Zur Texturentwicklung von gewalzten Seltenen-Erden-haltigen Magnesium-Knetlegierungen

vorgelegt von
Dipl.-Ing.
Kerstin Hantzsche
aus Dresden

von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades des

Doktors der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender:	Prof. Dr.-Ing. Claudia Fleck
Gutachter:	Prof. Dr.rer.nat. Walter Reimers
Gutachter:	Prof. Dr.-Ing. Karl U. Kainer

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 01. April 2014

Berlin, 2014
D 83

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand bei meiner Tätigkeit als Doktorand und wissenschaftlicher Mitarbeiter im Helmholtz-Zentrum Geesthacht in der Abteilung Magnesium-Knetlegierungen. An dieser Stelle danke ich allen die mich dabei unterstützt und zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Insbesondere danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. K.U. Kainer, Leiter des Magnesium Innovations Center MagIC, und Herrn Dr.rer.nat. D. Letzig, die mir die Möglichkeit zu dieser Arbeit gegeben und mich bei der Umsetzung stets gefördert und unterstützt haben.

Herrn Prof. Dr.-Ing. W. Reimers, Leiter der Abteilung Metallische Werkstoffe an der TU Berlin bin ich dankbar für die Übernahme eines Gutachtens und sein Interesse an dieser Arbeit. Frau Pr. Dr.-Ing. C. Fleck danke ich besonders für die Übernahme des Vorsitzes des Promotionsausschusses.

Den Herren Prof.Dr.-Ing. R. Schmid-Fetzer und Dr.rer.nat. J. Gröbner vom Institut für Metallurgie der TU Clausthal danke ich herzlich für Durchführung der thermodynamischen Simulationen.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr.rer.nat. J. Wendt und Dr. rer.nat. J. Bohlen, die mich in allen Lagen unterstützt, beraten und unermüdlich motiviert haben und auch noch Zeit und Lust an der Korrektur dieser Arbeit hatten.

Des Weiteren danke ich Herrn Dr.-Ing. S. Yi, für die stets informativen und anregenden Diskussionen bei den metallphysikalischen Problemstellungen und der Unterstützung bei den EBSD-Messungen, Herrn V. Kree und Herrn G. Wiese, die mir in allen metallographischen Belangen geholfen haben, Herrn A. Reichart, der mich tatkräftig bei allen Walz- und Gießversuchen unterstützt und die Walzproben hergestellt hat, Herrn G. Meister für die Unterstützung beim Gießen und nicht zuletzt Herrn Dr.-Ing. G. Kurz, Frau L. Nascimento, Herrn Dr.-Ing. R. Gonzales Martinez, Herr Dr.-Ing. E. Meza Garcia und Frau Dr.-Ing. L. Fuskova für ihre Diskussionen und moralische Unterstützung.

Außerdem danke ich herzlich Frau V. Bürk für die unermüdliche Polierung der Gefügeproben und Aufnahmen der Schliffbilder.

Schließlich danke ich von Herzen meinen Eltern, die mich unterstützt und sich immer wieder nach dem Fortgang der Arbeit erkundigt haben, meinen Kindern, die entweder geschlafen oder mich zur Arbeit geschickt, und so zur Entstehung der schriftlichen Arbeit beigetragen haben und ganz besonders meinem lieben Mann, der immer an mich geglaubt, mit mir diskutiert, mich motiviert und umsorgt hat. Ohne ihn wäre dies nicht möglich gewesen.

Kurzzusammenfassung

Kerstin Hantzsche

Zur Texturentwicklung von gewalzten Seltenen-Erden-haltigen Magnesium-Knetlegierungen

Einem breiten industriellen Einsatz von Magnesium-Knetlegierungen, insbesondere von Magnesium-Blechen, stehen deren eingeschränkte Umformbarkeit bei geringen Temperaturen und eine Anisotropie der mechanischen Eigenschaften entgegen. Bisherige Untersuchungen, die Umformbarkeit der Bleche durch Prozess- und Legierungsmodifikationen zu verbessern, zeigten, dass der Blechtextur dabei eine herausragende Bedeutung zukommt. Insbesondere bei Mg-Zn-Legierungen mit Seltenen Erden (SE) konnte eine Texturabschwächung in Verbindung mit einer Änderung der typischen basalen Blechtextur hin zu einer Textur mit Querrichtungskomponenten beobachtet werden. Es fehlte jedoch ein grundlegendes Verständnis für die Wirksamkeit der einzelnen Legierungselemente, speziell der SE-Elemente, auf die Texturentwicklung beim Walzen. Daher wurden in der vorliegenden Arbeit Walzversuche an binären Systemen mit den wichtigsten Vertretern Mg-Y, Mg-Nd und Mg-Ce durchgeführt. Die Elementgehalte wurden dabei so variiert, dass sowohl Legierungen aus dem Mischkristall- als auch aus dem Zwei-Phasen-Gebiet untersucht werden konnten. Um die Wirkung der Kombination aus Zn und SE auf die Texturentwicklung diskutieren zu können, wurden zusätzlich ternäre Mg-Zn-SE-Bleche untersucht.

An Blechproben im gewalzten und wärmebehandelten Zustand wurden neben den Mikrostrukturen die Texturen mittels XRD- und EBSD-Messungen analysiert. Dies ermöglichte die Einflüsse der SE auf das texturbestimmende Deformations- und Rekristallisationsverhalten aufzudecken. Durch die Zugabe von SE zu Mg werden während des Walzens verstärkt Zwillingsbildung und nicht-basale Versetzungsbewegungen (<c+a>-Gleitung) aktiviert. Während der Rekristallisation bilden sich vermehrt Keime an Zwillingen und Scherbändern aufgrund des hohen Verformungsanteils in diesen Regionen. Das Kornwachstum wird dabei durch die Wirksamkeit von Zener-Pinning (Ce und Nd) oder Solute-Drag (Y) gehemmt. Diese Veränderungen des Deformations- und Rekristallisationsverhaltens bewirken mit steigendem SE-Gehalt eine Abschwächung der starken Basaltexturen und die Anlage einer Querrichtungskomponente, was mit der Löslichkeit des jeweiligen SE in Mg verbunden ist. Die SE in Kombination mit Zn erhöhen die Aktivität pyramidaler und prismatischer Gleitsysteme während der Umformung. Bei der Rekristallisation in den Mg-Zn-SE-Legierungen lässt sich eine Hemmung des Kornwachstums in Verbindung mit dem Wachstum bevorzugter Orientierungen nachweisen, so dass sich, neben der Randomisierung der Textur, eine ausgeprägte Querrichtungs-komponente bildet.

Insgesamt bieten damit die SE, besonders in Verbindung mit Zn, ein großes Potential für ein erfolgreiches Texturdesign von Magnesiumknetlegierungen. Dabei ist es nicht entscheidend, welches SE-Element verwendet wird. Ausschlaggebend ist vielmehr die Menge, da schon geringe Konzentrationsänderung die Gefüge- und Texturentwicklung signifikant beeinflussen.

Abstract

Kerstin Hantzsche

On the texture development of rolled Rare-Earth-containing wrought magnesium alloys

A widespread use of wrought magnesium alloys, especially magnesium sheets, is restricted by its limited formability at low temperatures and anisotropic mechanical behaviour. Previous studies to increase the formability of the Mg-sheets by modification of process parameters and alloying composition showed the vital importance of the sheet texture. In particular Mg-Zn-alloys with additions of rare earth (RE) elements exhibit lower texture intensity and the formation of a texture with off-basal components tilted towards the transverse direction instead of the typical basal sheet texture. However, a basic understanding of the effects of the alloying elements, particularly the RE, on the texture development during rolling had been missing. Therefore, in the present study rolling experiments were carried out with the main important binary systems Mg-Y, Mg-Nd and Mg-Ce. The compositions were varied to examine alloys with the RE elements in solute solution and alloys that form precipitates. Additionally, ternary Mg-Zn-RE-sheets were studied in order to discuss the influence of the RE elements in combination with Zn on the texture development.

Samples of each sheet were analysed in the as rolled as well as in a heat treated condition regarding their microstructures and textures using XRD and EBSD measurements. Thus, the influences of the RE elements on the deformation and recrystallization behaviour, which determine the texture development, could be revealed. The RE elements cause in Mg increasing activity of twinning and non-basal dislocation movement (<c+a>-dislocations) during the rolling. During the annealing most of the grains start to recrystallize at the twins and shear bands due the high amount of deformation in these regions. Zener-pinning (Ce and Nd) or solute drag (Y) are the observed mechanisms which lead to a restriction of the following grain growth. These alterations of the deformation and recrystallization mechanisms generate a randomisation of the strong basal textures and the beginning of off-basal texture components. The RE elements in combination with Zn increase the activity of pyramidal and prismatic slip systems during the deformation. During the annealing of the Mg-Zn-SE-sheets the general grain growth is slowed while grains with preferred orientations are growing which lead to a randomization of the sheet texture and the formation of distinct off-basal texture components tilted towards the transverse direction.

Altogether, the RE elements, especially in combination with Zn, offer an immense potential to control and design the texture of wrought magnesium alloys. Thereby, it is not the type of RE – Y, Nd or Ce – but the quantity which is important, because minor changes of the RE concentration can significantly alter the microstructure and texture development.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung I

Kurzzusammenfassung III

Abstract IV

1 Einleitung und Zielsetzung 3

2 Grundlagen und Stand der Technik 6

2.1 Struktureller Aufbau von Magnesium 6
2.2 Walzen von Magnesium 8
2.3 Texturentstehung in Magnesiumlegierungen beim Walzen 9
2.3.1 Allgemeine Beschreibung von Texturen 9
2.3.2 Deformationsmechanismen von Magnesium 11
2.3.3 Rekristallisationsmechanismen 17
2.3.4 Texturentwicklung von Magnesium-Blechen 23
2.4 Legierungssysteme 28

3 Experimentelle Methoden und Versuchsdurchführung 32

3.1 Legierungsauswahl /-übersicht 32
3.2 Gießtechnische Fertigung der Legierungen 32
3.2.1 Chemische Analysen 33
3.3 Walzprozess und Wärmebehandlungsstudien 35
3.4 Gefügeuntersuchungen 37
3.5 Texturmessung 38
3.5.1 Messung der globalen Textur mittels Röntgendiffraktion 38
3.5.2 Texturbestimmung mittels EBSD 40

4 Darstellung der Ergebnisse 44

4.1 Binäre Magnesium-Systeme 47
4.1.1 Referenzmaterialien: Rein-Magnesium und System Magnesium-Zink 47
4.1.2 System Magnesium-Yttrium 51
4.1.3 System Magnesium-Neodym 58
4.1.4 System Magnesium-Cer 66
4.2 Zusammenfassung der Ergebnisse der binären Legierungen 74
4.3 Ternäre Magnesium-Zink-Selten-Erden-Systeme 75
4.4 Zusammenfassung der Ergebnisse der ternären Legierungen 83

5 Diskussion 84

5.1 Mikrostrukturelle Gegebenheiten in den binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen 84

5.2 Gefüge- und Texturentwicklung beim Walzen von binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen 88
5.2.1 Vorgänge bei der thermomechanischen Umformung 89
5.2.2 Vorgänge bei der Glühbehandlung 94
5.3 Vergleich der binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen mit den ternären Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Systemen 99

6 Zusammenfassung und Ausblick 103

7 Symbolverzeichnis 106

8 Literaturverzeichnis 107

9 Anhang 116

1 Einleitung und Zielsetzung

Die derzeitigen Forschungsaktivitäten auf dem Gebiet Magnesium-Legierungen begründen sich in deren immensem Leichtbaupotenzial. Als leichtester bekannter metallischer Konstruktionswerkstoff mit einer Dichte von 1,74g/cm³ lässt er eine Gewichtsersparnis von bis zu 30% gegenüber Aluminium erwarten. Dies ist vor allem für das Transportwesen, einschließlich des Güterverkehrs und der Personenbeförderung, von zentraler Bedeutung. Die Senkung des Gewichts von Bauteilkomponenten ermöglicht es dabei einerseits, sowohl Kosten für Treibstoffe als auch Schadstoffemissionen und die damit verbundenen finanziellen Aufwendungen zu reduzieren. Andererseits lassen sich Sicherheit und Komfort steigern ohne mit einer signifikanten Gewichtserhöhung rechnen zu müssen.

Gegenwärtig werden hauptsächlich gegossene Bauteilkomponenten aus Magnesiumlegierungen genutzt. Insbesondere kommen Druckgussbauteile aus Legierungen wie AZ91 (Magnesium mit 9Gew% Aluminium und 1Gew% Zink) oder AM60 (Magnesium mit 6Gew% Aluminium und bis zu 0,7Gew% Mangan) zum Einsatz. Magnesium-Knetprodukte wie Strangpressprofile, Schmiedebauteile und Bleche zeigen gegenüber Gusskomponenten bessere Festigkeits- und Duktilitätseigenschaften. Speziell bei Magnesium-Blechen als Halbzeug ergeben sich zahlreiche Verarbeitungsvarianten, diese für Leichtbaukomponenten zu verwenden. Allerdings steht einer breiten Anwendung von Magnesium-Blechen der kostenintensive Herstellungsprozess der Bleche und der entsprechenden Umformprodukte entgegen. Begründet liegen die hohen Kosten zur Magnesium-Blechteilherstellung in den strukturellen Eigenschaften des Metalls. Diese erfordern Prozesstemperaturen von über 200°C sowohl beim Walzen als auch beim Umformen.

Die hexagonale Gitterstruktur von Magnesium verfügt nur über eine geringe Anzahl an Gleitsystemen, welche mit einer ausgeprägten Anisotropie, d.h. Richtungsabhängigkeit, der mechanischen und physikalischen Eigenschaften verbunden ist. Bei einer mechanischen Verformung wie dem Walzprozess kommt es zur Ausbildung einer kristallographischen Textur, die die Anisotropie insbesondere der mechanischen Eigenschaften der Magnesium-Bleche intensiviert. Kommerzielle Bleche aus der Legierung AZ31 (3Gew% Aluminium und 1Gew% Zink) zeigen eine stark ausgeprägte Basaltextur was bedeutet, dass die Basalebenen bevorzugt parallel zur Blechoberfläche orientiert sind. Dadurch können bei der Blechumformung, z.B. beim Tiefziehen, bei Temperaturen unterhalb von 225°C nur wenige Gleitsysteme aktiviert werden, so dass ein frühes Materialversagen eintritt. Oberhalb dieser Temperatur können zusätzliche Gleitsysteme zur Verformung beitragen, was die Umformbarkeit der Magnesiumbleche in genügendem Maße gewährleistet. Bisherige Texturuntersuchungen an Magnesiumblechen zeigen, dass eine weniger stark ausgeprägte und randomisierte Textur, d.h. eine Textur bei der die Basalebenen nicht vorrangig parallel zur Blechoberfläche sondern in allen Richtungen gekippt vorliegen, die Umformbarkeit gerade bei niedrigeren Temperaturen wesentlich verbessert [Yukutake2003, Yi2010b]. Zusätzlich lässt sich eine Verminderung der Anisotropie der mechanischen Eigenschaften der Bleche erreichen. Die Entwicklung geeigneter Technologie- und Materialansätze zur gezielten Einstellung einer randomisierten Textur ist deshalb eine wesentliche Voraussetzung für die Erweiterung des Marktpotentials von Magnesium-Blechwerkstoffen.

Prinzipiell lassen sich zwei Wege verfolgen, um dieses Ziel zu erreichen. Zum einen bietet der Walzprozess bzw. die Wahl der Prozessparameter, Möglichkeiten Texturen zu beeinflussen. Dabei zeigt sich, dass vor allem der Prozess selbst, d.h. konventionelles Walzen von Brammen oder das Walzen von gießgewalztem Vormaterial, einen Einfluss auf die Texturentwicklung hat [Verma2009, Kim2005]. Studien zum konventionellen Walzen mit variierenden Prozessparametern, wie Walztemperatur oder Walzgrad, wodurch vor allem die Texturstärke leicht verändert werden konnte, wiesen jedoch nur begrenzte Aussichten auf, ein Texturdesign auf diesem Wege erfolgreich betreiben zu können [Hantzsche2007].

Zum anderen können über die Legierungszusammensetzung speziell beim konventionellen Walzen sowohl schwächere als auch andersartige, d.h. nicht-basale Texturen erzielt werden [Bohlen2007]. Vor allem den Seltenen Erdelementen (SE) wie Cer oder Neodym kommt dabei eine beachtliche Bedeutung zu. So zeigte sich beispielsweise bei Blechen aus der Legierung ZEK100 (1Gew% Zink, <0,7Gew% Cer-Mischmetall, <0,7Gew% Zirkonium) nach dem Walzprozess die Ausbildung einer neuen Texturkomponente in Querrichtung bei gleichzeitiger gesamter Texturabschwächung [Mackenzie2008b, Wendt2010]. Diese Komponente bildet sich allerdings erst durch eine dem Walzprozess anschließenden Wärmebehandlung aus.

Um diese Effekte gezielt für ein Texturdesign nutzen zu können, ist es von fundamentaler Bedeutung, die Mechanismen zu verstehen, die eine Randomisierung bzw. die Änderung der Texturausbildung bewirken. Ein besonderer Schwerpunkt liegt dabei auf dem Rekristallisationsverhalten der Legierungen. Zahlreiche Studien verdeutlichen, dass werkstoffabhängig verschiedene Rekristallisationsmechanismen sowie die Rekristallisationskinetik einen entscheidenden Beitrag zur Texturentwicklung leisten. So konnte in den Legierungen mit Seltenen Erden eine Keimbildung an Scherbändern ausgemacht werden [Senn2008], wo die rekristallisierten Keime keine bevorzugten Orientierungen aufwiesen und somit eine Randomisierung der Textur bewirken. Im Gegensatz dazu steht die Keimbildung an Korngrenzen (‚grain boundary bulging'), welches in Legierungen wie AZ31 nachgewiesen wurde. Dabei entstehen die Keime an den Korngrenzen und die Körner wachsen in das Mutterkorn ohne nennenswerte Orientierungsänderung hinein. Dadurch wird die Basaltextur weiter verstärkt [Ion1982].

Bisherige Studien wurden an technischen Magnesium-Legierungen mit mehreren Legierungselementen durchgeführt. Derartige Legierungen erlauben sehr anwendungsnahe Untersuchungen, lassen jedoch aufgrund der sehr komplexen Wechselwirkungen der Legierungskomponenten nur bedingt Rückschlüsse auf die Mechanismen und zugrundeliegenden Wirkungen der Einzelelemente zu. Um jedoch ein Texturdesign erfolgreich betreiben zu können, sollten primär die Effekte der einzelnen Legierungselemente auf die Texturentwicklung von Magnesiumblechen verstanden werden.

Ziel dieser Arbeit ist, anhand der Untersuchung binärer Modell-Legierungssysteme einen Beitrag zum Verständnis der grundlegenden Wirkungsweisen von Seltenen Erden-Elementen auf die Texturentwicklung beim konventionellen Walzen von Magnesiumblechen zu leisten. Dabei werden vorrangig binäre Magnesium-Selten-Erden-Systeme untersucht, um so die Einflüsse der einzelnen Elemente, insbesondere auf das Deformations- und

Rekristallisationsverhaltens, aufzeigen zu können. Ausgewählt wurden aufgrund ihrer bisherigen häufigen Verwendung im Magnesium-Knetlegierungsbereich Neodym, Cer und Yttrium. Obwohl Yttrium außerhalb der Reihe der Lanthanide steht, wird es in zahlreichen Schriften [Rokhlin2003], und so auch hier, den Seltenen Erden zugeordnet. Alle drei Metalle sind dafür bekannt, die mechanischen Eigenschaften insbesondere bei höheren Temperaturen zu verbessern. Als Referenzmaterial dienen das System Magnesium-Zink und Rein-Magnesium. Um die bereits bekannten Texturentwicklungen der Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Systeme mit den Untersuchungsergebnissen der binären Systeme in Verbindung zu stellen und so die Wechselwirkung der Seltenen Erden mit Zink hinsichtlich der Auswirkungen auf die Textur- und Gefügeentwicklung besser verstehen und diskutieren zu können, wurden die entsprechenden ternären Legierungen (MgZnY, MgZnCe, MgZnNd) betrachtet.

2 Grundlagen und Stand der Technik

Die Fertigung von Magnesium-Blechen erfolgt über das Walzen von Gussbrammen oder Vormaterial aus Gießwalz- oder Strangpressprozessen. In jedem Fall entsteht eine Blechtextur, d.h. eine bevorzugte Orientierung der Magnesium-Kristalle, die sowohl die mechanischen Eigenschaften als auch die Umformbarkeit der Bleche beeinflusst. Texturen, wie sie für AZ31 – als eine der häufigsten Magnesium-Blech-Legierungen – typisch sind, verschlechtern wesentlich die Duktilität und Umformbarkeit der Bleche. Diese Texturen gezielt modifizieren zu können, ist von grundlegender Bedeutung, um die Umformbarkeit der Halbzeuge zu verbessern.

2.1 Struktureller Aufbau von Magnesium

Für die Verformbarkeit von Metallen ist die Kristallstruktur maßgeblich. Rein-Magnesium liegt in einer hexagonal dichtest gepackten (hdp) Gitterstruktur vor. Der prinzipielle Aufbau einer solchen Struktur ist in Abbildung 2-1 dargestellt.

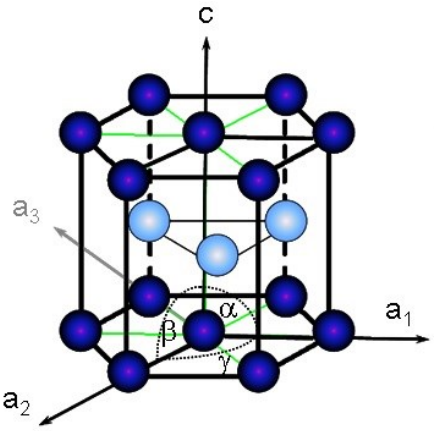


Abbildung 2-1: Aufbau einer hexagonal dichtest gepackte Kristallstruktur (hdp) mit a_1, a_2, a_3, c … kristallographische Achsen und α, β, γ … Winkel zwischen den Achsen

Kennzeichnend für die Elementarzelle dieser Kristallstruktur sind die drei Achsen a_1, a_2 und c und die dazugehörigen Winkel α, β und γ. Dabei gelten:

$$a_1 = a_2 = a_3 \neq c \qquad (1)$$

und

$$\alpha = \beta = 90°, \gamma = 120° \qquad (2).$$

Eine Anordnung dreier dieser Elementarzellen wird zur hexagonalen Gitterstruktur zusammengefasst. Entscheidend für Verformung ist bei hdp-Strukturen das c/a-Verhältnis, welches insbesondere die Wirksamkeit der Gleitsysteme bestimmt, was in Kapitel 2.3.2 genauer beschrieben wird. Das theoretische c/a-Verhältnis für ein Kugelmodell ergibt sich, wenn sich die Atome in den hexagonalen Basisebene und den benachbarten Schichten berühren zu:

$$\frac{c}{a} = \sqrt{\frac{8}{3}} = 1{,}633 \qquad (3).$$

Das c/a-Verhältnis von Magnesium liegt mit 1,623 leicht unter diesem Wert. Tabelle 2-1 zeigt zum Vergleich die c/a-Verhältnisse weiterer hexagonaler Metalle. Ist das c/a-Verhältnis größer als 1,633 wird es als übernormal, ist es kleiner als 1,633 als unternormal bezeichnet.

Tabelle 2-1: c/a-Verhältnisse verschiedener hexagonaler Metalle

hdp-Metall	Nd	Cd	Zn		Mg	Zr	Ti	Y
c/a	3,226	1,886	1,856	1,633	1,623	1,593	1,587	1,571
	übernormal			Kugelmodell	unternormal			

Um Ebenen und Richtungen in einer hexagonalen Kristallstruktur anzugeben, sind Miller-Bravais-Indizes bestehend aus 4 Komponenten (h, k, i, l), die die ganzzahligen reziproken Achsenabschnitte der Achsen a_1, a_2, a_3 und c angeben, bzw. [u, v, t, w] für die Richtungen, gebräuchlich, wobei die folgenden Beziehungen gelten:

$$h + k + i = 0 \qquad \text{und} \qquad u + v + t = 0 \qquad (4).$$

So lassen sich kristallographisch gleichwertige Ebenen {h, k, i, l} und Richtungen <u, v, t, w> mit äquivalenten Indizes beschreiben. Einige wichtige Kristallebenen und Richtungen der hexagonalen Struktur sind in Abbildung 2-2 schematisch dargestellt.

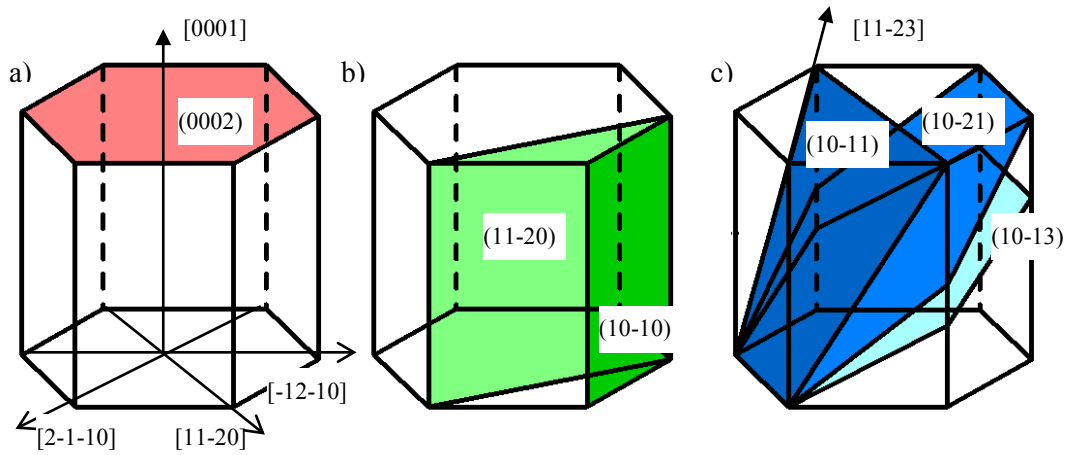


Abbildung 2-2: Kristallographische Ebenen und Richtungen des hexagonalen Kristalls, a) Basalebene (0002); b) Prismatische Ebenen 1. Ordnung {10-10} und 2.Ordnung {11-20}; c) Pyramidale Ebenen 1. Ordnung {10-11}, 2. Ordnung {10-12} und 3. Ordnung {10-13}

Die Ebenen lassen sich prinzipiell in 3 Kategorien einteilen – die Basis- oder Basalebene (0002), sowie prismatische und pyramidale Ebenen verschiedener Ordnungen. Diese Ebenen sind Bestandteile klassischer Gleitsysteme über die die plastische Verformung beim Walzen aufgenommen wird.

Im Folgenden werden die grundlegenden Verhältnisse beim Walzen von Magnesium kurz vorgestellt.

2.2 Walzen von Magnesium

Das wichtigste Verfahren zur Magnesium-Blechherstellung ist das konventionelle Walzen. Dabei wird eine, meist strang- oder blockgegossene, Bramme in mehreren so genannten Walzstichen auf eine bestimmte Enddicke heruntergewalzt. Während jedes Stiches erfährt das Walzgut einen bestimmten Umformgrad φ, welcher unter anderem abhängig vom Material, der Walztemperatur und der vorangegangenen Stichzahl eingestellt wird. Berechnen lässt sich dieser über:

$$\varphi = \ln d_1/d_0 \qquad (5)$$

wobei d_0 die Dicke vor dem Walzstich und d_1 die Dicke des Walzgutes nach dem Walzen sind. Addiert ergeben die Umformgrade je Walzstich den Gesamtumformgrad des fertigen Bleches. Die Spannungs- und Dehnungsverhältnisse bei der Walzprozedur sind in Abbildung 2-3 schematisch dargestellt. Dabei ist bedeutsam, dass durch Druckspannungen in Normalenrichtung, das Walzgut eine Kompression in diese Richtung erfährt bei gleichzeitiger Dilatation sowohl in Walz- als auch in Querrichtung. In diesen Richtungen treten entsprechende Zugspannungen auf.

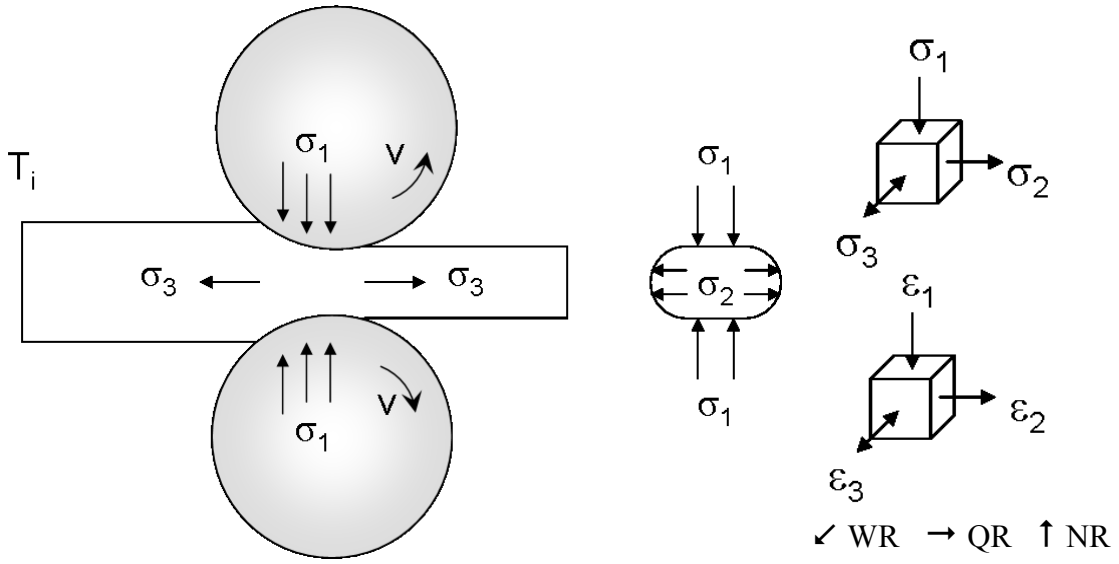


Abbildung 2-3: Vereinfachte Darstellung der Spannungs- und Dehnungsverhältnisse beim Walzen mit T_i ... Walztemperatur, v ... Walzgeschwindigkeit, σ_1 ... Druckspannungen in Normalenrichtung (NR), σ_2, σ_3 ... Zugspannungen in Querrichtung (QR) und Walzrichtung (WR), ε_1, ε_2, ε_3 ... Dehnungsrichtungen (ε_1 Kompression, ε_2, ε_3 Dilatation)

Beim Walzen von Magnesiumlegierungen muss insbesondere auf die Temperaturführung geachtet werden. Durch die geringe Wärmekapazität von Magnesium ist eine Glühbehandlung des Walzgutes zwischen den Walzstichen unvermeidbar, um mit einer definierten Walztemperatur eine ausreichende Verformung des Materials zu erzielen. Die Walztemperatur und die Häufigkeit der Zwischenglühungen werden vom Walzgrad und hauptsächlich von der Legierung bestimmt. Typische Walztemperaturen für Magnesium liegen legierungsabhängig zwischen 350°C und 500°C [Kolpasnikov1979]. Die Wärmebehandlungen zwischen den Walzschritten führen bei diesen Temperaturen zur Rekristallisation des Gefüges. Auch während des Walzens ist mit einer dynamischen Rekristallisation zu rechnen [Jin2006].

2.3 Texturentstehung in Magnesiumlegierungen beim Walzen

Verformungsprozesse wie das Walzen resultieren in polykristallinen Werkstoffen immer in der Ausbildung einer Verformungstextur. Unter einer Textur ist im Allgemeinen die Gesamtheit der Orientierungen der Kristalle eines Werkstückes zu verstehen [Wassermann1962]. Durch Verformen der Werkstücke kommt es zur Ausrichtung der Kristalle, die in einer bevorzugten Orientierung der kristallographischen Ebenen resultiert. Dies ist in Abbildung 2-4 schematisch für das Walzen eines hdp Metalls wie Magnesium veranschaulicht. Die Kristallite des gewalzten Bleches liegen dabei mehrheitlich mit der c-Achse in Normalenrichtung vor. Entscheidend bei der Ausbildung der Textur ist, welche Deformationsmechanismen bei dem Umformprozess aktiviert werden. Beim Walzen sind darüber hinaus Rekristallisationsprozesse (statisch und dynamisch) für die Texturentwicklung von großer Bedeutung.

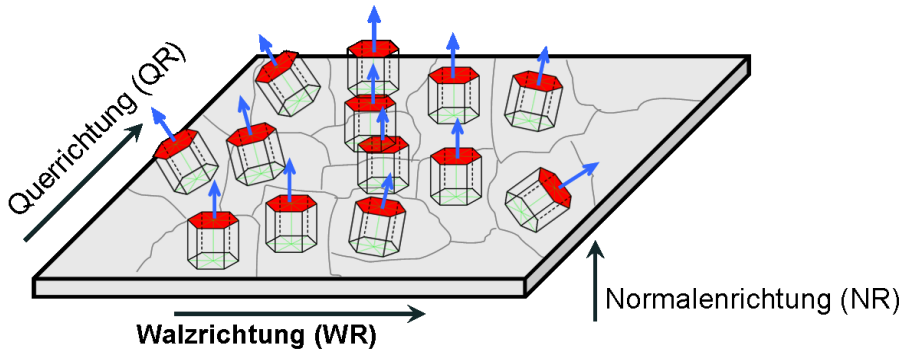


Abbildung 2-4: Schema der Texturbildung beim Walzen; Ausrichtung der Basalebenen parallel zur Blechoberfläche (↑ Richtung der c-Achsen der Kristalle)

Hinzukommt, dass der Walzvorgang ein mehrstufiger Prozess ist. Dadurch beeinflusst die bereits nach dem ersten Walzstich gebildete Textur das Deformations- und Rekristallisationsverhalten des Materials beim zweiten Stich. Dies pflanzt sich im weiteren Walzprozedere weiter fort, wodurch die Entstehungsgeschichte der resultierenden Blechtextur sehr komplex wird.

Zum besseren Verständnis sollen im Folgenden kurz einige Darstellungsweisen und Bestimmungsmethoden von Texturen erläutert werden. Anschließend werden die beim Walzen relevanten Deformations- und Rekristallisationsmechanismen vorgestellt, um letztlich die Gefüge- und Texturentwicklung beim Walzen von Magnesium-Blechen wie sie derzeit Stand der Technik ist erläutern zu können.

2.3.1 Allgemeine Beschreibung von Texturen

Die häufigste Darstellung von Texturen erfolgt über Polfiguren, welche auf unterschiedlichen Arten gemessen werden können. Eine Polfigur bezieht sich immer auf eine bestimmte kristallographische Ebene. So werden in einer Basalpolfigur nur die (0002)-Ebenen einer Probe betrachtet und in Beziehung zu einem Probenkoordinatensystem gestellt. In Abbildung 2-5a) ist ein hexagonaler Kristallit in Beziehung zu dem Probenkoordinatensystem in einer Referenzkugel dargestellt. Bei Betrachtung der Lage der Basalebene in Bezug auf die Projektionsebene der Kugel, zeigt sich ein Intensitätsplot wie er in Abbildung 2-5b zu sehen

ist. In der Regel erfolgt die Messung der Polfiguren aufgrund der Grenzen der Messtechnik nicht vollständig. Es ist jedoch möglich, diese über die so genannte Orientierungsverteilungsfunktion (kurz ODF = Orientation Distribution Function) vollständig zurück zu rechnen. Dafür werden mindestens drei Polfiguren von einer Probe gemessen und diese mathematisch miteinander in Beziehung gesetzt. Durch die geometrischen Gegebenheiten innerhalb einer Elementarzelle können so die fehlenden Winkelbeziehungen berechnet werden. Eine gängige Methode stellt dabei die Harmonische Reihenentwicklung nach Bunge dar [Bunge1969]. Des Weiteren erlaubt die ODF Texturen 3-dimensional und mit normalisierten Intensitäten zu errechnen. So lassen sich kristallographische Texturen quantitativ auswerten und beschreiben.

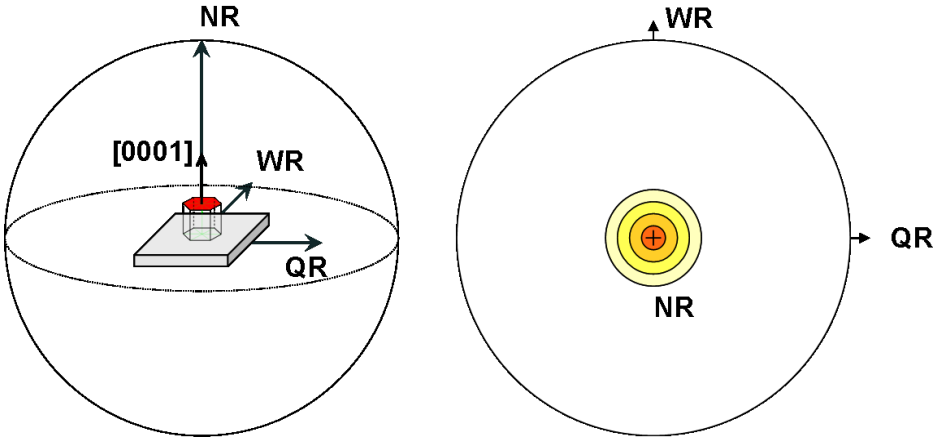


Abbildung 2-5: Schematische Darstellung der Grundidee einer Polfigur; a) Beziehung eines hexagonalen Kristalls zur Referenzkugel mit den Probenkoordinaten WR, QR, NR; b) Projektion der Intensitätsverteilung der (0002)-Ebene bei einer Ausrichtung der Mehrheit der Kristallite mit der c-Achse in NR

Eine andere Darstellungsweise der Textur eines Materials ist die inverse Polfigur. Dabei wird die Verteilung der Orientierungen bezüglich der Kristallrichtungen in eine bestimmte Probenrichtung angegeben. Bei Betrachtung einer Referenzkugel werden die alle bestimmten kristallographischen Richtungen auf der Projektionsebene abgebildet. Aufgrund der Symmetrie des Kristallsystems wird die inverse Polfigur im stereographischen Dreieck wiedergegeben. Für Magnesium ergibt sich dann eine inverse Polfigur mit den Richtungen [0002], [-2110] und [10-10] wie sie in Abbildung 2-6 zu sehen ist.

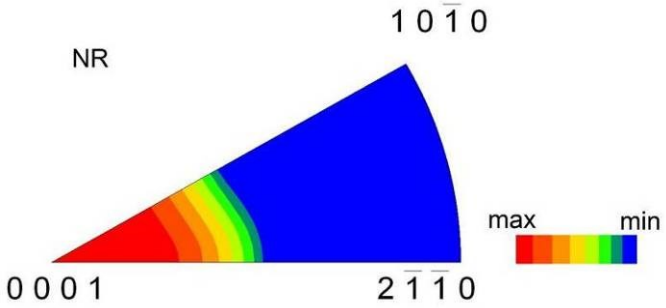


Abbildung 2-6: Inverse Polfigur (IPF) eines Magnesiumbleches in Normalenrichtung (NR)

Die Techniken zur Bestimmung der Texturen basieren alle auf der Beugung und Reflexion von Strahlungen an den kristallographischen Ebenen. Genutzt werden abhängig vom Material,

dem Aufwand und des zu untersuchenden Probenvolumens verschiedene Arten von Röntgen- und Neutronenstrahlen. Neutronenstrahlung erlaubt es in relativ kurzer Zeit komplette Polfiguren einer Probe zu erfassen. Jedoch sind dafür Neutronenquellen wie sie in Forschungsreaktoren zur Verfügung stehen, notwendig. Die Nutzung von Röntgenstrahlen kann beispielsweise über Röntgendiffraktometer oder Elektronenmikroskope erfolgen.

Entscheidend bei der Wahl der Texturmessung ist dabei auch, welche Art von Textur untersucht werden soll, d.h. ist die makroskopische oder mikroskopische Textur von Interesse. Erstere erfasst die Textur eines Werkstückes wie die eines Bleches oder aber auch eines Werkstücksbereiches. Diese kann in Beziehung zu den mechanischen und physikalischen Eigenschaften des Bauteils gesetzt werden. Unter der mikroskopischen Textur ist die Orientierung einzelner Gefügebestandteile wie Körner oder auch Phasen zu verstehen. Dies erlaubt unter anderem Aussagen über die Gefügeentwicklung bei Fertigungsprozessen.

Um die Texturentwicklung beim Walzen von Magnesium verstehen und diskutieren zu können, ist es notwendig, die möglichen Deformations- und Rekristallisationsmechanismen zu kennen, welche in den folgenden Abschnitten vorgestellt werden.

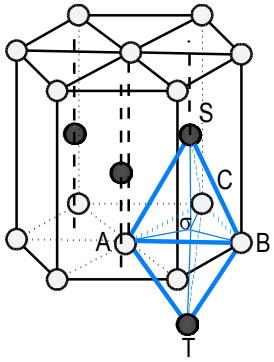
2.3.2 Deformationsmechanismen von Magnesium

Die makroskopische Deformation von hdp-Metallen erfordert aufgrund der geringen Kristallsymmetrie die Aktivierung verschiedenartiger Verformungssysteme. Im Vergleich dazu genügt für die Verformung von kfz-Metallen das Hauptgleitsystem {111} <1-10> mit 12 Gleitmöglichkeiten. Die wichtigsten Mechanismen im Magnesium und seinen Legierungen sind die Gleitung durch Versetzungsbewegung und die mechanische Zwillingsbildung.

Gleitung erfolgt im Allgemeinen auf kristallographischen Ebenen mit der höchsten Packungsdichte bzw. dem größten Gitterebenenabstand und fast ausschließlich in die Richtung mit dem kürzesten Burgers-Vektor. Das erklärt sich aus dem Umstand, dass in diesen Ebenen und Richtungen die erforderliche kritische Schubspannung (CRSS – critical resolved shear stress) zur Aktivierung der Gleitung am geringsten ist.

In hdp-Metallen sind gerade Gitterebenenabstand und damit die Packungsdichte vom c/a-Verhältnis abhängig. Ist dieses $\geq \sqrt{8/3}$ wie in Zink, dann ist die Basalebene diejenige mit der größten Belegungsdichte, die Gleitung erfolgt dort in a-Richtung (<a>-Gleitung mit den Gleitrichtungen [11-20], [2-1-10], [-12-10] (vgl. Abbildung 2-2)). Wird das c/a-Verhältnis kleiner als $\sqrt{8/3}$, sind die Prismenebenen im Mittel dichter gepackt als die Basalebene. Die <a>-Gleitung wird also auf den Prismenebenen erwartet, wie dies beispielsweise für Titan auch eintrifft. In Magnesium mit einem leicht unternormalen c/a-Verhältnis ist jedoch die Basalgleitung der Hauptmechanismus. Die Gründe dafür werden in der Literatur mit der Stapelfehlerenergie und dem Transformationsverhalten hdp↔kfz erklärt [Tenckhoff80].

Mögliche Burgers-Vektoren von vollständigen und unvollständigen Versetzungen in hdp-Metallen können, analog dem Thompson-Tetraeder für kfz-Metalle, in einem Doppeltetraeder dargestellt werden (Abbildung 2-7). Die Tabelle zeigt dabei die Richtungen der Versetzungen und deren relative Energie.



Versetzungstyp	Burgers-Vektor	Relative Vektorenergie	Anzahl der Versetzungen pro Typ
Vollständige Versetzungen			
AB, <a>	1/3 <11-20>	a^2	6
ST (TS), <c>	<0001>	$c^2 = 8/3\ a^2$	2
ST+AB, <c+a>	1/3 <11-23>	$11/3\ a^2$	12
Unvollständige Versetzungen			
Aσ, Bσ	1/3 <10-10>	$1/3\ a^2$	6
Sσ, Tσ	1/2 <0001>	$2/3\ a^2$	4
AS	1/6 <20-23>	a^2	12

Abbildung 2-7: Doppeltetraeder im hdp-Kristall mit den verschiedenen Versetzungstypen und deren Burgers-Vektoren sowie deren relative Energien bei idealem c/a-Verhältnis für vollständige und unvollständige Versetzungen [nach Partridge1967 und Tenckhoff1980]

Die Versetzungen mit den kürzesten Burgers-Vektoren sind energetisch am günstigsten und können dementsprechend am einfachsten aktiviert werden. Für die vollständigen Versetzungen bedeutet das, dass die <a>-Gleitung mit dem Burgers-Vektor b=1/3<11-20> gegenüber der <c>-Gleitung mit b=<0001> energetisch günstiger ist. Diese Versetzungstypen erlauben die Verformung lediglich in der Basalebene bzw. entlang der c-Achse. Die <c+a>-Versetzungen mit dem längstem Burgers-Vektor b=1/3<11-23> erlauben die Verformung sowohl entlang der a- als auch der c-Achse, sind aber energetisch am ungünstigsten und somit schwerer zu aktivieren.

Diese Betrachtung lässt sich auch auf die unvollständigen Versetzungen übertragen. Deren Burgers-Vektoren sind prinzipiell kürzer als bei den vollständigen Versetzungen und sollten daher einfacher aktiviert werden können. Inwieweit es aber zu einer Aufspaltung der Versetzungen während der Verformung kommt, ist von weiteren Kriterien abhängig. Der Haupteinflussfaktor ist dabei die Stapelfehlerenergie. Energetisch besonders günstig erscheint die Aufspaltung der <a>-Versetzung in der Basalebene in zwei Shockley-Halbversetzungen, AB zu Aσ und σB (Abbildung 2-7). Diese können ausschließlich in der Basalebene gleiten. Dadurch ergibt sich eine Stapelfolge wie sie in kfz-Metallen vorliegt. Theoretisch sind auch Aufspaltungen von <a>-Versetzungen in der Prismenebene möglich [Rosenbaum1964, Frank1955], die aber energetisch wesentlich nachteiliger sind. Hinzu kommt, dass die Stapelfehlerenergie von der Transformationsneigung des hdp-Metalls abhängig ist. Nach Aldinger [Aldinger1979] wird die Stapelfehlerenergie in der basalen (prismatischen) Ebene kleiner, je größer die Neigung ist, von hdp zur kfz (oder auch krz) Struktur zu transformieren. Damit lässt sich erklären, dass die Basalgleitung das Hauptgleitsystem in Magnesium ist, trotz des leicht unternormalen c/a-Verhältnis.

