0,34	6,3
T5	0,34	7,1
T6	0,28	8,7
Geschmiedet T5	0,47	5,1
Geschmiedet T6	0,36	6,4

Um einen Vergleich der berechneten maximalen Korngröße (Tabelle 8) und der gemessenen Werte zu ermöglichen, muss zuerst die aus dem Linienschnittverfahren ermittelte mittlere Sehnenlänge in die Korngröße umgerechnet werden. Über die nach Joo-Hwan Han und Doh-Yeon Kim et.al [42] etablierte Methode ist unter der Annahme von kugeligen Körnern und einer annähernd gleichen Größe der einzelnen Körner die Umrechnung von der mittleren Sehnenlänge in die Korngröße über einen mit der Sehnenlänge zu multiplizierenden Faktor von 1,5 möglich. Für den T6-Zustand (siehe Abbildung 31) sind diese Annahmen zumindest annähernd zutreffend. Die daraus resultierende mittlere Korngröße im T6-Zustand wäre demnach $36 \mu\text{m}$, was die berechnete (durch den Zener-Drage begrenzte) maximale Korngröße bei weitem übersteigt.

Aus der Literatur sind diverse andere Ansätze und Simulationen bezüglich einer Optimierung der Zener-Formel bekannt (siehe Kapitel 2.3.2). Anhand von den im Anhang A gelisteten modifizierten Zener-Formeln wurden mit den für den T6-Zustand berechneten Werten (siehe Tabelle 7 und 8) die verschiedenen Formeln getestet, um möglicherweise eine bessere Korrelation zu der gemessenen Korngröße zu finden. Mit der Ausnahme jener von Hunderi [43], führten alle zu Ergebnissen, die noch schlechter als die ursprüngliche Formel passten. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9 angeführt.

Tabelle 9: Modifizierte Zener-Formel und berechnete maximale Korngrößen mit den für den T6-Zustand bestimmten Werten adaptiert nach [19]

Referenz	Gleichung ($d_{\max}=\)$	d_{\max} berechnet [μm]
Hillert (1965)	$0,44 \cdot d_p / f$	5,7
	$0,67 \cdot d_p / f$	8,7
Haroun und Budworth (1968)	$1,03 \cdot d_p / f^{0,5}$	0,7
Nes (1985)	$1,54 \cdot d_p / f^{0,92}$	12,6
Rios (1987)	$0,17 \cdot d_p / f$	2,2
Doherty (1987)	$1,7 \cdot d_p / f^{0,5}$	1,2
Hillert (1988)	$0,22 \cdot d_p / f^{0,93}$	1,9
	$1,8 \cdot d_p / f^{0,33}$	0,5
Anderson (1989)	$(4,5 \pm 0,8) \cdot d_p / f^{(0,31 \pm 0,02)}$	1,0
Hunderi (1989)	$6,1 \cdot d_p / f^{0,87}$	37,1
Hazzledine und Oldershaw (1990)	$1,8 \cdot d_p / f^{0,5}$	1,2
Gassold (1990)	$0,6 \cdot d_p / f^{0,55}$	0,6
Rios (1996)	$0,33 \cdot d_p / f$	4,3
Gao (1997)	$0,59 \cdot d_p / f^{0,52}$	0,5
Kad und Hazzledine (1997)	$1,41 \cdot d_p / f^{0,5}$	1,0

4.2.6 Auswertung der EBSD Ergebnisse

Aus den EBSD-Untersuchungen einer stranggepressten Probe fällt auf, dass größere Al-Mn-Partikel (Stäbchen / Plättchen) vermehrt entlang der Basalebene des hexagonalen Gitters ausgerichtet sind. Jenes ist auf ein Mitzerrren dieser beim Extrusionsvorgang zurückzuführen. Für die feineren Teilchen konnte jedoch keine Vorzugsorientierung festgestellt werden.

4.3 Auswertung der TEM-Ergebnisse

Zur Untersuchung der Dispersoidmorphologie wurden Kippbilder von -60° bis $+60^\circ$ in 10° Intervallen im Modus STEM-HAADF (Ordnungszahlkontrast) erstellt (siehe Abbildung 42). Aus den untersuchten Bildreihen wird es immer deutlicher, dass die feinen Al-Mn-Teilchen hauptsächlich als Plättchen im Gefüge vorkommen und die Stäbchen eher eine Nebenfraktion darstellten, beziehungsweise diese nur aufgrund der Betrachtungsebene als Stäbchen wahrgenommen werden. Die feinsten der gefundenen Dispersoide besitzen scheinbar eine kugelige Form. Dies kann in den Aufnahmen jedoch täuschen, wenn beispielsweise die Dicke

eines zu wachsen beginnenden Plättchens zwar schon eine gewisse Größe besitzt, der Radius aber noch klein ist.

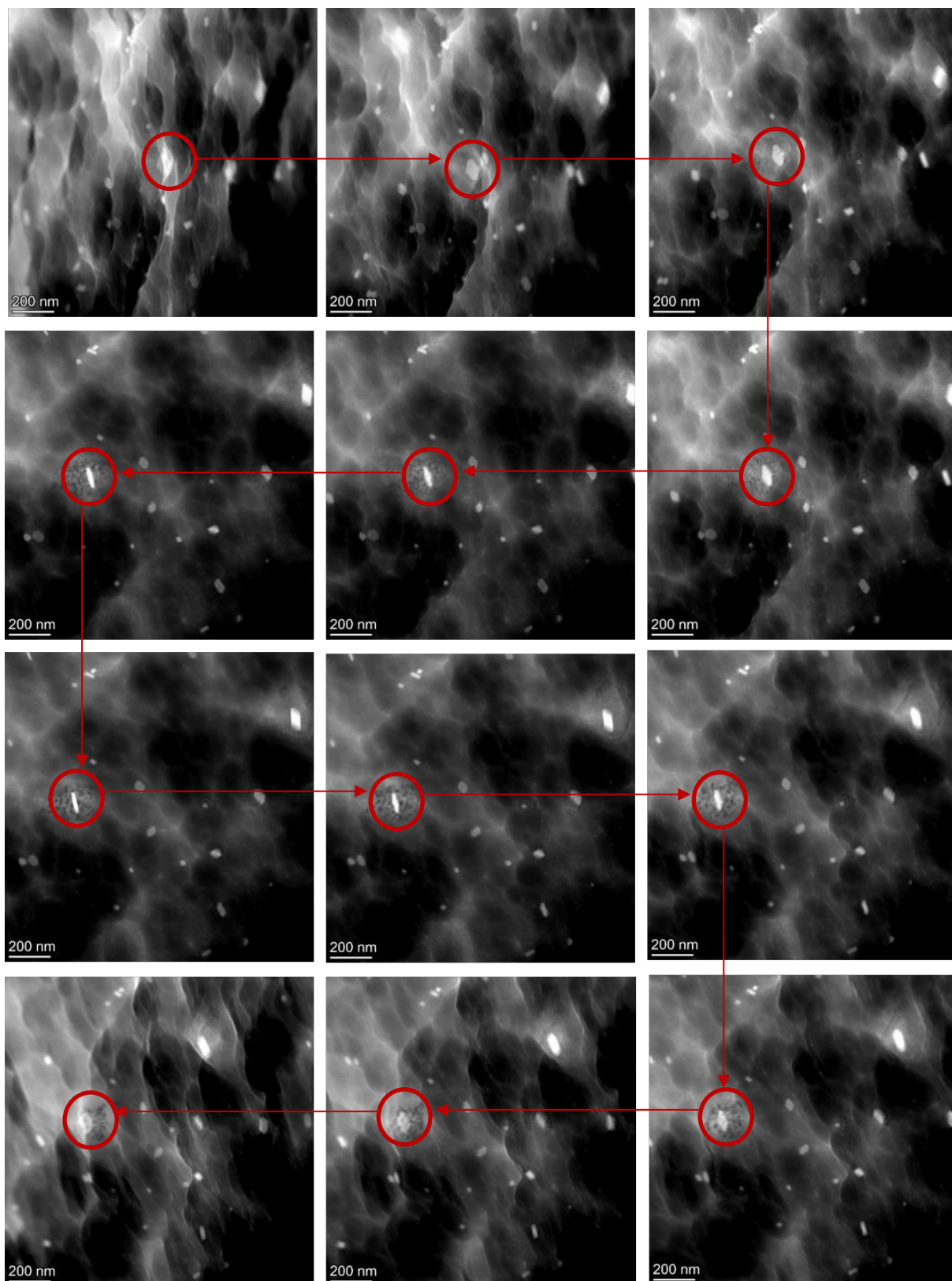


Abbildung 42: STEM-HAADF Kippbilder bei 79000-facher Vergrößerung

Ein EDX-Mapping bestätigt die vorliegenden Teilchen als Al-Mn-Partikel. Dies ist in Abbildung 43 zu erkennen. Da die im TEM kleinsten gefundenen Teilchen eine Größe von zirka 10 nm aufweisen, stimmen diese Ergebnisse gut mit der in Kapitel 4.2.5 angenommenen Mindestgröße bei der Dispersoidauswertung überein.