Die <c+a>-Gleitung oder Pyramidalgleitung ist von Bedeutung für das Verformungsverhalten von Magnesium, da sie zum einen fünf unabhängige Gleitsysteme stellt und zum anderen dort die Möglichkeit zur Verformung in Richtung der c-Achse besteht. Obara beobachtete das Wirken des Gleitsystems {11-22} <11-23> bei der Verformung eines Mg-Einkristalls entlang

der c-Achse sowohl bei Raumtemperatur als auch bei erhöhten Temperaturen bis 500°C [Obara1973]. Der relativ lange Burgers-Vektor von 1/3<11-23> weist gemeinhin eine starke Neigung zur Verringerung seiner Energie durch Versetzungs-Aufspaltung auf. Über die Aufspaltungsreaktion wurden etliche Theorien aufgestellt [Yoo2001, Minonishi1982, Rosenbaum1964], die bisher jedoch nicht experimentell nachgewiesen werden konnten. Agnew und Duygulu stellten die Wirksamkeit von nicht-basalen Versetzungen bei polykristallinem Magnesium fest, die sie ebenfalls diesem Gleitsystem zuschreiben [Agnew2005].

Die zur Aktivierung erforderlichen CRSS der Gleitsysteme sind in Magnesium temperaturabhängig [Obara1973, Partridge1967, Stohr1972]. Insbesondere die <c+a>-Gleitung kann oberhalb einer Temperatur von 200°C leichter aktiviert werden und so maßgeblich zur Verformung beitragen, obwohl die kritische Schubspannung immer über dem Wert für das Basalgleitsystem {0001}<11-20> liegt.

Eine andere Möglichkeit die Verformung entlang der c-Achse der Kristalle auch bei niedrigen Temperaturen zu gewährleisten, ist in Magnesium die mechanischen Zwillingsbildung. Die mechanische Zwillingsbildung ist ein Prozess bei dem ein Bereich des Kristallgitters durch die lokal wirkende Scherspannung so umklappt, dass er spiegelsymmetrisch zur Ausgangsmatrix liegt. Dieser martensitische Umklappvorgang erfolgt mit Schallgeschwindigkeit und kann akustisch nachgewiesen werden [Heiple1987, Dobron2011]. Abbildung 2-8 veranschaulicht die kristallographischen Elemente eines Zwillings (a) und die mit der Zwillingsbildung verbundene Gestaltänderung (b) am Beispiel des {10-12}-Zugzwillings in Magnesium. In Abbildung 2-8a ist die Wirkung von Druckspannungen senkrecht auf die c-Achse bei der mechanischen Verformung dargestellt. Dabei klappt die Ebene K_2 um 7,4° um (zu Ebene K_2'), wodurch die ausgelenkte c-Achse nunmehr kristallographisch einer (0002)-Ebene entspricht. Diese liegt dadurch in einem Winkel von ~86° zur ursprünglichen Basalebene. Die Ebenen K_1 und K_2 bzw. K_2' werden nicht verformt, d.h. die Winkel und Richtungen dieser Ebenen bleiben gleich, außerdem liegen sie senkrecht zur Ebene der Scherung. Die Schnittlinien der Ebenen K_1, K_2, K_2' mit der Scherebene bilden die drei Richtungen η_1, η_2 und η_2', wobei η_1 die Scherrichtung ist. Der Scherbetrag s steht mit dem Winkel zwischen den Ebenen K_1 und K_2 (2ϕ) in folgender Beziehung:

$$s = 2\cot 2\phi \qquad (6).$$

Diese Relation ermöglicht es, Zwillingssysteme über K_1 und η_2 oder K_2 und η_1 vollständig zu beschreiben. Die Ebene, die sowohl zur Matrix als auch zu dem entstandenen Zwilling (hier K_1) gehört, wird als Zwillingsebene bezeichnet.

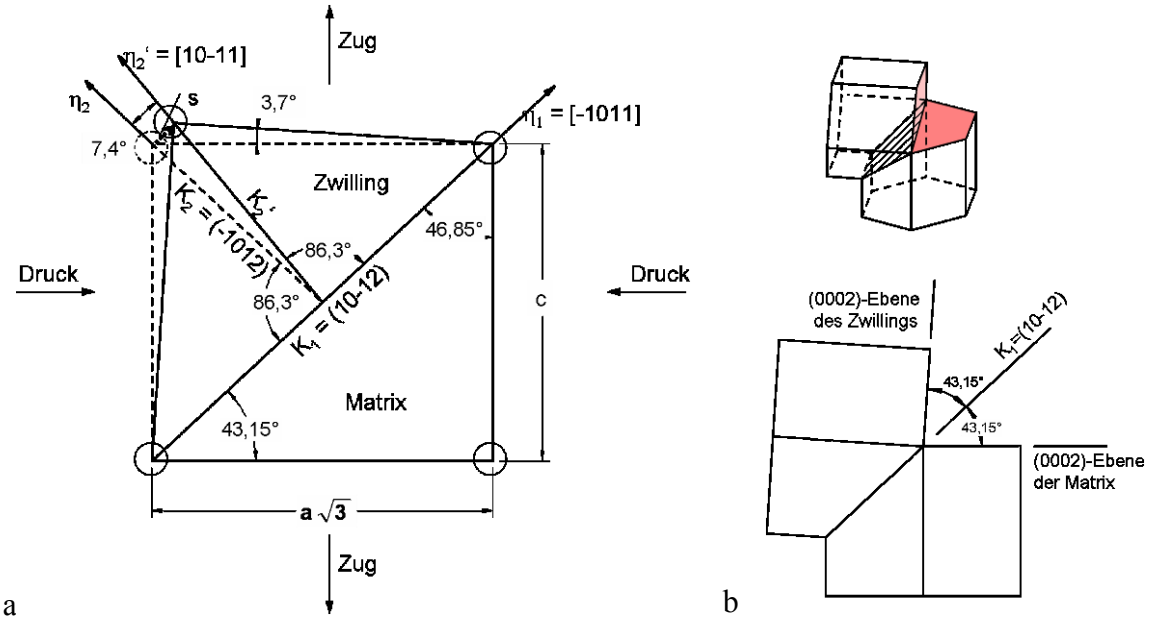


Abbildung 2-8: Schema der {10-12}-Zwillingsbildung für Mg (c/a-Verhältnis $<\sqrt{3}$) nach Partridge [Partridge1967]; a) kristallographische Elemente und Gestaltänderung durch die Zwillingsbildung und b) Schema eines verzwillingten hexagonalen Kristalls

Im Gegensatz zu den Gleitsystemen ist die Aktivierung der Zwillingssysteme richtungsabhängig, d.h. es kommt dabei entweder zur Dehnung oder zur Stauchung des Kristalls entlang der c-Achse. Auch hier bestimmt das c/a-Verhältnis, welche Zwillingssysteme aktiviert und ob Zug- oder Druckspannungen entlang der c-Achse aufgenommen werden. In den meisten hexagonalen Metallen dominiert das {10-12}-<10-11>-System. Ist das c/a-Verhältnis $>\sqrt{3}$, wie beispielsweise bei Zink, können nur Druckspannungen, die parallel zur c-Achse liegen, aufgenommen werden und der Kristall wird gestaucht. In Magnesium und anderen Metallen mit c/a $<\sqrt{3}$ sind es Zugspannungen, die parallel zur c-Achse zur Aktivierung eines Zugzwillings führen, was mit einer Verlängerung des Kristalls verbunden ist. Bei Umformprozessen wie dem Walzen lässt sich daher das {10-12}-<10-11>(Zug)-Zwillingssystem in Magnesium umso einfacher aktivieren, je größer der Winkel zwischen den Basalebenen und der Walzrichtung ist. Allerdings gibt es einen minimalen Winkel, ab dem Zwillinge erst zur Verformung beitragen können.

Der Verformungsbeitrag der mechanischen Zwillingsbildung zur Gesamtverformung ist bei Magnesiumlegierungen im Vergleich zur Gleitung sehr gering. In Abhängigkeit von der Lage des Kristalls zur Verformungsrichtung, des c/a-Verhältnisses und dem damit verbundenen Scherbetrag sowie dem Volumenanteil des transformierten Gitters ergibt sich der Beitrag zur Gesamtdehnung. Dieser liegt beispielsweise für das Zugzwillingssystem {10-12}-<10-11> im Magnesium-Einkristall lediglich bei etwa 6,5% der Gesamtdehnung unter der Voraussetzung, dass eine komplette Transformation in die Zwillingslage bei optimaler Orientierung zur Spannungsrichtung stattfindet [vgl. Tenckhoff1980].

Von erheblicher Bedeutung ist die Zwillingsbildung zum einen dadurch, dass sie die Verformung entlang der c-Achse ermöglicht und zum anderen hilft, die Forderung nach fünf unabhängigen Verformungssystemen (von Mises-Kriterium) zu erfüllen. Außerdem kommt es durch die Gitterrotation bei der Zwillingsbildung zu einer signifikanten

Orientierungsänderung, siehe Abbildung 2-8. Dadurch ergeben sich Kristalllagen, die günstig für weitere Zwillingsbildung oder für Gleiten von Versetzungen sind, so dass letztlich größere Verformungsbeträge, d.h. eine höhere Duktilität, erreicht werden.

Neben Zugzwillingen können in Magnesium und seinen Legierungen auch Druckzwillinge und sekundäre Zwillinge auftreten. Sie ermöglichen es, Druckspannungen aufzunehmen, die parallel zur c-Achse verlaufen, und führen zu einer Verkürzung des Kristalls. Typisch sind für Magnesium die Druckzwillinge {10-11} und {10-13}, wobei die Scherrichtung in beiden Fällen der des Zugzwillings, <10-11>, entspricht. Die dadurch entstehende Auslenkung der c-Achse beträgt ungefähr 56° beim {10-11}- und 63° beim {10-13}-Zwilling.

Zug- und Druckzwillinge unterscheiden sich optisch. Zugzwillinge nehmen in den verformten Körnern große Bereiche ein, die sich durch seitliches Wachstum während der Deformation bilden [Ion1982]. Dagegen erscheinen Druckzwillinge als die für Verformungszwillinge typischen dünnen Bereiche im Korn.

Die sekundäre Zwillingsbildung findet innerhalb eines bereits verzwillingten Bereiches statt. Bei Magnesium bilden sich typischerweise zuerst Druckzwillinge und in ihnen anschließend die {10-12}-Zugzwillinge. Es können also zwei sekundäre Zwillinge auftreten, {10-11}-{10-12} und {10-13}-{10-12}. Die Basalebenen liegen durch die Doppelzwillingsbildung in einem Winkel von 38° bzw. 22° zur Ausgangsmatrix.
Als ergänzender Verformungsmechanismus sei hier noch die Bildung von Knickbändern erwähnt. Diese wurden von Orowan [Orowan1942] in Cadmium-Stäben bei einer Druckbelastung in Richtung der Stabachse beobachtet. Dabei kommt es ähnlich wie bei der Zwillingsbildung zu einer Umorientierung von Kristallbereichen. Allerdings geschieht dies nicht sprunghaft, sondern allmählich mit steigender Deformation. Außerdem bestehen keine definierten Beziehungen zwischen der Ausgangsebene, der Ebene des Knickbandes und der neuen Orientierung. In Magnesium wurden Knickbänder auch bei relativ geringer Deformation sowohl an Korngrenzen als auch im Korninnern beobachtet [Yang2009]. Die Analyse dieser Deformationsbänder zeigte, dass diese direkt mit Korngrenzen korrespondieren, die sich bei weiterer Deformation ausbilden. Roberts und Partridge fanden bei ihren Studien Knickbänder in der Umgebung bzw. innerhalb von Zwillingen in Magnesium [Roberts 1966]. Diese bewirkten einen Spannungsabbau innerhalb der Zwillinge durch Gitterrotation. Die Untersuchung der Knickbänder zeigt, dass diese Teil der wirkenden Deformationsmechanismen sind, obgleich ihr Beitrag an der Gesamtverformung relativ gering ausfällt.

Neben der Temperatur gibt es weitere Faktoren wie den Schmid-Faktor, die die Aktivierung der bei der Verformung von Magnesium beteiligten Deformationssysteme bestimmen. Der Schmid-Faktor m beschreibt die geometrische Beziehung zwischen den Richtungen der angelegten äußeren Belastung und des Deformationssystems. Es gilt:

$$m = \cos\kappa \cos\lambda \qquad (7),$$

wobei κ der Winkel zwischen der Normalenrichtung der Gleit- oder Zwillingsebene und der äußeren Kraft ist und λ der Winkel der Gleitrichtung mit der äußeren Kraft (Abbildung 2-9).

Aus dem Schmid-Faktor und der angelegten Spannung lassen sich somit die in den einzelnen Deformationssystemen wirkenden Schubspannungen τ berechnen über:

$$\tau = \sigma \cos\kappa \cos\lambda = \sigma m \qquad (8).$$

Dasjenige Gleitsystem wird dann aktiviert, in dem die Schubspannung am größten wird [Schmid1936], wobei in jedem Fall die kritische Schubspannung für das System (CRSS) (eventuell thermisch aktiviert) überschritten werden muss.

Somit ist die Lage der Kristalle bezogen auf die Verformungsrichtung nicht unerheblich, sondern bestimmt im Gegenteil die Verformbarkeit des Werkstückes maßgeblich. Würden alle Kristalle einer Probe mit der Basalebene senkrecht zur Belastungsrichtung liegen, wäre eine Verformung über Basalgleitung nicht möglich. Dieser theoretische Fall stellt sich bei einem quasiisotropen polykristallinen Material im Allgemeinen nicht ein. Der Effekt von stark ausgeprägten Basaltexturen geht allerdings genau in diese Richtung. Gerade für Magnesium-Knetprodukte wie Bleche sind daher schwache Texturen erstrebenswert [Dreyer2010].

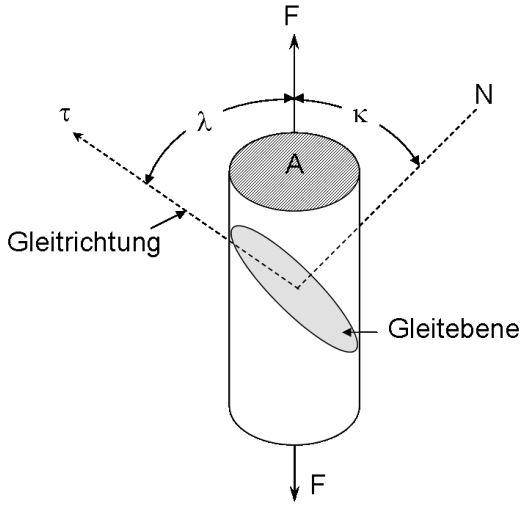


Abbildung 2-9:Schema zur Bestimmung des Schmid-Faktors m im Einkristall

Die verschiedenen Deformationsmechanismen bestimmen das Gefüge des verformten Materials. Versetzungen stauen sich an Hindernissen wie Korngrenzen oder auch Ausscheidungen auf. Die ursprüngliche Kornstruktur wird zerstört, und es entstehen versetzungsreiche Gebiete, in denen sich Subkorngrenzen bilden können [Gottstein1984]. Steigt der Verformungseintrag, bilden sich sogenannte Verformungsbänder, also Inhomogenitäten, die sich durch das gesamte Gefüge ziehen. Beispiele dafür sind die bereits angesprochenen Knickbänder, aber auch die für das Walzen typischen Scherbänder. Ihnen wohnt immer eine veränderte Orientierung in Bezug auf das Matrixgefüge inne. Somit wird durch eine Verformung ein Material in seiner Gefügestruktur verändert und mit Energie angereichert. Diese eingetragene Verformungsenergie bildet die treibende Kraft für die Prozesse der Erholung und Rekristallisation.

2.3.3 Rekristallisationsmechanismen

Die durch Verformung eingebrachten Versetzungen in einem Gefüge bewirken einen Festigkeitsanstieg des Materials. Gleichzeitig sinken jedoch dessen Duktilität und damit die Verformbarkeit. Gerade beim mehrstufigen Walzprozess kommt es im Material zu einem hohen Verformungseintrag, der für das Walzgut eine starke Verfestigung bedeutet. Das Walzen von Werkstoffen mit einer geringen Verformbarkeit wie das Magnesium benötigt deshalb metallphysikalische Prozesse, die einen Versetzungsabbau bewirken: Erholung und Rekristallisation.

Erholung und Rekristallisation sind Vorgänge, die durch eine Wärmebehandlung in einem verformten Gefüge ablaufen. Dabei wird unterschieden, ob dies schon während des Warmumformprozesses dynamisch geschieht oder erst nach deren Abschluss, d.h. statisch. In Abbildung 2-10 sind diese Prozesse während des Walzens schematisch dargestellt und werden im Folgenden kurz beschrieben.

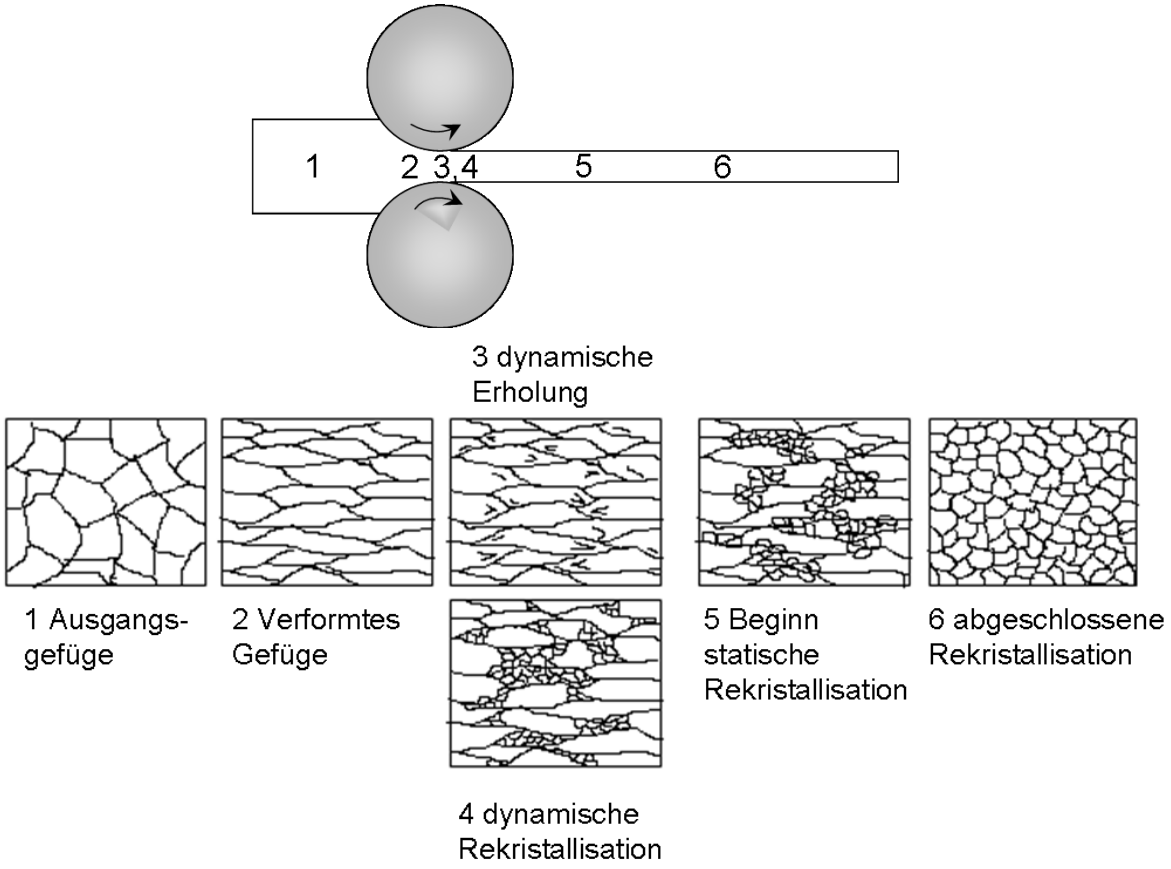


Abbildung 2-10: Schematische Darstellung der beim Walzen auftretenden Prozesse und der Gefügestruktur: 1 äquiaxiales Ausgangsgefüge, versetzungsarm; 2 Umformung, Verfestigung des Gefüges mit hoher Versetzungsdichte; 3 dynamische Erholung, verformtes Gefüge mit polygonisierten Bereichen und verringerter Versetzungsdichte; 4 dynamische Rekristallisation, verformtes Gefüge mit verringerter Versetzungsdichte, Subkornbildung/Keimbildung; 5 Beginn statische Rekristallisation, versetzungsarme Bereiche und verformtes Gefüge; 6 abgeschlossene Rekristallisation, feinkörniges äquiaxiales Gefüge [nach USS1957]

Bei der Erholung eines Materials kommt es zum Versetzungsabbau durch Klettern von Stufenversetzungen und Quergleiten von Schraubenversetzungen. Die Versetzungen können so energetisch günstigere Positionen einnehmen oder sich auch gegenseitig auslöschen.

Typisch dabei ist die Entstehung von Kleinwinkelkorngrenzen, aber auch die Bildung von Subkorngrenzen. So bleibt das verformte Gefüge an sich bestehen, aber die Versetzungsdichte nimmt signifikant ab.

Im Gegensatz dazu wird bei der Rekristallisation durch das Entstehen und Wandern von Großwinkelkorngrenzen das verformte Gefüge beseitigt und somit ein neues gebildet. Bei Betrachtung der Rekristallisation werden prinzipiell die Prozesse der Keimbildung und des Keimwachstums unterschieden. Die Keimbildung beruht auf Prozessen der Erholung, wobei drei sogenannte Instabilitätsbedingungen erfüllt werden müssen.

1. *Die thermodynamische Instabilität* besagt, dass ein Rekristallisationskeim mindestens so groß sein muss, dass sich bei der Vergrößerung des Keims die freie Enthalpie verringert. Errechnen lässt sich der kritische Keimradius r_c aus der treibenden Kraft p für die Rekristallisation als

$$r_c = \frac{2\gamma}{p} = \frac{4\gamma}{\rho G b^2} \qquad (9),$$

wobei b der Burgersvektor, G der Schubmodul, γ die spezifische Korngrenzenenergie und ρ die Versetzungsdichte sind.

Als treibende Kraft p ist die Kraft zu verstehen, die auf eine Korngrenze wirkt und deren Verschiebung zu einer Verringerung der freien Enthalpie führt. Im Allgemeinen resultiert sie aus der durch die Versetzungen gespeicherte Verformungsenergie. Bestimmt wird die treibende Kraft p über

$$p = -dG/dV \qquad (10)$$

und kann sowohl als die gewonnene freie Enthalpie pro Volumeneinheit dV bei der Korngrenzenbewegung verstanden werden als auch als der Druck, der auf die Korngrenze wirkt.

Einen Keim mit einer kritischen Größe durch thermische Fluktuation zu bilden ist kaum möglich, so dass es wahrscheinlich ist, dass bereits diverse Keime im umgeformten Gefüge vorliegen. Diese können durch Erholungsvorgänge schließlich als Rekristallisationskeime aktiviert werden.

2. *Die mechanische Instabilitätsbedingung* besagt, dass ein lokales Ungleichgewicht der treibenden Kräfte vorhanden sein muss, so dass sich eine definierte Bewegungsrichtung ergibt. Ermöglicht wird dies durch eine inhomogene Versetzungsverteilung oder entsprechend große Subkörner, d.h. Gefügebereiche mit geringer Versetzungsdichte innen und versetzungsreichen Grenzen, die sich meistens während der Erholung bilden.

3. *Die kinetische Instabilität* bedeutet, dass die Grenzfläche des Keimes auch beweglich sein muss. In der Regel ist dies nur bei Großwinkelkorngrenzen gegeben, die einen großen Orientierungsunterschied zwischen zwei Gebieten darstellt und so eine entsprechende

Beweglichkeit aufweist. Die Erzeugung solcher beweglichen Großwinkelkorngrenzen im verformten Gefüge als wichtigster und zugleich schwierigster Schritt der Rekristallisation kann über verschiedene Mechanismen geschehen wie diskontinuierliches Subkornwachstum oder Keimbildung an Korngrenzen, Partikeln oder Verformungsinhomogenitäten. Da alle drei Kriterien erfüllt werden müssen, um Rekristallisation auszulösen, kommt es vorrangig in dafür geeigneten Gebieten des Gefüges zur Keimbildung [Gottstein2007].

Es bestehen Unterschiede zwischen einphasigen und mehrphasigen Legierungen, die das Rekristallisationsverhalten wesentlich beeinflussen. Fremdatome in homogenen Legierungen haben in der Regel keinen erheblichen Einfluss auf die Keimbildung. Da Fremdatome sich aber energetisch bevorzugt in Korngrenzen anlagern, können sie die Korngrenzengeschwindigkeit und damit die Korngrenzenbeweglichkeit stark beeinflussen.

In mehrphasigen Legierungen können Phasen oder Partikel die Rekristallisation sowohl beschleunigen als auch vollkommen unterdrücken. Im Allgemeinen begünstigen grobe Partikel die Rekristallisation, da sich eine inhomogene Versetzungsverteilung um die Teilchen stimulierend auf die Keimbildung auswirken kann (siehe S.22 Partikel stimulierte Rekristallisation). Sehr kleine fein verteilte Partikel wirken sich kaum auf die Keimbildung aus, behindern dagegen Versetzungs- und Korngrenzenbewegungen. Die hier der Rekristallisation entgegen wirkende Kraft ist die Zener-Kraft p_Z:

$$p_Z = -\frac{3}{2}\gamma\frac{f}{r_p} \qquad (11),$$

dabei ist r_p der Teilchenradius, f der Volumenbruchteil der Partikel und γ die spezifische Korngrenzenenergie. Dieser Effekt kann zur Steuerung der Rekristallisation insbesondere zur Steuerung des Keimwachstums also letztlich der Korngröße technisch genutzt werden.

Das Walzen von Magnesiumlegierungen erfordert in der Regel eine relativ hohe Walztemperatur, die das Auftreten von dynamischer Erholung oder Rekristallisation fördert. Beide thermodynamischen Prozesse stehen in Konkurrenz zueinander. Faktoren dafür, ob das Material erholt oder rekristallisiert, sind neben den Prozessbedingungen Umformtemperatur und –grad die Stapelfehlerenergie der Metalle. Typischerweise neigen Metalle mit einer relativ hohen Stapelfehlerenergie wie beispielsweise Aluminium zu dynamischer Erholung. Dies liegt darin begründet, dass die Versetzungen bei der Verformung weniger schnell und stark aufspalten können, so dass die Voraussetzung für Klettern und Quergleiten von Versetzungen gegeben bleibt. Bei Metallen mit niedriger Stapelfehlerenergie hingegen wird durch die leichte Versetzungsaufspaltung die dynamische Rekristallisation begünstigt. Für Magnesium werden in der Literatur ähnliche Werte für die Stapelfehlerenergie wie für Aluminium angegeben [Sestak1979], so dass die Entfestigung durch dynamische Erholung wahrscheinlicher erscheint als durch dynamische Rekristallisation. Von verschiedenen Autoren wurde jedoch dynamische Rekristallisation von Magnesiumlegierungen beobachtet [Ion1982, Al-Samman2008, delValle2003 u.a.]. Ion et al. führt dies auf die wenigen Gleitsysteme zurück, die für die Verformung von Magnesium zur Verfügung stehen und somit den Einfluss der Stapelfehlerenergie stark abschwächen.

Die Rekristallisation ist nach dem Walzen nicht notwendigerweise abgeschlossen, so dass es bei der Wärmebehandlung zwischen zwei Walzstichen zu einer sogenannten postdynamischen Rekristallisation kommen kann [Gottstein1984].

Im Folgenden sollen die Rekristallisationsmechanismen vorgestellt werden, welche bereits bei Untersuchungen in Magnesiumlegierungen beobachtet worden.

Keimbildung an Korngrenzen
Als Bereiche großer Orientierungsunterschiede sind Korngrenzen prädestiniert für Keimbildung, zumal sich hier auch die Versetzungen bei der Verformung aufstauen. Liegt in diesen Gebieten außerdem ein Ungleichgewicht der treibenden Kräfte vor, kann es zur Ausbeulung der Korngrenze kommen. Nach einem von Bailey und Hirsch vorgestellten Modell für dieses Verhalten [Bailey1962], kommt es zum Ausbeulen eines Teiles der Korngrenze, wodurch die Korngrenzenfläche vergrößert und damit die Korngrenzenenergie erhöht wird. Voraussetzung dafür ist, dass die Bewegung unter Energiegewinn abläuft, ist eine Energieerhöhung im Überstrichenen Volumen wie es auch bei der Rekristallisationskeimbildung erforderlich ist (Gl. 8 und 9). Dementsprechend ist ein kritischer Ausbeulradius der Keime R_C sowie ein kritischer Radius R_{CKG} der beweglichen Korngrenzfläche erforderlich, der sich berechnen lässt über:

$$R_C = R_{CKG} = \frac{2\gamma}{\Delta G_V} \qquad (12),$$

wobei γ die spezifische Korngrenzenenergie und ΔG_V die Verringerung der freien Enthalpie sind. Unter Einbeziehung typischer Werte für γ und ΔG_V zeigt sich, dass R_C bzw. R_{CKG} wesentlich kleiner sein müssen als die normalerweise im Gefüge vorhandenen Körner. So kann es grundsätzlich zur Ausbeulung und Keimbildung an Korngrenzen kommen, immer unter der Bedingung, dass eine einseitig gerichtete treibende Kraft auf die Korngrenze wirkt. Bei starken Verformungen liegen jedoch in benachbarten Körnern etwa gleich große Versetzungsdichten vor, so dass diese Voraussetzung nicht erfüllt ist. Ein entsprechendes Ungleichgewicht der Kräfte kann durch Erholungsvorgänge erreicht werden. Beispielsweise können über Versetzungsbewegungen Subkorngrenzen, die an der Korngrenze enden, aufgelöst werden, so dass an einer Großwinkelkorngrenze ein großes versetzungsarmes Subkorn einerseits und versetzungsreiche feinkörnige Subgefüge andererseits entstehen. Dieser Vorgang wird auch als „Strain Induced Boundary Migration (SIBM)“ bezeichnet und wurde beispielsweise bei Aluminium beobachtet.

Für Magnesium haben Ion et al. [Ion1982] einen Mechanismus aufgezeigt, bei dem es zur Polygonisation von rotierten Gitterbereichen an Korngrenzen kommt, wie dies für Minerale bekannt ist [White1980]. Das von Ion et al. vorgestellte Modell wurde von Galiyev et al. erweitert und gibt für verschiedene Temperaturbereiche drei Mechanismen für die Keimbildung an Korngrenzen in Magnesium am Beispiel ZK60 an [Galiyev2001] (Abbildung 2-11).

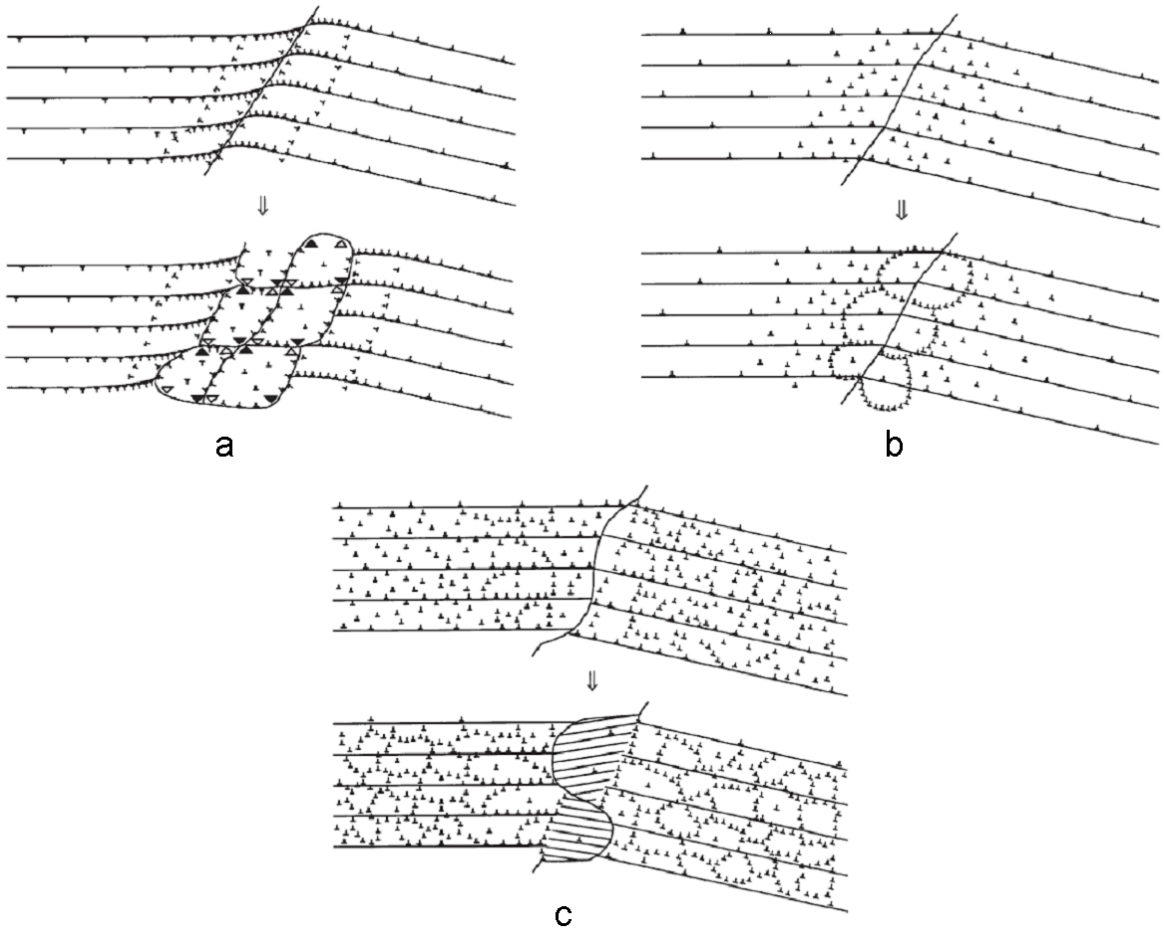


Abbildung 2-11: Schematische Keimbildungsprozesse an Korngrenzen bei verschiedenen Umformtemperaturen a) T=150°C, Bildung von Großwinkelkorngrenzen mit hoher Versetzungsdichte; b) T=200-250°C, Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen in der Nähe von originalen Korngrenzen mit stetiger Absorption von Versetzungen (kontinuierliche dynamische Rekristallisation); c) T=300-450°C, Ausbeulung von Korngrenzen, Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen, die durch Versetzungsanlagerung Großwinkelkorngrenzen bilden [Galiyev2001]

Dabei zeigt sich, dass über die Temperatur die wirksamen Deformationsmechanismen bestimmt werden, die die Prozesse der dynamischen Rekristallisation beeinflussen. Bei einer Umformtemperatur von 150°C wirken Basalgleitung und Zwillingsbildung an den Korngrenzen, wodurch <a>-Versetzungen an Zwillingsgrenzen aufgestaut werden. Die über die elastische Rotation an Korngrenzen erzeugte innere Spannung erreicht lokal den CRSS für <c+a>-Gleitung (siehe auch [Ion1982]). Die Umordnung der Versetzungen resultiert so in der Bildung von Großwinkelkorngrenzen mit hoher Versetzungsdichte (Abbildung 2-11a). Umformtemperaturen von 200-250°C aktivieren in den spannungsreichen Gebieten von Korngrenzen das Quergleiten von <a>-Versetzungen auf nicht-basalen Ebenen. Auf diesen Ebenen kann es aufgrund der relativ hohen Stapelfehlerenergie zum Klettern der Versetzungen kommen. Dadurch bilden sich Kleinwinkelkorngrenzen in der Umgebung der ursprünglichen Korngrenzen, die sich durch weitere kontinuierliche Versetzungsumordnungen zu Großwinkelkorngrenzen entwickeln (Abbildung 2-11b). Dieser Vorgang wird auch als kontinuierliche dynamische Rekristallisation bezeichnet. Bei Temperaturen von 300-450°C kann es zu Diffusionsprozessen kommen, welche das Klettern von Versetzungen begünstigen (Abbildung 2-11c). So konzentriert sich die Belastung an Versetzungslinien, was zum Ausbeulen von Korngrenzen führt, an denen neue Körner

wachsen können. Durch das Klettern der Versetzungen bilden sich außerdem Kleinwinkelkorngrenzen, die durch die kontinuierliche Anlagerung weiterer Versetzungen zu echten Großwinkelkorngrenzen transformieren.

Die Orientierungen der sich nach diesen Mechanismen neu bildenden Körner unterscheiden sich nur unwesentlich vom Ausgangskorn, so dass die Rekristallisationstextur sich auch kaum ändert.

Keimbildung in Scherbändern und Zwillingen
Bei der Verformung von Magnesium und seinen Legierungen kommt es vermehrt zu Bildung von Scherbändern. Diese können ihren Ursprung in der Verbindung von stark deformierten Korngrenzgebieten, in Knickbändern und in verzwillingten Bereichen haben. In diesen Scherbändern liegen die Basalebenen oftmals parallel zur Scherebene, so dass in ihnen leicht Basalgleitung aktiviert werden kann. Dieser Umstand in Kombination mit einer hohen Versetzungsdichte prädestiniert die Scherbänder als Keimbildungsort. Verschiedene Autoren haben die Wirksamkeit dieses Mechanismus in Magnesiumlegierungen beobachtet [Stanford2008a, Senn2008], der zur Abschwächung der Rekristallisationstextur vor allem in Legierungen mit Seltenen Erden führte.

Barnett et al. dokumentierten u.a. mit der Keimbildung in Zwillingen einen weiteren Rekristallisationsmechanismus [Barnett2001]. Beim Walzen der konventionellen Legierung AZ31 waren rekristallisierte Körner an Zwillingen zu erkennen. Dieser Mechanismus lässt sich auch in anderen Werkstoffen wie z.B. Kupfer ausmachen [Gottstein1979]. Das Entscheidende dabei ist, dass durch die Zwillingsbildung Orientierungen im Gefüge entstehen, die für die Bildung von beweglichen Korngrenzen günstiger sind.

Partikel Stimulierte Rekristallisation (PSN – Particle Stimulated Nucleation)
Wie bereits erwähnt, zeigen Partikel in Legierungen einen entscheidenden Einfluss bei der Rekristallisation. An groben Partikeln, d.h. mit einem Durchmesser über 1µm [Humphreys1977], die nicht geschnitten werden können, stauen sich bei der Verformung Versetzungen auf und es entstehen energiereiche Deformationszonen. Diese sind der ideale Ausgangsort für die Bildung von Rekristallisationskeimen. Hinzukommt, dass die aufzubringende Grenzflächenenergie bei der Keimbildung um den Betrag sinkt, den die vorhandene Phasengrenze bereits an der gesamten Keimgrenzfläche einnimmt.

Ball und Prangnell waren die ersten, die diesen Effekt beim Strangpressen der Magnesiumlegierung WE54 diskutiert haben [Ball1994]. Dabei zeigte sich auch eine direkte Auswirkung auf die Texturausbildung. Die durch die Zugabe der SE ausgelöste PSN sorgte für eine deutliche Abschwächung und Randomisierung der Strangpresstextur. Dies ist darin begründet, dass sich an den Partikeln große Misorientierungen einstellen, die eine willkürliche Orientierung der rekristallisierten Körner begünstigen. Hierbei ist zu bemerken, dass die Legierung WE54 einen sehr hohen Anteil an Legierungselementen aufweist.

Einschränkungen beim Kornwachstum
Partikel können aber auch Rekristallisationshemmer sein. Dies zeigt sich bei dem zweiten Prozess der Rekristallisation dem Keim- oder Kornwachstum. Die erzeugte bewegliche Großwinkelkorngrenze wandert in eine bestimmt Richtung durch das verformte Gefüge und

hinterlässt versetzungsarme Gebiete. Liegen jedoch kleine fein verteilte Partikel im Gefüge vor, können diese die Mobilität der Korngrenzen wesentlich herabsetzen [Gottstein1984]. Dies ergibt sich daraus, dass sich, wenn eine Korngrenze auf ein Partikel stößt, die Gesamtkorngrenzfläche um die Querschnittsfläche des Partikels verringert. Für ein Loslösen der Korngrenze vom Partikel muss nun zusätzlich die Energie zur Bildung der fehlenden Grenzfläche aufgebracht werden, so dass dadurch eine rücktreibende Kraft auf die Korngrenzfläche wirkt. Wird diese Energie größer als der mit der Korngrenzbewegung verbundene Energiegewinn, kommt es zur Stagnation der Korngrenze. Nicht zuletzt wirkt sich dies auf die Korngröße des rekristallisierten Gefüges aus. In der Literatur wird in diesem Zusammenhang auch vom Zener-Drag oder Zener-Pinning gesprochen [Humphreys1996].

Ein ähnlicher Effekt wird dem Solute-Drag nachgesagt. Hierbei wirken allerdings keine Partikel sondern gelöste Atome in der Legierung. Aufgrund der von der Matrix verschiedenen Atomdurchmesser tendieren Fremdatome dazu in der Korngrenze zu seigern, da hier ein Bereich gestörte Ordnung vorliegt mit Lücken in die Fremdatome leichter eingebaut werden können [Gottstein1984]. Durch die so gelösten Atome entsteht eine auf die Korngrenze rücktreibende Kraft, da bei der Bewegung diese Atome mitgenommen werden müssen. Abhängig ist die rücktreibende Kraft unter anderem von der Art der Fremdatome, deren Konzentration und der Korngrenzgeschwindigkeit. Ist letztere eher klein, können die gelösten Atome mitbewegt werden. Wird die Korngrenzgeschwindigkeit größer, steigt auch die rücktreibende Kraft bis sich bei einer kritischen Geschwindigkeit die Korngrenze von den Fremdatomen löst und sich als freie Korngrenze weiter bewegt.

Eine Einschränkung der Korngrenzmobilität entsteht aufgrund dessen, dass mit steigender Korngröße die treibende Kraft sinkt, so dass die rücktreibende Kraft der Fremdatome die Kinetik der Korngrenzen während des Kornwachstums erheblich verringert. Dies kann zu einem Stillstand des Kornwachstums führen und damit zu einer relativ geringen Endkorngröße.

Beide Mechanismen bestimmen entscheidend die Kinetik der Rekristallisation und können beim Wachstumsprozess dafür sorgen, dass bestimmte Orientierungen bevorzugt wachsen bzw. in ihrem Wachstum unterdrückt werden.

Für Magnesiumlegierungen wurden sowohl Zener-Drag als auch Solute-Drag als wirksame Rekristallisationsmechanismen und mögliche Ursachen für eine Texturänderung diskutiert [Bohlen2007, Laser2008, Senn2006, Stanford2009, Hantzsche2010, Robson2011].
Der folgende Abschnitt bietet einen Überblick über die in Magnesium und seinen Legierungen beobachteten Texturen und deren Entwicklung während der thermomechanischen Umformung.

2.3.4 Texturentwicklung von Magnesium-Blechen

Typischerweise wird bei der Texturuntersuchung gewalzter Bleche von hexagonalen Metallen vor allem die Basalpolfigur betrachtet. Sie zeigt die Verteilung der Orientierung der (0002)-Ebenen in Bezug auf eine definierte Probenlage, d.h. beim Walzen in Bezug auf die Blechnormalenrichtung. Die Verteilung wiederum hängt bei hdp Metallen von den aktivierten Gleitsystemen und damit von ihrem c/a-Verhältnis ab. In Abbildung 2-12(a-c) sind typische

Walztexturen für hdp Metalle in Abhängigkeit vom c/a-Verhältnis schematisch dargestellt [Tenckhoff1980]. Dabei sind neben den Basal-Polfiguren die dazugehörigen Polfiguren der (10-10)-Ebene mit dargestellt. Dies erlaubt es, die Vorzugsorientierung der Kristallite zu erkennen und nicht bloß einer Ebene. Allen drei Fällen gemeinsam ist, dass die Basalebenen sich durch den Walzprozess in Verformungsrichtung ausrichten und somit in etwa parallel zur Blechoberfläche orientiert werden.