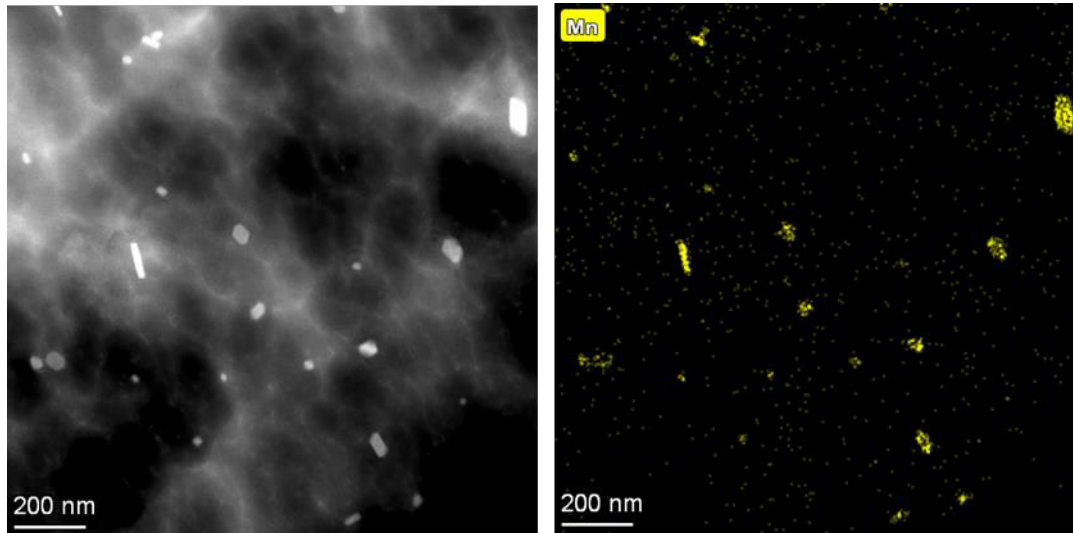


Abbildung 43: (a) STEM-HAADF Aufnahme (b) EDX-Mapping in Hinblick auf den Mn-Gehalt bei 79000-facher Vergrößerung

Der durchstrahlbare Bereich ist mit zirka 3 Mikrometer sehr klein. Er spiegelt die Empfindlichkeit des Magnesiums auf aggressive Ätzmittel wider, weshalb das elektrolytische Dünnen als Verfahren zur TEM-Proben Herstellung als weniger günstig angesehen werden kann.

5 Diskussion

Die LIM-Images des Guss-Gefüges zeigen ein grobes Korn mit einer mittleren Sehnenlänge von $0,67 \pm 0,04$ mm mittig und $0,52 \pm 0,05$ mm am Rand. Während der Homogenisierung kommt es zu keinem wesentlichen Wachstum der Körner. Eine Besonderheit in diesen beiden Materialzuständen ist das häufige Auftreten von Zwillingsgrenzen (siehe Abbildung 28), welche sich nach der Erstarrung, während der Abkühlung, durch innere Spannungen gebildet haben müssen. Nach dem Extrusionsvorgang liegt ein Mischgefüge aus fein rekristallisierten Körnern entlang von größeren stark verzerrten Körnern vor. Die Keimbildung neuer Kristallite scheint verstärkt entlang bereits vorhandener Korngrenzen auszugehen, woraus sich eine Halsketten-Struktur (siehe Abbildung 44 a) ergibt. Die Anzahl an nicht rekristallisierten Körnern ist am Rand des Strangpressprofils geringer als in der Mitte. Während der T5-Wärmebehandlung bei 200 °C über einen Zeitraum von einer Stunde bleibt das Erscheinungsbild dasselbe wie nach dem Strangpressen. Es ist lediglich ein Wachstum der feinen rekristallisierten Körner festzustellen. Erst bei der Lösungsglühung bei 490 °C und anschließender Auslagerung bei 200 °C (T6-Wärmebehandlung) rekristallisiert das Gefüge vollständig. Es ist weitgehend homogen und die gemessene mittlere Sehnenlänge beträgt $24\text{ }\mu\text{m}$. Eine Querprobe (siehe Abbildung 44 b) bestätigt, dass die durch den Extrusionsvorgang stark länglich verzerrten Körner durch die T6-Behandlung rundlich rekristallisiert sind.

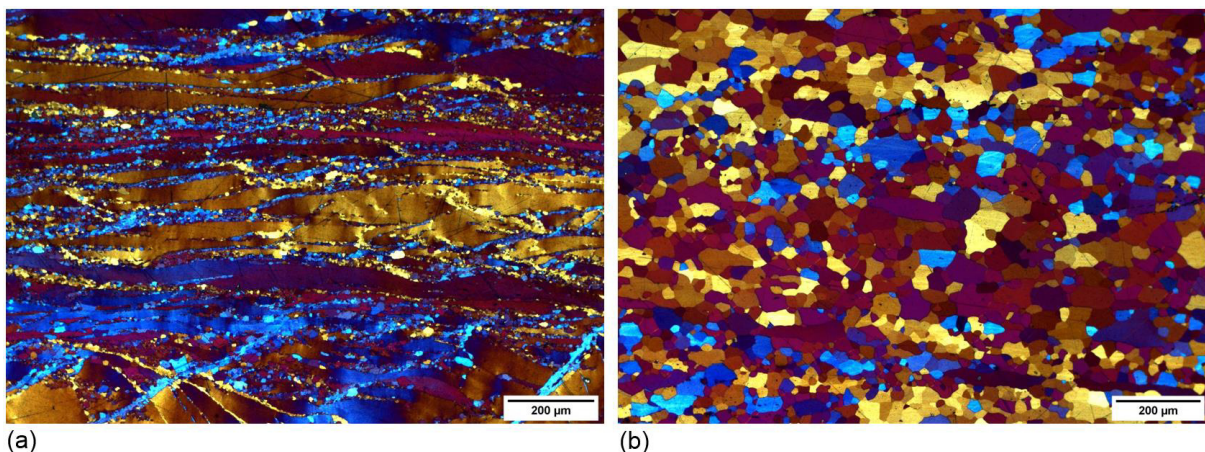


Abbildung 44: (a) extrudiertes- und (b) T6-Gefüge bei 100-facher Vergrößerung senkrecht zur Extrusionsrichtung