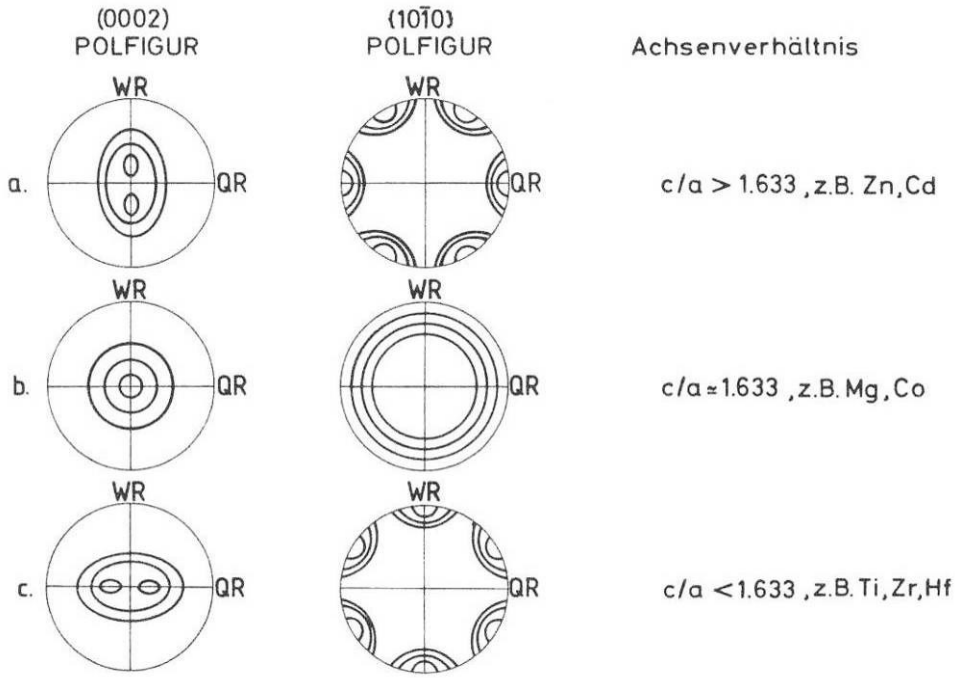


Abbildung 2-12: Schematische Walztexturen von hdp Metallen in Abhängigkeit vom c/a-Verhältnis a) c/a>1,633 (z.B. Zink, Cadmium), b) c/a = 1,633 (z.B. Magnesium, Kobalt), c) c/a < 1,633 (Titan, Zirkonium) [Tenckhoff1980]

Bei einem übernormalen c/a-Verhältnis wie dies bei Zink oder Cadmium der Fall ist, zeigt sich eine leichte Kippung der Basalebenen um etwa 15-25° von der Blechnormalen in Walzrichtung (Abbildung 2-12a). Gleichzeitig kommt es zu einer bevorzugten Ausrichtung der Prismenebenen mit einem Maximum in der Querrichtung. Entspricht das c/a-Verhältnis in etwa dem idealen 1,633 (z.B. Magnesium, Kobalt) kommt es eher zur Bildung einer Fasertextur oder auch so genannten Basaltextur wie sie in Abbildung 2-12b zu sehen ist. Dabei liegt die Mehrheit der Basalebenen parallel zur Blechebene ohne bevorzugte Ausrichtung der Prismenebenen. Bei Metallen mit einem unternormalen Achsenverhältnis wie Titan oder Zirkonium werden die Basalebenen in Richtung der Querrichtung um etwa 20-40° gekippt. Die Ausrichtung der prismatischen Ebenen liegt hierbei bevorzugt in Walzrichtung (Abbildung 2-12c).

Studien an Reinmagnesium und konventionellen Magnesiumlegierungen wie AZ31 zeigten, dass dort die Rekristallisationstextur nur geringe Veränderungen gegenüber der Deformationstextur aufweist [Wassermann1962, Barnett2004, del Valle2003]. Es wird somit in erster Linie beim Walzen von der Entstehung einer Basaltextur ausgegangen. Andere Legierungen wie WE43 oder ZEK100, welche in der jüngsten Vergangenheit in den Fokus gerückt sind, zeigen dagegen, dass sehr wohl eine Veränderung der Textur durch die Rekristallisation erfolgen kann [Wendt 2009]. Bei Wendt et al. konnte allerdings festgestellt

werden, dass die Anlagen der Texturkomponenten, welche durch die Rekristallisation ausgeprägt werden, bereits in der Walztextur vorliegen. Dies lässt darauf schließen, dass eine Kombination aus aktivierten Deformationsmechanismen mit einem selektiven Kornwachstumsprozess für die Texturausbildung bei ZEK100 verantwortlich ist.

Um generell Einfluss auf die Ausbildung der Textur zu nehmen, wurden und werden Untersuchungen in zwei verschiedene Hauptrichtungen angestellt. Ein Ausgangspunkt sind die Prozessparameter beim Walzen insbesondere die Umformtemperatur und der Umformgrad, da das Walzen ein thermomechanischer Prozess ist. Dabei zeigt sich, dass es hauptsächlich über die Temperatur möglich ist, das entstehende Gefüge zu beeinflussen. Der Hauptgrund liegt hier in der Manipulation der Rekristallisation, welche bei geringer Umformtemperatur nahezu vollständig unterdrückt werden kann [Mackenzie2008a]. Allerdings resultiert dies nicht in einer Änderung der Texturform sondern eher in einer Abschwächung der Intensität vor allem bei höheren Walz- bzw. Rekristallisationstemperaturen [Nadella2003, Hantzsche2009].

Der andere und bisher effektivere Weg, die Texturausbildung zu beeinflussen, liegt in der Legierungsauswahl bzw. –zusammensetzung. Bereits bei konventionellen Legierungen wie der AZ31 lassen sich über Mikrolegierungselemente sowohl eine Texturabschwächung als auch eine Änderung der Form der Walztextur erzielen [Laser2008]. Laser et al. nutzten Calcium und Cer-Mischmetall und erhielten eine Intensitätssenkung und eine deutliche Kippung der Basalebenen in Querrichtung der Bleche. Auch in anderen Legierungen, die auf Seltenen Erden basieren oder die Zusätze von Seltenen Erden enthalten, weichen die Umformtexturen von den typischen Basaltexturen des Magnesiums ab. Ball und Prangnell waren eine der ersten, die eine veränderte Textur bei stranggepressten Profilen aus der Magnesiumlegierung WE54 beobachteten [Ball1994]. Sie kamen zu dem Schluss, dass durch die Partikel, welche in der Magnesium-Yttrium-Seltenen-Erden-Legierung vorliegen, partikelstimulierte Keimbildung (PSN) während der Umformung ausgelöst wird, die die erfasste Randomisierung der Textur bewirkt. Auf Grundlage dieser Theorie wurden weitere Untersuchungen zur Texturbeeinflussung an Magnesiumlegierungen, die Seltene Erden und Yttrium sowie als weiteres Legierungselement Zink beinhalten, durchgeführt. Bohlen et al. führten umfangreiche Walzversuche an Magnesium-Zink-Legierungen durch, um den Effekt der Seltenen Erden und von Yttrium auf die Textur- und Gefügeausbildung aufzuzeigen und des Weiteren die mechanischen Eigenschaften der Bleche dazu in Beziehung zu setzen [Bohlen2007]. Die entsprechenden Walztexturen sind in Abbildung 2-13 zusammengestellt.

Dabei wird deutlich, dass mit der Zulegierung von Seltenen Erden bzw. Yttrium nicht nur eine Abschwächung der Textur sondern auch eine signifikante Änderung deren Erscheinung einhergeht. So wird ein hoher Anteil an Basalebenen in Querrichtung gekippt, während in die Normalenrichtung keine bevorzugte Ausrichtung der Basalebenen erfolgt. Im Gegensatz dazu bildet sich bei der Legierung ZM21 die typische starke Basaltextur. ZK10 als Legierung mit dem Kornfeinungsmittel Zirkonium bildet ebenfalls eine starke Basaltextur, wobei die ausgeprägte Kippung der Basalebenen in Querrichtung bemerkenswert ist.

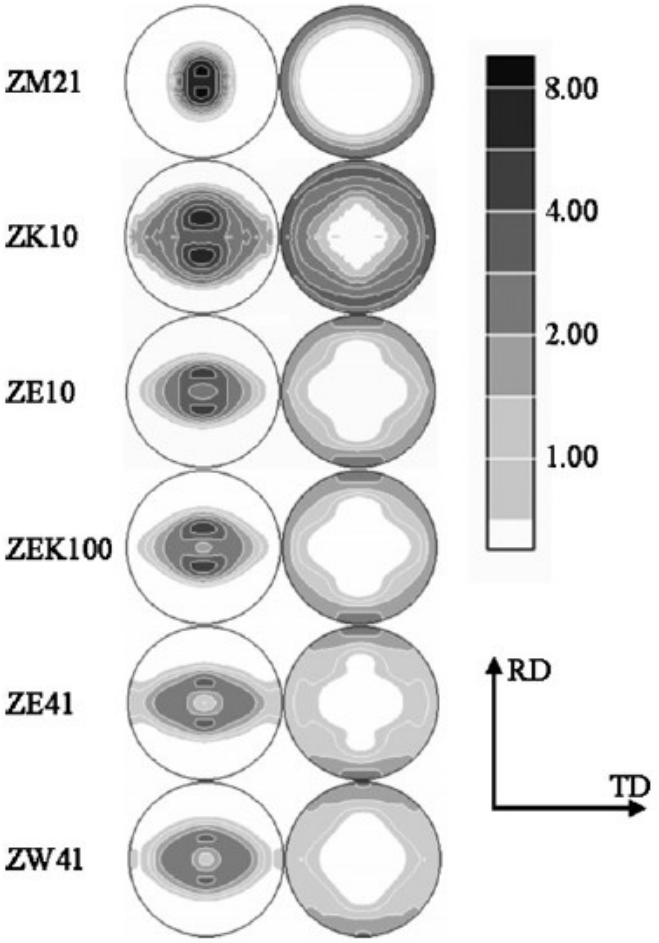
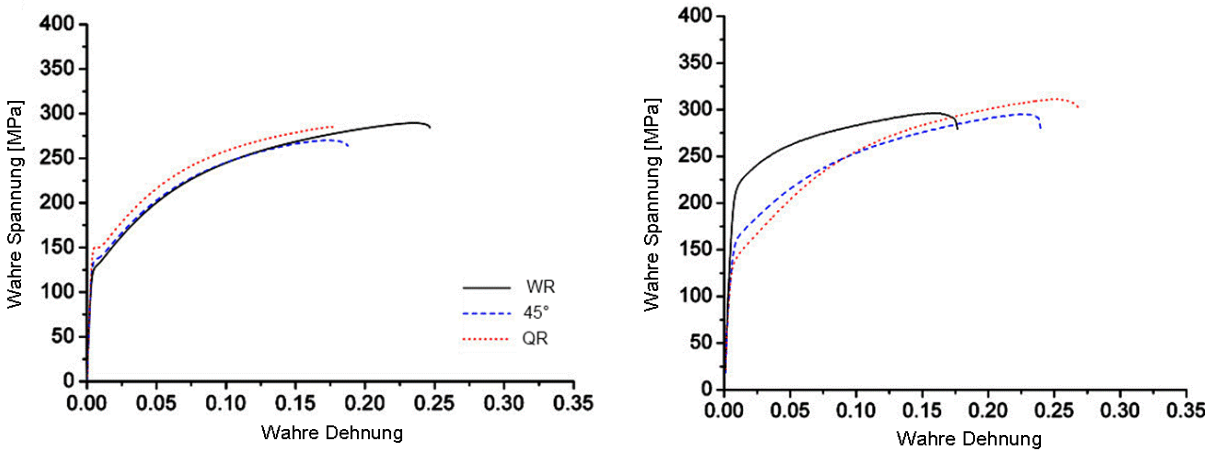


Abbildung 2-13: (0002)-Polfiguren gewalzter Bleche auf Mg-Zn-Basis (RD=Rolling Direction=WR, TD=Transverse Direction=QR) [Bohlen2007]

Zugversuche, welche an den Blechen durchgeführt wurden (Abbildung 2-14), zeigen eine Inversion der Festigkeitseigenschaften, d.h. die höchste Festigkeit liegt bei der Legierung ZM21 in Querrichtung (QR) und bei den Legierung ZW41 in Walzrichtung (WR). Auch wird durch die Zugabe von Yttrium die Duktilität vor allem in Querrichtung sowohl gegenüber den Duktilitäten in Walzrichtung und in 45° als auch gegenüber denen des Bleches ZM21 deutlich erhöht.

Die Erklärung hierfür liegt in der Kippung der Basalebenen. Sind diese mehr in QR oder WR gekippt, liegen also nicht mehrheitlich parallel zur Blechoberfläche, kann bei Verformung die Basalgleitung einfacher aktiviert werden. Dies bestätigt den erheblichen Einfluss der Textur auf die mechanischen Eigenschaften von Magnesiumblechen und damit das Potential von Legierungselementen, ein gezieltes Texturdesign betreiben zu können. Bei der Untersuchungen der Mikrostruktur dieser Legierungen ließen sich eine Vielzahl von Partikeln ausmachen, die in allen Legierungen Zink beinhalten. Je nach Blech liegen Zink-Zirkonium, Zink-Mangan oder Zink-Seltenen-Erden Partikel vor. Außerdem wurden Scherbänder und Zwillinge in allen Blechen beobachtet. Diese Beobachtungen erlaubten jedoch keinen eindeutigen Rückschluss auf die Mechanismen, welche zur Texturbildung beitragen.



a) ZM21 b) ZW41

Abbildung 2-14: Zugversuche an den Blechen aus a) ZM21 und b) ZW41 jeweils in den Richtungen WR, 45° und QR [Bohlen2007]

An zahlreichen Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen wie ZEK100, ZE10 und WE43 wurden von verschiedenen Autoren Studien zur Texturentwicklung während der Umformung durchgeführt mit dem Ziel, die wirksamen Mechanismen aufzeigen zu können. Der von Ball und Prangnell gefundene Effekt der partikelstimulierten Keimbildung während der Rekristallisation lässt sich nicht gleichermaßen von WE54 auf andere Legierungen übertragen. So fanden Senn und Agnew bei der Untersuchung von Legierungen mit einem wesentlich geringeren Anteil an Seltene Erden nach der Verformung Scherbänder, an denen es zur Rekristallisation kam [Senn2008]. Die dabei neu gebildeten Körner verursachten eine auffällige Texturabschwächung. Eine nicht basale Texturkomponente in Querrichtung beobachteten Mackenzie und Pekguleryuz in Scherbändern, welche beim Walzen von ZE10 gebildet wurden [Mackenzie2008b]. Durch die Rekristallisation bei einer anschließenden Wärmebehandlung prägte sich diese Komponente weiter aus, so dass sich eine Textur mit einem Doppelpeak entlang der Querrichtung entwickelte, während die unmittelbar nach dem Walzen noch vorhandenen Maxima in Walz- bzw. Normalenrichtung vollständig verschwanden. Diskutiert wird von Mackenzie neben den Keimbildungsmechanismen das auch Kornwachstum. Durch die Zugabe von Cer konnte anscheinend eine Änderung der Korngrenzenbeweglichkeit erzielt werden, so dass ein selektives Kornwachstum auftrat. Dies deutet auf das Wirken eines Zener- oder Solute-Drag hin, der jedoch nicht abschließend nachgewiesen werden konnte.

Auch bei Strangpressversuchen an binären Magnesium-Lanthan- und Magnesium-Gadolinium-Legierungen konnten Stanford und Barnett die Ausbildung einer ‚Seltenen-Erden'-(`Rare-Earth`)-Texturkomponente beobachten [Stanford2008a]. Sie konnten eine Beziehung zu den während der Umformung entstandenen Scherbändern und den in diesen rekristallisierten Körnern herstellen. Allerdings kommt es auch bei der Umformung von konventionellen Legierungen wie der AZ31 zur Bildung von Scherbändern, ohne dass eine nicht-basalen Texturkomponente entsteht.

Mackenzie et al. stellten beim Strangpressen der Legierung WE43 eine Änderung des Rekristallisationsverhaltens und der Orientierungsbeziehung für die Korngrenzenbeweglichkeit fest [Mackenzie2007]. Dies führte zur Bildung einer nicht-basalen Texturkomponente und deutet auf die Wirksamkeit eines Solute- oder Zener-Drags

hin. Andere Autoren beobachteten bei verschiedenen Studien in Magnesiumlegierungen auch den Effekt des Solute-Drags oder Partikel Pinnings [Laser2008, Stanford2009, Senn2006].

Generell kann mit geringen Mengen an Zulegierungen signifikant Einfluss auf das Rekristallisationsverhalten und die Texturausbildung bei der Umformung von Metallen genommen werden [Hutchinson1974]. Inwieweit jedoch welches Legierungselement in den einzelnen Untersuchungen die Texturentwicklung beeinflusst ist noch ungeklärt. Dies liegt nicht zuletzt daran, dass die meisten Studien an kommerziell erhältlichen bzw. technischen Legierungen durchgeführt wurden, d.h. an mehrphasigen Legierungen.

2.4 Legierungssysteme

Die technischen Magnesium-Knetlegierungen auf Basis von Magnesium und Zink, werden häufig mit Seltenen Erden, deren wichtigsten Vertreter Cer, Neodym und Yttrium sind, modifiziert und zeigen die vorgenannten Texturänderungen. Analysen von Magnesium-Zink-Yttrium-Zirkonium- (ZWK100) oder Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Legierungen (ZEK100) zeigen, dass sich quasikristalline Phasen von Zink-Yttrium bzw. Zink-Seltenen-Erden bilden, die sowohl die Rekristallisation als auch die Verformung des Materials beeinflussen [Fang2008]. Die Seltenen Erden der technischen Legierungen sind in der Regel Mischmetalle, so dass bei der Untersuchung der Effekte auf die Gefüge- und Texturentwicklung keine eindeutige Differenzierung zwischen den Elementen möglich ist.

Zur Einordnung der Wirkungen auf die Eigenschaften und das Verhalten von Magnesium-Knetlegierungen werden im Folgenden die binären Systeme Magnesium-Yttrium, Magnesium-Neodym und Magnesium-Cer neben dem System Magnesium-Zink mit den jeweiligen binären Phasendiagrammen kurz vorgestellt.

Magnesium-Zink

Zink ist neben Aluminium das am häufigsten eingesetzte Legierungselement für Magnesiumblechwerkstoffe und für seine festigkeitssteigernde Wirkung bekannt [Clark1965]. Dies wird der Bildung von Defekten in der (0002)-Ebene zugeschrieben, die die Versetzungsbewegungen auf nicht-basalen Ebenen behindern. Außerdem kann Zink die Stapelfehlerenergie senken und so Versetzungsbewegungen auf der Basalebene beeinträchtigen [Suzuki2003]. Abbildung 2-15 zeigt das Magnesium-Zink-Phasendiagramm [Massalski1986].

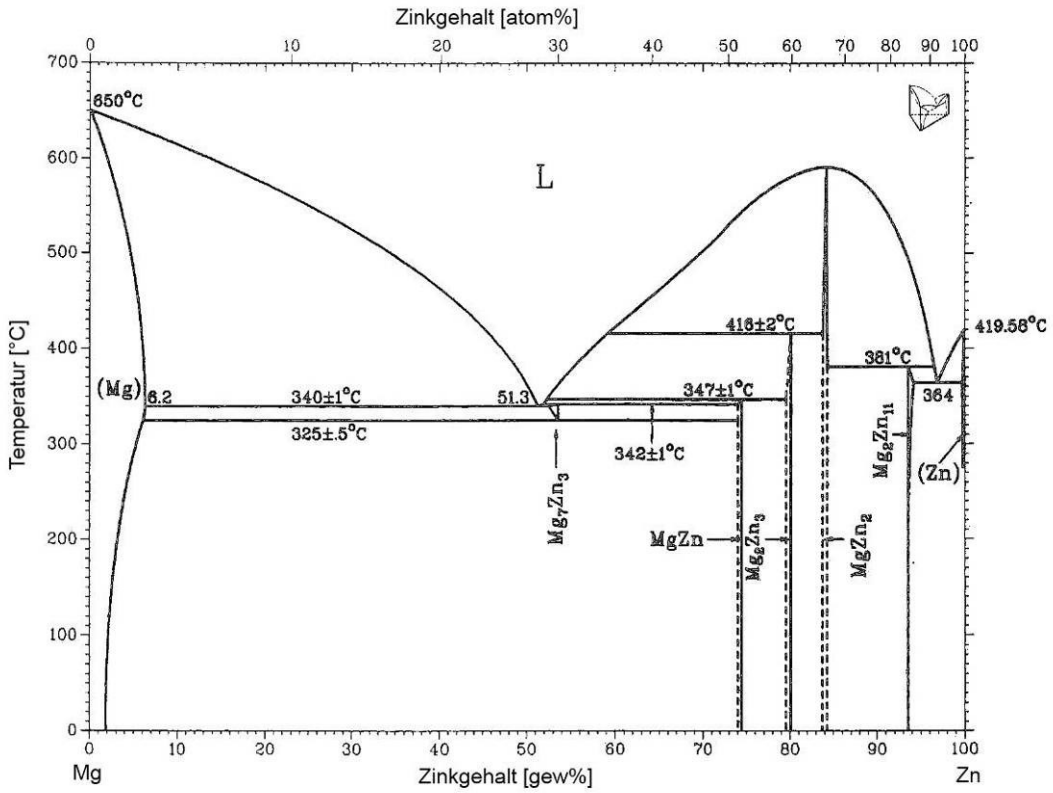


Abbildung 2-15: Binäres Magnesium-Zink-Phasendiagramm [Massalski1986]

Binäres System Magnesium-Yttrium

Yttrium sowie auch andere Seltene Erden werden in Magnesiumlegierungen zur Steigerung der Warmfestigkeit eingesetzt. Es kann die Stapelfehlerenergie von Magnesium senken und hemmt Versetzungsbewegungen durch die Aufspaltung der Versetzungen [Suzuki2003, Sandlöbes2012]. Auch konnte in Magnesium-Yttrium-Legierungen das Auftreten von Quergleitung beobachtet werden [Suzuki2001]. Das Phasendiagramm des Systems Magnesium-Yttrium in Abbildung 2-16 zeigt eine relativ hohe Löslichkeit des Yttriums in Magnesium. Bei 400°C liegt die Löslichkeit bei 6,5Gew% bzw. 1,87At% und bei 200°C immer noch bei 2,2Gew% bzw. 0,61At% Yttrium [Rokhlin2003].

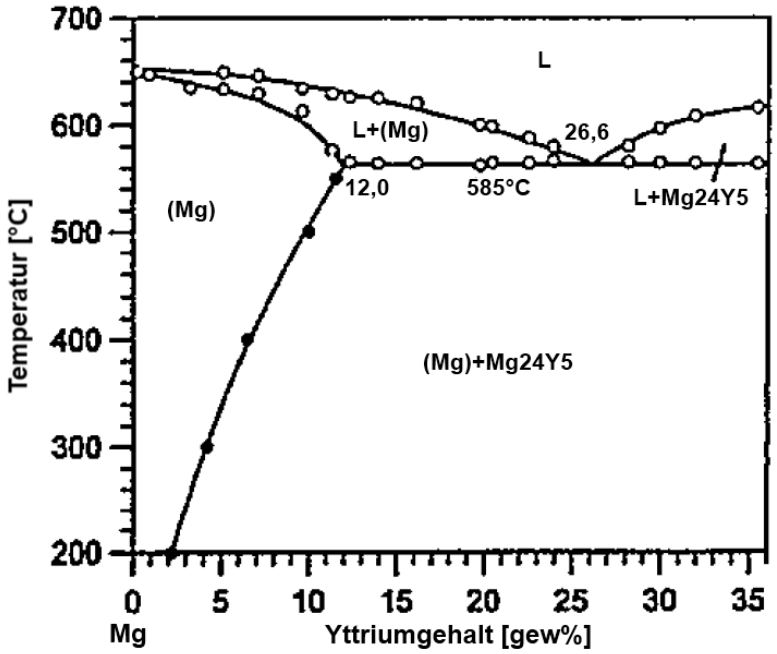


Abbildung 2-16: Magnesiumreiches Gebiet des binären Magnesium-Yttrium-Phasendiagramms [Rokhlin2003]

Binäres System Magnesium-Neodym

Neodym ist eines der Seltenen-Erden-Elemente auf dem viele Seltenen-Erden-Legierungen basieren. Oft wird es in Verbindung mit Cer verwendet. Es verbessert ebenfalls die Festigkeit von Magnesium-Legierungen bis zu Temperaturen von 250°C. Das entsprechende Phasendiagramm ist in Abbildung 2-17 dargestellt. Mit 0,7Gew% (0,12At%) ist die Löslichkeit von Neodym bei 400°C in Magnesium deutlich geringer als die von Yttrium. Bei 200°C liegt sie nur noch bei 0,08Gew% (0,013At%) [Rokhlin2003].

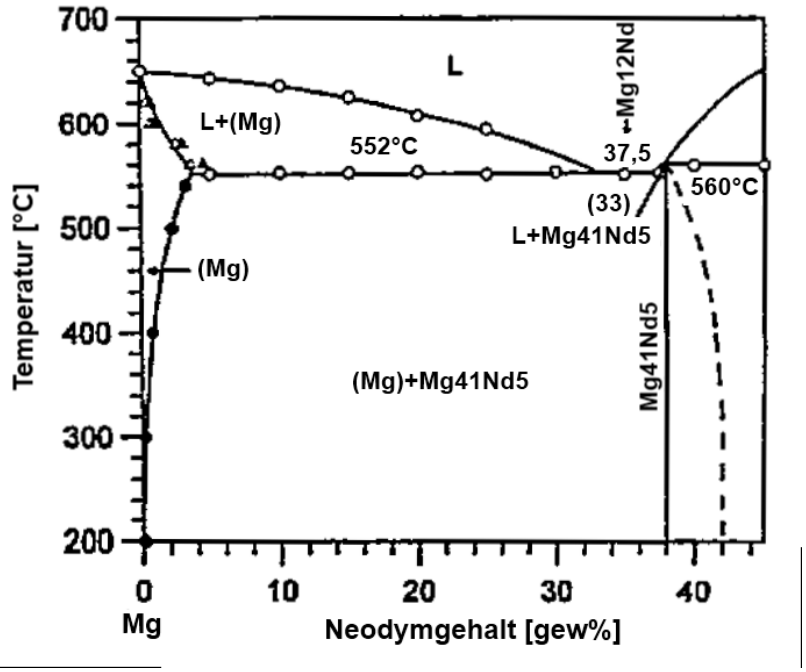


Abbildung 2-17: Magnesiumreiches Gebiet des binären Magnesium-Neodym-Phasendiagramms [Rokhlin2003]

Binäres System Magnesium-Cer

Cer ist wie Neodym eines der Hauptelemente, auf denen Seltenen-Erden-Legierungen basieren. Das bekannteste ist das Cer-Mischmetall, welches für Magnesiumlegierungen zur Erhöhung der Warmfestigkeit genutzt wird.

Als Mikrolegierungselement kann es zur Kornstabilisierung bei der Umformung dienen und damit zur Steuerung der Rekristallisation verwendet werden [Laser2008]. Das Phasendiagramm nach Rokhlin (Abbildung 2-18) zeigt, dass Cer die geringste Löslichkeit der ausgesuchten Metalle in Magnesium hat [Rokhlin2003]. Die beträgt bei 400°C 0,08Gew% (0,014At%) und sinkt auf 0,04Gew% (0,007At%) bei 200°C.

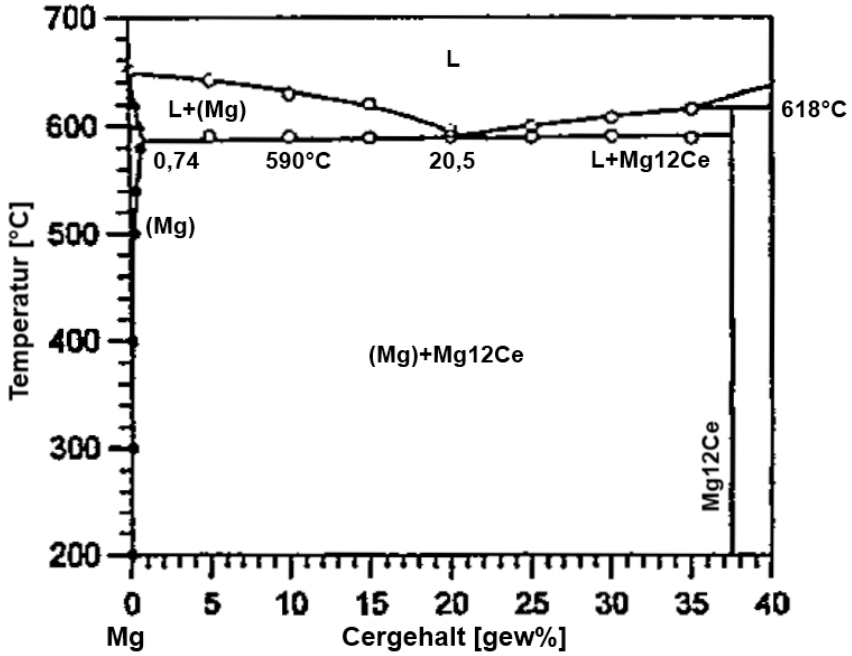


Abbildung 2-18: Magnesiumreiches Gebiet des binären Magnesium-Cer-Phasendiagramms [Rokhlin2003]

Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Walzversuche konzentrieren sich auf diese modellhaften binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen. Dieser Untersuchungsansatz erlaubt es, den Einfluss der einzelnen Elemente auf die Gefüge- und Texturentwicklung der Magnesiumbleche zu separieren. Außerdem wird die Einsatzmenge der Elemente so variiert, dass theoretisch sowohl die Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen im Mischkristall als auch im 2-Phasengebiet vorliegen. Somit können die Untersuchungsergebnisse auch hinsichtlich dieser Kriterien analysiert und diskutiert werden.

In Ergänzung zu den Versuchen mit binären Legierungen wurden Untersuchungen an ternären Systemen mit dem zusätzlichen Legierungselement Zink durchgeführt. Die Wechselwirkung dieser Elemente miteinander ist von grundlegender Bedeutung für viele technische Magnesium-Knetlegierungen vor allem hinsichtlich der Texturausbildung, die in diesen Materialien beobachtet wurde.

3 Experimentelle Methoden und Versuchsdurchführung

In diesem Kapitel werden sowohl die gefertigten Legierungen vorgestellt als auch die Methoden zur Untersuchung der Gefüge- und Texturentwicklung. Dazu gehört auch die Beschreibung der gießtechnischen Fertigung und des Walzprozess.

3.1 Legierungsauswahl /-übersicht

Die im Kapitel 2.3.4 diskutierten technischen Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen sind mehrkomponentige Systeme. Um den Legierungseinfluss der einzelnen Seltenen-Erden-Elemente untersuchen zu können, wurden in dieser Arbeit binäre Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungssysteme gewählt. Diese sind im Einzelnen Magnesium-Yttrium, Magnesium-Neodym und Magnesium-Cer sowie als Referenzmaterial Magnesium-Zink. Basierend auf den binären Zustandsdiagrammen aus Kapitel 2.4 wurde jeweils der Legierungsgehalt variiert, um den Einfluss der Konzentrationen beurteilen zu können. Zum Vergleich wurde zusätzlich gegossenes Rein-Magnesium gewalzt. Für die Studien an den ternären Systemen wurden jeweils Magnesium und Zink mit den einzelnen Seltenen Erden kombiniert.

Aus dem System Magnesium-Zink wurden Legierungen mit Gehalten von 1Gew% und 3%Gew Zink ausgewählt. Die Zusammensetzungen liegen bei 1Gew% Zink im Mischkristallbereich und bei 3Gew% Zink im Zweiphasengebiet (siehe Abbildung 2-15).

Auf Grundlage der Löslichkeiten und der technisch relevanten Einsatzmengen wurden die Konzentrationen für die Seltenen-Erden so ausgewählt, dass ein Spektrum von Legierungen entstand, die hinsichtlich des Einflusses von Mischkristallen und Ausscheidungen bzw. Phasen auf die Gefügeentwicklung beim Walzen von Blechen ausgewertet werden konnten.

So ergaben sich folgende Konzentrationen:

- Yttrium: 0,01Gew%, 0,1Gew%, 0,6Gew%, 1Gew% und 3Gew%,
- Neodym: 0,03Gew%, 0,06Gew%, 0,25Gew%, 0,5Gew%, 1Gew% und 2Gew%,
- Cer: 0,03Gew%, 0,07Gew%, 0,25Gew%, 1Gew% und 3Gew%.

Durch den Herstellungsprozess der Walzmaterialien, d.h. das Kokillengießen von Bolzen, ergaben sich leicht abweichende Legierungszusammensetzungen. Diese sind in Tabelle 3-1 für alle untersuchten Legierungen zusammengestellt.

Die einzelnen Zusammensetzungen der ternären Walzlegierungen (siehe Tabelle 3-1) richteten sich nach den Untersuchungsergebnissen der Texturentwicklung der binären Legierungen. Der Zink-Gehalt wurde auf jeweils 1Gew% festgesetzt, um Vergleiche zwischen den untersuchten, aber auch zu den technischen Legierungen ziehen zu können.

3.2 Gießtechnische Fertigung der Legierungen

Die Studien dieser Arbeit wurden an Legierungen durchgeführt, die nicht kommerziell zur Verfügung stehen. In der internen Versuchsgießerei des Magnesium Innovations Centers (MagIC) im Helmholtz-Zentrum Geesthacht wurden daher alle Materialien selber hergestellt. Dies gewährleistete einerseits weitgehend gleiche Gießbedingungen für alle Legierungen,

andererseits ermöglichte es die Einstellung der gewünschten Konzentrationen der einzelnen Legierungselemente. Alle Versuchslegierungen wurden in Form von Bolzen im Schwerkraft-Kokillenguss unter Schutzgas abgegossen. Das verwendete Schutzgas Argon-Schwefelhexafluorid-Gasgemisch diente dabei zur Vermeidung der Reaktionen zwischen Schmelze und dem Wasserstoff bzw. Sauerstoff der Luft, um die Verunreinigung des Gießgutes zu minimieren. Die Gießtemperatur lag legierungsabhängig zwischen 700°C und 740°C. Die aus Warmarbeitsstahl 1.2343 bestehende geteilte Kokille wurde auf 210°C vorgewärmt. Zur Gewährleistung einer homogenen Gussqualität wurde vor dem Abguss die Schmelze einer 15-minütigen Rührbehandlung mit einem mechanischem Rührwerk unterzogen.

Aus den zylindrischen Gussstücken mit einem Durchmesser von 105mm und einer Höhe von ca. 450mm wurden anschließend Proben für die Charakterisierung die Legierungen und die Walzbrammen hergestellt. Das Schema der Probenentnahme ist in Abbildung 3-1 dargestellt.

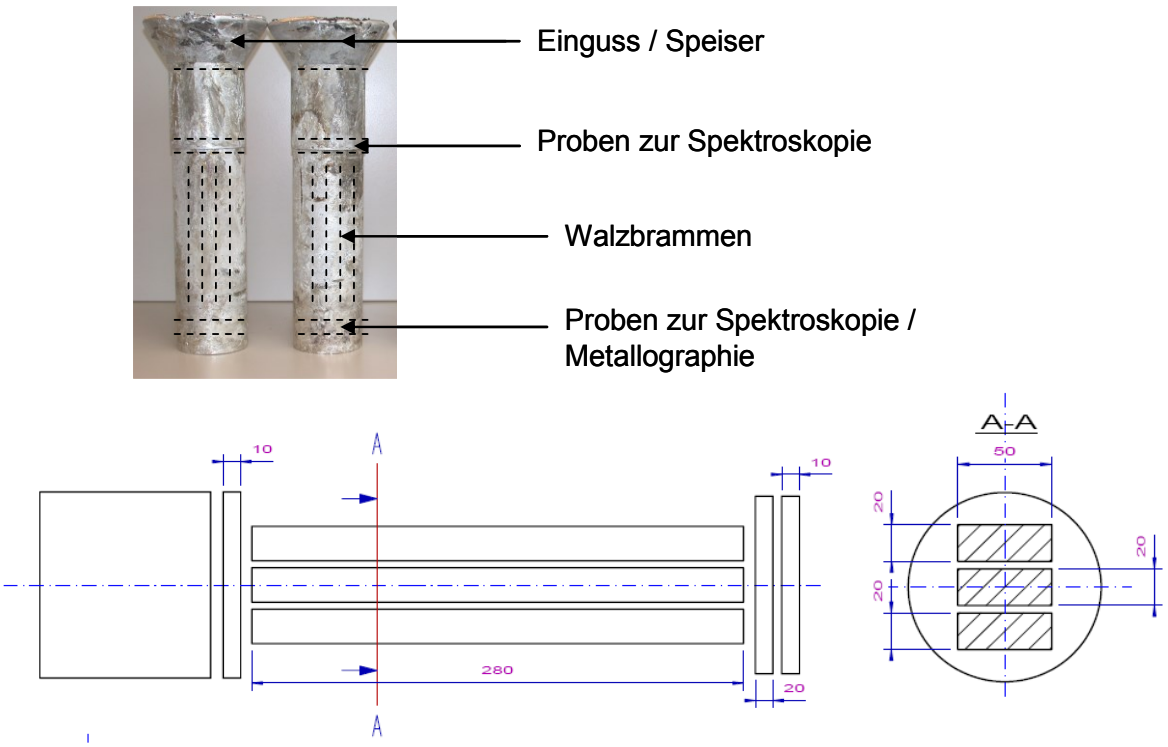


Abbildung 3-1: Schema der Probenentnahme aus den Gussbolzen

3.2.1 Chemische Analysen

Als Ausgangsmaterial für die Legierungen wurde Magnesium (HP) mit einem Gehalt von 99,95% Mg verwendet. Der Reinheitsgehalt der Seltenen Erden und des Zinks lag bei mindesten 99,9%. Als Hauptverunreinigung im Magnesium erschienen Aluminium, Mangan und Silizium, welche sowohl in dem Einsatzmaterial als auch im Guss festgestellt wurden (siehe Tabelle 3-1). Die Menge der anderen Verunreinigungen ist vernachlässigbar gering.

Die Überprüfung der gegossenen Legierungen hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzungen erfolgte mittels Funkenspektroskopie. Um die Homogenität des Gussstückes beurteilen zu können, wurden wie in Abbildung 3-1 dargestellt Proben sowohl aus dem unteren Teil als auch aus dem oberen Teil der Bolzen analysiert. In Tabelle 3-1 sind

die im Mittel erhaltenen Konzentrationen der Legierungselemente sowie deren Hauptverunreinigungen in Gew% aufgeführt.

Tabelle 3-1: Chemische Analysen der gegossenen Legierungen ermittelt durch Funkenspektroskopie, Rest: Mg (farbig hinterlegt zur besseren Übersicht die relevanten Legierungsgehalte)

Bezeichnung	Al [Gew%]	Ce [Gew%]	Mn [Gew%]	Nd [Gew%]	Si [Gew%]	Y [Gew%]	Zn [Gew%]
MgHP	0,010	-	0,019	-	<0,0001	-	-
MgCe0,006	0,0114	0,032	<0,001	0,006	<0,00005	-	-
MgCe0,01	0,0109	0,073	<0,001	0,006	0,0015	-	-
MgCe0,04	0,0211	0,221	0,0216	-	0,0162	-	-
MgCe0,2	0,0224	1,10	0,0218	0,01	0,0146	-	-
MgCe0,5	0,0222	2,76*	0,0203	0,053	0,0122	0,014	-
MgNd0,006	0,0110	-	<0,001	0,033	0,00162	-	-
MgNd0,01	0,0109	-	<0,001	0,060	0,00188	-	-
MgNd0,04	0,0113	-	<0,001	0,243	0,00240	-	-
MgNd0,09	0,0209	0,006	0,0224	0,555	0,0153	-	-
MgNd0,2	0,0222	0,007	0,0225	0,885	0,0148	-	-
MgNd0,3	0,0260	0,0097	0,0240	1,84	0,0135	0,0064	-
MgY0,003	0,0108	0,0046	0,0022	-	0,0003	0,012	-
MgY0,03	0,0122	0,0036	0,0057	-	0,0016	0,096	-
MgY0,2	0,0112	-	<0,001	0,006	0,0012	0,638	-
MgY0,3	0,0107	0,001	0,0250	0,006	0,0133	0,829	-
MgY0,8	0,0105	0,0006	0,0235	-	0,0056	2,71	-
MgZn0,4	0,0110	-	0,0356	-	0,0232	-	1,02
MgZn0,9	0,0100	-	0,0360	-	0,0254	-	2,35
MgZnCe0,03	0,0114	0,199	0,0245	-	0,0166	-	1,32
MgZnCe0,1	0,0112	0,563	<0,001	-	0,0021	-	0,98
MgZnNd0,07	0,0278	-	0,0393	0,415	0,0195	-	1,06
MgZnY0,2	0,0119	-	0,014	-	0,0116	0,70	1,04

*Analyse des Cer-Gehaltes über 2% mit Spektroskopie nicht möglich – Analyse erfolgte mittels Röntgenfluoreszenz

Zur besseren Vergleichbarkeit der Legierungssysteme wurden die Einsatzmengen in Atom% (At%) betrachtet und dementsprechend bezeichnet. Zur Übersicht sind die Bezeichnungen der Walzmaterialien und deren Legierungsgehalt in At% und Gew% in Tabelle 3-2 noch einmal aufgeführt.

Tabelle 3-2: Bezeichnung der Versuchslegierungen und deren Hauptelement in At% und Gew% (experimentell bestimmte Werte)

Bezeichnung	Legierungselement	[At%]	[Gew%]
MgCe0,006	Cer	0,0056	0,032
MgCe0,01	Cer	0,013	0,073
MgCe0,04	Cer	0,041	0,237
MgCe0,2	Cer	0,19	1,00
MgCe0,5	Cer	0,49	2,76*
MgNd0,006	Neodym	0,0056	0,033
MgNd0,01	Neodym	0,010	0,060
MgNd0,04	Neodym	0,041	0,243
MgNd0,09	Neodym	0,095	0,555
MgNd0,2	Neodym	0,15	0,885
MgNd0,3	Neodym	0,315	1,84
MgY0,003	Yttrium	0,003	0,010
MgY0,03	Yttrium	0,027	0,099
MgY0,2	Yttrium	0,17	0,638
MgY0,3	Yttrium	0,22	0,829
MgY0,8	Yttrium	0,75	2,71
MgZn0,4	Zink	0,38	1,02
MgZn0,9	Zink	0,89	2,35

3.3 Walzprozess und Wärmebehandlungsstudien

Die Probenentnahme für das Walzgut erfolgte aus dem mittleren Teil der Gussbolzen (Abbildung 3-1). Es konnten jeweils 3 Walzbrammen mit einer Walzbreite von 280mm, einer Dicke von 20mm und einer Walzlänge von 50mm entnommen werden. Diese Abmessungen resultierten aus vorangegangenen Walzversuchen. Dabei konnte die Walzbreite der Laborwalze optimal genutzt und Bleche mit einer Länge von 1000mm und einer Breite von 300mm über den Labormaßstab hinaus gefertigt werden. Alle Seiten der Brammen wurden vor dem Walzen gefräst und geschlichtet, so dass eine gleichmäßige Oberflächenqualität eingestellt werden konnte. Vor dem Walzprozess wurden die entsprechenden Proben wärmebehandelt, um eine Homogenisierung zu erreichen. Dabei wurden entsprechende Temperaturen aus den Phasendiagrammen gewählt. Die Glühtemperaturen betrugen somit legierungsabhängig 350°C für Magnesium-Zink, Magnesium-Yttrium und die ternären Systeme und 550°C für die Systeme Magnesium-Cer und Magnesium-Neodym. Um eine verstärkte Oxidation zu vermeiden, erfolgte die Glühung bei 550°C unter Argon. Bei 350°C war eine Schutzgasatmosphäre nicht erforderlich. Die Glühzeiten beliefen sich bei allen Legierungen auf 15h.
Die Walzversuche wurden auf einem Duo-Kaltwalzgerüst (Typ M205; maximale Druckleistung 50t) der Fa. Metz durchgeführt. Zur Vermeidung von Oberflächenfehlern aufgrund der Klebneigung von Magnesium an den Walzen kam als Schmierstoff das Multifunktionsöl HYCUT SW 220 der Fa. Oemeta zum Einsatz.

Zahlreiche Vorversuche auf der Walze zeigten, dass eine Brammentemperatur von 400°C geeignet ist, um Bleche aus Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen herzustellen. Um diese während des Prozesses annähernd konstant zu halten, erfuhren alle Proben nach jedem Stich eine 20min Wärmebehandlung, welche ein Durchwärmen der Probendicken gewährleistete.

Als Umformgeschwindigkeit wurde die maximal mögliche von ca. 16m/min (13U/min) eingestellt. Die Stichabnahmen wurden so konzipiert, dass alle Legierungen mit denselben Walzgraden beaufschlagt werden konnten. Dies hatte zur Folge, dass die ersten Stiche mit einem Umformgrad pro Stich von 10% gefahren worden, um auch bei grobkörnigen Gefüge ein Brechen der Brammen zu unterbinden. Die niedrigen Stichabnahmen bewirken dabei ein Aufbrechen der Gussstruktur, was es ermöglicht, im weiteren Walzverlauf größere Umformgrade einzustellen. Die letzte Stichabnahme konnte so mit 30% eingestellt werden. Dadurch wird sichergestellt, dass ein Verformungsgefüge mit einer genügend hohen Versetzungsdichte im Blech vorliegt. Tabelle 3-3 zeigt die erreichten Umformgrade nach dem entwickelten Walzplan.

Tabelle 3-3: Walzplan zur Verarbeitung der Legierungen

Stich	Dicke [mm]	Umformgrad φ
	20,0	
1	18,8	0,1
2	17,0	0,1
3	15,0	0,1
4	13,6	0,1
5	10,8	0,2
6	8,4	0,2
7	6,8	0,2
8	5,6	0,2
9	4,4	0,2
10	3,6	0,2
11	2,9	0,2
12	2,3	0,2
13	1,9	0,2
14	1,4	0,3

Die gewalzten Bleche wurden nach dem letzten Stich nicht wieder erwärmt, so dass der Walzzustand untersucht werden konnte. Anschließend wurden an allen Legierungen Wärmebehandlungsstudien durchgeführt, die die Analyse des Rekristallisationsverhaltens und die während der Rekristallisation ablaufende Texturentwicklung erlauben. Dazu wurden Blechproben aus allen Legierungen bei der Walztemperatur von 400°C für jeweils 3, 5 und 20 Minuten geglüht und in Wasser abgeschreckt. Die Wärmebehandlung erfolgte in einem Umluftofen der Fa. Nabertherm (Typ). Die Walzprozedur ist in Abbildung 3-2 schematisch dargestellt.

Sowohl die Proben im Walzzustand als auch die Proben mit einem unterschiedlichen Rekristallisationsgrad wurden hinsichtlich ihrer Mikrostruktur und der kristallographischen Textur untersucht.