Mithilfe von EDX-Analysen im REM sind die vorhandenen Phasen näher untersucht worden. In den Gussproben sind grobe primäre Al-Mn, Al-Ca- als auch Si-Ca-Phasen vorhanden. Deren Erscheinung ist durch die Berechnungen mit FacSage 7.3 (siehe Abbildung 15) bestätigt. Al-Mn-Phasen kennzeichnen sich im BSE-Kontrast als hellste Phase und liegen zumeist facettiert oder stäbchenförmig vor. Feine, sekundär ausgeschiedene Dispersoide sind

nach dem Abguss kaum zu sehen. Die Al-Ca-Phasen kommen im Gussgefüge häufig rundlich und lamellenartig oder seltener länglich an den Korngrenzen vor. Die Si-Ca-Phasen (beziehungsweise die Si-Verunreinigungen) resultieren aus dem Herstellungsprozess von Magnesium, bei welchem gebrannter Dolomit mit Ferrosilizium in einer Stahlretorte bei einem Unterdruck von 0,13 mbar und einer Temperatur von 1170 °C zu Magnesium reduziert wird (Pidgeon-Verfahren) [7]. Sie sitzen bevorzugt an den Korngrenzen, besitzen eine längliche Form und sind morphologisch nur schwer von den Al-Ca-Phasen zu unterscheiden. Nach der Homogenisierung verschwinden die rundlich-, lamellenförmigen Al-Ca-Phasen nahezu vollständig, während die Länglichen erhalten bleiben. Die größere Oberfläche begünstigt die Auflösung dieser diskontinuierlich erstarrten Al-Ca-Phase. Si-Ca-Teilchen sind hingegen thermisch stabil, was auch die FactSage Berechnung bestätigt, und lösen sich nicht. In großer Anzahl treten feine (durchschnittlich 24 nm), sekundär ausgeschiedene Al-Mn-Dispersoide nach der Homogenisierungsglühung auf, welche ihre stäbchen-, beziehungsweise plättchen-artige Struktur über den weiteren Prozessen beibehalten. Nach dem Extrusionschritt wurden keine Si-haltige Partikel mehr gefunden. Intermetallische Phasen, welche Silizium enthalten, sind zumeist sehr spröde. Dadurch kann eine Zermalmung dieser während der Verformung angenommen werden. Grobe längliche Al-Ca-Phasen sind nach der Extrusion kaum noch vorhanden. Im T6-Zustand liegen weiters vereinzelt Al-Ca-Teilchen im Gefüge vor. Die Lösungsglühung bei 490 °C über einen Zeitraum von 20 Minuten war nicht ausreichend, um das gesamte Kalzium für ein maximales Aushärtungspotential zu lösen. Zudem fallen Mg-Ca-Phasen auf, was ebenfalls auf eine zu niedrige Glühtemperatur schließen lässt (siehe Phasendiagramm der Versuchslegierung in Abbildung 14).

Im Legierungssystem AXM wird eine hohe Festigkeit durch die Ausscheidung metastabiler Phasen und Kornfeinung erreicht. Ein feines Korn ist in Magnesiumlegierungen besonders bedeutsam, da die Hall-Patch-Konstante für Magnesium mit $150\text{-}250 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$ wesentlich größer ist, als jene von beispielsweise Aluminium mit nur $40 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$. [4] Während das Korn im Gusszustand eine mittlere Sehnenlänge von 0,67 mm aufweist, wird durch Rekristallisation im T6-Zustand eine Reduktion dieser auf 24 μm erreicht. Nach [42] ergibt sich daraus eine mittlere Korngröße von 36 μm . Aus der Hall-Patch-Gleichung (siehe Gleichung 5 in Kapitel 2.3.4) ist der Festigkeitsanstieg im Vergleich zum Einkristall berechenbar und beläuft sich auf 33 MPa bei der Annahme einer mittleren Hall-Patch-Konstante von $200 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$. Nach Gleichung 4 (Zener-Formel) sollte die maximale Körngröße unter Berücksichtigung der gemessenen und berechneten Werte aus Tabelle 7 und 8 bei 8,7 μm begrenzt sein, was einen Anstieg der Festigkeit von über 67 MPa, also mehr als das doppelte, zur Folge hätte. Außerdem wären die Duktilität und Umformbarkeit bei einem kleineren Korn ebenso eine bessere.

Verantwortlich für das feine Korn sind die während der dreistufigen Homogenisierungsglühung gebildeten Al_3Mn_5 -Phasen. Diese pinnen die Korngrenzen im Anschluss an die Rekristallisation und verhindern eine Vergrößerung. Nach [4] sollten diese in allen Gefügeständen ähnlich in ihrer Größe sein. Jenes hat sich in unseren Fall nicht bestätigt. Die Dispersoid-Auswertung der REM-Bilder (BSE-Kontrast) im Programm „ImageJ“ zeigen, wie in Abbildung 40 gut zu sehen ist, dass ein Wachstum der Dispersoide von 24 nm nach dem Homogenisieren auf 36 nm im T6-wärmebehandelten Zustand stattgefunden hat. Dadurch lässt die Festhalte-Kraft der Teilchen auf die Korngrenzen nach und d_z steigt. Während die Messungen im homogenisierten Zustand aufgrund der noch sehr feinen Teilchen vielversprechende Werte lieferte ($d_z = 3,4 \mu\text{m}$), sollte im T6-Zustand d_z wie bereits erwähnt auf $8,7 \mu\text{m}$ ansteigen. Da jener Wert jedoch ebenso weit von der tatsächlich gemessenen Korngröße von $36 \mu\text{m}$ entfernt ist, wurden modifizierte Zener-Formeln aus wissenschaftlichen Arbeiten mit den gemessenen Werten getestet, um möglicherweise einen besseren Zusammenhang der Teilchenauswertung mit der Korngröße zu vereinbaren. Mit nur einer Ausnahme lieferten diese Formeln noch unpassendere Werte (siehe Tabelle 9). Jene Modifikation der Zener-Formel wurde nach O. Hunderi et.al [43] unter Mitberücksichtigung der Zugwirkung der Teilchen vor der sich vorwärtsbewegenden Korngrenze (Louat-Effekt) gefunden. Diese Formel lässt sich auf das Legierungssystem AXM im T6-wärmebehandelten Zustand anwenden, da bei kleinen Volumenanteilen ($f < 0,03$) die Zenerreibung gut anhand Gleichung 9 beschreibbar sein soll, was einen Zener-Durchmesser von $37,1 \mu\text{m}$ liefert. Jener Wert passt gut mit der gemessenen Korngröße von $36 \mu\text{m}$ im T6-Zustand überein. Zum Vergleich der Volumenanteil an Al-Mn-Dispersoide in einer T6-Probe der Versuchslegierung beträgt nur 0,0028.

$$p_z = \frac{0,33 \cdot \gamma \cdot f^{0,87}}{\frac{d_p}{2}} \quad (9)$$

Die rücktreibende Kraft, welche dem Kornwachstum entgegenwirkt, wird durch eine Energieverringerng durch Einsparung von Grenzfläche über Partikel hervorgerufen, während sich die Korngrenze durch die Teilchen bewegt (siehe Kapitel 2.3.2). Allerdings können verschiedene Gegebenheiten diese Festhaltekraft der Partikel einerseits verstärken, aber auch abschwächen.

In der Ergebnisauswertung wurde zur Berechnung des Zener-Durchmessers die mittlere Partikelgröße und Volumenanteil herangezogen. Nach Eivani et.al [44] hat jedoch auch die Größenverteilung der Teilchen Einfluss auf die Zenerkraft. Über die Einteilung der Partikel in Größenkategorien kann ein Faktor (siehe Gleichung 10) berechnet werden. Durch dessen kehrwertigen Einsatz in die Zener-Formel (Gleichung 4), anstelle des Verhältnisses von Teilchendurchmesser zu Volumenanteil, wird der Größenverteilungseffekt berücksichtigt.

$$I = \sum \frac{f_{(r)}}{r_m} \tag{10}$$

- I..... Faktor zur Berücksichtigung der Größenverteilung der Teilchen
- $f_{(r)}$ Volumenanteil der jeweiligen Teilchenfraktion [-]
- r_m durchschnittlicher Partikelradius der jeweiligen Teilchenfraktion [nm]

Die Geometrie der Teilchen spielt ebenso eine wesentliche Rolle. So pinnen Nadeln besser als Kugeln, da Nadeln beim selben Volumen eine größere Oberfläche besitzen. Dies wurde auch anhand von Monte-Carlo-Simulationen in [22] bestätigt. Abbildung 45 a und b zeigen schematisch die Interaktion der Korngrenze mit einem ellipsoiden Partikel und die Funktion der Zener-Kraft in Abhängigkeit von der Exzentrizität in zwei Fällen. Fall 1 und Fall 2 pinnen die Korngrenzen, je nach ihrer Lage zum Partikel verschieden stark (siehe Gleichung 11 und 12). [20, 45]

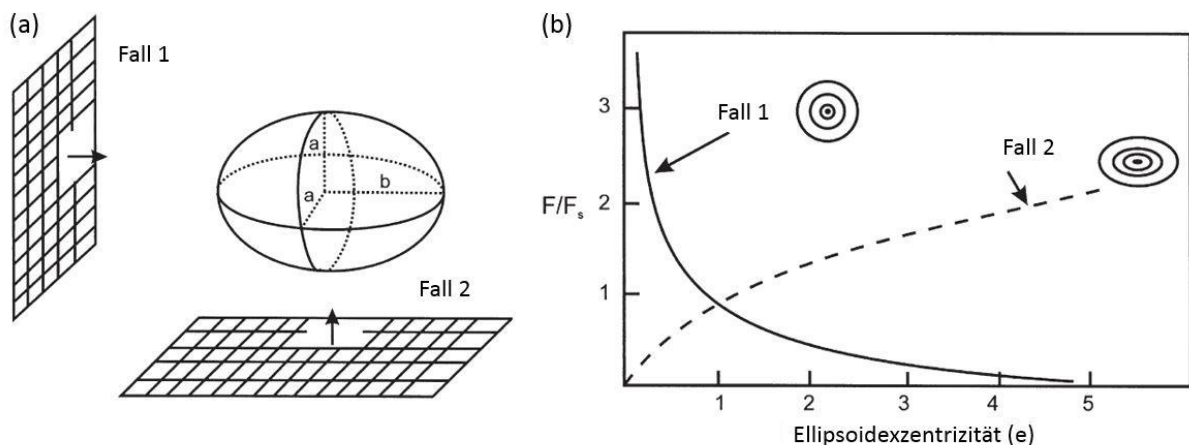


Abbildung 45: (a) Interaktion der Korngrenze mit einem ellipsoiden Partikel in zwei Fällen und (b) die Funktion der Zener-Kraft in Abhängigkeit von der Exzentrizität in den zwei Fällen [20, 45]

$$F_1 = F_Z \cdot \left(\frac{2}{(1+e) \cdot e^3} \right) \tag{11 Fall 1}$$

$$F_2 = F_Z \cdot e^{0,47} \tag{12 Fall 2}$$

- F_1 neue Zenerkraft unter Berücksichtigung von Fall 1 [J/m]
- F_2 neue Zenerkraft unter Berücksichtigung von Fall 2 [J/m]
- e Exzentrizität (wenn $e=1$ ergibt sich eine Kugel)

Zur Berücksichtigung dieser zwei Effekte (Größenverteilung und Exzentrizität) wurden die durch den Zener-Druck begrenzten maximalen Korngrößen neu berechnet (siehe Tabelle 10, jeweils einmal mit dem Kugel- und einmal mit dem Feret-Durchmesser). Hier wurden Partikelgrößen von 10 nm bis 200 nm aus der Auswertung von BSE-Aufnahmen im T6-Zustand berücksichtigt und Gruppen mit je 10 nm Unterschied gebildet.

Tabelle 10: Neu berechnete Zener-Durchmesser unter Berücksichtigung des Größenverteilungseffektes und des Geometrieeffektes für jeweils den Feret- und den Kugeldurchmesser

Berechnungsart	Feret-Durchmesser	Kugeldurchmesser
nach Zener	13,2 µm	32,8 µm
+ Größenverteilungseffekt	16,4 µm	44,5 µm
+ Geometrieeffekt (Fall 1)	15,8 µm	43,0 µm
+ Geometrieeffekt (Fall 2)	18,5 µm	50,4 µm

Es ist zu berücksichtigen, dass in dieser Auswertung durch die Mitnahme der wenigen großen Teilchen der mittlere Partikeldurchmesser stark ansteigt, wodurch die Festhaltekraft der Teilchen insgesamt sinkt und die berechnete Korngröße im Vergleich zur Auswertung in Kapitel 4.2.5 steigt.

Da stäbchenförmige Teilchen durch das Strangpressen in Extrusionsrichtung ausgerichtet werden, könnten die Korngrenzen rekristallisierter Körner in senkrechter Richtung zur Extrusion stärker gepinnt werden. Dieser Effekt würde mit länglichen Körnern in der Querprobe (siehe Abbildung 44) einhergehen. Die stäbchen- oder plättchenförmigen Al-Mn-Dispersoide in der AXM-Legierung scheinen nicht (oder nur schwach) von dem Geometrieeffekt zu profitieren. Durch die STEM-HAADF Aufnahmen (Kippbilder in Abbildung 42) bestätigt sich, dass die Al-Mn-Dispersoide größtenteils plättchenförmig im Gefüge auftreten und die Stäbchen nur eine Nebenfraktion darstellen.

Die Art der Grenzfläche der Partikel hat ebenso Einfluss auf die Zener-Kraft. Durchläuft eine Großwinkelkorngrenze beispielsweise ein Teilchen mit kohärenter Grenzfläche, verliert dieses, während die Korngrenze das Teilchen passiert, die Kohärenz zur Matrix. Da eine inkohärente Grenzfläche aber eine höhere Grenzflächenenergie besitzt als eine kohärente, muss bei dieser Umwandlung Energie aufgebracht werden, woraus eine rücktreibende Kraft resultiert. Kohärente Partikel wirken daher einem Kornwachstum stärker entgegen als inkohärente Teilchen (bei gleicher Größe pinnen Erstere doppelt so effektiv die Korngrenze wie Letztere). Sehr kleine inkohärente Partikel sind in der Matrix weniger stabil. Dieser Stabilitätsverlust geht mit dem Auflösen und erneuten Ausscheiden des Teilchens in kohärenter Orientierung während der Durchwanderung der Korngrenze einher. Eine andere Möglichkeit, wie kohärente Partikel auf eine wandernde Korngrenze reagieren können, ist dass

diese von ihnen geschnitten werden und die Orientierungsänderung mitmachen. Abbildung 46 demonstriert diese Mechanismen. [45] Nach den oben beschriebenen Effekt, wäre auch eine Auswertung der kohärenten, metastabilen Al_2Ca -Vorläuferphasen von Interesse.

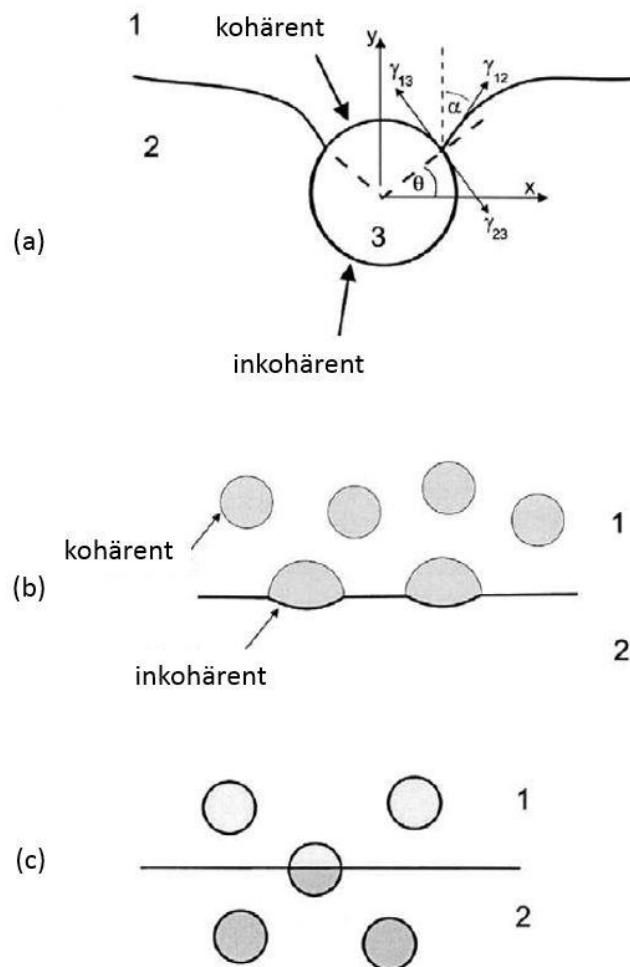


Abbildung 46: (a) Reaktion der Korngrenze auf ein kohärentes Partikel; (b) die Korngrenze wird durch die Partikel an der Weiterbewegung gehindert; (c) die Korngrenze schneidet die Partikel, wobei sich diese neu orientieren. [45]