Abbildung 3-3 zeigt zum besseren Verständnis die drei Blechrichtungen – Walzrichtung, Querrichtung und Normelenrichtung, die im Weitern mit ihren Abkürzungen WR, QR und NR bezeichnet werden.

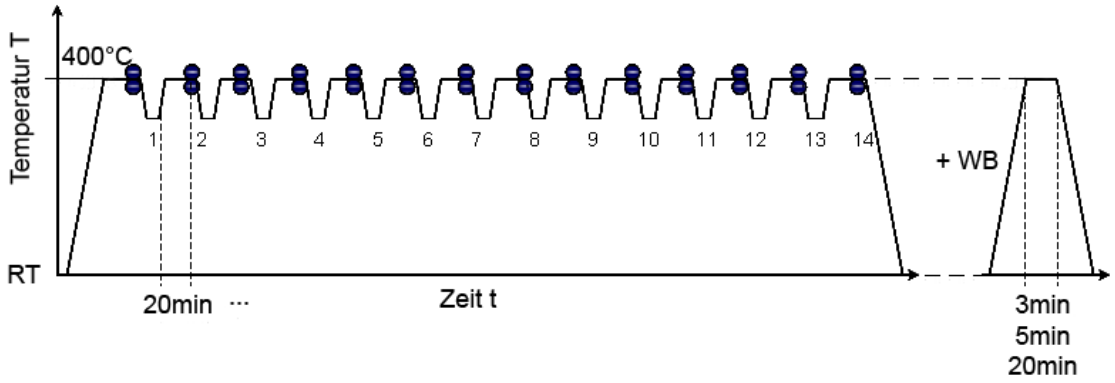


Abbildung 3-2: Walzschema mit anschließenden Wärmebehandlungen (WB)

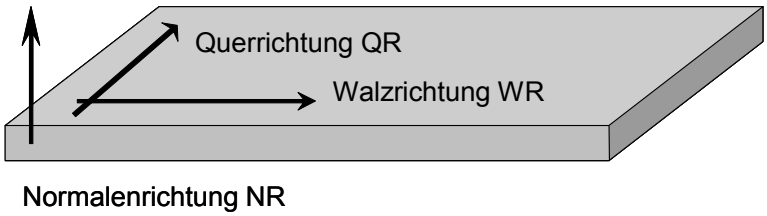


Abbildung 3-3: Darstellung der Blechrichtungen

3.4 Gefügeuntersuchungen

Die mikrostrukturellen Analysen erfolgten vorrangig lichtmikroskopisch. Daneben wurden auch an ausgewählten Proben Phasen und Ausscheidungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) über energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) bestimmt. Die ermittelten Werte erlauben jedoch lediglich qualitative Aussagen zu deren Zusammensetzung. Dies ist in der Größe des EDX-Messvolumens begründet, wodurch Bereiche in die quantitative Analyse eingehen, die nicht zu den Partikeln an sich gehören. Versuche, das Messvolumen durch eine Anpassung der Arbeitsspannung des REM zu verringern, führten durch die Erhöhung des Energieeintrages zu Zerstörung der Partikel, so dass die Phasenanalyse auf qualitative Aussagen begrenzt bleiben musste.

Die Proben für diese Untersuchungsmethoden wurden entlang WR den Blechen entnommen (Abbildung 3-4) und zur einfacheren Handhabung bei der Präparation eingebettet bzw. in einen entsprechenden Probenhalter gespannt.

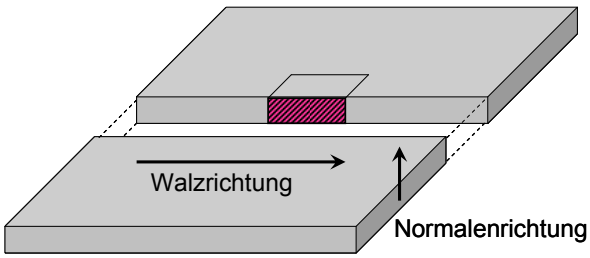


Abbildung 3-4: Schematische Lage der Proben für die mikrostrukturelle Analysen

Auf Schleifpapier der Körnungen 500, 800, 1000, 1200, 2400 und 4000 wurden die Proben geschliffen und anschließend auf Poliertüchern mit 3µm-Diamantsuspension poliert. Die Gefüge wurden gemäß Kree et al. [Kree2003] mit Pikrinsäure geätzt, um Korngrenzen und weitere Gefügebestandteile wie Zwillinge entsprechend sichtbar zu machen und zu

analysieren. Die Gefügeaufnahmen erfolgten mittels des Lichtmikroskops Leica DMI 5000 (Fa. Leica) im Auflichtverfahren, teilweise mit polarisiertem Licht, und die REM-Analysen mittels des Elektronenmikroskops Zeiss Ultra 55 der Firma Zeiss. Zur Bestimmung der Korngrößen der Bleche wurde das Linienschnittmessverfahren angewandt. Die angegeben Korngrößen sind die Durchschnittswerte der Messlänge in µm.

3.5 Texturmessung

Im Folgenden werden die zwei Verfahren Röntgendiffraktion und Electron Backscatter Diffraction (EBSD), welche zur Messung der Texturen verwendet wurden, kurz vorgestellt.

3.5.1 Messung der globalen Textur mittels Röntgendiffraktion

An den gewalzten Blechen wurden die globalen kristallographischen Texturen in der Blechfläche in den verschiedenen Wärmebehandlungszuständen gemessen. Dafür wurden Blechproben der Größe 35mm x 30mm von der Blechoberfläche bis etwa zur Blechmitte geschliffen (Abbildung 3-5).

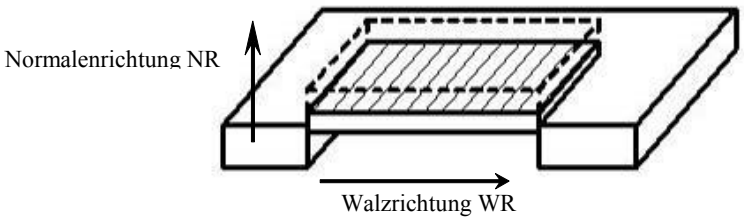


Abbildung 3-5: Prinzip der Probenentnahme für die Texturmessung mittels Röntgenstrahlung (Schliffebene schraffiert dargestellt)

Es wurden SiC-Schleifpapiere der Körnung 500, 800, 1000, 1200, 2400 und 4000 verwendet. Auf eine Polierung der Proben konnte aufgrund der Probengröße und der Eindringtiefe der Röntgenstrahlen verzichtet werden. Generell erfolgt die Messung oberflächennah, wobei die Korngröße eines metallischen Werkstoffs von Bedeutung ist. So können die Intensitäten bestimmter Reflexe bei einem grobkörnigen Material Extremwerte annehmen, die nicht die globale Textur des gesamten Werkstückes widerspiegeln. Je mehr Körner in die Messung mit einfließen, also je größer das Probenvolumen bzw. je feinkörniger die Probe ist, desto genauer und vertrauenswürdiger wird die Bestimmung der Makrotextur. Dieser Umstand führte dazu, dass bei Blechen mit sehr grobkörnigen Gefügen wie Rein-Magnesium nach der Wärmebehandlung zusätzlich an größeren runden Proben mit einem Durchmesser von 8cm die Texturen gemessen wurden

Zur Texturmessung wurde ein Röntgendiffraktometer der Fa. PANalytical Typ X'Pert MRD pro im Reflektionsmodus. Der von der Röntgenröhre emittierte Kupfer-K1α-Strahl wurde durch einen Nickelfilter auf die Probe geleitet. Die reflektierte Strahlung wurde nach Durchlaufen eines Parallelplattenkollimators detektiert. Der prinzipielle Aufbau ist in Abbildung 3-6 skizziert.

Trifft Röntgenstrahlung unter einem bestimmten Winkel auf eine Gitterebene eines Kristalls, wird diese im selben Winkel reflektiert. So entsteht kein Gangunterschied zwischen den reflektierten Wellen und es kommt dadurch zu konstruktiver Interferenz.

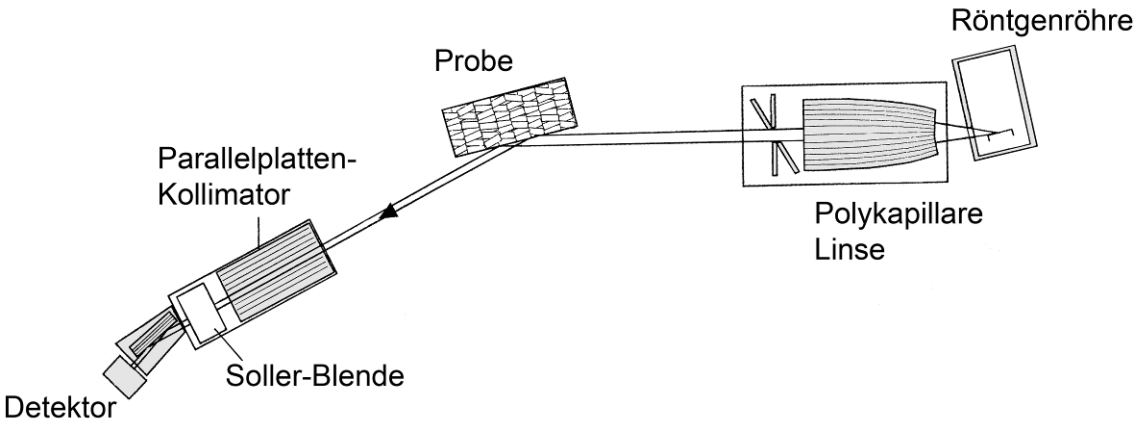


Abbildung 3-6: Prinzipskizze des Strahlengangs am Röntgendiffraktometer bei der Texturmessung

Diese physikalische Gegebenheit ist im Bragg`schen Gesetz festgehalten (Abbildung 3-7):

$$n\lambda = 2d\sin\Theta \qquad (12).$$

wobei λ die Wellenlänge, d der Netzebenenabstand, Θ der Bragg-Winkel und n die Beugungsordnung sind. Die Beugungsordnung muss dabei ganzzahlig sein, so dass beide Strahlen in Phase miteinander sind.

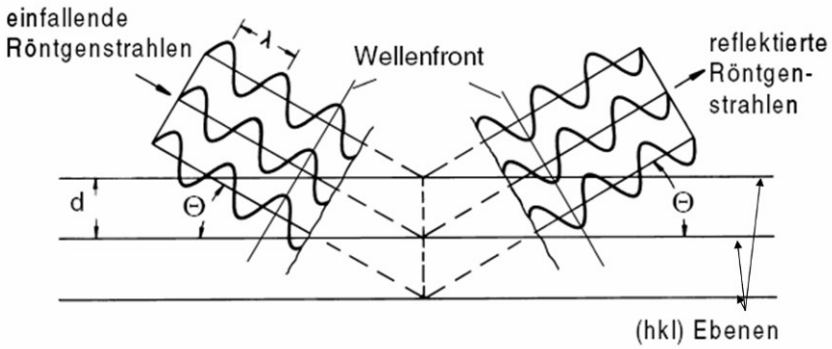


Abbildung 3-7: Röntgenbeugung an einem Kristallgitter [nach Gottstein2007]

Um diesen Zustand bei den Messungen zu erreichen, werden die zu untersuchende Proben auf einem beweglichen Probenteller positioniert, welcher sich in einer Eulerwiege befindet. Hier können vier Winkel unabhängig voneinander eingestellt werden. Winkel Θ ist der Winkel zwischen einfallendem Röntgenstrahl und der Probe, der Winkel ω zwischen einfallenden und reflektierten Strahl. Die beiden anderen Winkel dienen der Drehung φ und Kippung ψ der Probe, so dass die kristallographischen Ebenen in jede Lage zu den Röntgenstrahlen gebracht werden können.

Der Winkel Θ ist eine materialspezifische Größe und für jede kristallographische Ebene anders. Um die Polfiguren bestimmen zu können, ist es daher erforderlich, dass für den jeweiligen Werkstoff diese Winkel bekannt sind und eingestellt werden. In der Regel wird der Winkel 2Θ angegeben. In Tabelle 3-4 sind die Winkel der wichtigsten kristallographischen Ebenen für Magnesium zusammengestellt. Für die unterschiedlichen

Legierungen ergeben sich abweichende Werte, so dass diese vor der Polfigurmessung über ein Diffraktogramm extra bestimmt wurden.

Tabelle 3-4: Winkel 2Θ der kristallographischen Ebenen von Magnesium (entnommen der Datenbank ICDD der Software HighScorePlus der Fa. PANalytical)

Ebene	(10-10)	(0002)	(10-11)	(10-12)	(11-20)	(10-13)
2Θ [deg]	32,184	34,399	36,619	47,820	57,382	63,072

Bei der Messung der Polfiguren an dem jeweiligen 2Θ Winkel erfuhren die Proben eine Kippung von 0 bis 70° in 5° Schritten und bei jedem Kippwinkel ψ eine Rotation um 360°. Zu jedem φ-Scan wurden dabei die Untergründe gemessen und in der Auswertung einbezogen. Rein theoretisch können die Proben dis zu einem Winkel ψ von 90° gekippt werden, wobei dann keine Reflexion auftritt. Typischerweise werden die Polfiguren bis zu ψ = 85° gemessen. Die verwendete Optik ließ die gesicherte Messung nur bis zu einem Kippwinkel ψ von 70° zu, so dass die Messung dahingehend begrenzt wurde. Detektiert wurden schließlich die winkelabhängige Intensitäten der gebeugten Röntgenstrahlung an jeder Probe für die Polfiguren der (0002), (10-10), (11-20), (10-11) und (10-13)-Ebenen.

Um letztlich daraus normierte und vollständige Polfiguren zu erhalten, wurden zunächst die Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) der jeweiligen Probe bestimmt. Zur Beschreibung der geometrischen Verhältnisse genügen theoretisch drei Polfiguren. Allerdings zeigt sich in der Praxis, dass mit höherer Anzahl der Polfiguren die Genauigkeit der Berechnung der ODF und damit die der Rückrechnung der Polfiguren steigt.

So konnten aus den jeweiligen Verteilungsfunktionen die normierten Polfiguren bis zu einem Kippwinkel ψ = 90° rückgerechnet werden. Für die Berechnung wurde das von der Fa. PANalytical entwickelte Programm X'Pert Texture verwendet, welches als Berechnungsgrundlage für die ODF die harmonische Reihenentwicklung nach Bunge verwendet. Die Texturen wurden zur besseren optischen Vergleichbarkeit in einem graphischen Bildverarbeitungsprogramm in Graustufen aufbereitet. Zur Diskussion werden die Polfiguren der kristallographischen Ebenen (0002) und (10-10) herangezogen.

3.5.2 Texturbestimmung mittels EBSD

An den Blechen der binären Legierungen im gewalzten Zustand wurde zusätzlich die mikroskopische Textur mittels Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) gemessen, um die lokalen Orientierungen untersuchen zu können. Mit Kenntnis der Texturen einzelner Gefügebestandteile können Beziehungen zwischen diesen hergestellt werden. So es ist möglich Aussagen über die Beschaffenheit einer Korngrenze zu erhalten beispielsweise, ob eine Groß- oder Kleinwinkelkorngrenze oder auch eine Zwillingsgrenze vorliegt. Auch können die im Gefüge auftretenden Ausscheidungen oder stark verzerrte Bereiche, d.h. Bereiche mit einem hohen Deformationsanteil, lokalisiert werden. Der Rückschluss auf die globale Textur oder globalen Eigenschaften des Materials ist abhängig von der Messfeldgröße. Je mehr Messpunkte bzw. letztlich Körner gemessen und ausgewertet werden, desto zuverlässiger können diese mit der globalen Textur und den Eigenschaften des

Materials in Verbindung gesetzt werden. Ein Kriterium ist dabei der Messaufwand genauer die Zeit die für die Messung nötig ist und die Menge der auszuwertenden Messdaten.

Für die EBSD-Messung wurden die Proben wie für die Gefügeuntersuchungen dem Blech entnommen (siehe Abbildung 3-4) und präpariert, jedoch nicht geätzt. Zur Erhöhung der Qualität der zu messenden Probenoberfläche entlang der Walzrichtung wurden die Proben zusätzlich elektrolytisch poliert. Dafür kam eine Poliermaschine der Firma Elektropol Struetz, in Verbindung mit der Elektrolyt-Lösung „AC“ der Firma Struers zum Einsatz. Dabei wurde der Elektrolyt auf -25°C gekühlt und die Probe für 90s poliert. Um die Oxidation der Probenoberfläche zu vermeiden, erfolgte die Messung unmittelbar nach der Präparation an dem Elektronenmikroskop Zeiss Ultra 55 der Firma Zeiss. Die Messfläche und die Messschrittweite wurden probenabhängig variiert, um ein Optimum zwischen der Messzeit und dem zu analysierenden Gefügeausschnitts zu gewährleisten. Entscheidend dabei waren Korngröße und die Größe der zu untersuchenden Gefügebestandteilen.

Genutzt wird bei dieser Messmethode die Beugung rückgestreuter Elektronen (EBSD), deren Wirkungsweise in Abbildung 3-8a veranschaulicht ist. Die Probe wird dabei um 70° zur Horizontalen verkippt, um die Gitterebenen optimal für die Beugung der Elektronen und damit für die Bildung der so genannten Kikuchi-Linien einzustellen. Über einen Phosphorschirm werden nicht nur die an einer bestimmten Gitterebene, sondern die an allen vorhanden kristallographischen Ebenen gestreuten Elektronen detektiert. Für Magnesium ergibt sich so ein EBSD-Beugungsbild wie es in Abbildung 3-8b schematisch dargestellt ist. Charakteristisch sind dabei die Punkte in denen sich die Kikuchi-Linien schneiden und die eine genaue Orientierung des Messpunktes und die Kristallographie des Werkstoffs wiedergeben. Bei stark verformten Materialien liegt das Gitter teilweise so verzerrt vor, dass die Software keine oder nur eine ungenaue Indizierung vornehmen kann, so dass diese Messpunkte nicht bestimmbar sind. Bei den Messungen ergaben sich an diesen Stellen Bereiche, die nicht ausgewertet werden konnten.

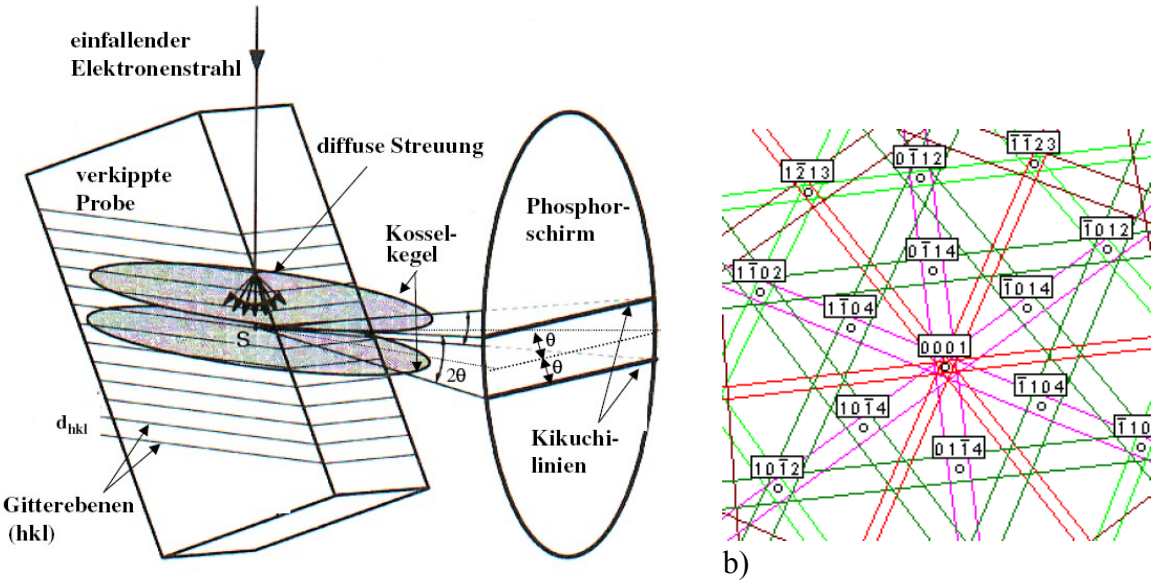


Abbildung 3-8: a) Prinzipskizze der EBSD-Messung mittels Kikuchi-Linien [Gottstein2007]; b) Schema des EBSD-Beugungsbildes eines Magnesium-Kristalls mit indizierten Polen

Die Auswertung der EBSD-Scans erfolgte mit der Software OIM Analysis 5.2 der Firma EDAX. Mit dieser Software lassen sich sowohl die Textur des untersuchten Materials, d.h. die Orientierungsverteilungsfunktion und Polfiguren, ausrechnen als auch die Orientierung der einzelnen Körner bzw. Messpunkte darstellen. Vorzugsweise werden dafür die inversen Polfiguren (IPF) verwendet. Da die Messungen an Blechen im gewalzten Zustand durchgeführt wurden, versprechen vor allem die Analyse der Korngrenzen besonders hinsichtlich auftretender Zwillinge und die Bestimmung der Lage und Stärke von Deformationen Rückschlüsse auf möglich wirkende Deformationsmechanismen. Die angefertigten EBSD-Bilder zeigen die Großwinkelkorngrenzen als schwarze Linien und auftretende Zwillinge in verschiedenen Farben, die in Tabelle 3-5 aufgeschlüsselt sind. Zur Bestimmung der Korngrenzen wurden die Misorientierungswinkel zwischen zwei Messpunkten herangezogen. Vereinfacht gesagt, ist der Misorientierungswinkel der kleinste Rotationswinkel, der benötigt wird, die Achsen des Koordinatensystems einer Orientierung bzw. eines Kristallits in dieselben Richtungen der Koordinatenachsen eines zweiten Kristallits auszurichten. Der relative Anteil der jeweiligen Misorientierungswinkel wird in einem entsprechenden Diagramm wiedergegeben (‚Misorientation Angle-Number Fraction'). Der Misorientierungswinkel, ab dem in der Auswertung Großwinkelkorngrenzen angenommen werden, liegt üblicherweise bei 15°. Da die hier untersuchten Gefüge stark verformt waren, wurde der Winkel auf 12° herabgesetzt. Für die Bestimmung der Zwillinge sind Misorientierungswinkel in der Literatur gegeben, die jeweils zu einer definierten Richtung gehören [Nave2004]. Auch hier wurden aufgrund des verformten Gefüges die Winkel bzw. die Toleranzgrenzen der Winkel verändert (siehe Tabelle 3-5). Die Grautöne zur Einfärbung der Gefügebestandteile resultieren aus dem sogenannten Confidenz-Index und geben einen Wert für die Qualität der Messung wider. Je dunkler dabei der Messpunkt ist, desto schlechter konnte die Software das entsprechende Kristallsystem zuordnen. So sind die Bereiche größter Verformung auch am dunkelsten. In Abbildung 3-9 werden die Korngrenzen, Zwillinge und Confidenz-Indizes in einem beispielhaften EBSD-Bild veranschaulicht.

Tabelle 3-5: Darstellung und Definition der Zwillingssysteme in den EBSD-Bildern

Zwilling	*Misorientierungswinkel / Richtung*	*Linienfarbe im EBSD-Bild*
{10-12}	*86° ± 8° / <1-210>*	
{10-13}	*66° ± 6° / <1-210>*	
{10-11}	*54° ± 6° / <1-210>*	
{10-11}-{10-12}	*38° ± 8° / <1-210>*	
{10-13}-{10-12}	*22° ± 8° / <1-210>*	

Für die ergänzende Auswertung wurden Bilder der sogenannten „Kernel Average Misorientation" (kurz: KAM), d.h. der durchschnittlichen Misorientierung, die zwischen einem Messpunkt und seinen benachbarten Messpunkten vorliegt, verwendet. Dabei können nicht nur die unmittelbaren Nachbarpunkte, sondern auch die zweiten, dritten oder weiter entfernten in die Auswertung einbezogen werden. Für die untersuchten Proben wurden in der Analyse die zweiten Nachbarn mitgerechnet. Angezeigt werden auf einer Farbskala Misorientierungen bis zu einem Winkel von 5°. Auf diese Weise können Aussagen über die Homogenität der Verformung getroffen werden.

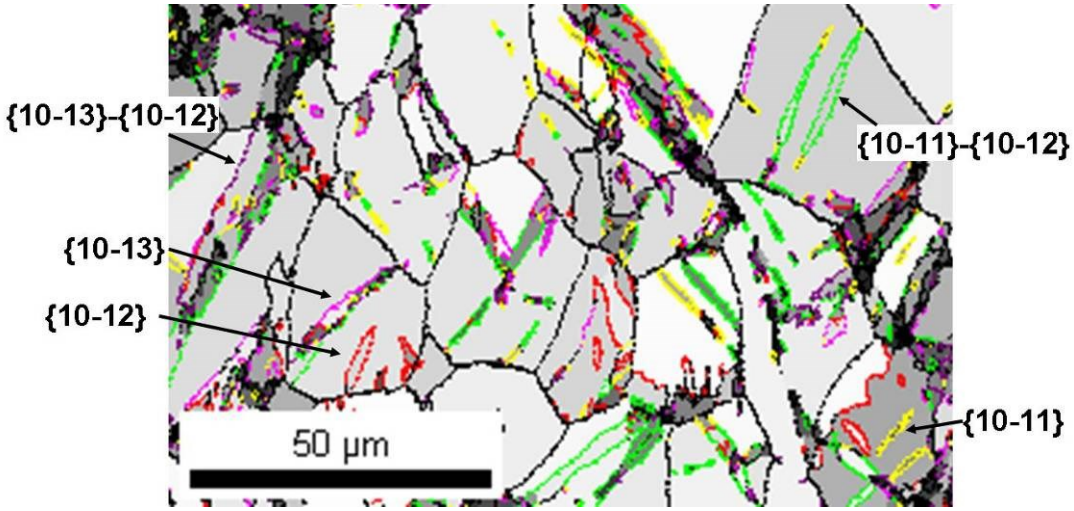


Abbildung 3-9: Beispielhaftes EBSD-Bild mit den Zwillingen (farbige Linien), den Korngrenzen (schwarze Linien) und den Confidenz-Indizes (Grauschattierungen)

4 Darstellung der Ergebnisse

Zur vollständigen Gefügecharakterisierung der untersuchten Bleche sollen im Folgenden die Gussgefüge der Ausgangsmaterialien vorgestellt werden.

Die aus der Funkenspektroskopie ermittelten Werte aus dem oberen und unteren Teil der Gussbolzen zeigt eine homogene Verteilung der Seltenen Erden in den binären Legierungen und den ternären MgZnY0,2 und MgZnNd0,07 (siehe Tabelle 3-1). Dagegen lassen die gemessenen Cer-Gehalte vor allem in der Legierung MgZnCe0,03 eine erhebliche Inhomogenität mit Werten zwischen 0,16Gew% und 0,33Gew% erkennen. Allerdings unterliegen beide untersuchten Proben diesen Schwankungen, so dass die Elementverteilung nicht von der Höhe des Gussbolzens abhängt.

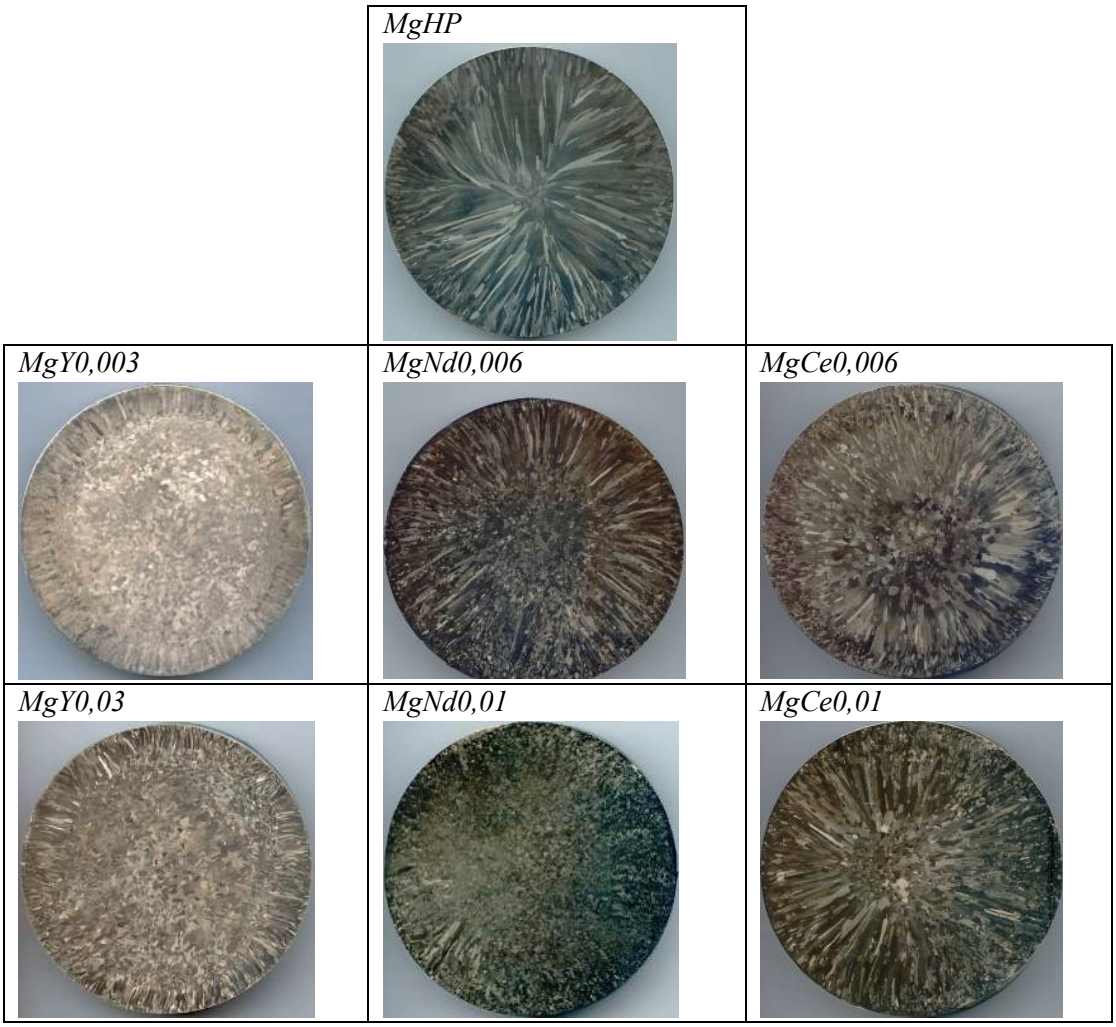


Abbildung 4-1: Makroschliffe von Gussbolzen aus MgHP und der Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen mit den zwei geringsten Konzentrationen nach den jeweiligen Wärmebehandlungen

Durch die Bolzenform weisen die Schliffproben die drei typischen Block-Erstarrungsbereiche auf, d.h. Stengelkristalle, die von einer Randzone ausgehend in das Innere gewachsen sind und an die sich eine globulitische Zone anschließt. Letztere ist umso größer, je höher der Legierungsgehalt der Probe ist. In Abbildung 4-1 sind ausgewählte Makroschliffe der Gussbolzen zusammengestellt. Diese veranschaulichen die Tendenz der Gussgefüge, sich mit steigendem Legierungsgehalt feinkörniger auszubilden. Während im MgHP kaum eine innere

globulitische Erstarrungszone zu erkennen ist, sondern fast ausschließlich Stengelkristalle auftreten, reichen bereits geringe Mengen an Seltenen Erden, um das Erstarrungsverhalten signifikant zu ändern. Insbesondere zeigt sich bei Yttrium schon ab einer Konzentration von nur 0,003At%, eine ausgeprägte globulitische Zone, wobei sich diese mit steigendem Gehalt nicht mehr stark verändert. Im Vergleich dazu ist die Unterdrückung des Stengelwachstums bei den Elementen Neodym und Cer etwas schwächer. Bei den Magnesium-Neodym-Legierungen ist die Effektivität einer kornfeinenden Wirkung auffällig. So bilden sich bei einer Einsatzmenge von 0,01At% Neodym bemerkenswert kleine Körner in der globulitischen Zone aus.

Abbildung 4-2 zeigt Schliffbilder der binären Legierungen mit dem jeweils höchsten Legierungsgehalt im wärmebehandelten Gusszustand. Dabei ist zu sehen, dass sich vor allem bei den Legierungen mit Nd und Cer zusätzliche Phasen gebildet haben. Im Falle der MgCe0,5 liegt in der dendritschen Gefügestruktur ein regelrechtes Phasen-Netzwerk vor. Bemerkenswert ist, dass bei den MgZn- und MgY-Legierungen keine Ausscheidungen in den lichtmikroskopischen Aufnahmen zu erkennen sind (Abbildung 4-2 a und b; die schwarzen Punkte sind dabei Präparationsrückstände bzw. Kratzer).

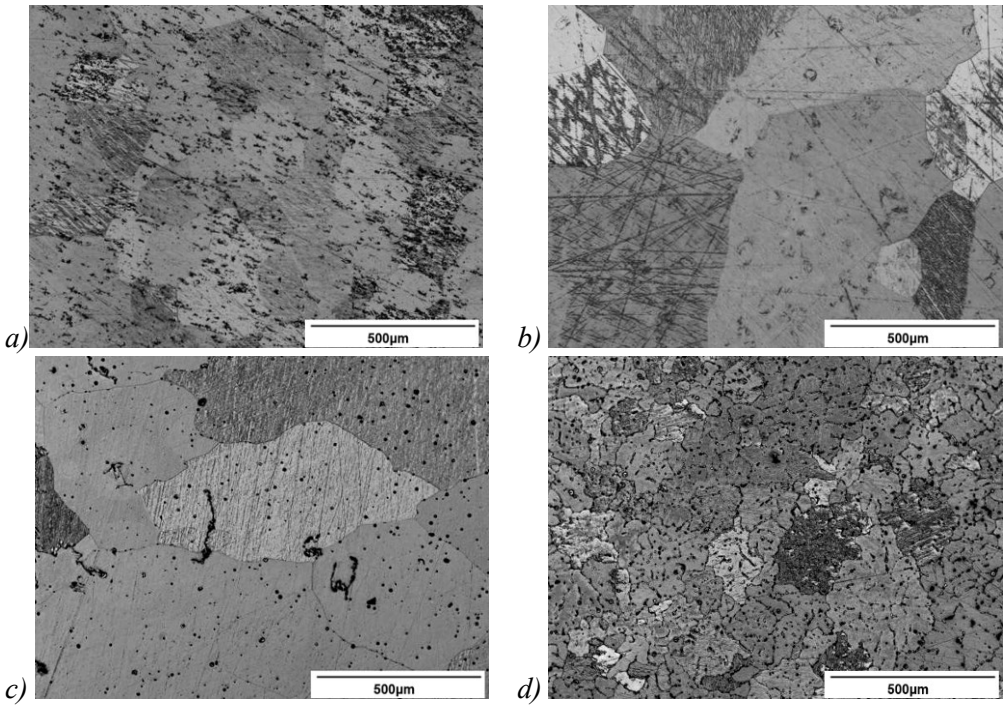
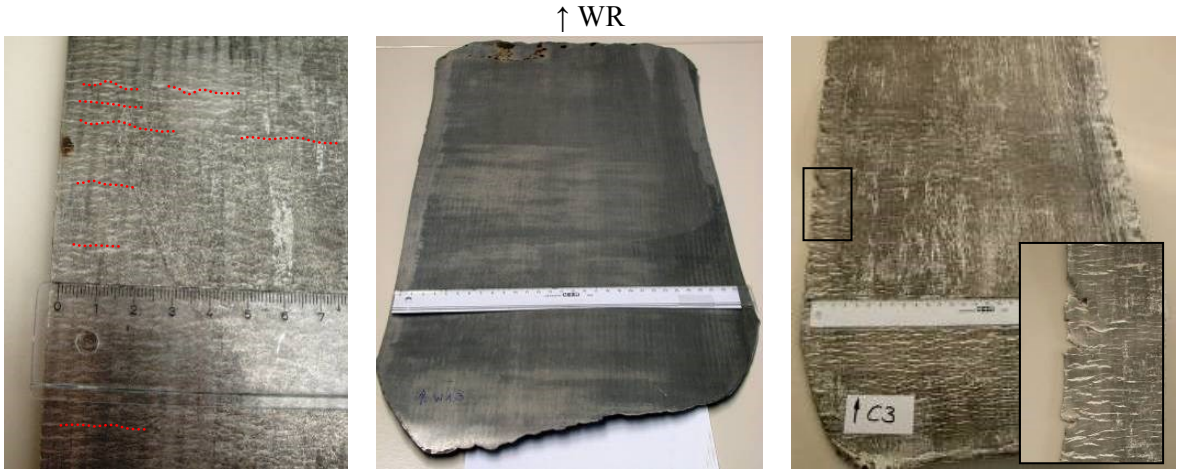


Abbildung 4-2: Gefügebilder der Gussgefüge; a) MgZn0,9, b) MgY0,8, c) MgNd0,3, d) MgCe0,5

Die unterschiedlichen Legierungen weisen im wärmebehandelten Gusszustand unterschiedliche Korngrößen auf. Durch die Lage der Walzproben (siehe Abbildung 3-1) wurde für den Walzprozess ein relativ homogenes Ausgangsgefüge in allen Legierungen gewährleistet. Die unterschiedliche Korngröße verlangte es, dass die Walzstiche zu Beginn des Prozederes mit einem relativ geringen Walzgrad durchgeführt wurden (bestimmt durch die grobkörnigste Legierung). Dadurch wurde die Gussstruktur aufgebrochen und im weiteren Verlauf feinkörniger. Dieses Vorgehen ermöglichte es, den Walzgrad für alle Legierungen zum Ende hin größer zu wählen, so dass die fertigen Bleche ein Walzgefüge einen entsprechend hohen Verformungsanteil aufwiesen.

Mit Hilfe des Walzplans (siehe Tabelle 3-3) war es möglich, aus allen gegossenen und wärmebehandelten Legierungen Bleche herzustellen. Unterschiede zeigten sich dabei in der Oberflächenbeschaffenheit sowie der Neigung zu Randrissen der Bleche. Prinzipiell lassen sich drei Kategorien erkennen, die in Abbildung 4-3 an ausgewählten Blechen gut zu erkennen sind.



a) Bsp.: MgNd0,006 *b) Bsp.: MgY0,3* *c) Bsp.: MgNd0,3*

Abbildung 4-3: a) Risse (Rot markiert) in der Oberfläche bei niedrigem Legierungsanteil, Bsp.: MgNd0,006; b) Blech ohne erkennbare Risse, Bsp.: MgY0,3; c) ausgeprägte Randrissigkeit und Oberflächenrisse bei hohem Legierungsanteil, Bsp.: MgNd0,3

Bei Legierungen mit einem Legierungsgehalt der Seltenen Erden unterhalb von etwa 0,5gew.% treten bei den fertigen Blechen feine Risse in der Blechoberfläche auf (Abbildung 4-3a). Auch kommt es zu kleinen Randrissen. Bei einem Legierungsgehalt von etwa 0,5-2gew.% und den zwei Mg-Zn-Legierungen sind keine Oberflächenrisse zu sehen. Die Randrissigkeit tritt bei noch höheren Gehalten wieder auf, ist jedoch legierungsabhängig unterschiedlich stark ausgeprägt (Abbildung 4-3c). Vor allem bei den cer- und neodymhaltigen Legierungen zeigen sich dann an der Blechoberfläche Risse, welche sich bis in die Blechmitte fortsetzen (Abbildung 4-3c). Bei den ternären Legierungen sind keine auffälligen Randrisse oder Oberflächenfehler zu erkennen. Durch den Einsatz des Schmiermittels HYCUT SW 220 konnte die Klebneigung der Magnesiumlegierungen so unterdrückt werden, dass bei keiner der untersuchten Legierungen Flitterbildung auftrat.

Im den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der Untersuchungen der Gefüge und Texturen der einzelnen Legierungssysteme nach dem Walzen und der Glühbehandlung zusammengestellt. Bei den Untersuchungen zeigte sich, dass das Gefüge in allen Legierungen bereits nach 3 Minuten bei 400°C nahezu vollständig rekristallisierte, so dass sich die Gefüge nach 5 Minuten bzw. 20 Minuten vorrangig in der Korngröße unterscheiden. Daher werden für alle Bleche die Gefüge aus den metallographischen Untersuchungen im gewalzten Zustand sowie nach einer Wärmebehandlungsdauer von 20min gegenübergestellt. Die Korngrößen werden für die 20 Minuten lang geglühten Blechproben angegeben. Da die Kornstruktur der im gewalzten Zustand untersuchten Gefüge stark zerstört ist, konnten für die wärmebehandelten Bleche keine verlässlichen Korngrößen bestimmt werden, so dass diese im Folgenden nicht mit angegeben werden.

4.1 Binäre Magnesium-Systeme

4.1.1 Referenzmaterialien: Rein-Magnesium und System Magnesium-Zink

Reines Magnesium und die binären Magnesium-Zink-Legierungen verhalten sich beim Walzen sehr ähnlich. Die Gefüge der Bleche in Abbildung 4-4 zeigen im gewalzten Zustand stark verformte Kornstrukturen, die von Zwillingen und Verformungsbändern charakterisiert werden.

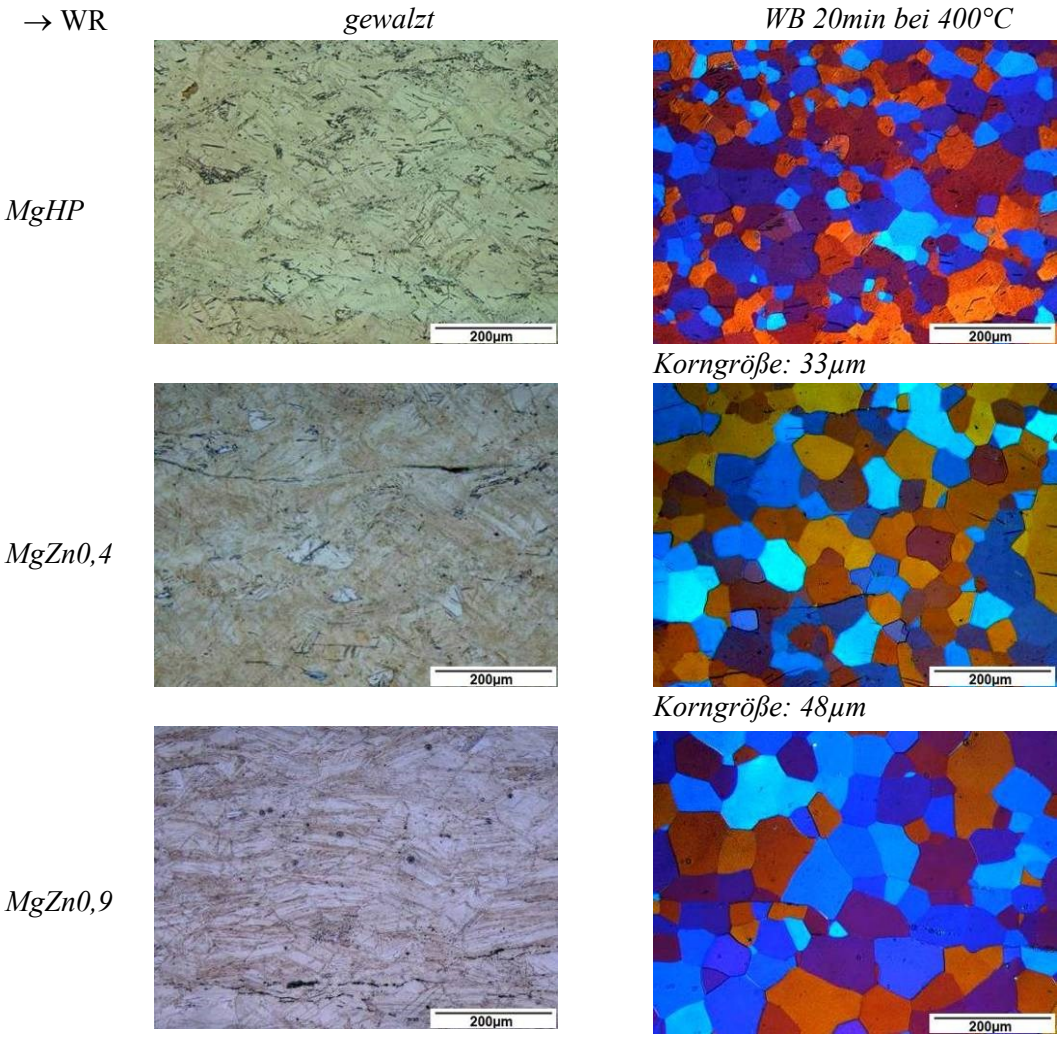


Abbildung 4-4: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgHP, MgZn0,4 und MgZn0,9 jeweils im gewalzten Zustand, geprägt von stark verformten Kornstrukturen und Zwillingen, und nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C, mit vollständig rekristallisierten Kornstrukturen (polarisiertes Licht)

Nach der Wärmebehandlung liegen in allen Fällen rekristallisierte Gefüge vor, wobei die Korngröße in den Magnesium-Zink-Blechen mit etwa 50µm größer ist als die im reinen Magnesium und mit steigendem Zink-Gehalt leicht steigt.

In allen drei Blechen sind lichtmikroskopisch Partikel zu erkennen, welche im REM für das Reinmagnesium-Blech analysiert wurden. Dabei zeigt sich, dass sowohl siliziumhaltige

Ausscheidungen als auch Oxidpartikel im Gefüge vorliegen, die sich beim Gießprozess gebildet haben (Abbildung 4-5).