Da sich die Al_8Mn_5 Dispersoide nur bei hohen Temperaturen während der Homogenisierungsglühung und in einer Größe von 24 nm ausscheiden (großer kritischer Keimbildungsradius), ist anzunehmen, dass deren Grenzfläche zur Mg-Matrix inkohärent ist. Auch die Korrelation Korn- zu Partikelgröße spielt eine Rolle bei der Rückhaltekraft von Teilchen auf die Korngrenze. Wie anhand Abbildung 47 zu sehen ist, steigt diese mit steigender Korngröße auf ein Maximum an und fällt dann wieder auf die ursprüngliche Zener-Kraft (ρ_z) ab. [45] Da die Korngröße selbst im rekristallisierten Bereich deutlich größer als die Partikelgröße ist, trifft nur der rechte Teil nach dem Maximum auf die Versuchslegierung zu, was der üblichen Zener-Kraft entspricht. Interessanterweise könnten sehr kleine Körner (in einem bestimmten Größenintervall) durch dieselbe Teilchendispersion besser gepinnt werden als größere.

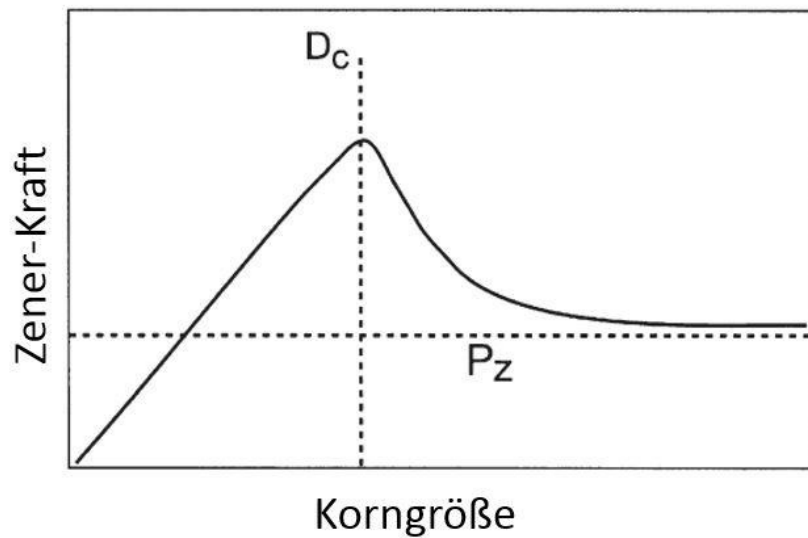


Abbildung 47: Effekt der Korngröße bei gegebener Partikeldispersion auf die Zener-Kraft [45]

Die REM-Bilder zeigten, dass die Dispersoide keiner speziellen Verteilung unterliegen und homogen im Gefüge verstreut sind. Zudem fällt auf, dass die feinen, hellen Teilchen eher selten direkt an den Korngrenzen liegen (siehe Abbildung 48). Jenes lässt auf ein nicht allzu ausgeprägtes Pinning-Potenzial der Al-Mn-Partikel schließen.

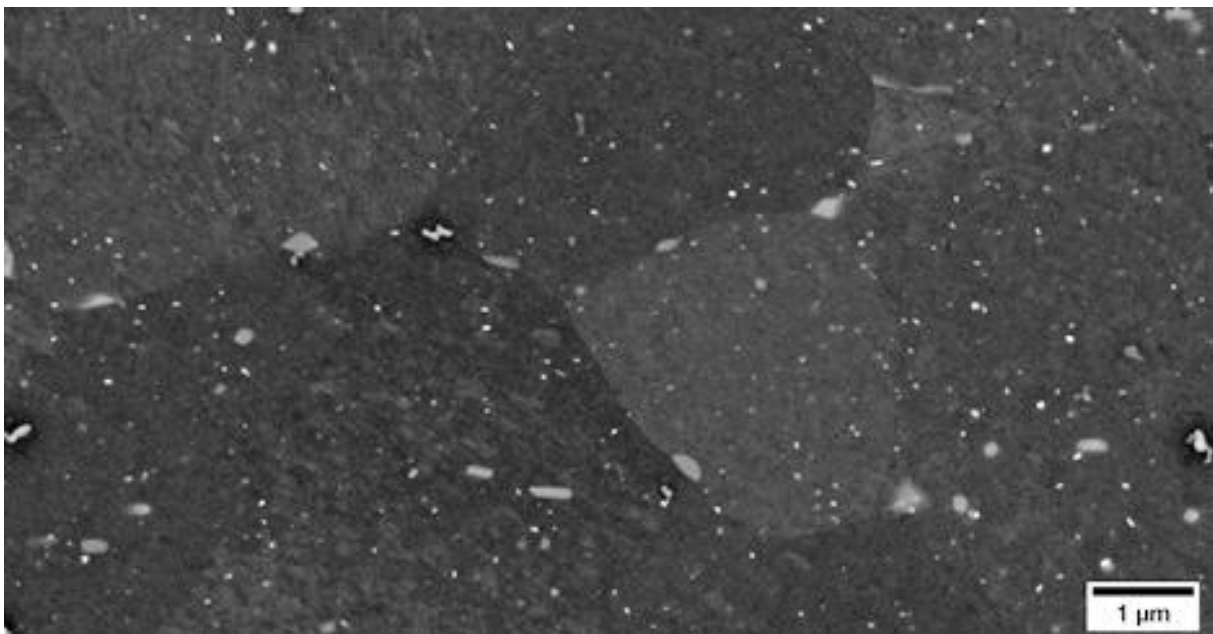


Abbildung 48: BSE-Aufnahme im stranggepressten Zustand (rekristallisiertes Gefüge)

6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel dieser Arbeit war es, die Mikrostruktur der Magnesiumlegierung AXM über die gesamte Prozesskette vom Gusszustand bis hin zum Schmiedestück zu charakterisieren. Um Auswertungen im Licht- und im Rasterelektronenmikroskop zu ermöglichen, war es zuerst nötig, ein neues Schleif- und Polierprogramm sowie ein Verfahren zur Gefügeätzung zu entwickeln. Im Anschluss konnte die Korngröße und die Gefügestruktur im LIM, und die vorhandenen Phasen im REM analysiert werden. Das Probenmaterial für die Untersuchungen wurde vom Leichtmetallkompetenzzentrum Ranshofen zur Verfügung gestellt.

Zu Beginn lag der Fokus darauf, eine geeignete Präparationsroute für Magnesium zu finden. Die Schliffherstellung, welche in Kapitel 3.4 genau beschrieben ist, verlangte nach anderen Parametern als zum Beispiel für die Herstellung von Schliffen aus Aluminium oder Stahl. Es musste auch eine spezielle Polierlösung, eine Mischung aus Ammoniak und OPS-Suspension, getestet und angepasst werden. Zur Entfernung der OPS-Partikel von der polierten Oberfläche erwies sich eine Ultraschallbehandlung als besonders geeignet. Für eine Gefüge-Ätzung wurde mit diversen Säuren experimentiert und schlussendlich ein sehr gut geeignetes Mittel entdeckt. Die Herstellung dieses Ätzmittels, bestehend aus Pikrinsäure-Ethanol-Lösung und mit destilliertem Wasser verdünnte Essigsäure, ist in Kapitel 3.4.1 erklärt.

Im LIM wurden die Gefügestände der Prozesskette untersucht und die Korngröße bestimmt. Im Gusszustand ist die mittlere Sehnenlänge mit 0,67 mm relativ groß. Durch die Homogenisierung ändert sich das Gefüge kaum. Während dem Strangpressen kommt es zur dynamischen Rekristallisation und es entsteht eine Halsketten-Struktur (fein rekristallisierte Körner bilden sich entlang von großen länglich verzerrten Körnern). Im T5-Zustand bleibt dieses Mischgefüge erhalten, wobei jedoch ein Wachstum der fein rekristallisierten Körner zu erkennen war. Erst nach der Lösungsglühung und anschließender Auslagerung (T6-Zustand) rekristallisiert das Gefüge vollständig. An diesem Punkt sind die Körner weitgehend homogen mit einer mittleren Sehnenlänge von 24 μm .

EDX-Analysen zeigten im Gusszustand grobe rundliche Al-Ca-Phasen, deren innere Struktur lamellenförmig ausgeprägt ist. Jene Phasen sind auch in länglicher Form an den Korngrenzen anzutreffen (siehe Abbildung 33 b). Außerdem sind Si-Ca-Teilchen im Gefüge, welche leicht mit den länglichen Al-Ca-Phasen zu verwechseln sind, so wie auch grobe primäre Al-Mn-Phasen, vorhanden. Durch die Homogenisierung lösen sich die rundlichen Al-Ca-Teilchen, wobei die länglichen weiter erhalten bleiben. Zudem scheiden sich sekundär Al-Mn-Partikel in einer Größenordnung von durchschnittlich 24 μm aus, welche über den weiteren Prozessschritten bis auf 36 μm wachsen. Die Auswertung im TEM (siehe Abbildung 42) zeigt, dass jene Dispersoide in ihrer Morphologie hauptsächlich als Plättchen vorkommen. Die Si-Ca-Teilchen lösen sich durch die Homogenisierungsglühung nicht, wurden aber nach

dem Strangpressen nicht mehr gefunden. Im T6-Zustand sind neben den Al-Ca-Phasen nun auch Mg-Ca-Phasen (siehe Abbildung 38) vorhanden. Das Vorhandensein von Mg-Ca-Teilchen lässt auf eine zu niedrige Temperatur während der Lösungsglühung schließen, sodass sich diese laut dem Phasendiagramm (Abbildung 14) bilden. Dass Al-Ca-Phasen an diesem Punkt noch auftreten, zeigt, dass auch die Glühdauer zu kurz angesetzt war, um alles zu lösen und ein maximales Aushärtungspotenzial zu erreichen.

Die Ergebnisauswertung der REM-Bilder im BSE-Kontrast konzentrierte sich auf eine Dispersoidanalyse der Al-Mn-Teilchen, da diese die wesentliche Rolle bei der Kornfeinung durch Rekristallisation spielen. Angefangen vom Homogenisierten- bis hin zum T6-Zustand würden BSE-Aufnahmen mit dem Bildbearbeitungsprogramm ImageJ die Größe und die Flächenanteile der Dispersoide erfasst. Jene Daten konnten mit Monte-Carlo-Simulationen in dreidimensionale Werte (Volumenanteile) umgerechnet, und durch Einsetzen in die Zener-Formel die theoretisch maximalen Korngrößen bestimmt werden. Da sich die Simulation der Tiefenerstreckung auf kugelförmige Teilchen bezieht, die tatsächlich vorhandenen Partikel aber in unterschiedlichen Formen auftreten (Nadeln und Plättchen), sind die berechneten Ergebnisse keine exakten Werte, jedoch gute Näherungen. Dadurch, dass der Zener-Durchmesser (8,7 μm) weit von der bestimmten Korngröße im T6-Zustand (36 μm) entfernt ist, wurden weitere Formeln auf die Anwendbarkeit in diesem Fall getestet. Eine modifizierte Zener-Formel nach O. Hunderi et al. [43] stimmt mit den Ergebnissen der Teilchenauswertung gut mit der gemessenen Korngröße überein.

Die vielen Überlegungen und wissenschaftliche Arbeiten, welche zu unterschiedlichen modifizierten Formen der Zener-Formel führten, zeigen die Komplexität der tatsächlichen Interaktion von Teilchen mit Korngrenzen, die bis heute noch nicht ausführlich geklärt ist. Für noch genauere Erkenntnisse über die im Gefüge vorhandenen Partikel und ihrer Wirkung wären weitere Forschungsarbeiten mit Geräten höherer Auflösung in Verbindung mit den in dieser Arbeit präsentierten Ergebnissen, erforderlich. Insbesondere in-situ-Versuche wären von Interesse, um im TEM die Bildung von Dispersoiden oder metastabilen Phasen zu beobachten, und mit den vorliegenden Wärmebehandlungsabläufen abzugleichen.

7 Literaturverzeichnis

- [1] Sillekens W.H., Kurz G. und Werkhoven R.J.: Magnesium forging technology: State-of-the-art and development perspectives. IOS Press, (2010).
- [2] Dziubińska A. et al.: The forming of Magnesium alloy forgings for aircraft and automotive applications. *Advances in Science and Technology Research Journal*, 10 (2016), 158–168.
- [3] Nikolaus Papenberg et al.: Mg-Alloys for Forging Applications—A Review. *Materials*, (2020).
- [4] Cihova M. et al.: Rational design of a lean magnesium-based alloy with high age-hardening response. *Acta Materialia*, 158 (2018), 214–229.
- [5] Pogatscher S.: Vorlesung: Nichteisenmetall-Legierungen, Leoben (2019).
- [6] Moeller E. (Hg.): *Handbuch Konstruktionswerkstoffe*. Hanser, München (2014).
- [7] Antrekowitsch H.: Vorlesung: Primärmetallurgie und Recycling von Nichteisenmetallen II, Leoben (2017).
- [8] Moosbrugger C. (Hg.): *Engineering properties of magnesium alloys*. ASM International, Materials Park, Ohio (2017).
- [9] Avedesian M. M. (Hg.): *Magnesium and magnesium alloys*. ASM International, Materials Park, OH (1999).
- [10] Li P., B. Tang und E. G. Kandalova: Microstructure and properties of AZ91D alloy with Ca additions. *Materials Letters*, 59 (2005), 671–675.
- [11] Masood Chaudry U. et al.: On the High Formability of AZ31-0.5Ca Magnesium Alloy. *Materials*, 11 (2018), 2201.
- [12] Nakata T. et al.: High-speed extrusion of heat-treatable Mg–Al–Ca–Mn dilute alloy. *Scripta Materialia*, 101 (2015), 28–31.
- [13] Luo A. A., B. R. Powell und M. P. Balogh: Creep and microstructure of magnesium-aluminum-calcium based alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33 (2002), 567–574.
- [14] Nie J.-F.: Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43 (2012), 3891–3939.
- [15] Papenberg N. und S. Gneiger: Closed Die Forging of Mg-Al-Zn-Ca-Y Alloys. *Materials Science Forum*, 918 (2018), 28–33.