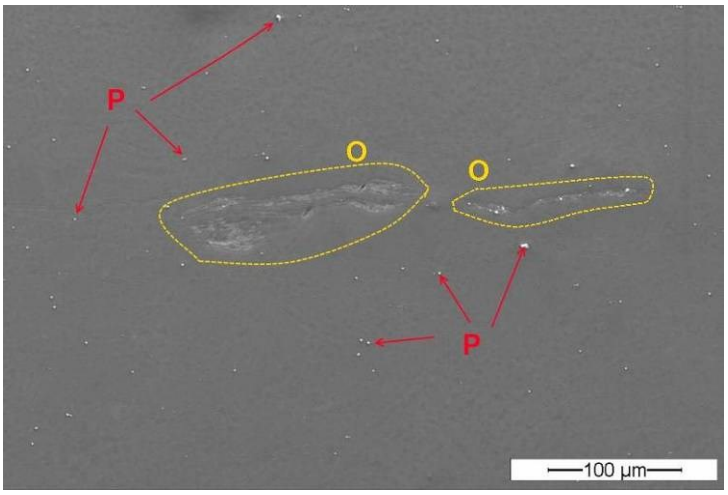


Abbildung 4-5: REM-Aufnahme des MgHP-Bleches mit Einschlüssen (O…Oxide) und siliziumhaltigen Partikeln (P), die aus Verunreinigungen herstammen

In Abbildung 4-6 sind die Ergebnisse der Texturmessungen zusammengestellt. Sowohl im gewalzten Zustand als auch nach der Wärmebehandlung zeigt sich, dass der Einfluss von Zink auf die Ausbildung der Blechtextur mit steigender Konzentration zunimmt. In allen Fällen entsteht direkt nach dem Walzen eine starke Basaltextur mit dem typischen Doppelpeak entlang der Walzrichtung, wobei dieser durch die Zugabe von Zink schwächer wird. Außerdem vergrößert sich der Kippwinkel ψ, bei dem die maximalen Texturintensitäten auftreten, von 5° bei MgHP zu 15° bei MgZn0,9. Nach der Wärmebehandlung bildet sich jeweils ein Peak in den Blechnormalen aus. Dabei steigt die maximale Texturintensität der Bleche aus MgHP und MgZn0,4 noch an. In dem MgZn0,9-Blech bildet sich nach der Glühung ebenfalls eine Basaltextur aus, die mit einer maximalen Intensität von 8,1m.r.d. jedoch auffällig schwächer ist als in den anderen beiden Blechen. Die (10-10)-Polfiguren zeigen, eine leicht bevorzugte Ausrichtung der Prismenfläche 1.Ordnung parallel zur Walzrichtung im gewalzten und wärmebehandelten Zustand.

Zur Veranschaulichung des Einflusses von Zn sind die maximalen Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren in Abbildung 4-7 in einem Diagramm dargestellt. Für einen späteren Vergleich mit den anderen Legierungssystemen wurde die Konzentration logarithmisch aufgetragen.

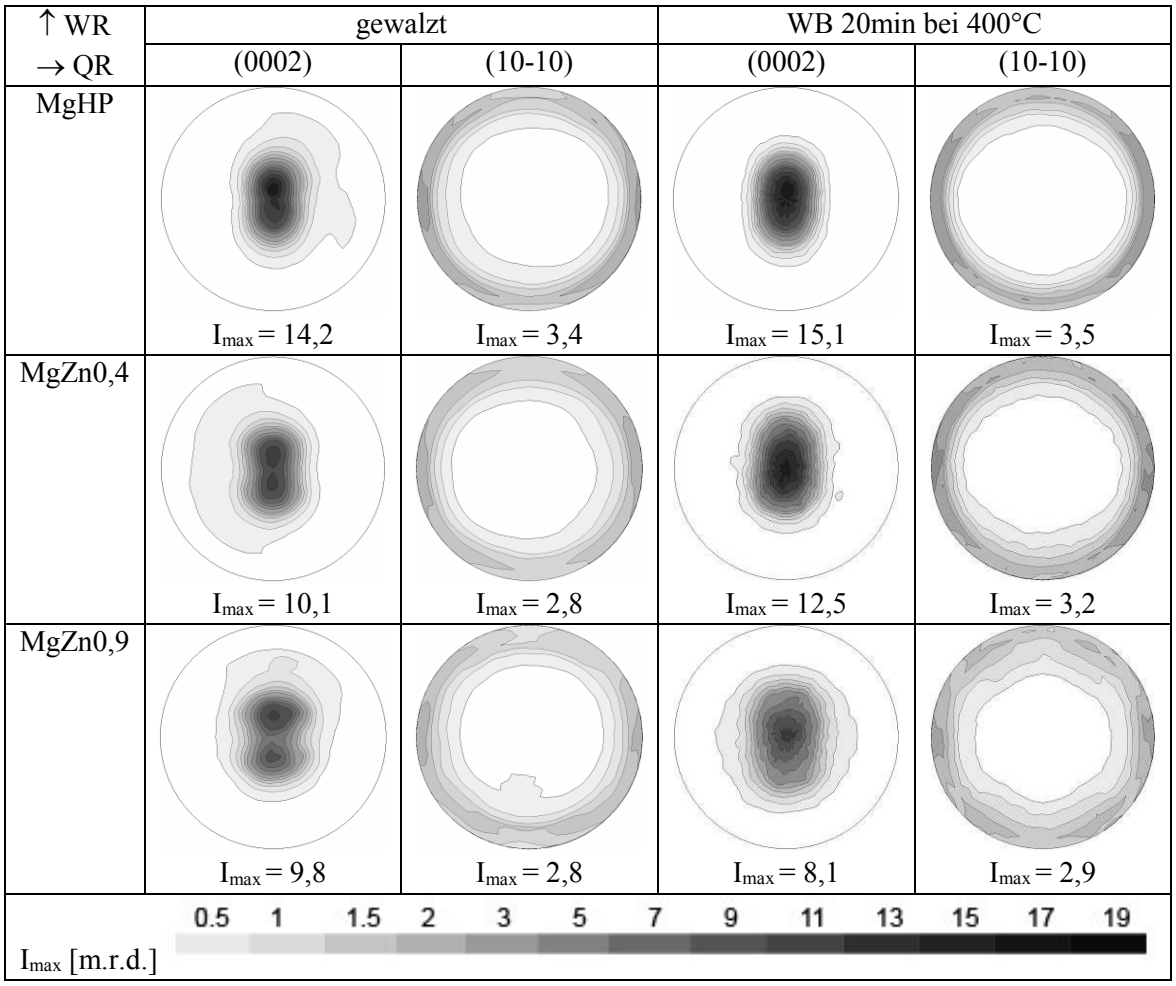


Abbildung 4-6: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgHP, MgZn0,4 und MgZn0,9 jeweils im gewalzten Zustand und nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C mit den maximalen Intensitäten I_{max} in m.r.d.

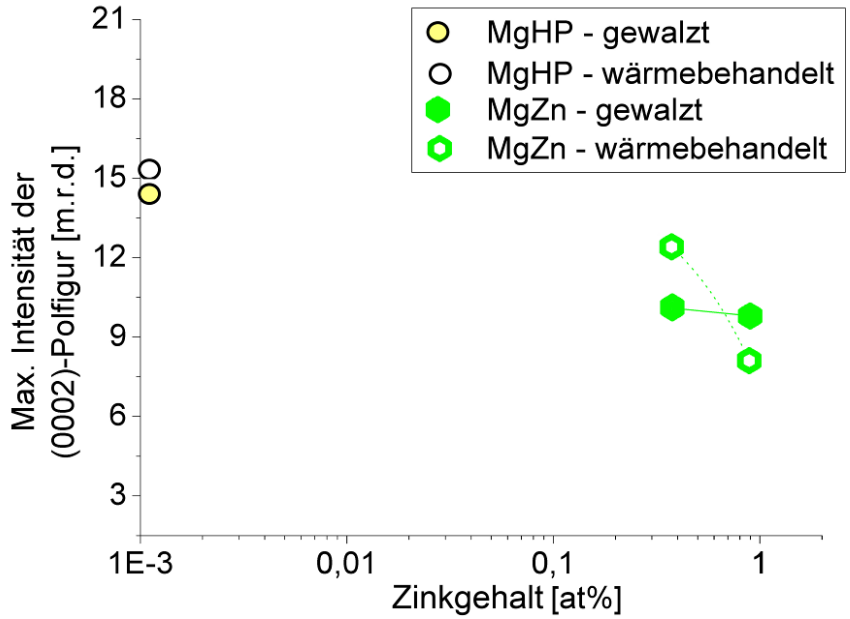


Abbildung 4-7: Diagramm zur Darstellung der maximalen Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren der gewalzten und wärmebehandelten Bleche in Abhängigkeit des Legierungsgehaltes

In Abbildung 4-8 sind Ergebnisse der am Blech MgZn0,4 durchgeführten EBSD-Messung zusammengestellt. Dies sind zum einen die auftretenden Zwillinge (Abbildung 4-8a) und zum anderen die Werte der ‚Kernel Average Misorientation' (Abbildung 4-8b). Auffällig ist der hohe Anteil an sekundären Zwillingen {10-11}-{10-12}, die sich über den gesamten gemessenen Bereich verteilen. In den schwarzen Gebieten ist die Mikrostruktur derart stark verformt, dass die Messpunkte nicht mehr ausreichend indiziert werden konnten. Sie bieten Hinweise auf Scherbänder, zumal an diesen Gebieten hohe KAM-Werte vorgefunden werden, die ein Maß für den Deformationsgrad darstellen.

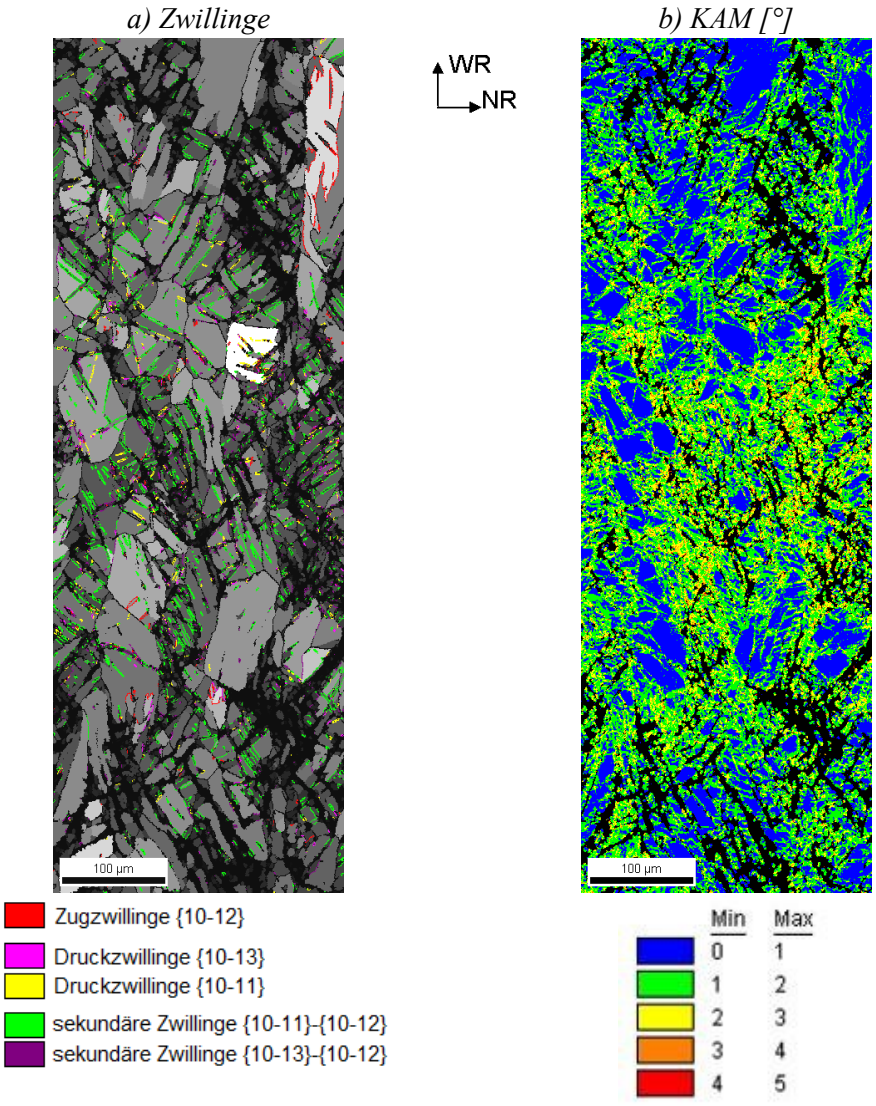


Abbildung 4-8: EBSD-Bilder des Bleches MgZn0,4; a) Zwillinge und b) Kernel Average Misorientation KAM

Das korrespondierende Misorientierungswinkel (‚Misorientation Angle')-Diagramm in Abbildung 4-9 spiegelt den hohen relativen Anteil der sekundären Zwillinge wider, die dem kristallographischen Winkel von 30-46° zugeordnet werden

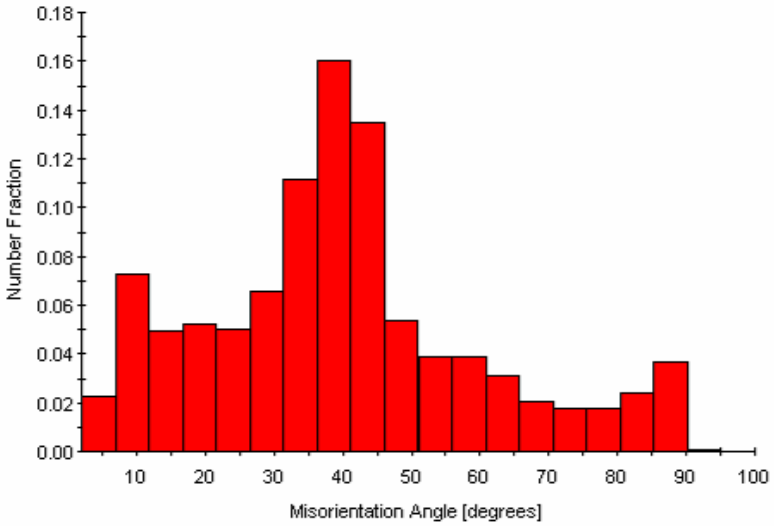
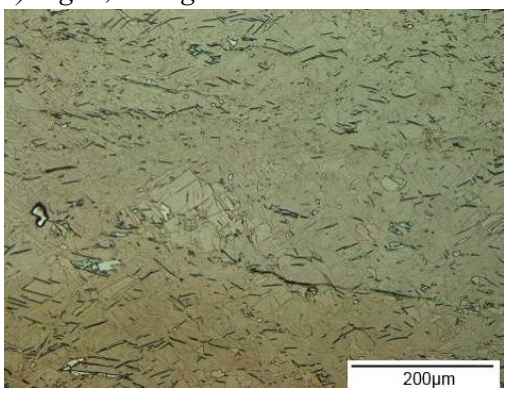


Abbildung 4-9: Diagramm der Misorientierungswinkel ('Misorientation Angle') berechnet aus den EBSD-Daten für das Blech MgZn0,4

4.1.2 System Magnesium-Yttrium

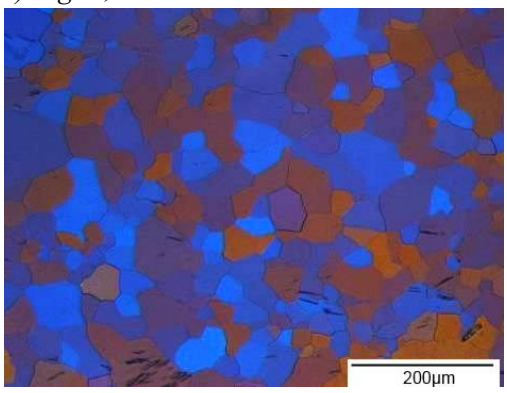
Abbildung 4-10 zeigt die Gefüge der Magnesium-Yttrium-Bleche MgY0,003 und MgY0,8 im gewalzten Zustand und nach der Wärmebehandlung.

a) MgY0,003 - gewalzt



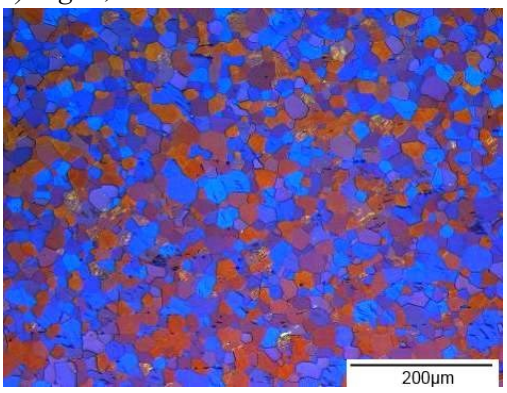
b) MgY0,8 - gewalzt

c) MgY0,003 – wärmebehandelt



Korngröße: 38µm

d) MgY0,8 – wärmebehandelt



Korngröße: 15µm

→ WR

Abbildung 4-10: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgY0,003, und MgY0,8 jeweils im gewalzten Zustand und nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C (polarisiertes Licht), a) MgY0,003 gewalzt, b) MgY0,8 gewalzt, c) MgY0,003 wärmebehandelt, d) MgY0,8 wärmebehandelt

Diese Gefügeaufnahmen sind für alle Magnesium-Yttrium-Bleche, die als Übersicht im Anhang A1.1 zusammengestellt sind, repräsentativ. Wie schon bei den Referenzmaterialen liegen auch hier direkt nach dem Walzen stark deformierte Gefügestrukturen vor, in denen zahlreiche Zwillinge zu erkennen sind (Abbildung 4-10a und b).

Eine Glühung der Bleche führt in jedem Fall zu einer vollständigen Rekristallisation, wobei die mittlere Korngröße mit steigendem Yttriumgehalt sinkt (Abbildung 4-10c und d). Allerdings zeigt sich eine leicht inhomogene Kornstruktur, d.h. es existieren sowohl kleine als auch größere Körner nebeneinander. Am deutlichsten ist dies bei dem MgY0,8-Blech sichtbar. Das Diagramm in Abbildung 4-11 zeigt die mittlere Korngröße der wärmebehandelten Bleche in Abhängigkeit des Yttriumgehalts. Bemerkenswert ist, dass die Korngröße des Bleches MgY0,003 mit 38µm verglichen mit dem MgHP-Blech mit 33µm, leicht höher ausfällt.

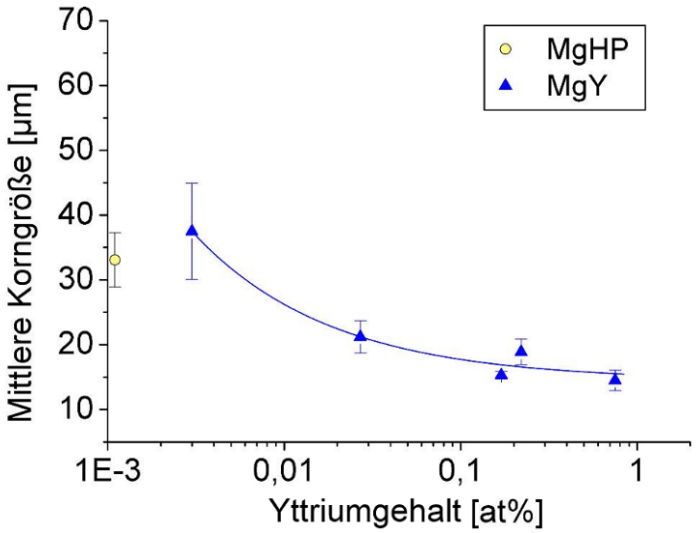
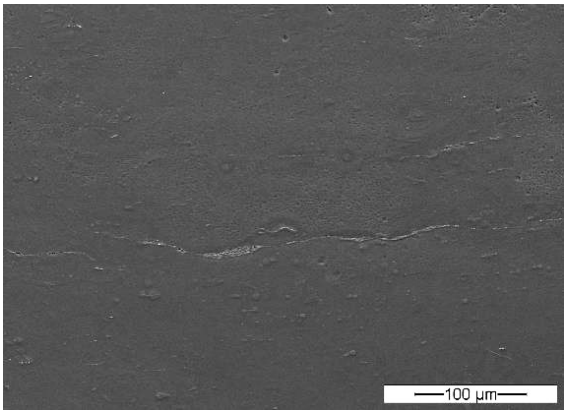
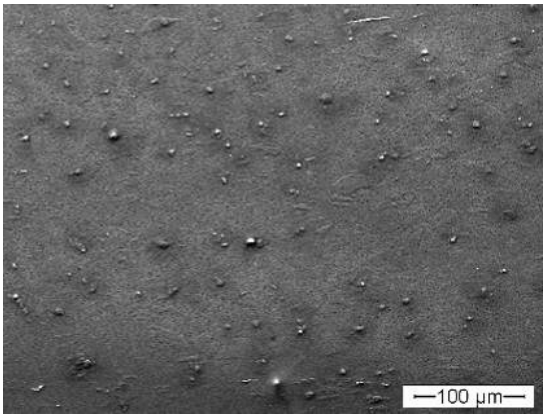


Abbildung 4-11: Darstellung der mittleren Korngröße der wärmebehandelten Bleche in Abhängigkeit vom Legierungsgehalt

Lichtmikroskopisch sind in allen Legierungen Partikel zu erkennen, obwohl das Yttrium im Magnesium bis zu 0,8At% vollständig gelöst sein sollte. Oxid- und siliziumhaltige Partikel, wie sie auch in den Rein-Magnesium-Proben gefunden wurden, bieten sich hier als Erklärung an. Um jedoch die Texturen und mikrostrukturellen Vorgänge hinsichtlich dieser Ausscheidungen einordnen zu können, wurden an den Blechen mit bis zu 0,8At% Phasenanalysen mittels EDX im REM durchgeführt, deren Ergebnisse in Tabelle 9-1 im Anhang A.2 zusammengestellt sind.

Abbildung 4-12 zeigt gegenüberstellend repräsentative REM-Aufnahmen des Blechs MgY0,03 und des Blechs MgY0,2. Die meisten der analysierten Partikel beinhalten Yttrium in Verbindung mit Sauerstoff. Daneben finden sich auch Oxidpartikel, die kein Yttrium aufweisen. Offensichtlich ist, dass eine Erhöhung des Elementgehaltes sowohl eine Vergrößerung der Partikel als auch eine Erhöhung der Partikelmenge bewirkt.





a) MgY0,03 *b) MgY0,2*

Abbildung 4-12: REM- Aufnahmen an Blechen a) MgY0,003 und b) MgY0,2 jeweils im gewalzten Zustand mit Yttrium-Partikeln

Zusätzlich wurden EDX-Analysen an der Matrix durchgeführt. In dem Blech MgY0,2 beträgt der gemessene Yttriumgehalt durchschnittlich 0,08At%. Dabei ist die Verteilung des Yttriums in der Matrix homogen. Im Gegensatz dazu lässt sich in der Legierung MgY0,03 in der Matrix kein Yttrium detektieren. Dies sind deutliche Abweichungen zu den in der Spektralanalyse ermittelten Werten. Gründe dafür liegen zum einen ebenfalls in der Ungenauigkeit der EDX-Messung, da diese nur lokal erfolgen kann, d.h. das Messvolumen ist wesentlich kleiner als das bei der Funkenspektroskopie betrachtete. Zum anderen können die Abweichungen Zeichen lokaler Segregation bedeuten, wie dies in TEM-Analysen von Hadorn et al. [Hadorn2012] gezeigt wurde. Das betrifft in gleicher Weise alle untersuchten Legierungen.

In Abbildung 4-13 sind die Texturen, der Magnesium-Yttrium-Bleche im gewalzten Zustand zusammengestellt. Generell sind sie wie im Fall der MgHP-Referenzprobe basaler Natur. Vor allem bei den beiden Legierungen mit dem geringsten Elementgehalten MgY0,003 und MgY0,03 bildet sich eine starke Basaltextur mit maximalen Intensitäten von 14,9 bzw.14,5m.r.d. Mit höherem Yttriumgehalt zeigt sich eine vermehrte Kippung der Basalebenen in Querrichtung, wobei sich gleichzeitig ein Doppelpeak entlang der Walzrichtung ausbildet. Auch ist die Texturintensität deutlich geringer als in den niedrig-legierten Blechen. Die Prismenfläche (10-10) liegt bei den Blechen MgY0,003 und MgY0,03 leicht bevorzugt parallel zur Walzrichtung. Bei den höher-legierten ist keine bevorzugte Ausrichtung mehr zu erkennen.

Die Wärmebehandlung bewirkt in den Blechen MgY0,003 und MgY0,03 lediglich eine leichte Erhöhung der Texturintensitäten (Abbildung 4-14). Der Doppelpeak, der in den höher legierten Blechen im gewalzten Zustand vorliegt, wird während der Glühung abgeschwächt, so dass der basale Charakter der Texturen augenscheinlicher wird, während die Texturintensität erheblich sinkt. Wie auch im gewalzten Zustand zeigt sich außerdem eine signifikante Verbreiterung der Textur in Querrichtung. Die maximale Intensität der Prismenpolfiguren sinkt ab einem Yttriumgehalt von 0,2At% unter 2m.r.d., wobei bei den Blechen MgY0,3 und MgY0,8 eine leicht bevorzugte Ausrichtung der Prismenflächen parallel zur Querrichtung erkennbar ist. Dagegen sind die (10-10)-Ebenen in den anderen drei Blechen eher parallel zur Walzrichtung orientiert.

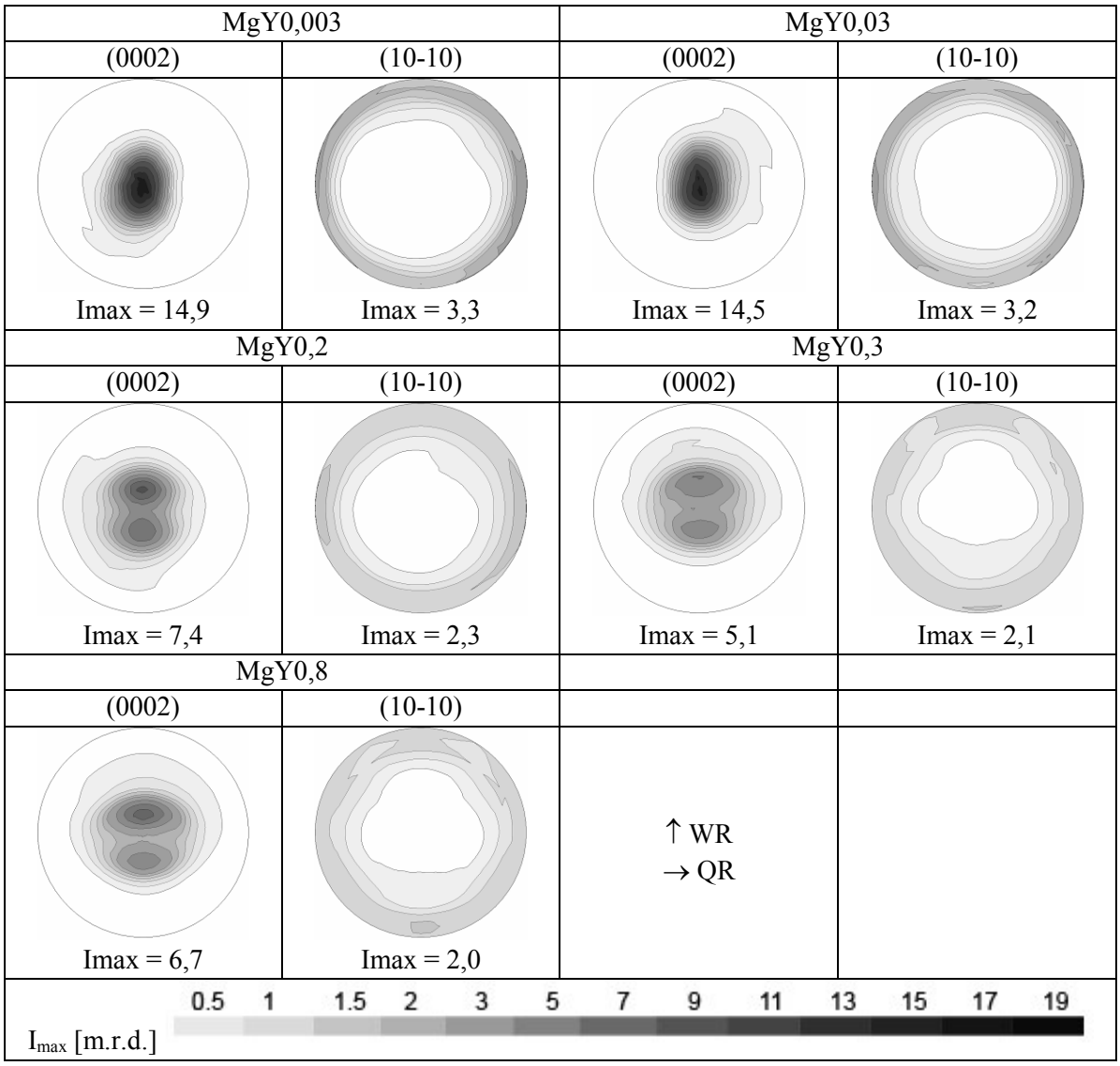


Abbildung 4-13: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgY0,003, MgY0,03, MgY0,2, MgY0,3 und MgY0,8 jeweils im gewalzten Zustand mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

In Abbildung 4-15 sind die maximalen Texturintensitäten der Basalpolfiguren der Bleche sowohl im gewalzten als auch im wärmebehandelten Zustand graphisch dargestellt. Dies verdeutlicht die Tendenz der Intensität in Abhängigkeit vom Yttriumgehalt. Ab einem Yttriumgehalt von 0,2At% liegen bereits im gewalzten Zustand deutlich geringere Texturintensitäten vor, die durch die Wärmebehandlung weiter abgeschwächt werden, so dass sich die maximalen Intensitäten in etwa halbieren.

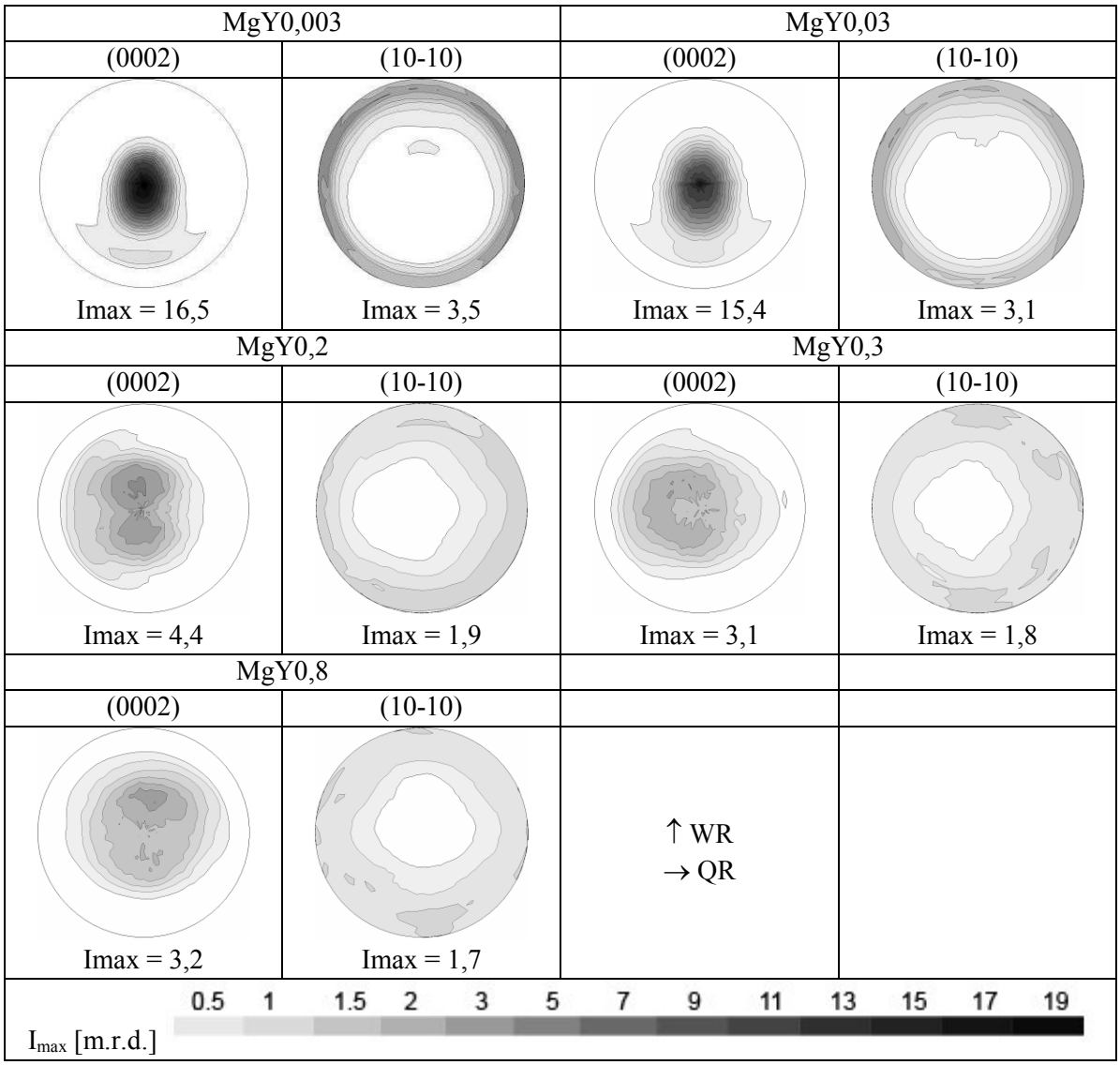


Abbildung 4-14:Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgY0,003, MgY0,03, MgY0,2, MgY0,3 und MgY0,8 jeweils nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

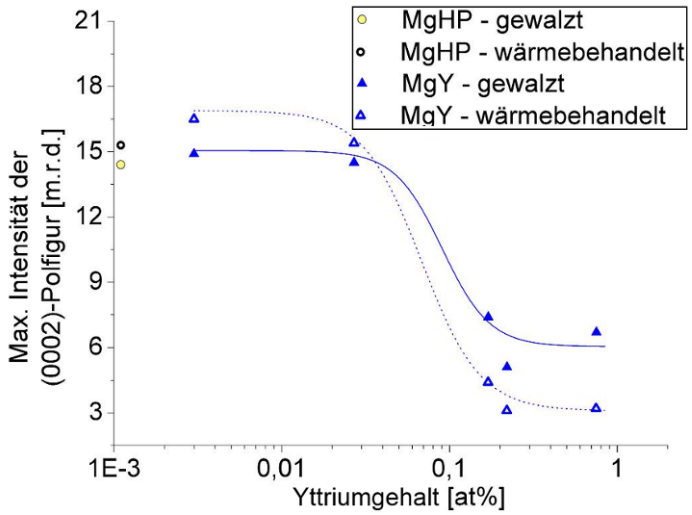


Abbildung 4-15: Diagramm zur Darstellung der maximalen Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren der gewalzten und wärmebehandelten MgY-Bleche in Abhängigkeit des Legierungsgehaltes

An den Blechen MgY0,03 mit starker Textur und MgY0,2 mit schwacher Textur im wurden im gewalzten Zustand EBSD-Analysen durchgeführt. In Abbildung 4-16 sind die EBSD-Karten der Zwillinge, der Kernel Average Misorientation (KAM) und der inversen Polfigur für das Blech MgY0,03 zusammengestellt. Die Analyse der Zwillinge zeigt, dass diese über die gesamte Messfläche verteilt sind, wobei am häufigsten die sekundären Zwillinge auftreten. In der Mitte der Karte (Abbildung 4-16a) verläuft ein Verformungsband, welches in der Darstellung des KAM die höchsten Werte aufweist. Generell deutet die relativ gleichmäßige Verteilung der KAM-Werte auf eine homogene Deformation hin. In der Darstellung der inversen Polfigur in Abbildung 4-16c zeigen sich in dem Verformungsband viele, verglichen mit dem restlichen Gefüge, kleine Körner. Die rote Färbung, welche die Mehrheit der Körner aufweist, entspricht der Ausrichtung der Basalebene parallel zur Blechfläche, repräsentiert demzufolge die Basaltextur des Bleches.

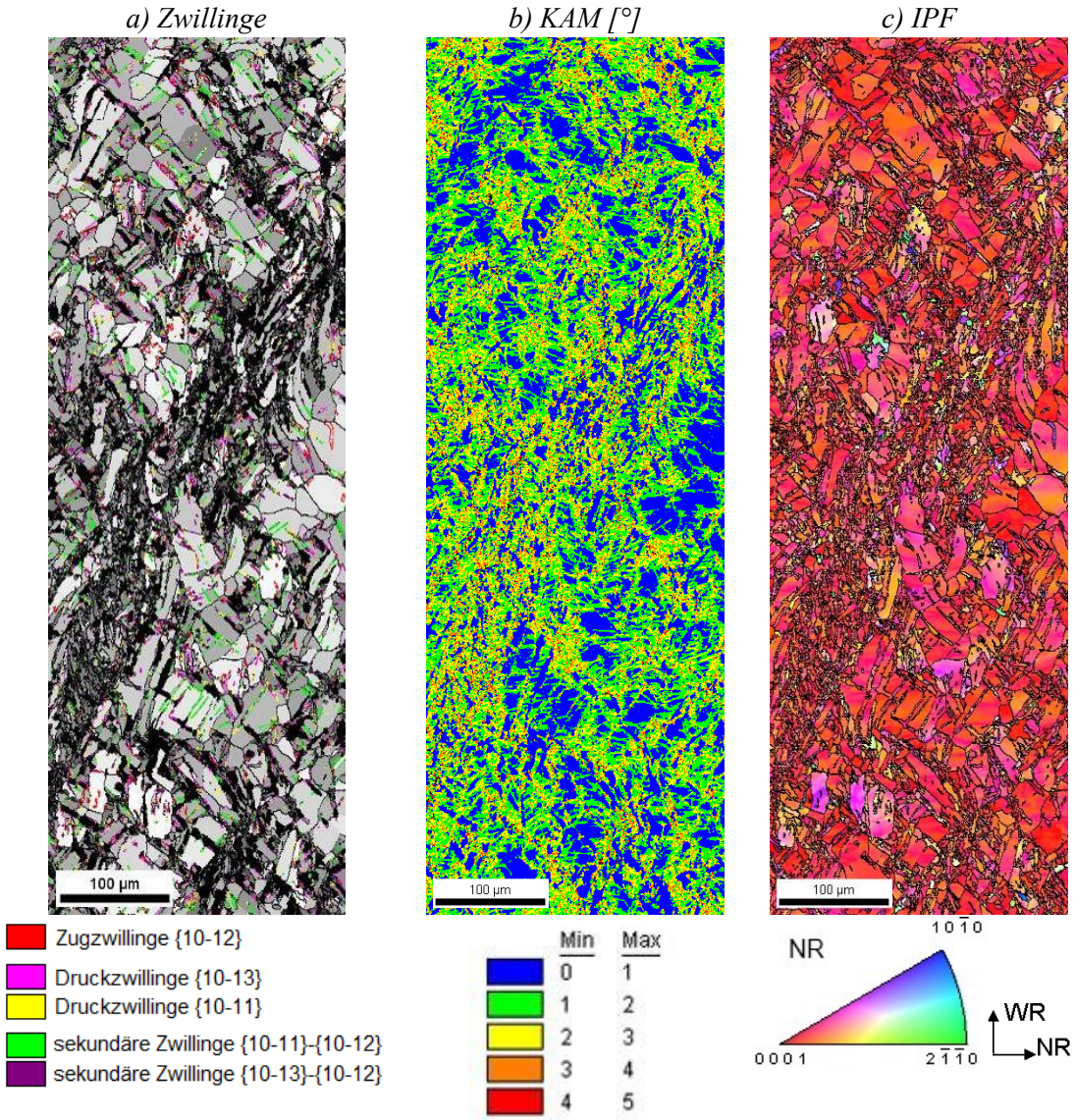


Abbildung 4-16: EBSD-Bilder des Bleches MgY0,03; a) Zwillinge, b) Kernel Average Misorientation KAM, c) Inverse Polfigur (IPF) mit Korngrenzen

Die Karte der Zwillinge für die Legierung mit dem höheren Yttriumgehalt MgY0,2 in Abbildung 4-17a lässt einen signifikant höheren Anteil an Zwillingen erkennen. Ähnlich wie bei der MgY0,03 treten am häufigsten die sekundären Zwillinge auf, wobei auffallend mehr

Zugzwillinge vorliegen. Die Verteilung des KAM (Abbildung 4-17b) zeigt die größten Misorientierungen an den Korngrenzen und an den Zwillingen. In der Karte der inversen Polfigur (IPF) sind in diesen Bereichen wie schon bei der MgY0,03 kleine Körner zu sehen, wobei deren Menge wesentlich geringer ist. Insgesamt erscheint diese Karte weniger rot gefärbt als die des MgY0,03-Bleches, was die Randomisierung der Basaltextur widerspiegelt.

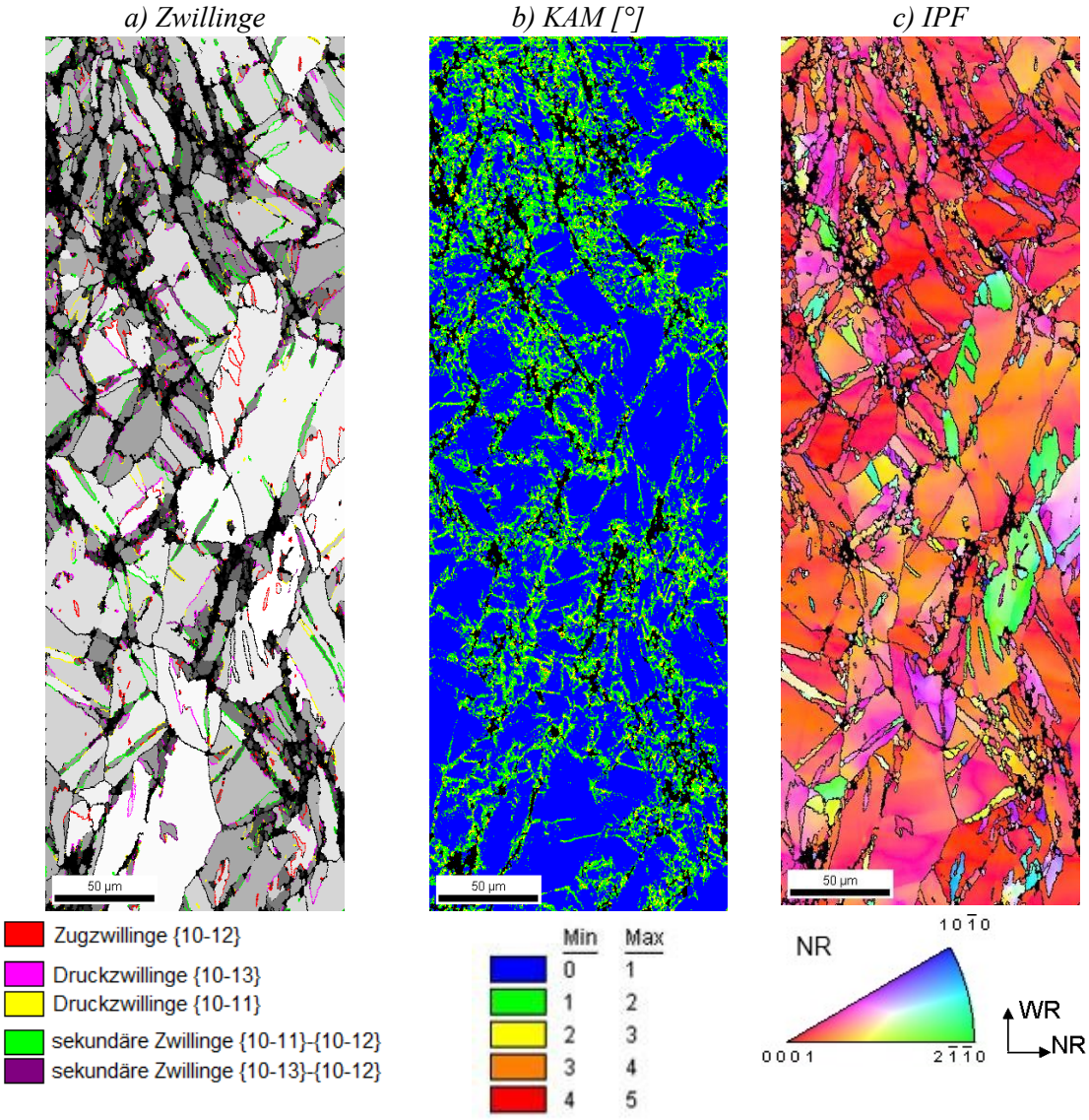
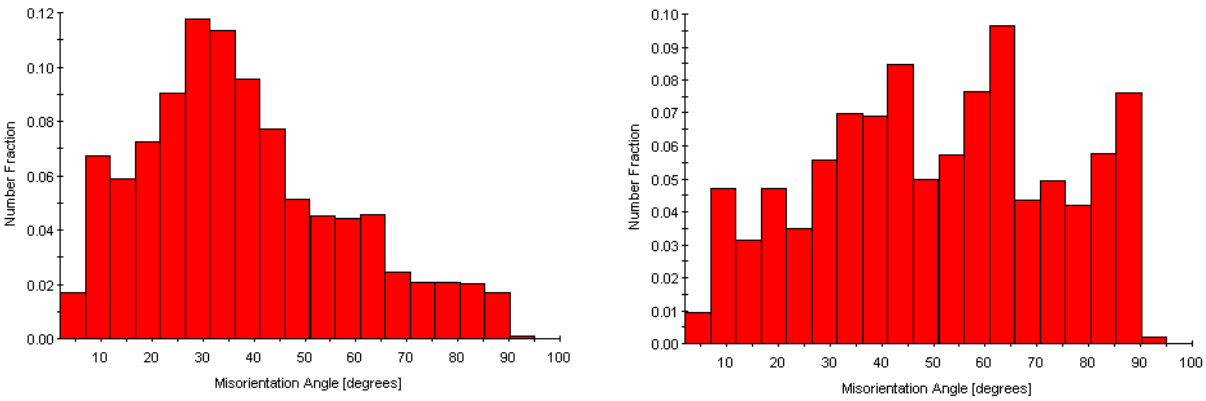


Abbildung 4-17: EBSD-Bilder des Bleches MgY0,2; a) Zwillinge, b) Kernel Average Misorientation KAM, c) Inverse Polfigur (IPF) mit Korngrenzen

In Abbildung 4-18 sind die relativen Anteile der Misorientierungswinkel für die zwei Legierungen MgY0,03 und MgY0,2 gegenübergestellt. Die Legierung MgY0,03 zeigt dabei ein Maximum bei ca. 30° sowie es für Magnesium-Bleche mit einer ausgeprägten Basaltextur charakteristisch ist, wobei Misorientierungswinkel um 30° Korngrenzen mit hoher Beweglichkeit zugeordnet werden. Im höher legierten Blech MgY0,2 zeigt sich eine komplett andere Verteilung der Misorientierungswinkel. Die dabei auftretenden Maxima bei ca. 40°, 60° und 90° stimmen gut mit den typischen Winkeln für die sekundären sowie Druck- und Zugzwillinge überein (siehe Tabelle 3-5).



a) MgY0,03 *b) MgY0,2*

Abbildung 4-18: Diagramm der Misorientierungswinkel ('Misorientation Angle') berechnet aus den EBSD-Daten für die Bleche a) MgY0,03 (Maximum bei 30° entspricht Korngrenzen mit hoher Beweglichkeit) und b) MgY0,2 (Maxima bei Winkeln 40°, 60°, 90° können Zwillingen zugeordnet werden)

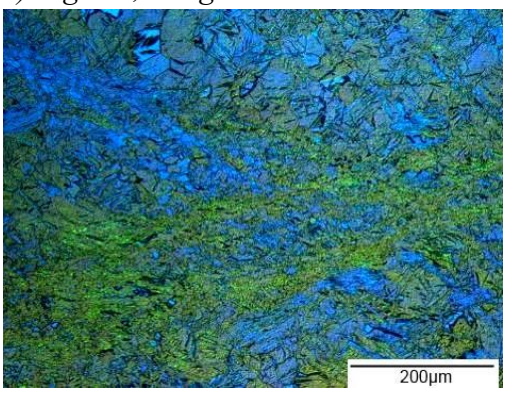
4.1.3 System Magnesium-Neodym

In der Abbildung 4-19 sind repräsentative Gefügeaufnahmen der neodymhaltigen Magnesium-Bleche MgNd0,01 und MgNd0,3 im gewalzten und wärmebehandelten Zustand zusammengestellt. Die Mikrostrukturen aller Magnesium-Neodym-Bleche sowohl direkt nach dem Walzen als auch nach der Glühung sind im Anhang A1.2 zu finden.

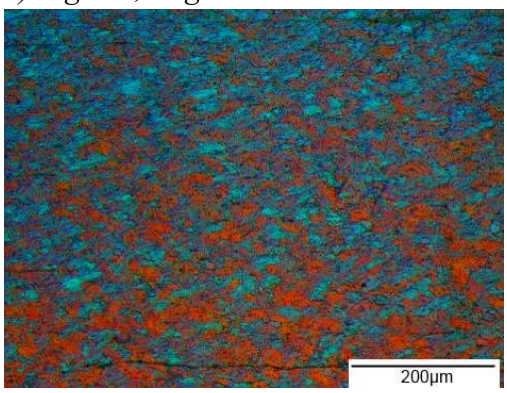
Die gewalzten Gefüge sind auch in allen Legierungen stark verformt und weisen zahlreiche Zwillinge auf (Abbildung 4-19a und b). Bei dem MgNd0,01-Blech lassen sich zudem Scherbänder erkennen (Abbildung 4-19a). Die Wärmebehandlung führt bei allen Blechen zur vollständigen Rekristallisation, wobei die Korngröße mit steigendem Neodymgehalt sinkt (Abbildung 4-19c und d). Das Diagramm in Abbildung 4-20 zeigt die Korngröße in Abhängigkeit zum Neodymgehalt mit dem Vergleich zu MgHP. Dabei ist dieselbe Tendenz wie bei den Magnesium-Yttrium-Blechen zu erkennen, d.h. mit steigendem Legierungsgehalt wird das Gefüge feinkörniger.

In den Gefügen der Bleche mit einem Legierungsgehalt von über 0,04At% Neodym lassen sich Ausscheidungen besonders im gewalzten Zustand erkennen (vgl. Anhang A1.2). Abbildung 4-21a zeigt einen vergrößerten Ausschnitt vom Gefüge des Bleches MgNd0,04 im gewalzten Zustand. Die auftretenden Partikel sind als schwarze Punkte über den Bildausschnitt verteilt zu beobachten. Bei einem größeren Legierungsgehalt sind auch nach der Wärmebehandlung Ausscheidungen zu sehen. Beispielhaft ist in Abbildung 4-21b das geglühte Gefüge des Bleches MgNd0,3 vergrößert dargestellt. Hier haben sich sowohl zahlreiche einzelne Partikel als auch linienförmige Ausscheidungen entlang von Korngrenzen gebildet.

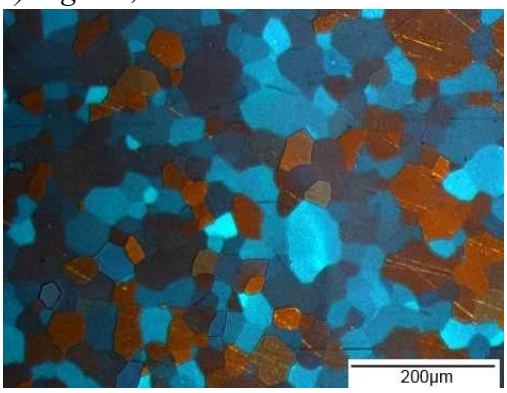
a) MgNd0,01 - gewalzt



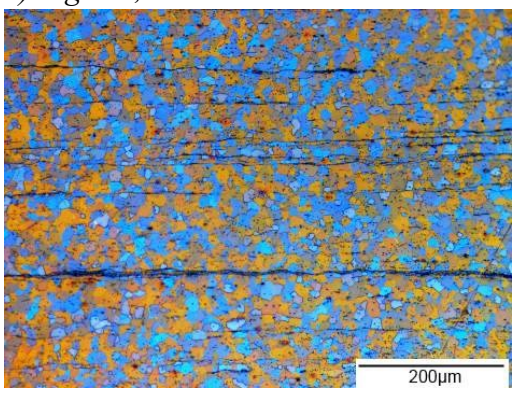
b) MgNd0,3 - gewalzt



c) MgNd0,01 - wärmebehandelt



d) MgNd0,3 - wärmebehandelt



Korngröße: 31µm

Korngröße: 8µm

→ WR

Abbildung 4-19: Metallographische Gefügeaufnahmen (polarisiertes Licht) an den Blechen MgNd0,01, und MgNd0,3 jeweils im gewalzten Zustand und nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C, a) MgNd0,01 gewalzt, b) MgNd0,3 gewalzt, c) MgNd0,01 wärmebehandelt, d) MgNd0,3 wärmebehandelt

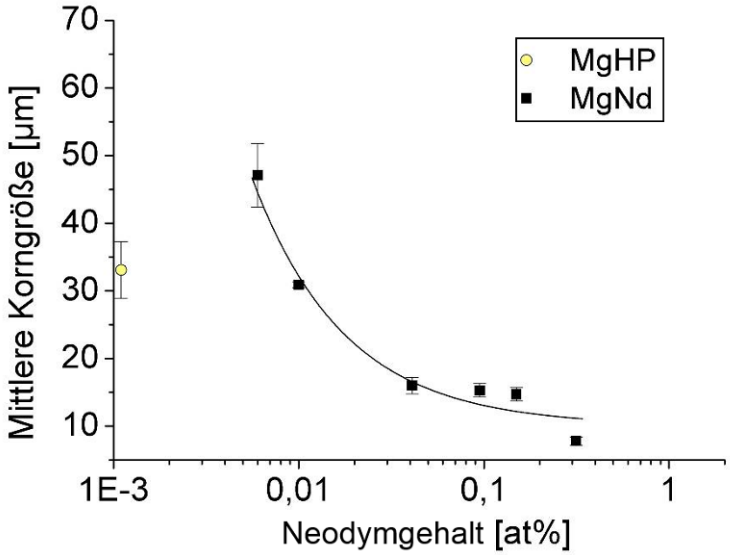
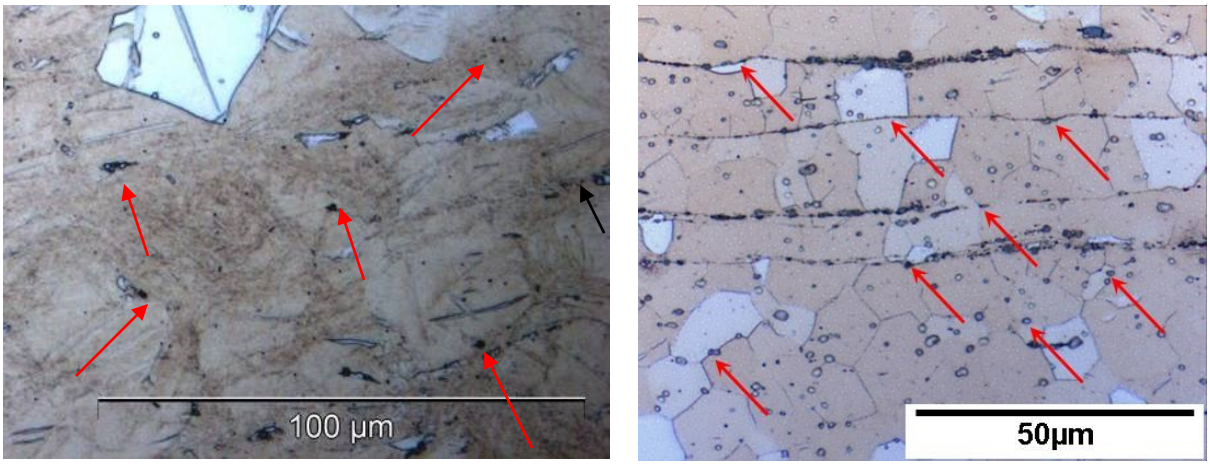


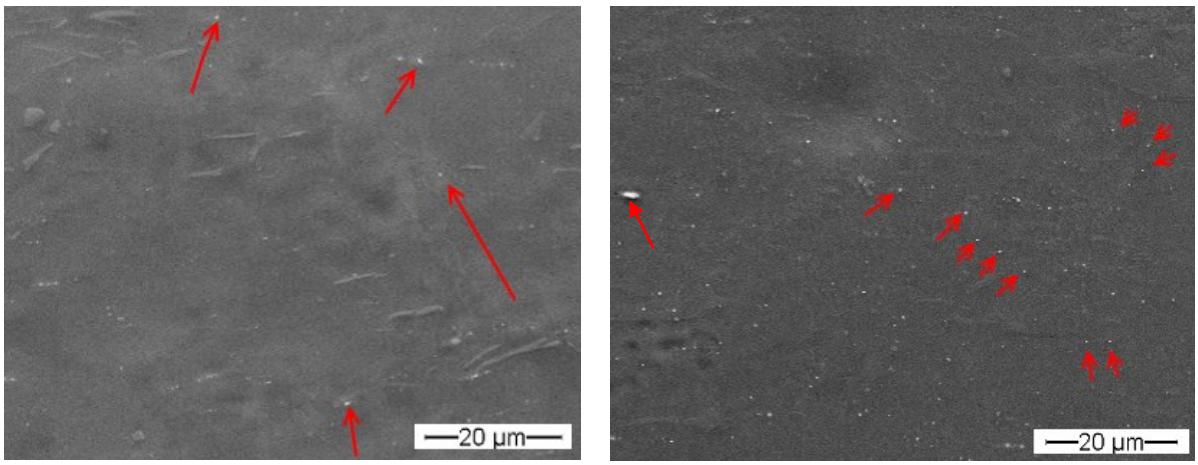
Abbildung 4-20: Darstellung der mittleren Korngröße der wärmebehandelten Bleche in Abhängigkeit vom Legierungsgehalt



a) MgNd0,04 *b) MgNd0,3*

Abbildung 4-21: Ausschnitte aus den Schliffbildern der Bleche a) MgNd0,04 – gewalzt mit Ausscheidungen über das Gefüge verteilt und b) MgNd0,3 - wärmebehandelt mit Ausscheidungen in den Körnern und entlang der Korngrenzen

EDX-Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop wurden an den Blechen MgNd0,006, MgNd0,01, MgNd0,04 und MgNd0,09 durchgeführt (siehe Tabelle 9-3 in Anhang A.2). Auch hier sind in allen Legierungen Partikel zu erkennen, welche alle Neodym enthalten. Daneben wurden in den Ausscheidungen Verunreinigungen wie Silizium und Sauerstoff, aber auch Eisen gefunden. Exemplarisch zeigt die Abbildung 4-22 REM-Aufnahmen der Legierungen MgNd0,006 (a) und MgNd0,04 (b). Diese demonstrieren, dass mit steigendem Elementgehalt die Menge der Partikel steigt. Außerdem lassen sich in den Blechen MgNd0,04 und MgNd0,09 vermehrt größere Partikel erkennen, wie sie in Abbildung 4-22b links zu sehen sind. In der Matrix schwanken die mittels EDX gemessen Nd-Werte vor allem in den niedriglegierten Blechen MgNd0,006 und MgNd0,01 sehr stark. So wurden auch hier Stellen untersucht, die kein Nd enthalten, was auf einen Seigerungseffekt hindeutet, wie er bereits bei den MgY-Blechen angesprochen wurde.



a) MgNd0,006 *b) MgNd0,04*

Abbildung 4-22: REM- Aufnahmen an Blechen a) MgNd0,006 und b) MgNd0,04 jeweils im gewalzten Zustand mit neodymhaltigen Ausscheidungen

Die Texturen der Magnesium-Neodym-Bleche im gewalzten Zustand sind in Abbildung 4-23 und nach der Wärmebehandlung in Abbildung 4-24 dargestellt. Auffällig ist auch hier, wie

schon bei den Magnesium-Yttrium-Blechen, dass der basale Charakter der Textur bestehen bleibt, unabhängig vom Neodym-Gehalt.

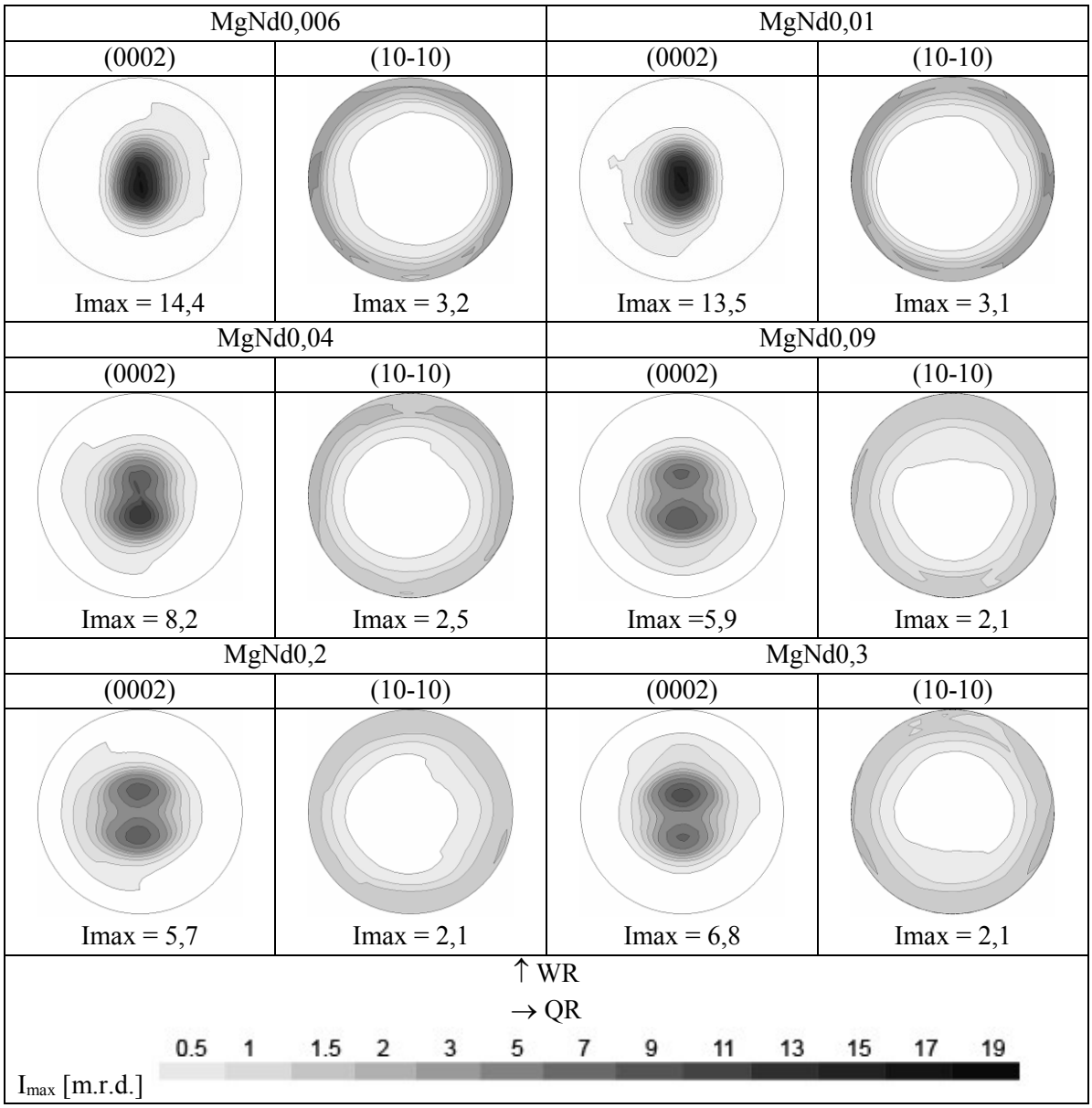


Abbildung 4-23: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgNd0,006, MgNd0,01, MgNd0,04, MgNd0,09, MgNd0,2 und MgNd0,3 jeweils im gewalzten Zustand mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

Zu erkennen ist, dass bis zu einem Legierungsgehalt von 0,01At% Neodym das Maximum der Texturintensität in der NR liegt. Die Intensität steigt dann nach der Glühung auch weiter an. Ab 0,04At% Neodym lässt sich eine deutliche Abschwächung der Textur schon im gewalzten Zustand feststellen. Hierbei kommt es außerdem zur Aufspaltung des Maximums in einen Doppelpeak entlang der WR. Durch die Wärmebehandlung wird in diesen Werkstoffen die Textur weiter abgeschwächt, wobei jedoch der Doppelpeak zu einem Maximum in NR mit einer Auslenkung in WR wird. Lediglich in der Basalpolfigur des Blech MgNd0,3 bleibt der Doppelpeak nach der 20-minütigen Glühung andeutungsweise erhalten. Aber auch hier sinkt die maximale Texturintensität von anfänglichen 6,8m.r.d. auf nur 3,8m.r.d.. Zudem lässt sich ab einem Nd-Gehalt von 0,09At% eine deutlich weitere Kippung der Basalebenen in QR

feststellen, sowohl nach der Rekristallisation als auch schon im gewalzten Zustand. Auch die prismatischen Polfiguren (10-10) spiegeln dieses Verhalten wieder, zeigen aber im Prinzip keine Veränderung.

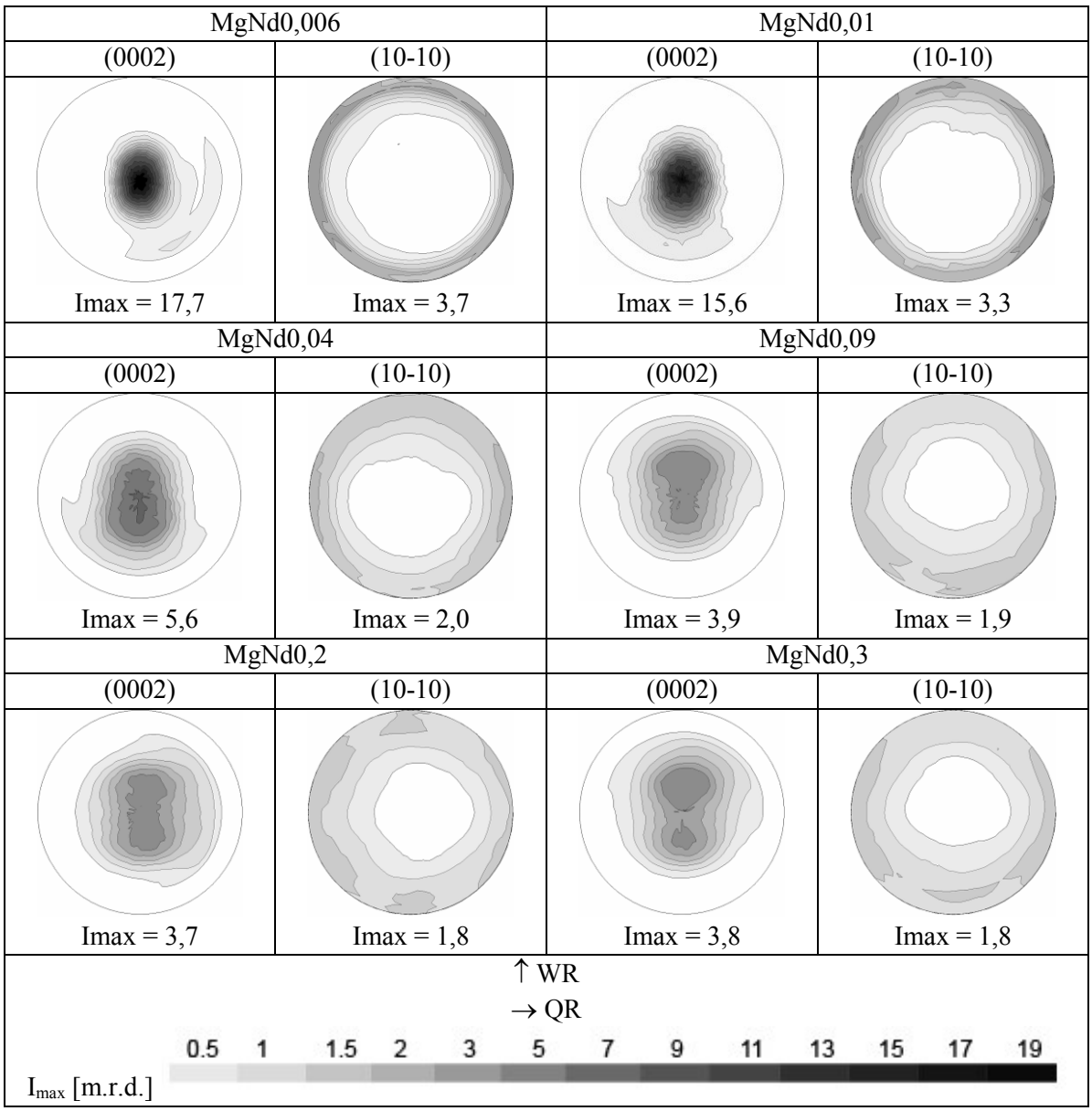


Abbildung 4-24: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgNd0,006, MgNd0,01, MgNd0,04, MgNd0,09, MgNd0,2 und MgNd0,3 nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

Das Diagramm mit den maximalen Texturintensitäten in Abhängigkeit vom Neodym-Gehalt veranschaulicht die Wirkung des Seltenen-Erden-Elementes (Abbildung 4-25). Ab einem Legierungsgehalt, der zwischen 0,01At% und 0,04At% liegt, beginnt die maximale Intensität der Magnesium-Neodym-Legierungsproben gegenüber von MgHP zu sinken. Dies ist sowohl im gewalzten als auch im wärmebehandelten Zustand der Fall. Liegt der Elementgehalt über 0,09At% Nd wird nach der Glühung eine Intensität von etwa 4m.r.d. erreicht, was weniger als ein Drittel der maximalen Intensität von MgHP entspricht. Allerdings zeigt sich hier deutlich, dass eine Erhöhung des Nd-Anteiles über 0,09At% keine weitere Texturabschwächung zur

Folge hat. Auffällig ist der Erhöhung der maximalen Intensität bei der niedrigsten Neodym-Konzentration von 0,006At% nach der Wärmebehandlung gegenüber Reinmagnesium.

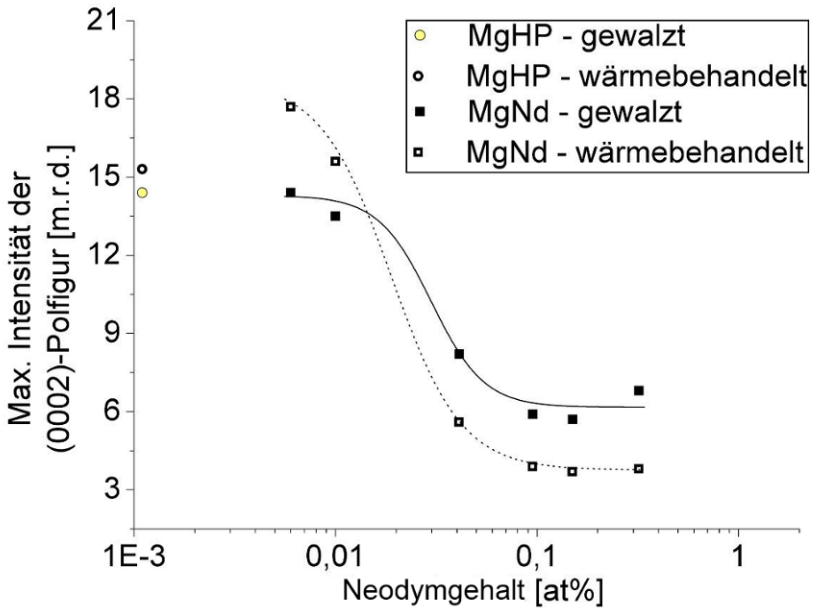


Abbildung 4-25: Diagramm zur Darstellung der maximalen Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren der gewalzten und wärmebehandelten MgNd-Bleche in Abhängigkeit des Legierungsgehaltes

An den Blechen MgNd0,01 und MgNd0,04 wurden EBSD-Messungen vorgenommen. Die Analyse der Zwillinge, der Kernel Average Misorientation (KAM) und der inversen Polfiguren (IPF) sind in Abbildung 4-26 und Abbildung 4-27 dargestellt.

Bei der Betrachtung der Zwillinge fällt auch im System Magnesium-Neodym auf, dass der Anteil der sekundären Zwillinge sehr hoch ist und mit höherem Elementgehalt weiter zunimmt. Auch die anderen Zwillingstypen treten mit steigendem Neodymgehalt häufiger auf. Die Lage der Zwillinge lässt sich bei der Legierung MgNd0,04 in der entsprechenden KAM-Karte relativ gut den Bereichen mit Misorientierungen >1° zuordnen (Abbildung 4-27b). In der Karte der IPF (Abbildung 4-27c) ist zu sehen, dass außerdem in diesen Gebieten kleine Gefügebestandteile liegen, die als Körner bezeichnet werden können. Die Orientierungen dieser Bereiche finden sich über der gesamten inversen Polfigur verteilt wieder, d.h. hier liegen Gefügebereiche mit verschiedenen Orientierungen vor, die die Randomisierung der Basalpolfigur wiedergeben.

Die Bereiche mit KAM-Werten >1° bei der MgNd0,01 zeigen dagegen keine unbedingte Übereinstimmung mit den Zwillingen. Stattdessen lassen sich diese eher innerhalb von Körnern finden, was auf ein anderes Verformungsverhalten als bei der MgNd0,04 hindeutet. Die Karte der IPF (Abbildung 4-26c) zeigt hier kleine Körner, die sich den unmittelbaren Umgebungen der Bereiche mit Misorientierungen >1° zuordnen lassen und hauptsächlich eine Basaltextur aufweisen. Dies entspricht auch dem Verhalten der Magnesium-Yttrium-Bleche mit steigendem Legierungsgehalt.

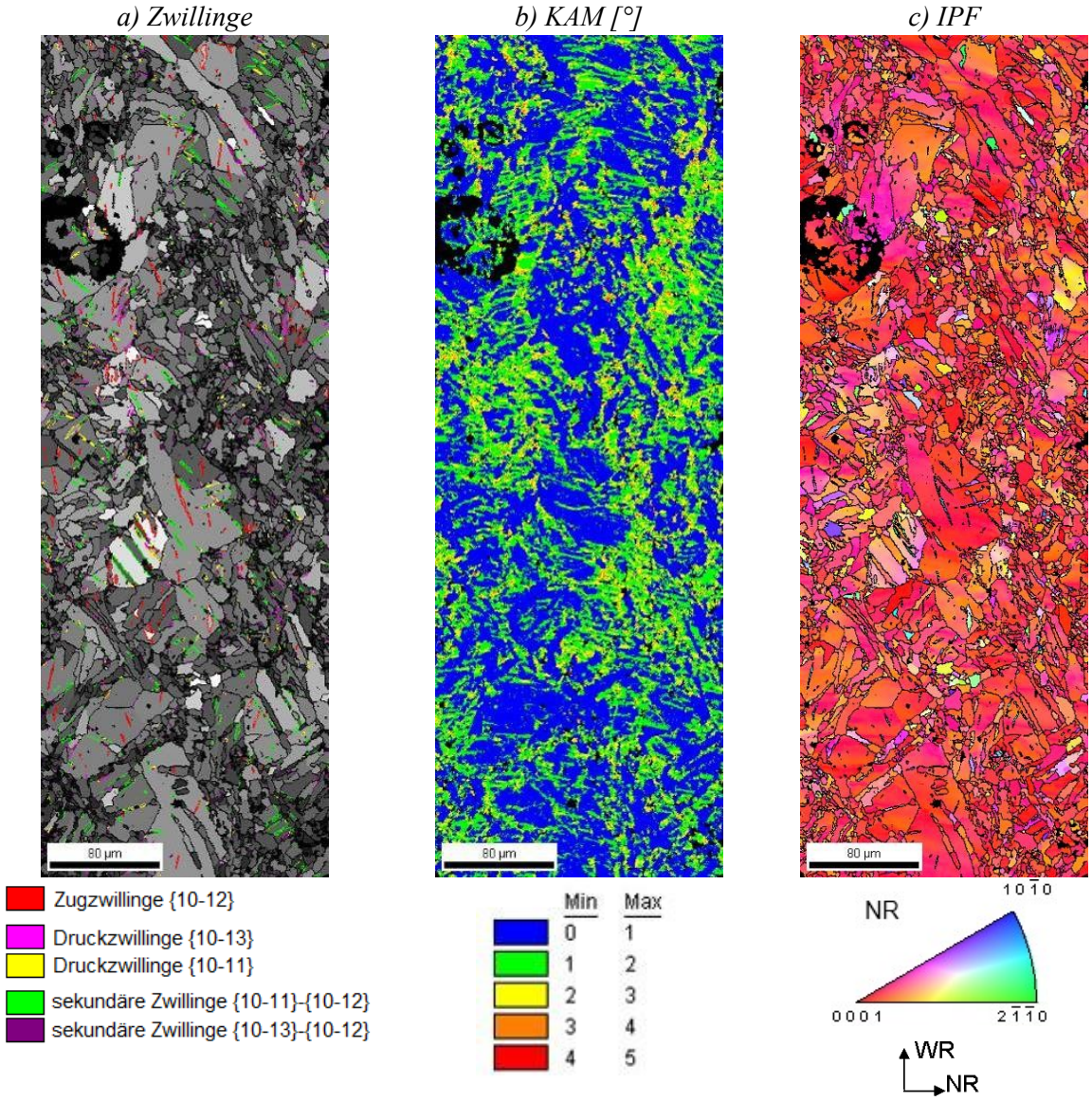


Abbildung 4-26: EBSD-Bilder des Bleches MgNd0,01; a) Zwillinge, b) Kernel Average Misorientation KAM, c) Inverse Polfigur (IPF) mit Korngrenzen

Die Verteilung der Misorientierungswinkel der beiden Bleche erscheint ähnlich wie bei den Magnesium-Yttrium-Blechen. Für das niedriglegierte Blech ergibt sich neben dem obligatorischen Peak für Magnesiumbleche bei 30°, ein Maximum zwischen 85 und 90°. Dies entspricht dem Winkel für Zugzwillinge. Der höhere Neodymgehalt verschiebt auch hier die Verteilung der Misorientierungswinkel, so dass sich Maxima bei den korrespondierenden Winkeln der sekundären und Druckzwillingen ergeben zusätzlich zu dem bei den Zugzwillingen.

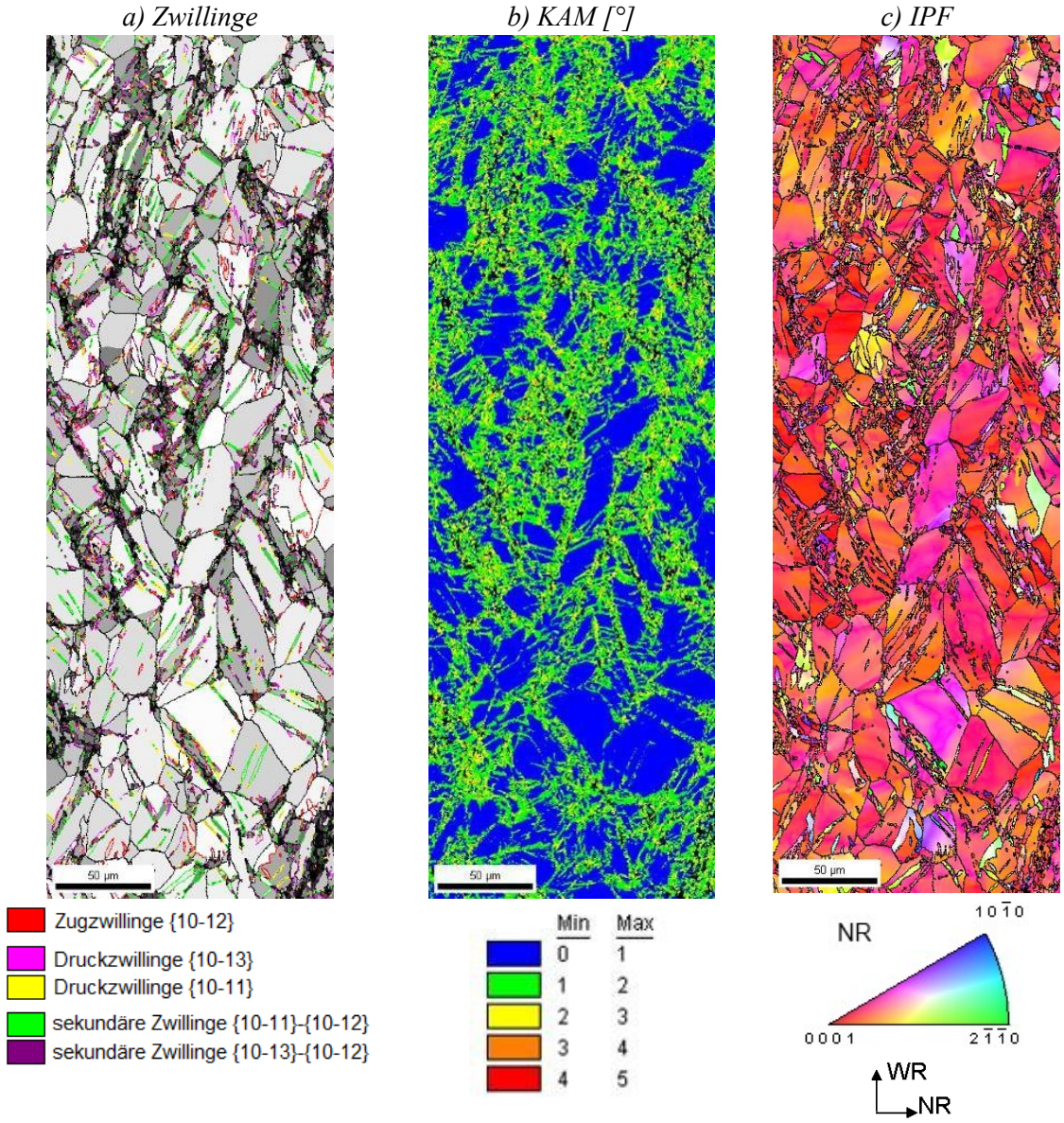
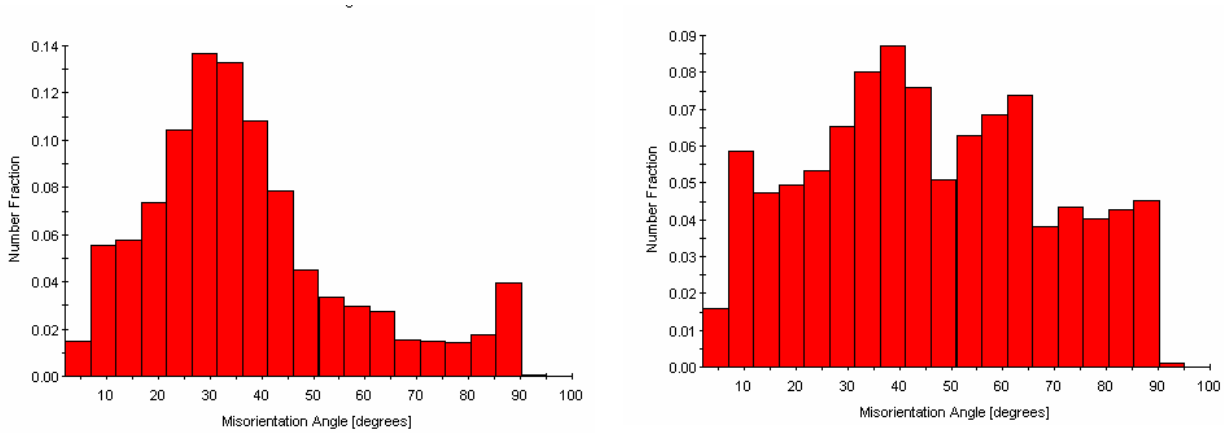


Abbildung 4-27: EBSD-Bilder des Bleches MgNd0,04; a) Zwillinge, b) Kernel Average Misorientation KAM, c) Inverse Polfigur (IPF) mit Korngrenzen



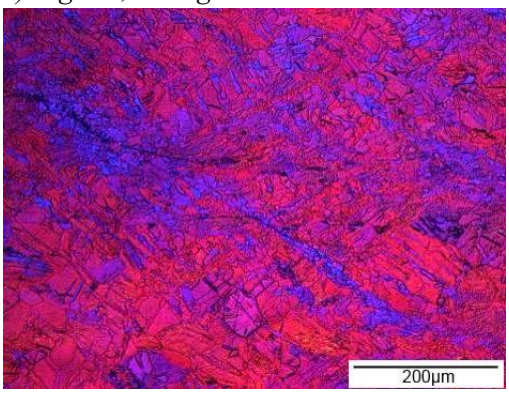
a) MgNd0,01 *b) MgNd0,04*

Abbildung 4-28: Diagramm der Misorientierungswinkel ('Misorientation Angle') berechnet aus den EBSD-Daten für die Bleche a) MgNd0,01 und b) MgNd0,04

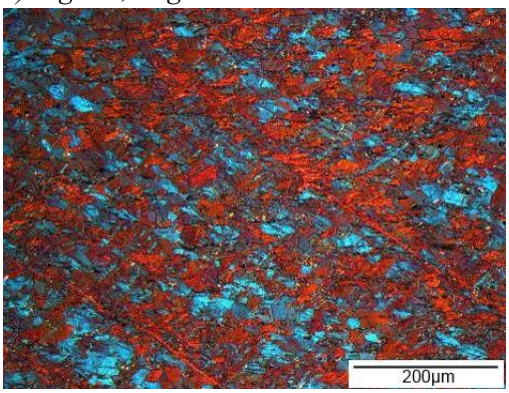
4.1.4 System Magnesium-Cer

Abbildung 4-29 zeigt repräsentative Gefüge der Magnesium-Cer-Bleche MgCe0,006 und MgCe0,5 im gewalzten und wärmebehandelten Zustand. Alle Gefüge sind auch hier im Anhang zusammengestellt (siehe Anhang A1.3).

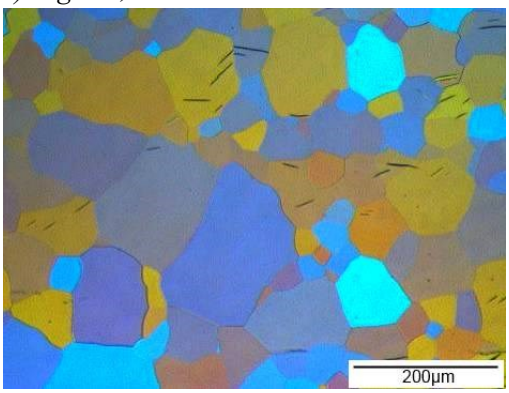
a) MgCe0,006 - gewalzt



b) MgCe0,5 - gewalzt

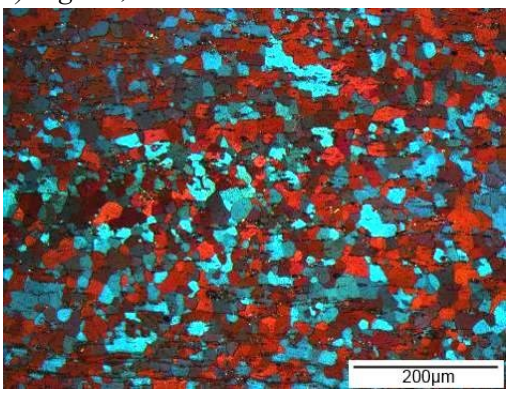


c) MgCe0,006 - wärmebehandelt



Korngröße:60µm

d) MgCe0,5 - wärmebehandelt



Korngröße: 13µm

→ WR

Abbildung 4-29: Metallographische Gefügeaufnahmen (polarisiertes Licht) an den Blechen MgCe0,006 und MgCe0,5 jeweils im gewalzten Zustand und nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C, a) MgCe0,006 gewalzt, b) MgCe0,5 gewalzt, c) MgCe0,006 wärmebehandelt, d) MgCe0,5 wärmebehandelt

Wie schon bei den vorangegangenen Systemen werden durch das Walzen die Gefügestrukturen so stark verformt, dass sich im gewalzten Zustand Scherbänder und viele Zwillinge, jedoch kaum Körner erkennen lassen. Erst nach der Glühung (Abbildung 4-29c und d) und dadurch vollständigen Rekristallisation der Bleche ist eine Korngrößenbestimmung möglich. Auch hier führt die Erhöhung des Legierungsgehaltes zur Verringerung der Korngröße. Liegt diese bei der MgCe0,006 bei 60µm, beträgt sie in den Legierungen MgCe0,2 und MgCe0,5 nur noch 12 bzw. 13µm. Damit scheint ab einem Elementgehalt von 0,2At% die weitere Zugabe von Cer keinen entscheidenden Einfluss auf die Korngröße mehr zu haben. Abbildung 4-30 veranschaulicht diese Tendenz grafisch. Hierbei zeigt sich auch, dass die Legierung mit dem niedrigsten Cer-Gehalt eine signifikant höhere Korngröße aufweist als des Bleches aus MgHP.

In allen Blechen, vor allem nach der Wärmebehandlung, lassen sich ebenfalls Partikel erkennen, wobei diese in der MgCe0,006 sehr sporadisch und hauptsächlich an Korngrenzen

auftreten (Abbildung 4-31a als helle Punkte zu erkennen). Dagegen wird das Gefüge der MgCe0,5 in Abbildung 4-31b regelrecht von einem Netzwerk aus Ausscheidungen durchzogen, die bevorzugt an Korngrenzen liegen. Aber auch innerhalb der Körner sind Partikel zu finden.