-
- [16] Staroselsky A. und L. Anand: A constitutive model for hcp materials deforming by slip and twinning. *International Journal of Plasticity*, 19 (2003), 1843–1864.
- [17] Altwicker H. et al.: *Magnesium und seine Legierungen*. In: *Klassiker der Technik*. Springer, Berlin, Heidelberg (2001).
- [18] Gottstein G.: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. In: *Springer-Lehrbuch*. Springer Vieweg, Berlin (2014).
- [19] P.A. Manohar, M. Ferry, T. Chandra: Five decades of Zener Equation. *ISIJ International*, Vol. 38 (1998)
- [20] E. Nes, N. Ryum, O. Hunderi: On the Zener Drag. *Acta Metall* (1984)
- [21] M.P.Anderson, G.S.Grest, R.D.Doherty, Kang Li and D. J. Srolovitz: Inhibition of grain growth by second phase particles: Three dimensional Monte Carlo computer simulations. *Scripta Metallurgica* Vol. 23 (1989)
- [22] Bimal K. Kad, Peter M. Hazzledine: Monte Carlo simulations of grain growth and Zener pinning. *Material Science and Engineering A238* (1997) 70-77 (1997)
- [23] Colleen Bettles M. B.: *Advances in wrought magnesium alloys Fundamentals of processing, properties and applications*. In: *Woodhead Publishing in materials*. Woodhead Publishing, Oxford, Philadelphia PA (2011).
- [24] Fatemi-Varzaneh S. M., A. Zarei-Hanzaki und H. Beladi: Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 456 (2007), 52–57.
- [25] Matthew Robert Barnett: *Quenched and Annealed Microstructures of Hot Worked Magnesium AZ31*. *Materials Transactions*, (2003).
- [26] Beer A. G. und M. R. Barnett: The post-deformation recrystallization behaviour of magnesium alloy Mg–3Al–1Zn. *Scripta Materialia*, 61 (2009), 1097–1100.
- [27] Hofstetter J. et al.: Processing and microstructure–property relations of high-strength low-alloy (HSLA) Mg–Zn–Ca alloys. *Acta Materialia*, 98 (2015), 423–432.
- [28] Su J. et al.: Effect of dynamic precipitation and twinning on dynamic recrystallization of micro-alloyed Mg–Al–Ca alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 587 (2013), 27–35.
- [29] Beer A. G. und M. R. Barnett: Microstructure evolution in hot worked and annealed magnesium alloy AZ31. *Materials Science and Engineering: A*, 485 (2008), 318–324.
- [30] Barrett C. D. et al.: Effect of grain boundaries on texture formation during dynamic recrystallization of magnesium alloys. *Acta Materialia*, 128 (2017), 270–283.

- [31] del Valle J. A. und O. A. Ruano: Influence of texture on dynamic recrystallization and deformation mechanisms in rolled or ECAPed AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 487 (2008), 473–480.
- [32] Andersson P., C. H. Cáceres und J. Koike: Hall-Petch Parameters for Tension and Compression in Cast Mg. *Materials Science Forum*, 419-422 (2003), 123–128.
- [33] Hansen N.: The effect of grain size and strain on the tensile flow stress of aluminium at room temperature. *Acta Metallurgica*, 25 (1977), 863–869.
- [34] Jayaraj J. et al.: Enhanced precipitation hardening of Mg–Ca alloy by Al addition. *Scripta Materialia*, 63 (2010), 831–834.
- [35] Li Z. T. et al.: Effect of Ca/Al ratio on microstructure and mechanical properties of Mg–Al–Ca–Mn alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 682 (2017), 423–432.
- [36] Nakata T. et al.: Optimization of Mn content for high strengths in high-speed extruded Mg-0.3Al-0.3Ca (wt%) dilute alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 673 (2016), 443–449.
- [37] Nakata T. et al.: Strong and ductile age-hardening Mg–Al–Ca–Mn alloy that can be extruded as fast as aluminum alloys. *Acta Materialia*, 130 (2017), 261–270.
- [38] Khan S. A. et al.: Influence of Mn content on mechanical properties and fatigue behavior of extruded Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 420 (2006), 315–321.
- [39] Günter Petzow, G. Petzow und V. Carle: Ätzen // Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen. In: *Materialkundlich-technische Reihe*, Band: 1. Borntraeger, Stuttgart (2004 // 1994).
- [40] Weißensteiner I.: *Übungen zu Nichteisenmetall-Legierungen: Metallographie* (2019).
- [41] Österreicher J. A. et al.: Information depth in backscattered electron microscopy of nanoparticles within a solid matrix. *Materials Characterization*, 138 (2018), 145–153.
- [42] Han J.-H. und D.-Y. Kim: Analysis of the proportionality constant correlating the mean intercept length to the average grain size. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (1995), 3185–3188.
- [43] O. Hunderi, E. Nes und N. Ryum: On the Zener Drag-Addendum. *Acta Metallurgica*, (1988).
- [44] Eivani A. R. et al.: Effect of the Size Distribution of Nanoscale Dispersed Particles on the Zener Drag Pressure. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42 (2011), 1109–1116.

- [45] Humphreys F. J. und M. Hatherly: Recrystallization and related annealing phenomena. Elsevier, Amsterdam (2004).

8 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Beispiele für Anwendungen von Magnesiumlegierungen in der Automobilindustrie [2]	1
Abbildung 2: Phasendiagramme von (a) Mg-Al, (b) Mg-Ca, (c) Mg-Zn und (d) Mg-Mn	5
Abbildung 3: Hexagonales Kristallgitter (Basalgleitung, Prismengleitung, Pyramidengleitung) [16].....	6
Abbildung 4: Zwillingsbildung in hexagonalen Kristallen; (a) hexagonales Gitter; (b) Umklappvorgang und Zwillingsbildung; Zwillingssebene (ZE) {1012}, Verschiebungsebene (VE) {1210}, Verschiebungsrichtung (VR) $\langle 1011 \rangle$ [18].....	7
Abbildung 5: Die wichtigsten Mg-Märkte [7]	7
Abbildung 6: Wahre Spannungs-Dehnungskurven einer AZ31 bei verschiedenen Umformparametern [24]	13
Abbildung 7: Einfluss des Z-Werts auf den Volumenanteil dynamisch rekristallisierter Körner (a) und der Korngröße (b); Einfluss der Dehnung auf den Volumenanteil dynamisch rekristallisierter Körner (c) und der Korngröße (d) adaptiert nach [24]	14
Abbildung 8: Ein Versetzungsaufstau in Korn 1 aktiviert eine Versetzungsquelle (S_2) in Korn 2 [18].....	15
Abbildung 9: Phasendiagramme von AXM als Funktion von Al und Ca mit Variationen von (a) Mangangehalt und (b) Temperatur. (c) Phasenanteile in Abhängigkeit von der Temperatur für die Legierung AXM100 (Mg-Al _{0,6} -Ca _{0,28} -Mn _{0,25} in Gew.-%). (d) Thermomechanische Prozessabfolge und Definition der Temperaturen T5 und T6. [4]	18
Abbildung 10: Vickershärte als Funktion der Auslagerungszeit bei 200 °C und verschiedener Extrusionsgeschwindigkeiten (a) und Spannungs-Dehnungs-Kurven nach unterschiedlicher thermomechanischer Behandlung (b) der AXM100-Legierung [4]	20
Abbildung 11: Prozessfenster (grün) für eine gute Oberflächenqualität beim Strangpressen von AXM100 [4].....	21
Abbildung 12: Auswirkung des Mangangehalts das Extrusionsergebnis (Extrusionsgeschwindigkeit: 60 m/min, Temperatur: 400 °C) [36].....	22
Abbildung 13: Versuchsplanung	24
Abbildung 14: Phasendiagramm der Versuchslegierung (a) Soll- und (b) Ist-Zusammensetzung	25
Abbildung 15: Prozessbetrachtung	25

Abbildung 16: Probenaufteilung Guss- und homogenisiertes Material	25
Abbildung 17: Schema der 3-stufigen Homogenisierungsbehandlung	26
Abbildung 18: Schematische Darstellung der (a) T5-Wärmebehandlung, (b) T6- Wärmebehandlung	26
Abbildung 19: Skizze der Probenentnahme bei (a) Extrudierten, T5, T6 und bei (b) Guss und homogenisiertem Material	27
Abbildung 20: Probenentnahme Schmiedeproben.....	28
Abbildung 21: Vorbereitungen zum Schleifen: (a) Probenhalter, Stahlzylinder, Wachs; (b) Heizplatte; (c) am Probenhalter befestigte Proben; (d) Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin-30	29
Abbildung 22: Vorgehensweise im Anschluss zum Polierschritt: (a) Probenhalter samt Proben eingelegt in einem Ethanolbad; (b) Ultraschallbehandlung; (c) Entfernung des restlichen OPS-Rückstands mithilfe eines Gummihandschuhs und Isopropanol	31
Abbildung 23: Vorbereitungen zum Ätzen mit Pikrinsäure	33
Abbildung 24: Bestimmung der mittleren Sehnenlänge im Programm PxF Workbench	34
Abbildung 25: Gussgefüge mittig (a) und am Rand (b), Homogenisiertes Gefüge mittig (c) und am Rand (d)	36
Abbildung 26: Polierter und geätzter Schliff einer AXM Gussprobe	37
Abbildung 27: Zwillinge in der AXM-Gussprobe.....	37
Abbildung 28: Stranggepresstes Gefüge bei (a) 25-facher und (b) 500-facher Vergrößerung parallel zur Extrusionsrichtung	38
Abbildung 29: T5-Gefüge bei (a) 25-facher und (b) 500-facher Vergrößerung parallel zur Extrusionsrichtung.....	38
Abbildung 30: T6-Gefüge bei (a) 25-facher und (b) 200-facher Vergrößerung parallel zur Extrusionsrichtung.....	39
Abbildung 31: Geschmiedetes und T5-wärmebehandeltes Gefüge: (a) Übersichtsbild bei 12,5-facher Vergrößerung und (b) Aufnahme im mittigen Steg-Bereich bei 200-facher Vergrößerung.....	39
Abbildung 32: Geschmiedetes und T6-wärmebehandeltes Gefüge: (a) Übersichtsbild bei 12,5-facher Vergrößerung und (b) Aufnahme im mittigen Steg-Bereich bei 200-facher Vergrößerung.....	40
Abbildung 33: BSE-Aufnahme eines AXM-Gussgefüges (a) Übersichtsaufnahme und (b) Detail der Primärphasen.....	41
Abbildung 34: Al-Mn-Teilchen (stäbchenförmig)	42
Abbildung 35: Vergleich der Teilchenanzahl (a) einer Gussprobe mit (b) einer homogenisierten Probe	42