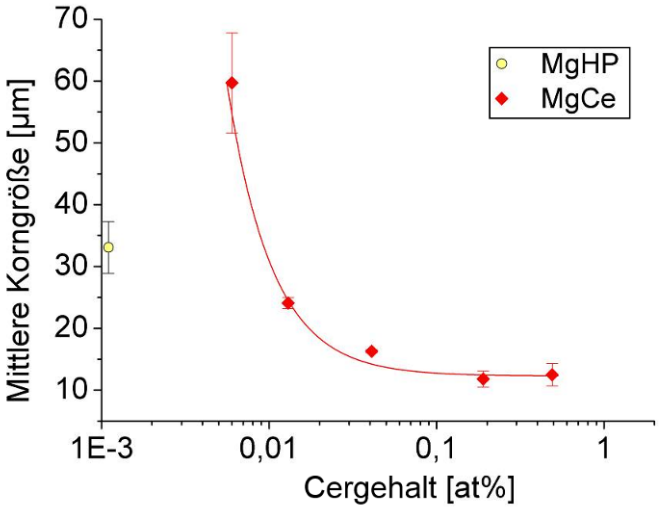
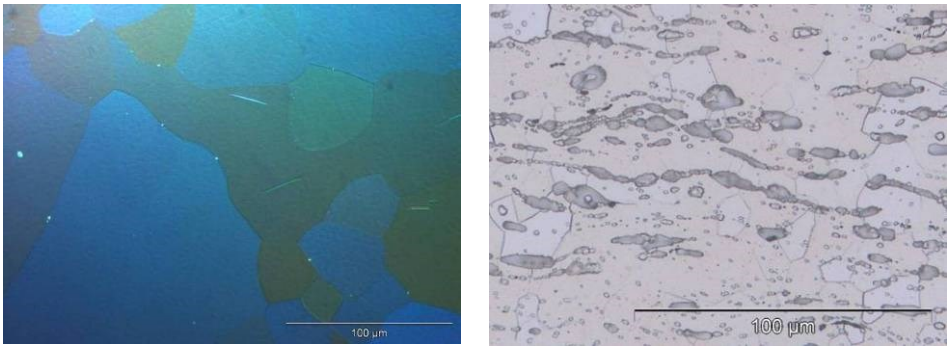


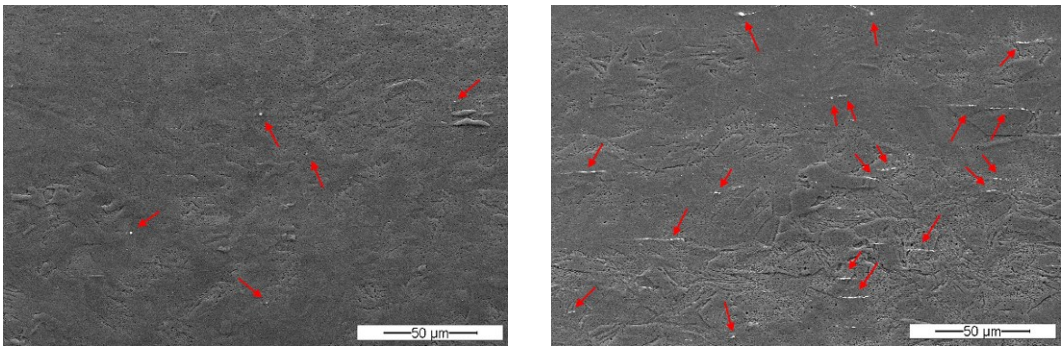
Abbildung 4-30: Darstellung der mittleren Korngröße der wärmebehandelten Bleche in Abhängigkeit vom Legierungsgehalt



a) MgCe0,006 *b) MgCe0,5*

Abbildung 4-31: Ausschnitte aus den Gefügen der Bleche a) MgCe0,006 - wärmebehandelt mit nur wenigen Ausscheidungen (weiße Punkte) und b) MgCe0,5 - wärmebehandelt mit Netzwerk von Ausscheidungen

Die beobachteten Partikel wurden im REM mittels EDX einer genaueren Analyse unterzogen. Dazu wurden Proben der Bleche MgCe0,006, MgCe0,01 und MgCe0,04 im gewalzten Zustand untersucht (siehe Tabelle 9-2 in Anhang A.2), da hier ein bedeutender Unterschied zwischen den Texturstärken (Abbildung 4-35) besteht. Repräsentativ sind in Abbildung 4-32 REM-Aufnahmen der Bleche MgCe0,006 und MgCe0,04 gegenüber gestellt. In beiden Legierungen sind Partikel zu erkennen. In den meisten Fällen wurden in den Ausscheidungen Cer, Sauerstoff, Silizium und Magnesium detektiert. In der Legierung MgCe0,006 waren aber auch Partikel mit einem erhöhten Zirkoniumgehalt zu finden, die kein Cer aufwiesen. Das Zirkonium kommt hierbei wahrscheinlich als Verunreinigung aus dem Ausgangsmaterial bzw. aus dem Schmelzprozess. Offensichtlich ist, dass mit steigendem Cer-Gehalt die Menge und Größe der Partikel signifikant zunimmt. Die Messungen der Elementverteilung in der Matrix zeigten lokale Konzentrationsunterschiede in allen untersuchten Legierungen, d.h. dass das Cer nicht homogen verteilt vorliegt.



a) MgCe0,006 *b) MgCe0,04*

Abbildung 4-32: REM- Aufnahmen an Blechen a) MgCe0,006 und b) MgCe0,04 jeweils im gewalzten Zustand, rote Pfeile markieren jeweils auftretende Partikel

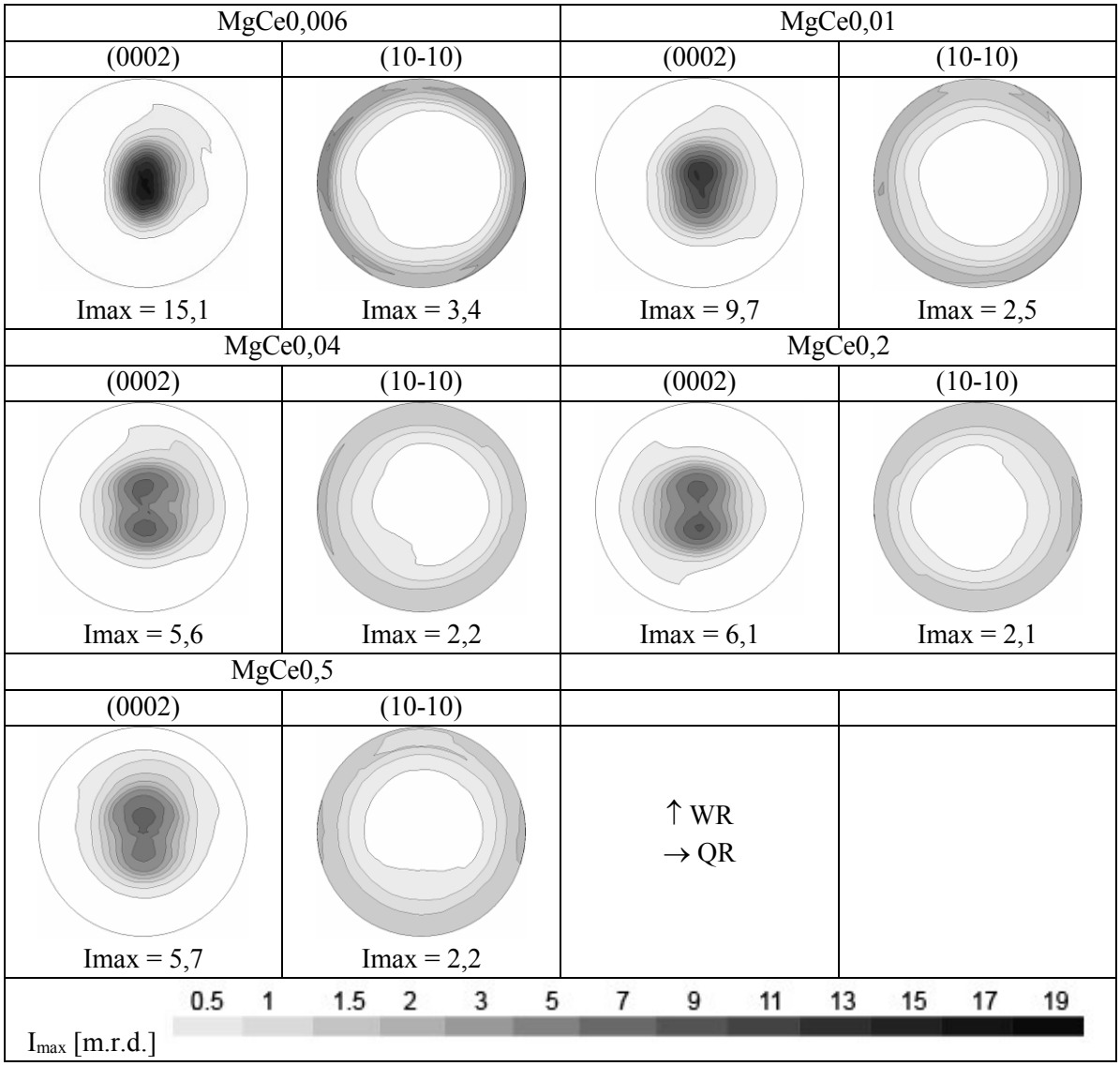


Abbildung 4-33: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgCe0,006, MgCe0,01, MgCe0,04, MgCe0,2 und MgCe0,5 jeweils im gewalzten Zustand mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

Die Polfiguren der Magnesium-Cer-Bleche im gewalzten Zustand sind in Abbildung 4-33 und die Polfiguren nach der Wärmebehandlung in Abbildung 4-34 zusammengestellt. Die höchste Texturintensität tritt bei dem Blech mit dem niedrigsten Cer-Gehalt von 0,006At% auf. Diese

liegt in der Basalpolfigur bei 15,1m.r.d. im gewalzten und bei 18,5m.r.d. im geglühten Zustand. Bereits bei der doppelten Menge Cer (0,013At%) sinkt die maximale Intensität auf etwa 9m.r.d. sowohl im gewalzten als auch im wärmebehandelten Material. In beiden Blechen bilden sich die typischen Basaltexturen, wobei die Basalebenen in Walzrichtung leicht ausgelenkt werden. Die Legierungen MgCe0,04, MgCe0,2 und MgCe0,5 zeigen ein ähnliches Verhalten. Im gewalzten Zustand liegt die maximale Intensität der (0002)-Polfigur zwischen 5,6 und 6,1m.r.d., wobei sich ein Doppelpeak entlang der Walzrichtung gebildet hat. Auffällig ist außerdem die Kippung der Basalebenen in die Querrichtung. Diese wird durch die Wärmebehandlung leicht abgeschwächt, ebenso wie der Doppelpeak und die maximale Texturintensität, die auf Werte zwischen 4,5 und 5,2m.r.d. sinkt.

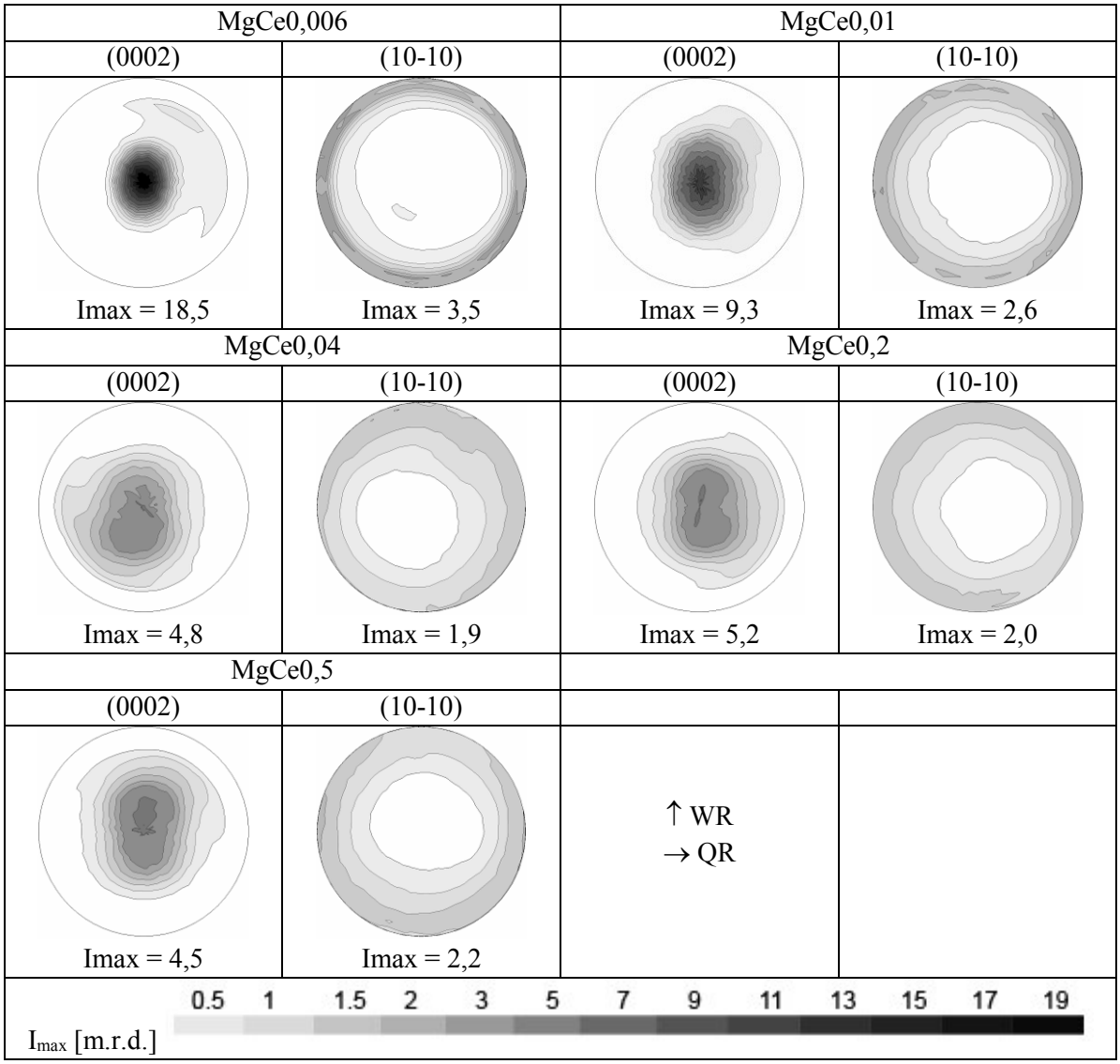


Abbildung 4-34: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgCe0,006, MgCe0,01, MgCe0,04, MgCe0,2 und MgCe0,5 nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

Die Prismenpolfiguren der Bleche im gewalzten Zustand zeigen eine leicht bevorzugte Ausrichtung parallel zur Walzrichtung. Durch die Wärmebehandlung wird auch diese Präferenz abgeschwächt. In den Blechen MgCe0,04 und MgCe0,2 in denen die geringsten Intensitäten zu finden sind, verschwindet sie sogar ganz.

Abbildung 4-35 veranschaulicht die Beziehung der Texturstärke in Abhängigkeit des Cer-Gehaltes grafisch. So wird der Trend deutlich, der auch bei Yttrium und Neodym zu beobachten ist: ab einer bestimmten Einsatzmenge hat der steigende Zusatz an Legierungselementen keinen erheblichen Einfluss auf die maximale Texturintensität mehr.

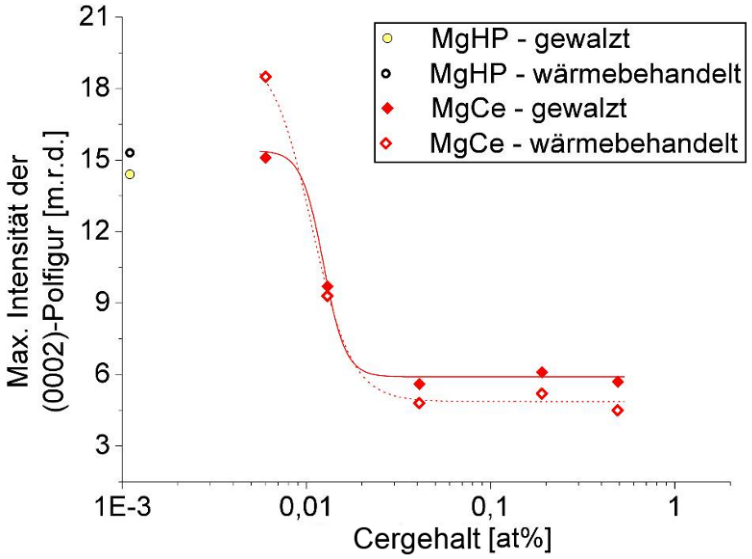


Abbildung 4-35: Diagramm zur Darstellung der maximalen Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren der gewalzten und wärmebehandelten MgCe-Bleche in Abhängigkeit des Legierungsgehaltes

In den Abbildung 4-36 und Abbildung 4-38 sind die Ergebnisse der EBSD-Messung an den Blechen MgCe0,006 und MgCe0,04 dargestellt. Bei der Betrachtung der Zwillinge in der niedrig-legierten MgCe0,006 sind die sekundären Zwillinge {10-11}-{10-12} am häufigsten vertreten (Abbildung 4-36a). Sowohl sie als auch die Zug- und Druckzwillinge finden sich hauptsächlich in den relativ großen, in WR langgestreckten Körnern. Daneben lassen sich verhältnismäßig kleine uniaxiale Körner ausmachen. Diese liegen im blauen Bereich der KAM-Werte (Abbildung 4-36b) und sind damit nicht verformt. Außerdem zeigen sie in der IPF-Karte mehrheitlich eine Basaltextur (Abbildung 4-36c). Die höchsten KAM-Werte erscheinen in den Zwillingen, aber auch in langgestreckten Körnern, die keine Zwillinge, und an Bereichen, die eine schlechte Indizierung (Färbung: dunkelgrau bis schwarz) aufweisen. Letztere resultieren eben aus der starken Deformation des Gefüges oder aber durch auftretende Phasen, wie es in Abbildung 4-36a rechts oben erscheint. Diese Gefügebestandteile besitzen überwiegend eine Basaltextur. Zur Veranschaulichung dieser Verhältnisse ist in Abbildung 4-37 ein Ausschnitt des rechten oberen Bereiches der beiden Karten kombiniert und im Vergleich zur IPF-Karte dargestellt.

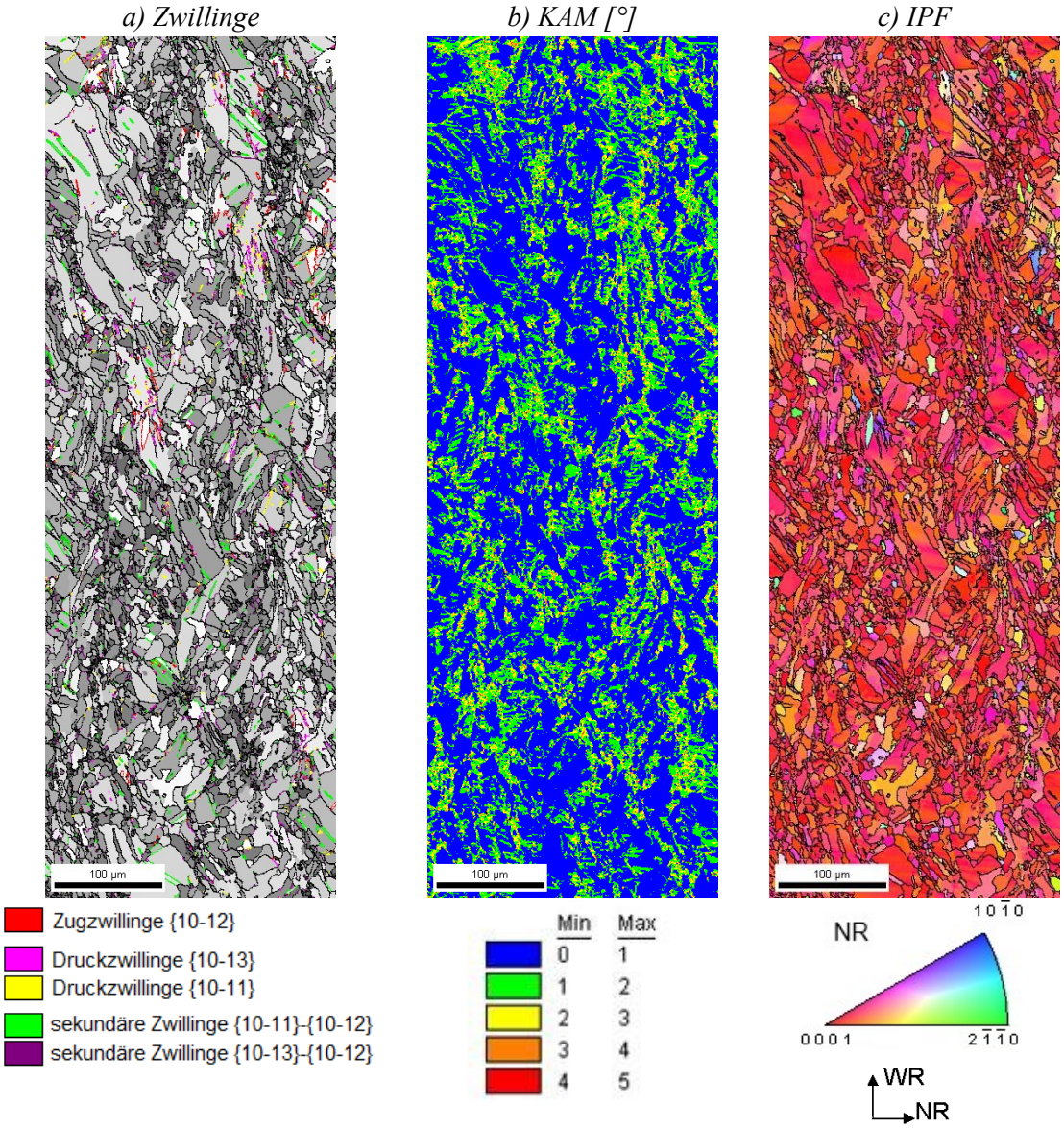


Abbildung 4-36: EBSD-Bilder des Bleches MgCe0,006; a) Zwillinge, b) Kernel Average Misorientation KAM, c) Inverse Polfigur (IPF) mit Korngrenzen

Das höher-legierte Blech MgCe0,04 zeigt ein etwas anderes Gefüge (Abbildung 4-38). Neben wesentlich größeren nicht-indizierten Bereichen, die hier den Ausscheidungen zuzuordnen sind, treten kaum kleine uniaxiale Körner wie in der MgCe0,006 auf (vgl. Abbildung 4-36a). In fast allen erkennbaren deformierten Körnern lassen sich Zwillinge finden. Gegenüber der niedrig-legierten Probe ist der Anteil der Zwillinge signifikant gestiegen, wobei auch hier die sekundären Zwillinge dominieren. Die höchsten KAM-Werte sind sowohl in den Zwillingen als auch um die Ausscheidungen zu erkennen. Direkt in den Körnern liegt der Wert zwischen 0 und 1°. Die Karte der inversen Polfigur spiegelt auch hier die jeweilige Basalpolfigur wieder, die zwar eine Basaltextur zeigt, jedoch mit einem in Walzrichtung gekippten Doppelpeak. Diese Orientierungen entsprechen den Färbungen rosa, gelb und orange.

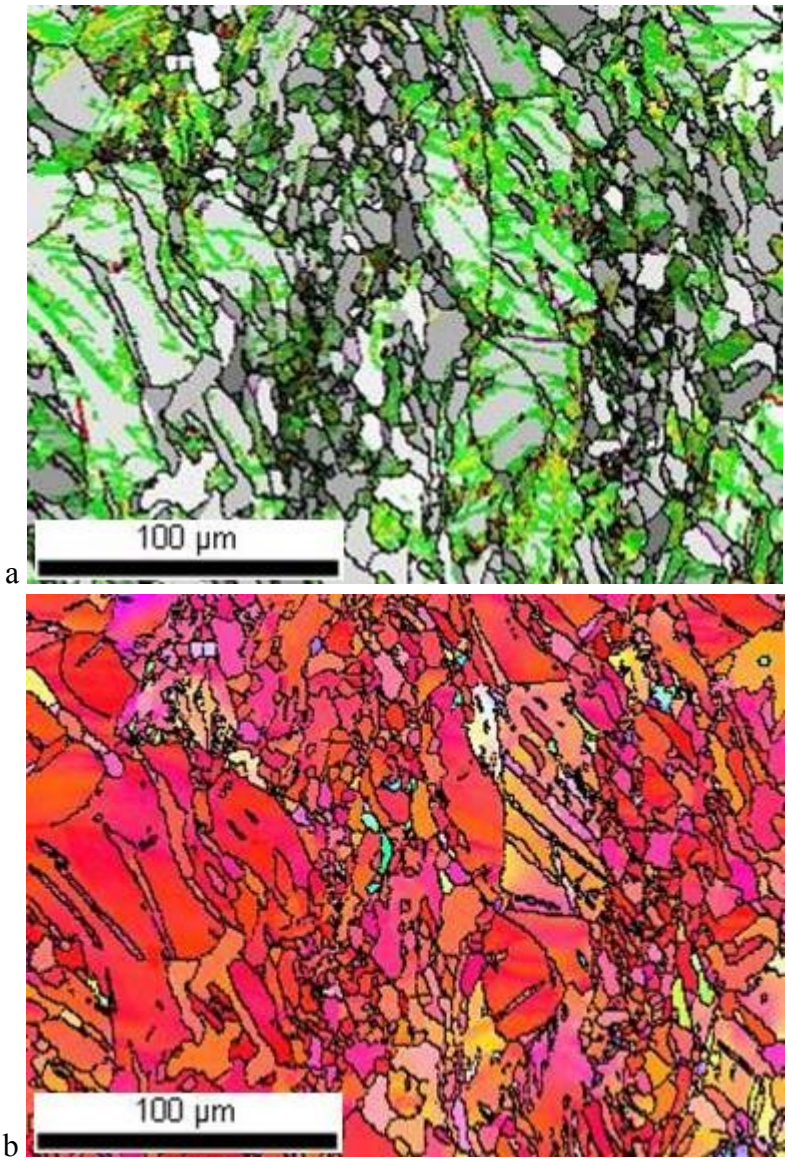


Abbildung 4-37: Ausschnitte aus den EBSD-Karten des Bleches MgCe0,006 a) Kombination der Karten der Zwillinge und des KAM-Wertes, b) dazugehörige IPF

Der erhöhte Anteil der Zwillinge spiegelt sich auch in den Diagrammen der Misorientierungswinkel der beiden Legierungen wider (Abbildung 4-39). Während in der Legierung MgCe0,006 der Misorientierungswinkel von 30° anteilig am häufigsten erscheint, zeigen sich beim Blech MgCe0,04 die höchsten Anteile bei den Winkel für die Zwillinge. Dabei ist der Anteil der Winkel, der mit den sekundären Zwillingen korrespondiert am höchsten und der Anteil der bei etwa 90° mit dem Misorientierungswinkel für Zugzwillinge übereinstimmt am niedrigsten.

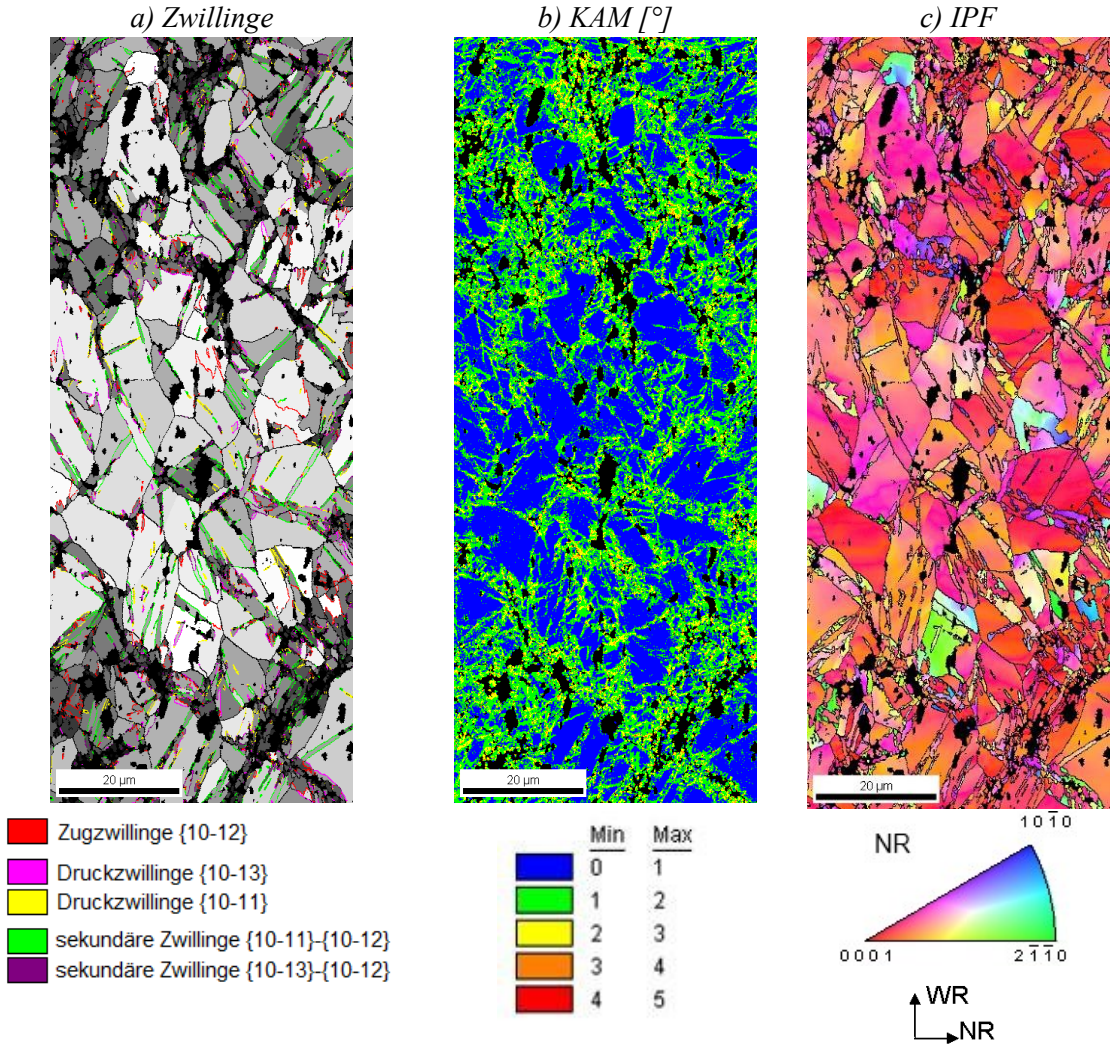
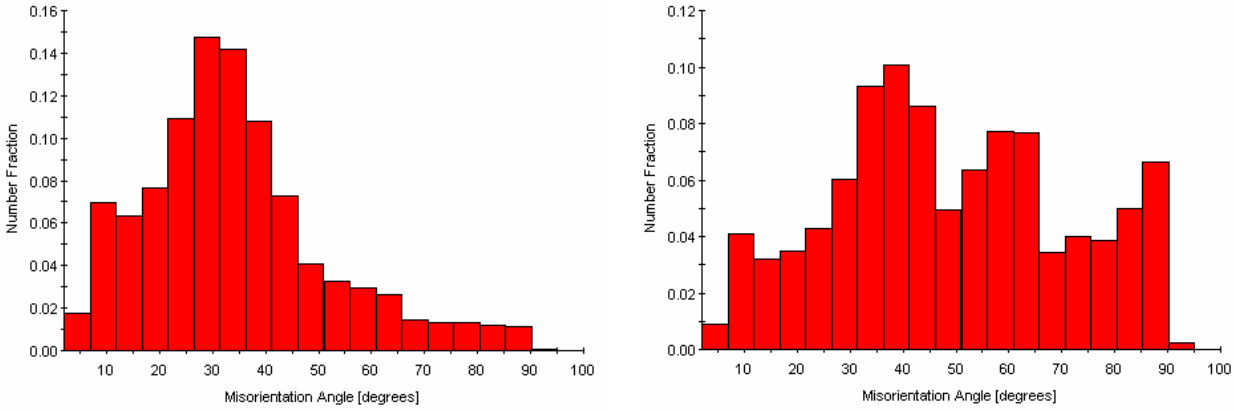


Abbildung 4-38: EBSD-Bilder des Bleches MgCe0,04; a) Zwillinge, b) Kernel Average Misorientation KAM, c) Inverse Polfigur (IPF) mit Korngrenzen



a) MgCe0,006 *b) MgCe0,04*

Abbildung 4-39: Diagramm der Misorientierungswinkel ('Misorientation Angle') berechnet aus den EBSD-Daten für die Bleche a) MgCe0,006 und b) MgCe0,04

4.2 Zusammenfassung der Ergebnisse der binären Legierungen

Alle Bleche aus den binären Magnesiumlegierungen mit Yttrium, Neodym und Cer zeigen mit steigendem Elementgehalt ein ähnliches Verhalten in der Entwicklung der Mikrostrukturen und Texturen. Die Wärmebehandlung führt in allen Blechen zur vollständigen Rekristallisation des Gefüges. Ein höherer Element-Gehalt ist dabei mit einem feineren Gefüge und einer schwächeren Textur verbunden. Der basale Charakter der Textur, wie er in den Referenz-Blechen MgHP, MgZn0,4 und MgZn0,9 zu finden ist, bleibt vor allem nach der Wärmebehandlung erhalten, wenngleich die maximale Texturintensität mit steigendem Seltenen-Erden-Gehalt sinkt. Bei der Textur im gewalzten Zustand zeigt sich in den höher-legierten Blechen ein ausgeprägter Doppelpeak entlang der Walzrichtung. Gleichzeitig verbreitert sich die Textur in Querrichtung.

Auch in den REM-Untersuchungen lassen sich Parallelen ziehen. So finden sich in allen Legierungen Partikel. In den Referenzmaterialien sind dies vorrangig Magnesiumoxid-Partikel. In den Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen sind die Ausscheidungen fast ausschließlich mit dem jeweiligen Seltenen Erden Element verbunden. Auffällig in den Magnesium-Neodym-Blechen ist der gemessene Eisen-Gehalt in den Neodym-Partikeln, welcher darauf hindeutet, dass Neodym das Eisen aus dem Magnesium zieht, was als Verunreinigung im Ausgangsmaterial vorliegt. In allen Systemen erhöht sich die Anzahl und Größe der Partikel mit steigendem Legierungsgehalt. Des Weiteren zeigen die gemessen Matrixkonzentrationen lokale Inhomogenitäten in der Elementverteilung in allen Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen.

In den EBSD-Analysen wird in allen untersuchten Legierungen massive Zwillingsbildung sichtbar. Die Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen, welche eine schwache Textur aufweisen, zeigen dabei stärkere Zwillingsbildung. In allen Fällen dominieren die sekundären Zwillinge, wobei mit steigendem Legierungsanteil auch der Anteil der Zwillinge steigt. In den jeweiligen Misorientierungswinkel-Diagrammen wird das vermehrte Auftreten der Zwillinge bei höheren Seltenen-Erden-Gehalten in Maxima bei den entsprechenden Winkeln von ca. 40°, 60° und 90° sichtbar. In den niedrig-legierten Blechen dominiert der Anteil der Misorientierungswinkel bei 30°, der für Magnesium-Bleche mit ausgeprägten Texturen charakteristisch ist und mit einer hohen Korngrenzenbeweglichkeit in Verbindung gebracht wird. Im System Magnesium-Zink treten vermehrt Zwillinge vom Typ {10-11}-{10-12} auf. Das dazugehörige Misorientierungswinkel-Diagramm zeigt dementsprechend bei einem Misorientierungswinkel von ca.38° ein Maximum. Bemerkenswert ist, dass hier der obligatorische Peak beim Winkel von 30° ausbleibt.

Weiter ist auffällig, dass die niedrig-legierten Bleche neben großen deformierten Körnern auch kleine uniaxiale Körner aufweisen, die in den höher-legierten Proben kaum auftreten. Bei der Betrachtung der KAM-Werte lässt sich feststellen, dass in den Seltenen-Erden-reichen Legierungen mit schwacher Textur die größte Misorientierung und damit Verformung in den Zwillingen und an vorhandenen Ausscheidungen zu finden ist. Dagegen sind in den Seltenen-Erden-armen Legierungen mit starker Textur die höchsten KAM-Werte auch innerhalb der Körner zu sehen und verteilen sich eher gleichmäßig über das Gefüge. In den hier erwähnten kleinen Körnern liegt der KAM-Wert unter 1°, was darauf hindeutet, dass diese nicht verformt wurden.

Veränderungen in der mikrostrukturellen Entwicklung lassen sich in den untersuchten Blechen bei Legierungsgehalten ab 0,17At% Y, 0,04At% Nd und 0,01At% Ce feststellen. Dabei sinkt die Korngröße der rekristallisierten Gefüge deutlich und eine erste Abschwächung der Textur ist zu erkennen. Die Texturen mit der geringsten maximalen Intensität entstehen ab den entsprechenden Gehalten von 0,3At%Y, 0,09At%Nd und 0,04At%Ce. Eine weitere Erhöhung des Elementgehaltes hat in allen drei Legierungssystemen keinen nennenswerten Einfluss auf die Texturentwicklung mehr.

4.3 Ternäre Magnesium-Zink-Selten-Erden-Systeme

Für die ternären Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Legierungen wurde der Gehalt des Zinks auf 0,4At% (entspricht 1Gew%) eingestellt. Basierend auf den vorangegangenen Untersuchungsergebnissen wurden die Einsatzmengen jeweils von Yttrium, Neodym und Cer eingestellt. Anhaltspunkte lieferten dabei die Legierungsgehalte, die mit einer deutlichen Texturabschwächung verbunden sind. So wurde für die MgZnY0,2-Legierung ein Gehalt von etwa 0,2At% Yttrium angestrebt, für die MgZnNd0,07-Legierung ein Gehalt zwischen 0,04 und 0,09At% Neodym. Für Blechmaterial aus MgZnCe sollte der Cer-Anteil bei 0,03At% liegen. Aufgrund der Texturentwicklung in diesem Blech, die im nachfolgenden dargestellt werden (siehe S. 78) , wurde zusätzlich eine zweite MgZnCe-Legierung (MgZnCe0,1) mit einem deutlich höheren Cer-Gehalt von 0,1At% hergestellt und untersucht. Die Bezeichnung der ternären Systeme sind in Tabelle 4-1 mit den tatsächlich eingestellten Elementgehalten sowohl der jeweiligen Seltenen Erden Elemente als auch des Zinks in At% und Gew% angegeben.

Tabelle 4-1: Elementgehalte der ternären Legierungen in At% und Gew%

Bezeichnung	*Zn [Gew%]*	*Zn [At%]*	*SE [Gew%]*	*SE [At%]*
MgZnY0,2	*1,04*	*0,39*	*0,70*	*0,19*
MgZnNd0,07	*1,06*	*0,40*	*0,20*	*0,07*
MgZnCe0,03	*1,32*	*0,49*	*0,20*	*0,03*
MgZnCe0,1	*0,98*	*0,37*	*0,56*	*0,10*

Die Gefüge der Bleche sind in Abbildung 4-40 im gewalzten Zustand zusammengestellt. In allen Legierungen ist im gewalzten Zustand eine stark verformte Kornstruktur zu beobachten, wobei einzelne Körner noch zu erkennen sind. Diese sind in Walzrichtung langgestreckt und von Zwillingen durchzogen. Zwillinge sind auch in dem verformten Gefüge deutlich zu sehen. Ebenfalls können sowohl einzelne punktförmige Partikel als auch in Walzrichtung angeordnete linienförmige Ausscheidungen beobachtet werden. Die große Menge an Ausscheidungen vor allem in der MgZnCe0,1 erschwerte die metallographische Präparation, so dass die Gefügeaufnahmen in diesem Blech etliche Präparationsrückstände aufweisen (siehe Abbildung 4-40 in Bild MgZnCe0,1/gewalzt die dunklen Punkte und Flecken). Die dort an einigen Stellen auftretenden grauen Flecken konnten als Cer-Ausscheidungen identifiziert werden, so wie sie auch im wärmebehandelten Zustand (siehe Abbildung 4-41) auftreten.

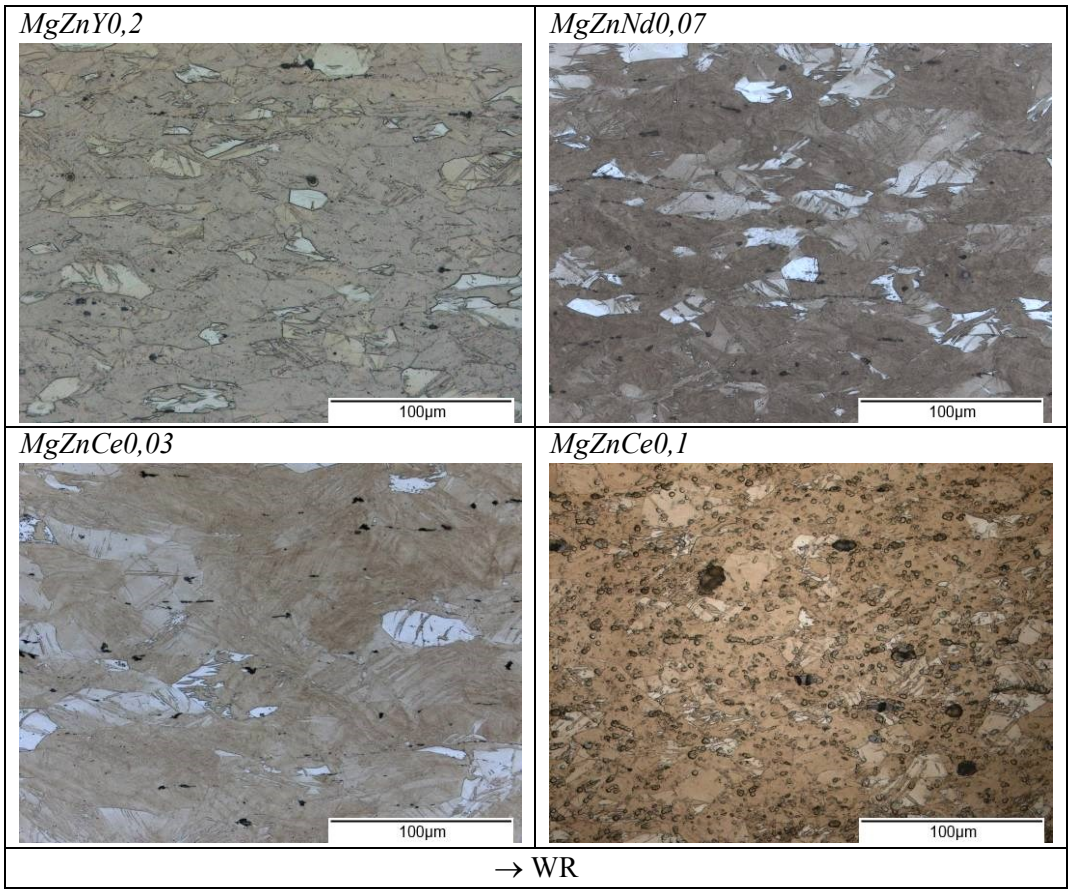
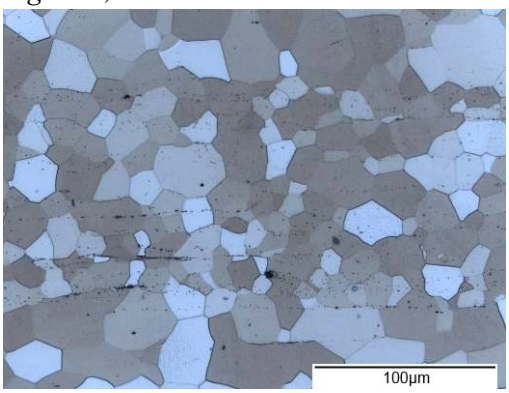


Abbildung 4-40: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgZnY0,2, MgZnNd0,07, MgZnCe0,03 und MgZnCe0,1 jeweils im gewalzten Zustand

Die Glühung der Bleche bei 400°C hatte in allen Legierungen eine vollständige Rekristallisation der Gefüge zur Folge (Abbildung 4-41). Auch hier lassen sich entlang der Walzrichtung linienförmig angeordnete Ausscheidungen erkennen. Diese finden sich sowohl entlang von Korngrenzen als auch innerhalb der Körner. In der MgZnCe0,1 sind im wärmebehandelten Zustand deutlich mehr und größere Partikel als in den anderen Blechen zu beobachten, was auf Grund der höheren Einsatzmenge an Cer auch zu erwarten war.

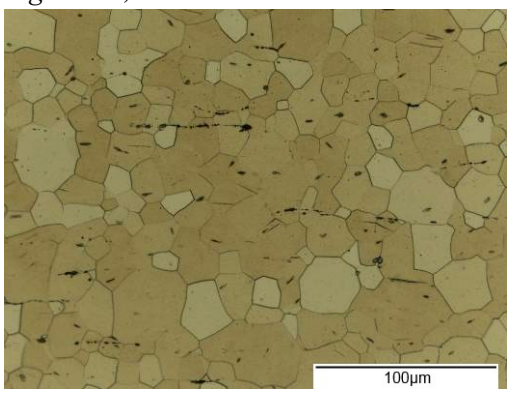
Die Korngrößen der wärmebehandelten Bleche MgZnY0,2, MgZnNd0,07 und MgZnCe0,1 liegen zwischen 12 und 16µm, wobei MgZnCe0,1 mit 12µm die geringste aufweist. Eine deutlich höhere Korngröße von 26µm wurde bei dem geglühten MgZnCe0,03 gemessen. Auffällig ist jedoch eine relativ inhomogene Korngrößenverteilung in allen vier ternären Legierungen.

MgZnY0,2



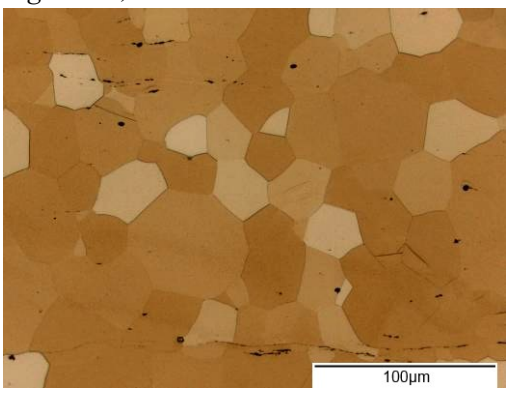
Korngröße: 14µm

MgZnNd0,07



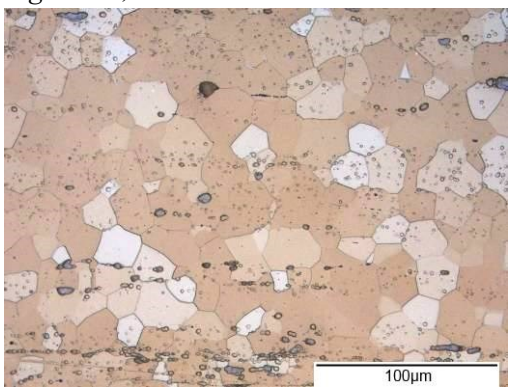
Korngröße: 16µm

MgZnCe0,03



Korngröße: 26µm

MgZnCe0,1



Korngröße: 12µm

→ WR

Abbildung 4-41: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgZnY0,2, MgZnNd0,07, MgZnCe0,03 und MgZnCe0,1 nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C

Die zu den Gefügen gehörigen (0002)- und (10-10)-Polfiguren sind in Abbildung 4-42 zu sehen. Grundsätzlich entwickeln sich in allen Blechen schwache Texturen, die durch die Glühung weiter abgeschwächt werden. Im gewalzten Zustand hebt sich lediglich die Basal-Polfigur des MgZnCe0,03-Bleches von den drei anderen geringfügig ab. Lässt sich in den Blechen der Legierungen MgZnY0,2, MgZnNd0,07 und MgZnCe0,1 in der Normalenrichtung ein Minimum mit jeweils einer Texturstärke von weniger als 2,0m.r.d. erkennen, liegen die Werte im MgZnCe0,03-Blech zwischen 2,0 und 2,5m.r.d.. Ansonsten zeigen alle (0002)-Polfiguren im Walzzustand einen Doppelpeak, der in die Walzrichtung aufgespaltet wurde und eine wesentlich vermehrte Kippung von Basalebenen in die Querrichtung.