Abbildung 36: BSE-Aufnahme einer (a) Teilsaufgelöste Al-Ca-Phase und einer (b) mit Al-Mn-Dispersoiden vergesellschaftete Si-Ca-Phase	43
Abbildung 37: „Janus-Partikel“	43
Abbildung 38: (a) BSE-Aufnahme einer T6-Probe, (b) Line Data 24 (Mg-Ca-Phase C14), (c) Line Data 25 (Al-Ca-Phase C15 oder Al-Ca-Mg-Phase C36)	44
Abbildung 39: Al-Mn-Dispersoid-Größenverteilung einer (a) homogenisierten, (b) extrudierten, (c) T5- und (d) T6-Probe	45
Abbildung 40: Darstellung der Teilchendurchmesser in den verschiedenen Gefügezuständen	46
Abbildung 41: Polynomiale Regressionsfunktion der maximalen Detektionstiefen der Durchmesserklassen von 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 140, 180 und 220 nm	47
Abbildung 42: STEM-HAADF Kippbilder bei 79000-facher Vergrößerung.....	50
Abbildung 43: (a) STEM-HAADF Aufnahme (b) EDX-Mapping in Hinblick auf den Mn-Gehalt bei 79000-facher Vergrößerung	51
Abbildung 44: (a) extrudiertes- und (b) T6-Gefüge bei 100-facher Vergrößerung senkrecht zur Extrusionsrichtung.....	52
Abbildung 45: (a) Interaktion der Korngrenze mit einem ellipsoiden Partikel in zwei Fällen und (b) die Funktion der Zener-Kraft in Abhängigkeit von der Exzentrizität in den zwei Fällen [20, 45].....	55
Abbildung 46: (a) Reaktion der Korngrenze auf ein kohärentes Partikel; (b) die Korngrenze wird durch die Partikel an der Weiterbewegung gehindert; (c) die Korngrenze schneidet die Partikel, wobei sich diese neu orientieren. [45]	57
Abbildung 47: Effekt der Korngröße bei gegebener Partikeldispersion auf die Zener-Kraft [45].....	58
Abbildung 48: BSE-Aufnahme im stranggepressten Zustand (rekristallisiertes Gefüge)	58

9 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Abkürzungen der Elemente in Magnesiumlegierungen basierend auf der ASTM-Norm [3, 5, 6]	3
Tabelle 2: Soll- und Ist-Zusammensetzung der AXM-Legierung	24
Tabelle 3: Schleifprogramm mit Mehrfachprobenhalter.....	29
Tabelle 4: Ätzmittel nach [39]	32
Tabelle 5: Ätzdauer in Pikrinsäure in Abhängigkeit vom Gefügezustand	33
Tabelle 6: Mittlere Sehnenlängen der verschiedenen Gefügezustände	40
Tabelle 7: Durchschnittlicher Al-Mn-Teilchendurchmesser und Flächenanteile im Intervall 10-80 nm	46
Tabelle 8: Errechneter Volumenanteil an Dispersoiden und durch Zener-Drag begrenzte maximale Korngröße	48
Tabelle 9: Modifizierte Zener-Formel und berechnete maximale Korngrößen mit den für den T6-Zustand bestimmten Werten adaptiert nach [19]	49
Tabelle 10: Neu berechnete Zener-Durchmesser unter Berücksichtigung des Größenverteilungseffektes und des Geometrieeffektes für jeweils den Feret- und den Kugeldurchmesser	56

10 Anhang

In folgender Tabelle sind wie in Tabelle 10 die Zener-Formeln sowie die zugehörigen Referenzen gegeben, als auch Kommentare zu deren Anwendung und/oder Bildung.

Tabelle an modifizierten Zener-Formeln nach [19].

Referenz	Gleichung ($d_{\max=}$)	Kommentare
Hillert (1965)	$0,44 \cdot d_p / f$ $0,67 \cdot d_p / f$	Untergrenze für normale Kornwachstumshemmung. Obergrenze für die Hemmung des gesamten Kornwachstums. (Berücksichtigt die Auswirkung der Korngrößenverteilung auf das Kornwachstum)
Haroun und Budworth (1968)	$1,03 \cdot d_p / f^{0,5}$	Modifizierte Zener-Gleichung unter der Bedingung, dass an jeder Korngrenze mindestens ein Teilchen existiert.
Nes (1985)	$1,54 \cdot d_p / f^{0,92}$	Korrektur der ursprünglichen Zener-Gleichung. Sie berücksichtigten auch die Auswirkung der anfänglichen Korngrößenverteilung
Rios (1987)	$0,17 \cdot d_p / f$	Wird als Energiedissipationsansatz betrachtet, wenn sich eine Korngrenze durch eine Dispersion von Partikeln bewegt
Doherty (1987)	$1,7 \cdot d_p / f^{0,5}$	Ergebnis einer 2-D Computer-Simulation unter Berücksichtigung einer nicht zufälligen Partikelverteilung
Hillert (1988)	$0,22 \cdot d_p / f^{0,93}$ $1,8 \cdot d_p / f^{0,33}$	3-D Berechnung; $f < 0,1$ 3-D Berechnung: $f > 0,1$
Anderson (1989)	$(4,5 \pm 0,8) \cdot d_p / f^{(0,31 \pm 0,02)}$	Ergebnis einer 3-D Monte Carlo Simulation
Hunderi (1989)	$6,1 \cdot d_p / f^{0,87}$	Berücksichtigt „Louat-Effekt“; manche Partikel neigen dazu, die Bewegung der Korngrenzen zu unterstützen; ($f < 0,03$)
Hazzledine und Oldershaw (1990)	$1,8 \cdot d_p / f^{0,5}$	Basiert auf einer 2-D Computer-Simulation

Gassold (1990)	$0,6 \cdot d_p / f^{0,55}$	Ergebnis einer 2-D Computer-Simulation; $f < 0,1$
Rios (1996)	$0,33 \cdot d_p / f$	Die vorgeschlagene Gleichung basiert auf drei verschiedenen Ansätzen
Gao (1997)	$0,59 \cdot d_p / f^{0,52}$	Ergebnis einer 2-D-Computersimulation unter Berücksichtigung der Tatsache, dass der Kontaktgrad zwischen den Korngrenzen und Partikeln während des Kornwachstumsprozesses zunimmt und schließlich einen stabilen Wert erreicht und sich die Korngrenzen festsetzen
Kad und Hazzledine (1997)	$1,41 \cdot d_p / f^{0,5}$	Ergebnis einer 2-D Monte Carlo Simulation basierend auf einem quadratischen und hexagonalen Gitter in Gegenwart von Dispersoiden mit spezieller Form (kugelig, nadelförmig, plättchenförmig)