Die höchste maximale Intensität der gewalzten Zustände tritt mit 5,5m.r.d. im MgZnCe0,03-Blech auf, die geringste von 4,1m.r.d. wurde im MgZnCe0,1-Blech bestimmt. Bemerkenswert erscheint, dass die maximale Intensität der (10-10)-Polfigur im MgZnCe0,03-Blech mit 2,4m.r.d. am niedrigsten ausfällt. Außerdem erscheint in den anderen drei Legierungen eine leichte Bevorzugung der Ausrichtung der (10-10)Ebene senkrecht zur Walzrichtung, die bei der MgZnCe0,03 weniger ausgeprägt ist.

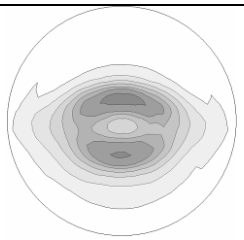
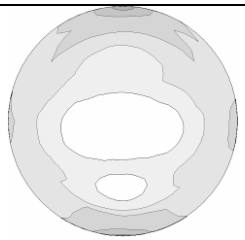
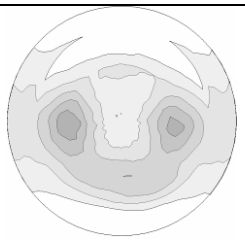
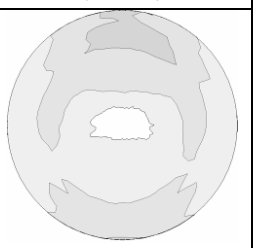
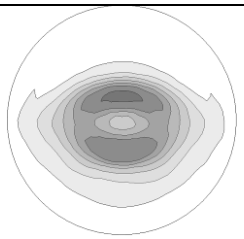
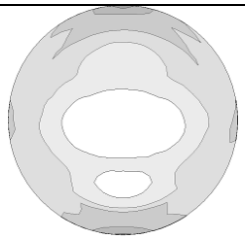
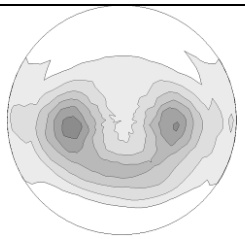
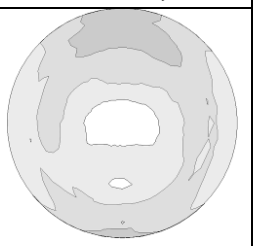
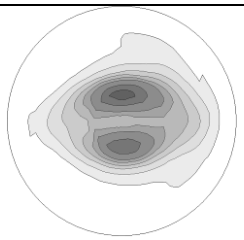
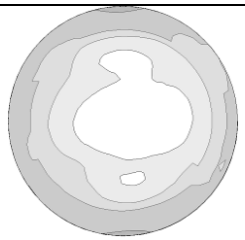
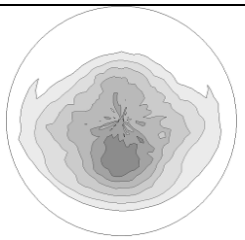
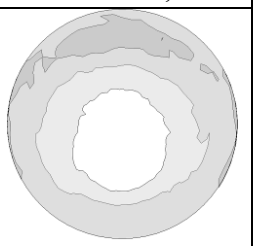
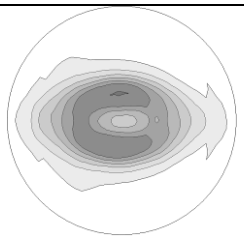
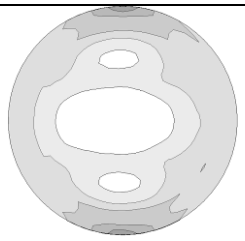
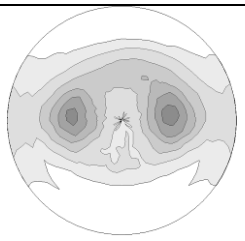
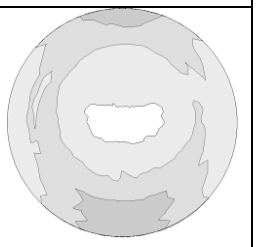
↑ WR → QR	gewalzt		WB 20min bei 400°C	
	(0002)	(10-10)	(0002)	(10-10)
MgZnY0,2	 Imax = 4,5	 Imax = 2,7	 Imax = 2,9	 Imax =1,7
MgZnNd0,07	 Imax = 4,4	 Imax = 2,7	 Imax = 3,3	 Imax = 1,8
MgZnCe0,03	 Imax = 5,5	 Imax = 2,4	 Imax = 3,6	 Imax = 1,8
MgZnCe0,1	 Imax = 4,1	 Imax = 2,8	 Imax = 3,3	 Imax = 1,9
I_{max} [m.r.d.]	0.5 1 1.5 2 2.5 3 4 5 6 7 9 11 13			

Abbildung 4-42: Polfiguren (0002) und (10-10) der Bleche MgZnY0,2, MgZnNd0,07, MgZnCe0,03 und MgZnCe0,1 jeweils im gewalzten Zustand und nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C mit den maximalen Intensitäten Imax in m.r.d.

Nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C liegen schwächere und bei den Blechen MgZnY0,2, MgZnNd0,07 und MgZnCe0,1 charakterlich veränderte Texturen vor. Im Blech MgZnCe0,03 zeigt sich in der (0002)-Polfigur die Tendenz zur typischen Basallage, d.h. der Doppelpeak bildet sich zurück und die Basalebenen richten sich in ihrer Mehrheit parallel zur Blechoberfläche aus. Allerdings ist die Textur hier deutlich schwächer und in Querrichtung verbreitert, verglichen mit den typischen Basaltexturen von Magnesium-Blechen aus Legierungen wie AZ31. Diese Texturentwicklung war ausschlaggebend für die Untersuchung der zusätzlichen Legierung MgZnCe0,1. Das Blech mit dem erhöhten Cer-Gehalt zeigt dieselbe Texturentwicklung wie die Bleche mit Yttrium und Neodym: hier entstehen nach der Wärmebehandlung die in ZE-Legierungen beobachteten Texturkomponenten in Querrichtung, die den Seltenen-Erden-Elementen zugeschrieben wird [vgl. Wendt2010, Mackenzie2008].

Abbildung 4-43 zeigt die Diagramme der Texturintensitäten in Abhängigkeit vom Kippwinkel ψ entlang der Walzrichtung (WR), d.h. φ = 0° und entlang der Querrichtung (QR), d.h. φ = 90° der vier Bleche sowohl im gewalzten (a und c) als auch im wärmebehandelten Zustand (b und d).

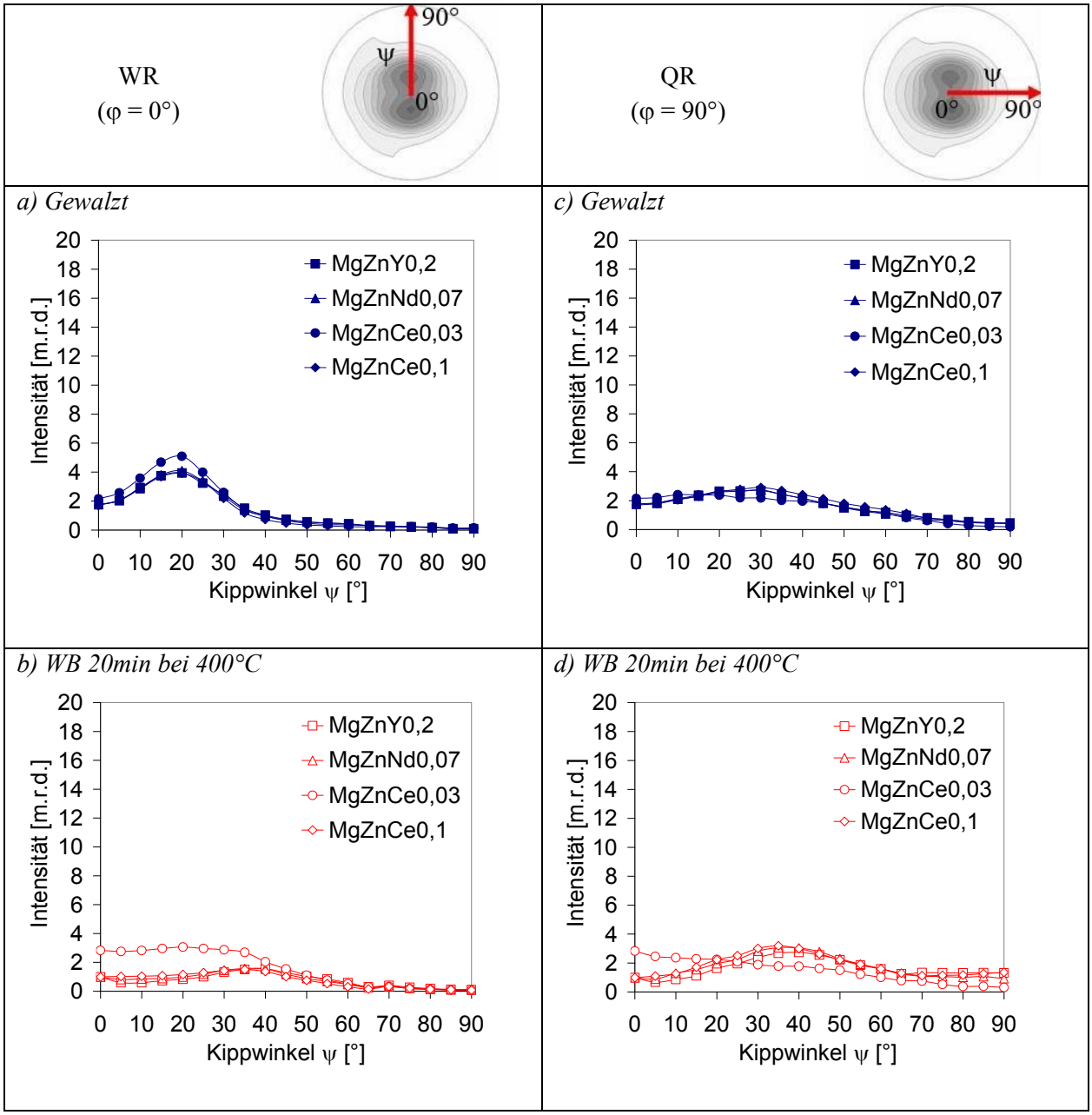


Abbildung 4-43: Diagramm der Texturintensitäten in Abhängigkeit vom Kippwinkel ψ der ternären MgZn-SE-Bleche entlang der WR und QR im gewalzten und wärmebehandelten Zustand: a) WR - gewalzt, b) WR - Wärmebehandlung 20min bei 400°C, c) QR - gewalzt, d) QR - Wärmebehandlung 20min bei 400°C (Datenpunkte von 0 bis 90° in 5°-Schritten; die Werte sind Mittelwerte aus den Daten gemessen bei φ = 0° und 180° für WR bzw. φ = 90 und 270° für QR)

Daran lässt sich die Entwicklung der Texturkomponenten veranschaulichen und der Unterschied der MgZnCe0,03 zu den anderen drei Legierungen wird deutlicher. In Diagramm a in Abbildung 4-43 ist in allen vier Materialien im gewalzten Zustand die maximale Texturintensität bei einer Kippung der Basalebenen um 20° von der Normalenrichtung zu sehen. Die Intensitäten des MgZnCe0,03-Blechs liegen dabei von ψ = 0…30° über den

Werten der restlichen Bleche. In Querrichtung sind im gewalzten Zustand keine nennenswerten Unterschiede zu erkennen (Abbildung 4-43 b). Hier liegen die maximalen Intensitäten bei einem Kippwinkel ψ von 30°. Nach der Glühung sinken die Intensitäten der Texturen der Bleche MgZnY0,2, MgZnNd0,07 und MgZnCe0,1 in Walzrichtung unter 2m.r.d. mit Maxima bei einer Kippung um 35 bis 40° (Abbildung 4-43c). Dagegen zeigt der Graph des MgZnCe0,03-Bleches ein Maximum bei einer Kippung um 20° in Walzrichtung, welches bei 3,m.r.d. liegt. In Querrichtung sinken die Intensitäten des geglühten MgZnCe0,03-Bleches kontinuierlich mit steigendem Kippwinkel ψ (Abbildung 4-43d). Verglichen mit dem gewalzten Zustand ist in Normalenrichtung die Intensität höher. In den anderen drei Blechen ist deutlich eine Verschiebung der maximalen Texturintensitäten in Querrichtung zu einem höheren Kippwinkel von 35° zu sehen, wobei auch die Werte gegenüber denen des gewalzten Zustandes größer sind.

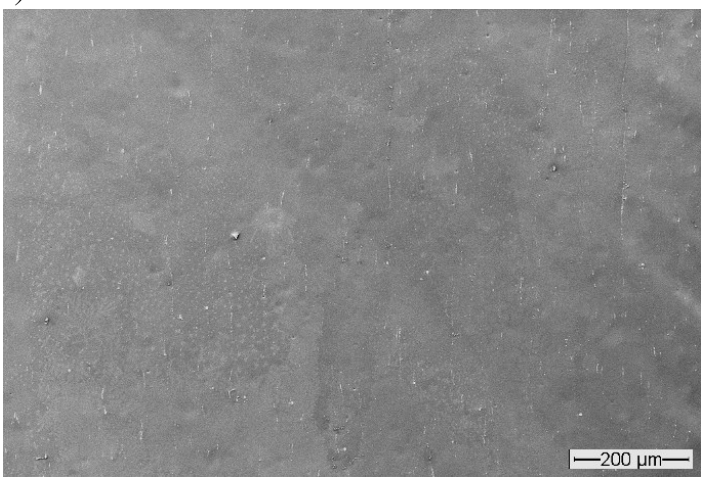
Die Unterschiede in der Texturentwicklung der beiden Bleche mit Ce als SE-Element gab Anlass zur Untersuchung der Gefüge im REM. Hauptaugenmerk lag dabei auf der Analyse der jeweils auftretenden Phasen. Die Ergebnisse sind im Folgenden zusammengestellt.

Abbildung 4-44a zeigt eine repräsentative REM-Gefügeaufnahme des Bleches MgZnCe0,03. Zu erkennen sind dabei sowohl linienförmige Ausscheidungen in WR als auch große und kleine Partikel, die über das gesamte Gefüge verteilt vorliegen. Eine Phasenanalyse wurde an verschiedenartigen Ausscheidungen durchgeführt, die typisch für das vorliegende Gefüge sind (Abbildung 4-44b). Wie schon bei den vorangegangenen EDX-Analysen spiegeln die Werte der Anteile eine qualitative Zusammensetzung der jeweiligen Partikel wider.

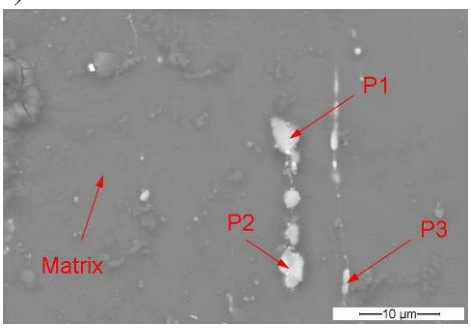
In jedem Fall wurden neben Magnesium, Zink und Sauerstoff detektiert. Vor allem die linienförmigen Ausscheidungen in der Größenordnung wie sie im Bereich B5 auftreten, weisen einen erheblichen Sauerstoffanteil auf. Die Cer- und Zink-Gehalte sind hier eher gering, was auf eine Ansammlung von Oxid-Partikel hindeutet, die während der Blechherstellung ausgewalzt wurden.

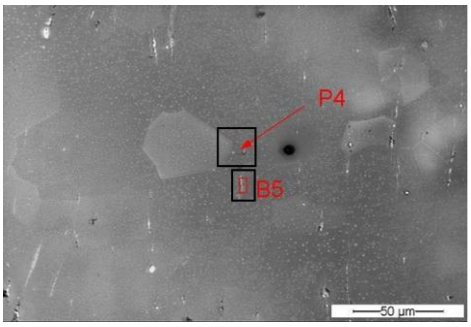
Die Partikel P1, P2 und P3 beinhalten jeweils eine erhebliche Menge Cer. Im Gegensatz zu P1 und P2 die ebenfalls eine größere Menge Zink aufweisen, findet sich dies in P3 nur zu einem geringen Teil. Stattdessen wurde ein höherer Silizium-Gehalt detektiert. In den Partikeln mit dem höchsten gemessenen Cer-Gehalt, P2 und P3, wurde Aluminium gefunden, welches vermutlich dem Ausgangsmaterial insbesondere dem verwendeten Magnesium zuzuordnen ist. Dieses gilt genau wie Silizium und Sauerstoff als Verunreinigung in den untersuchten Magnesiumlegierungen. Daneben liegen im Gefüge des Bleches MgZnCe0,03 auch Partikel wie P4 vor, in denen kein Cer festgestellt werden konnte. Bei der Analyse der Matrix zeigt sich, dass das Cer relativ inhomogen verteilt vorliegt.

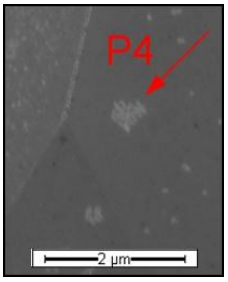
a) ↑WR

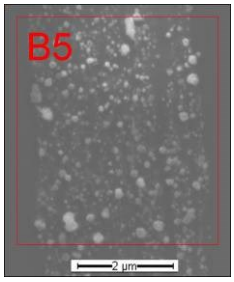


b) ↑WR









c)

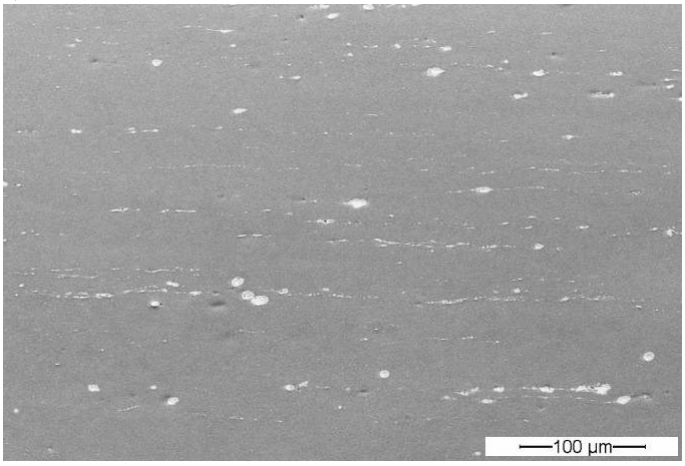
	Element	O	Mg	Al	Si	Ce	Zn
P1	Gew%	0,57	65,17	-	-	15,90	18,36
	At%	1,15	86,18	-	-	3,65	9,03
P2	Gew%	0,79	56,39	0,23	-	22,74	19,85
	At%	1,74	81,57	0,30	-	5,71	10,68
P3	Gew%	2,44	72,95	0,09	3,77	19,28	1,47
	At%	4,41	86,96	0,10	3,89	3,99	0,65
P4	Gew%	0,33	98,14	-	-	-	1,54
	At%	0,50	98,93	-	-	-	0,58
B5	Gew%	4,10	93,89	-	0,23	0,36	1,42
	At%	6,18	93,04	-	0,20	0,06	0,52
Matrix	Gew%	0,30	98,09	0,00	0,06	0,07	1,48
	At%	0,47	98,92	0,00	0,05	0,01	0,56

Abbildung 4-44: REM-Aufnahmen des Bleches MgZnCe0,03: a) Übersicht, b) auftretende Phasen und Partikel, c) gemessene Zusammensetzungen der unter b identifizierten Gefügebestandteile in At% und Gew%

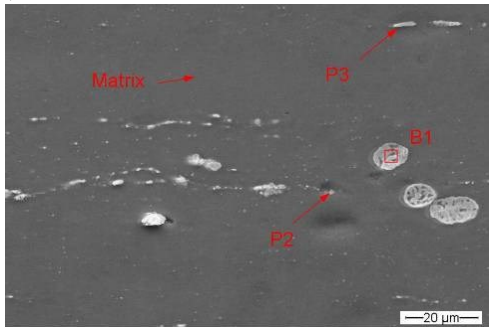
In Abbildung 4-45 sind die Ergebnisse der REM-Analyse des Blechs MgZnCe0,1 zusammengestellt. Zu erkennen sind in der Übersichtsaufnahme in Abbildung 4-45a Phasen unterschiedlicher topologischer Ausbildung. Am auffälligsten erscheinen mit bis zu 15µm relativ große Phasen wie B1 (Abbildung 4-45b), die über das ganze Gefüge verstreut vorliegen. Die mit EDX bestimmte Zusammensetzung von B1 zeigt hohe Cer- und Zink-Konzentrationen, aber auch Verunreinigungen wie Eisen und Aluminium (Abbildung 4-45c). Wie in allen anderen hier untersuchten Gefügebestandteilen wurden ebenfalls Sauerstoff und Silizium detektiert. Bemerkenswert ist auch das Erscheinungsbild dieser Phasen. Sie sind nicht massiv, sondern von ‚Löchern' durchzogen und bilden eher ein kreisförmiges Netzwerk.

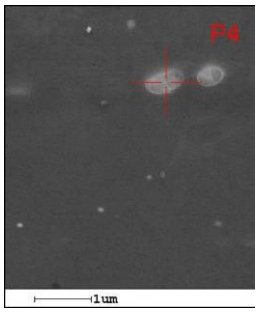
Im Gefüge zeigen sich weiterhin in Walzrichtung langgezogene Ausscheidungen, die bei näherer Betrachtung sowohl stäbchenförmig wie P3 als auch eher rund wie P2 (Abbildung 4-45b) ausgeprägt sind. Beide Formen enthalten hauptsächlich Cer und Zink, wobei die gemessenen Gehalte in den Stäbchen etwa doppelt so groß ausfallen wie in den punktförmigen Ausscheidungen. In letzteren (P2) findet sich mit etwa 0,1Gew% ein relativ hoher Anteil an dem Verunreinigungselement Eisen, allerdings kein Aluminium.

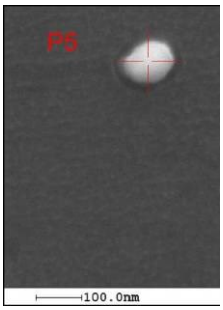
a) → WR



b) → WR







c)

	Element	O	Mg	Al	Si	Ce	Fe	Zn
B1	Gew%	0,87	56,58	0,06	0,10	26,92	0,18	15,29
	At%	1,94	82,62	0,08	0,13	6,82	0,12	8,30
P2	Gew%	0,33	85,84	-	0,06	7,16	0,12	6,50
	At%	0,56	95,27	-	0,06	1,38	0,06	2,68
P3	Gew%	0,77	72,09	-	0,09	16,05	-	11,00
	At%	1,45	89,88	-	0,10	3,47	-	5,10
P4	Gew%	0,57	77,05	-	0,09	13,83	-	8,46
	At%	1,03	92,23	-	0,09	2,87	-	3,77
P5	Gew%	2,01	88,13	-	0,08	9,05	-	0,73
	At%	3,28	94,66	-	0,08	1,69	-	0,29
Matrix ∅	Gew%	0,33	98,77	-	0,06	0,09	-	0,75
	At%	0,50	99,15	-	0,05	0,02	-	0,28

Abbildung 4-45: REM-Aufnahmen des Bleches MgZnCe0,1: a) Übersicht, b) auftretende Phasen und Partikel, c) gemessene Zusammensetzungen der unter b identifizierten Gefügebestandteile in At% und Gew%

Über das gesamte Gefüge verteilt lassen sich außerdem noch weitere punktförmige Partikel beobachten, die in der Größe zwischen 0,1 und 1µm liegen. In den größeren Partikeln wie P4 wurden erneut hohe Cer- und Zink-Anteile gemessen. An Verunreinigungen konnten lediglich Sauerstoff und Silizium bestimmt werden. Die weitaus kleineren Partikel wie P5 enthalten vornehmlich Cer und eine signifikant höhere Menge Sauerstoff, während der Zink-Gehalt unter 1Gew% liegt.

Die Matrix zeigt wie in allen untersuchten Cer-haltigen Legierungen eine sehr inhomogene Verteilung des Cers. So existieren auch hier Stellen, in denen kein Cer detektiert wurde. Dagegen scheinen die Elemente Zink, Sauerstoff und Silizium homogen in der Matrix verteilt

zu sein. Bemerkenswert erscheint der Umstand, dass in allen Matrixmessungen weder Eisen noch Aluminium bestimmt werden konnten im Gegensatz zu den Partikeln.

4.4 Zusammenfassung der Ergebnisse der ternären Legierungen

Das Walzen der ternären Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Legierungen führt in allen Blechen zu einer starken Verformung der Gefüge in Verbindung mit Zwillingsbildung. Durch die Wärmebehandlung bei 400°C kommt es zur vollständigen Rekristallisation, wobei die Korngrößen der Bleche MgZnY0,2, MgZnNd0,07 und MgZnCe0,1 etwa 14µm und die Korngröße des Bleches MgZnCe0,03 26µm betragen.

In allen Legierungen lassen sich sowohl im gewalzten als auch im geglühten Zustand Ausscheidungen erkennen. Dabei zeigt die Legierung mit dem geringen Cer-Gehalt MgZnCe0,03 die wenigsten und die Legierung MgZnCe0,1 mit dem hohen Cer-Anteil erwartungsgemäß die meisten Ausscheidungen. Aus den Ergebnissen der EDX-Analysen an den Legierungen MgZnCe0,03 und MgZnCe0,1 ist ersichtlich, dass in beiden Legierungen Phasen auftreten, die ähnliche Cer- und Zink-Gehalte aufweisen. Dabei bestehen Unterschiede in der Größe und Menge dieser Ausscheidungen (vgl. Abbildung 4-44b P1, P2 und Abbildung 4-45b B1). Die Zink-Cer-Phasen sind in dem Blech mir höherem Cer-Gehalt MgZnCe0,1 erheblich größer und treten häufiger in Erscheinung. In der Matrix ist das Cer in beiden Legierungen ähnlich inhomogen verteilt, allerdings zeigt sich eine erhebliche Differenz des Zinkgehaltes. In der Matrix des Bleches MgZnCe0,03 lässt sich ein Zinkgehalt von durchschnittlich 0,56At% feststellen, dagegen liegt er im Blech MgZnCe0,1 bei lediglich 0,28At%.

Direkt nach dem Walzen liegen bei allen ternären Blechen schwache Texturen vor. Die Basalpolfiguren zeigen bei einem Kippwinkel ψ von 25° zwei Maxima entlang der Walzrichtung, welche im Blech MgZnCe0,1 mit einer maximalen Texturintensität von 4,1m.r.d. am geringsten und mit 5,5m.r.d. im Blech MgZnCe0,03 am höchsten ausfällt. Gleichzeitig tritt eine vermehrte Kippung der Basalebenen in Querrichtung auf. Durch die Glühbehandlung bei 400°C bilden sich bei den Blechen MgZnNd0,07, MgZnY0,2 und MgZnCe0,1 bei ψ von etwa 35° Texturkomponenten in Querrichtung aus, während die Maxima in Walzrichtung deutlich an Intensität verlieren. Die maximale Texturintensität sinkt signifikant in den drei Blechen und ist mit 2,9m.r.d in der yttriumhaltigen Legierung am geringsten. Im Blech MgZnCe0,03 wird die Texturintensität auch abgeschwächt, aber die Basalebenen richten sich wie in den binären Legierungen parallel zur Walzoberfläche aus, so dass sich hier tendenziell die Basallage ausbildet.

5 Diskussion

Ausgangspunkt der folgenden Diskussion ist eine detaillierte Analyse der mikrostrukturellen Gegebenheiten der binären Magnesiumlegierungen. Dabei werden die experimentell beobachteten Ausscheidungen in Zusammenhang mit thermodynamischen Simulationen, die in Kooperation mit der TU Clausthal entstanden und TEM-Analysen von Hadorn et al. [Hadorn2012a, Hadorn2012b, Hadorn2013] gestellt. Darauf aufbauend werden die Ergebnisse der Gefüge- und Texturentwicklung dieser Legierungen auch im Vergleich zu Resultaten anderer Fachgruppen erörtert. Dies beinhaltet die Diskussion des Deformationsverhaltens während des Walzens und der Rekristallisationsvorgänge während der Wärmebehandlung. Abschließend werden die Texturentwicklungen der ternären Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Legierungen im Verhältnis zu den binären Systemen betrachtet.

5.1 Mikrostrukturelle Gegebenheiten in den binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen

Die an den gewalzten Blechen durchgeführten REM-Untersuchungen zeigen in allen Legierungen Ausscheidungen, obwohl auch Zusammensetzungen aus den jeweiligen Mischkristallbereichen der entsprechenden binären Systeme gewählt wurden. Die EDX-Analyse der vorhandenen Phasen und Partikel offenbart, dass in den meisten das entsprechende Selten-Erden-Element auftritt und somit im Wesentlichen nicht im Magnesium gelöst vorliegt.

Aus diesem Widerspruch heraus wurden in Kooperation mit der TU Clausthal von Herrn Prof. Schmid-Fetzer und Herrn Dr. Gröbner thermodynamische Simulationen zur Berechnung der jeweiligen Phasendiagramme durchgeführt. Zur Bewertung der Diagramme wurden sowohl die Berechnung der Scheil-Erstarrung als auch der Gleichgewichtserstarrung der einzelnen Legierungszusammensetzungen herangezogen. Dabei ist zu beachten, dass in den Diagrammen die Temperatur in °C über den Zusammensetzungen in Gewichtsprozent (Gew%) angegeben wurden. Als Simulationstool wurde die auf CALPHAD (CALculation of PHAse Diagram) basierende Software Pandat verwendet.

Das simulierte binäre Phasendiagramm des Systems Magnesium-Cer in dem Bereich bis maximal 3Gew% Seltene Erden in Abbildung 5-1a zeigt keine offensichtlichen Diskrepanzen zu dem in der Literatur vorhandenem Diagramm [siehe Rokhlin2003 bzw. Abbildung 2-18 S.31]. So liegt die maximale Löslichkeit für Cer in Magnesium bei etwa 0,75Gew% bei Temperaturen von ca. 590°C. Die Berechnung der Gleichgewichtserstarrung für die untersuchten Legierungszusammensetzungen lässt erkennen, dass sich bereits bei 0,03Gew% bzw. 0,006At% Cer die Phase $CeMg_{12}$ unterhalb von 384°C bildet.

Auch das binäre Magnesium-Yttrium-Phasendiagramm stimmt in dem berechneten Bereich bis 3Gew% mit dem von Rokhlin angegebenem überein (siehe [Rokhlin2003] bzw. Abbildung 2-16 S.30). Die Gleichgewichtserstarrung zeigt hier, dass ab einem Yttrium-Anteil von 0,1Gew% bzw. 0,03At% die Phase $Mg_{24}Y_5$ ausgeschieden wird, jedoch erst unterhalb 36°C. In der Legierung MgY0,8 mit dem höchsten Yttrium-Gehalt bildet sich die Phase bei Temperaturen unter 254°C. In der Legierung MgY0,003 sollte somit das gesamte Yttrium in

Magnesium gelöst vorliegen. Das würde bedeuten, dass bei der Walztemperatur von 400°C Ausscheidungen nicht maßgeblich an der Gefüge- und Texturentwicklung beteiligt sind.

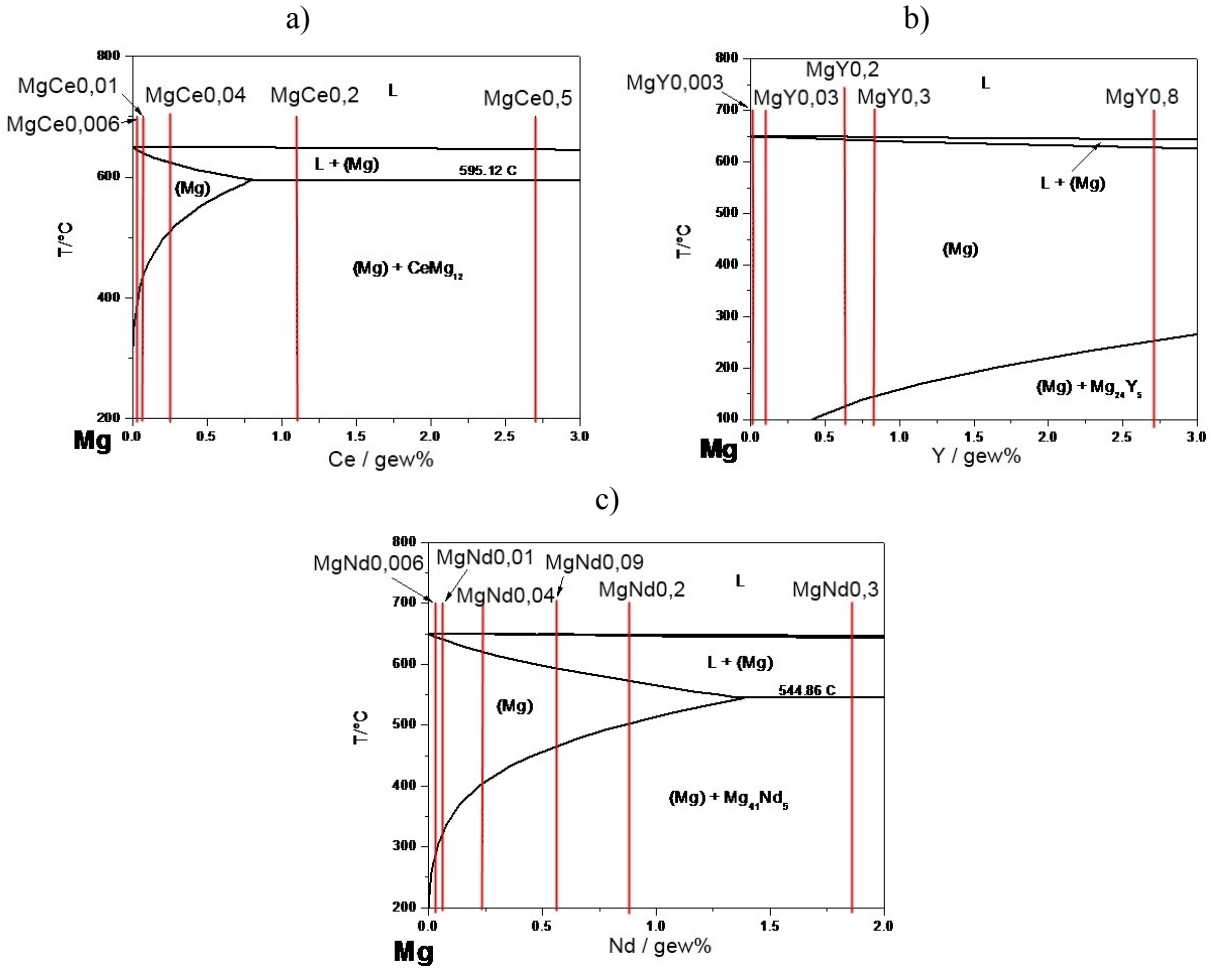


Abbildung 5-1: a) Berechnete Magnesium-Ecke des binären Phasendiagramms Mg-Ce mit den untersuchten Legierungszusammensetzungen bis 3,0 Gew% Cer; b) Berechnete Mg-Ecke des binären Phasendiagramms Mg-Y mit den untersuchten Legierungszusammensetzungen bis 3,0Gew% Yttrium; c) Berechnete Magnesium-Ecke des binären Phasendiagramms Mg-Nd mit den Legierungszusammensetzungen bis 2,0Gew% Neodym

Im System Magnesium-Neodym (Abbildung 5-1c), ergibt sich eine niedrigere Löslichkeit des Neodyms in Magnesium verglichen mit Rokhlins Phasendiagramm (siehe [Rokhlin2003] bzw. Abbildung 2-3 S.30). Diese liegt bei einer Temperatur von 545°C lediglich zwischen 1,3 und 1,4Gew%, wobei sie bei Rokhlin bei 552°C 3,6Gew% beträgt. In die Berechnung des Phasendiagramms wurde eine weitere Magnesium-Neodym-Legierung mit einem Neodym-Gehalt von 0,01Gew% bzw. 0,003At% einbezogen. Diese ist aber, aufgrund der Vergleichbarkeit mit der Legierung MgNd0,006 in dieser Arbeit nicht weiter aufgeführt. Bereits ab dem geringen Legierungsgehalt von 0,003At% bildet sich unterhalb 244°C die Phase $Mg_{41}Nd_5$, wie die Berechnung der Gleichgewichtserstarrung zeigt. Steigt der Neodym-Gehalt über 0,04At%, so kann auch bei der Walztemperatur von 400°C mit dem Einfluss von $Mg_{41}Nd_5$-Partikeln gerechnet werden.

Diese Resultate erlauben einen Rückschluss auf die möglichen Zusammensetzungen der auftretenden Ausscheidungen. Allerdings wurden gerade mit den niedrig-legierten Materialien

Zusammensetzungen gewählt, deren Gehalte im Allgemeinen im Bereich der Verunreinigungen liegen und so durch zusätzliche Verunreinigungen wie Aluminium, Eisen oder Silizium stärker beeinflusst werden können. Außerdem zeigt die Phasenanalyse mittels EDX das Vorhandsein von Verunreinigungen wie Silizium in verschiedenen Partikeln. Offen bleibt auch, woher die Ausscheidungen kommen, die sich bei Konzentrationen der Seltenen Erden bilden, bei denen die Erstarrungsrechnung keine auftretenden Phasen zeigt.

Um diese Punkte zu klären und so die Gefüge- und Texturentwicklung der untersuchten Bleche besser verstehen zu können, wurden weitere thermodynamische Simulationen durchgeführt. Dabei wurden in die Berechnungen die über die Funkenspektroskopie ermittelten Elementgehalte der Verunreinigungen mit einbezogen (Tabelle 3-1 S.34). Die Berechnung der Scheil- und Gleichgewichtserstarrungen ergab, dass vor allem die Hauptverunreinigungen durch Aluminium im Magnesium-Yttrium-System, und durch Silizium in den Systemen mit Cer und Neodym, entscheidenden Einfluss auf die Phasenbildung haben sollten.

Das ebenfalls als Hauptverunreinigung deklarierte Mangan wird laut Simulation vollständig im Magnesium gelöst. Dies ist konsistent mit dem Umstand, dass bei der EDX-Analyse in den Ausscheidungen kein Mangan nachgewiesen wurde.

Es muss erwähnt werden, dass anfänglich eine Berechnung mit allen Verunreinigungen für eine dementsprechend hochkomponentige Legierung durchgeführt wurde, die enorme Rechenzeit beanspruchte. Dabei zeigte sich, dass verschiedene Elemente wie Zirkonium oder Calcium zwar Phasen bilden, die jedoch mit einem Anteil von weniger als 0,00001Gew% vernachlässigbar für die Gefügeentwicklung sind. Infolgedessen konnten die Eingangsdaten für die Berechnung so verringert werden, dass die Software effektiv arbeiten konnte. Die Ergebnisse dieser Simulationen werden im Folgenden kurz vorgestellt. In Anhang A.3.1 sind die jeweiligen Phasendiagramme und im Anhang A3.2 die Ergebnisse der Scheil- und Gleichgewichtserstarrung tabellarisch angefügt.

Für das System Magnesium-Yttrium-Aluminium wurde ein fester Gehalt von 0,01Gew% Aluminium angenommen (siehe Anhänge A3.1.1 und A3.2.1). Die Simulation zeigt, dass das Aluminium das Yttrium bindet und sich die Laves Phase C15_C = Al_2Y in geringen Mengen ausscheidet. Die Phase Al_2Y bildet sich bei einem Yttrium-Gehalt von 0,001At% bereits ab 1200°C und bleibt bis Raumtemperatur stabil. Ebenso bindet das Aluminium die Seltenen Erden Neodym und Cer, welche als Verunreinigungen bis maximal 0,006Gew% auftreten (siehe Tabelle 3-1). Es bilden sich die entsprechenden Laves-Phasen (Al_2Ce, Al_2Nd), die aber aufgrund der geringen Menge vernachlässigbar sind. Hinsichtlich der Wirkung von Siliziumverunreinigungen wurde gezeigt, dass sich bei höheren Yttrium-Konzentrationen im Gleichgewicht SiY ausscheidet.

Für die Berechnung des Systems Magnesium-Cer-Aluminium-Silizium bis 5Gew% Cer wurden Konzentrationen von Aluminium und Silizium von jeweils konstant 0,01Gew% angenommen (siehe Anhänge A3.1.2 und A3.2.2). Aluminium bildet auch hier Laves-Phase C15_C, die in der Legierung MgCe0,006 als Al_2Ce ausscheidet. Zusätzlich kann es in der Legierung MgCe0,5 aufgrund der Anwesenheit von geringen Gehalten an Yttrium und Neodym zur Ausscheidung von Al_2Y und Al_2Nd kommen.

Entscheidend ist jedoch in diesem System das Silizium. Sobald sich Silizium in der Legierung befindet, wie es für alle Cer-Gehalte ab 0,01At% (siehe Tabelle 3-1) zutrifft, bildet sich die Phase $CeSi_2$. Die Phase $CeSi_2$ löst das vorhandene Aluminium und verhindert die Entstehung der Laves-Phase in diesen Legierungen. Steigt der Cer-Gehalt über 0,04At% scheidet das Silizium zusätzlich als CeSi auf.

Die Erstarrungssimulation des Magnesium-Neodym-Aluminium-Silizium-Systems ist aufgrund fehlender Phasen in der verwendeten Datenbank ($NdSi_2$, andere binäre Nd-Si- und Al-Nd-Si-Phasen) ungenau. Gleichwohl wurden für die Simulation bis 5Gew% Neodym jeweils 0,01Gew% Aluminium und Silizium vorgegeben (siehe Anhänge A3.1.3 und A3.2.3). Wie schon bei dem System mit Cer ist hier das Silizium von großer Bedeutung. Dieses bildet die Phase Mg_2Si in allen untersuchten Zusammensetzungen. Denkbar wäre auch die Bildung einer $NdSi_2$-Phase analog zur $CeSi_2$-Phase, die, wie bereits erwähnt, nicht simuliert werden konnte.

Das Aluminium bindet auch hier das Seltene Erden Element und bildet die Laves-Phase C15_C in der Zusammensetzung Al_2Nd, die sich allerdings erst nach Mg_2Si und auch nur in geringen Mengen ausscheidet. Ist als Verunreinigung Yttrium anwesend, bildet sich primär die Laves-Phase als Al_2(Y, Nd) wie im Magnesium-Yttrium-System (siehe Anhang A.3.2.1). Sobald auch Cer in geringen Mengen in der Legierung vorhanden ist, entsteht zusätzlich $CeSi_2$.

Die thermodynamischen Simulationen zeigen, dass sich sowohl Ausscheidungen aus Magnesium und dem jeweiligen Seltene Erden Element bilden als auch Phasen mit den Verunreinigungen Aluminium und Silizium auftreten können. Verglichen mit den Ergebnissen der experimentellen Phasenanalyse, lässt sich Folgendes zusammenfassen:

1. Im System Magnesium-Yttrium ergeben sich laut Simulation drei bemerkenswerte Phasen: $Mg_{24}Y_5$, Al_2Y und SiY. Die experimentellen Phasenanalysen zeigen in den untersuchten Partikeln neben Magnesium in jedem Fall die Anwesenheit von Silizium, Sauerstoff und Yttrium. Für die Beeinflussung der Gefüge- und Texturentwicklung kann somit die Laves-Phase Al_2Y ausgeschlossen werden. Ab einer Yttrium-Konzentration von 0,03At% können sowohl $Mg_{24}Y_5$- als auch SiY-Partikel auftreten. $Mg_{24}Y_5$ scheidet sich jedoch erst unterhalb 254°C bei 0,8At% Yttrium aus und kann somit bei der Walztemperatur von 400°C keinen Einfluss auf die metallphysikalischen Prozesse ausüben. Die SiY-Phase entsteht zwar schon unterhalb von 650°C, allerdings in so geringen Mengen, dass eine Beteiligung an Verformungs- und Rekristallisationsvorgängen unwahrscheinlich ist. Auffällig erscheint die Anwesenheit von Sauerstoff, die in den thermodynamischen Simulationen unberücksichtigt bleibt. Diese lässt vermuten, dass vor allem in den höher legierten Blechen Yttriumoxid-Partikel vorliegen. Weiterführende Untersuchungen an diesen Legierungen von Hadorn et al. zeigen, dass es sich dabei wahrscheinlich um ungelöstes Yttrium handelt, welches bereits im Gusszustand vorlag [Hadorn2012a]. Ebenso lässt sich aus diesen Studien erkennen, dass das Yttrium im gelösten Zustand maßgebend für die Gefüge- und Texturentwicklung ist. Es wurde beobachtet, dass sich das Yttrium zwar löst, aber in der Matrix nicht gleichmäßig verteilt, sondern bevorzugt an Korngrenzen auftritt. Dies deckt sich mit den EDX-Messungen an der Matrix, die auf eine inhomogene Verteilung des Yttriums hinweisen.

2. Die wichtigsten Phasen, welche sich in der Simulation im verunreinigten System Magnesium-Cer ergeben, sind $CeMg_{12}$ und $CeSi_2$. Die mittels EDX experimentell untersuchten Partikel lassen darauf schließen, dass sich in allen Legierungen $CeMg_{12}$ ausscheidet. In den höher legierten Blechen lässt sich auch $CeSi_2$ einigen Partikeln zuordnen. Außerdem wurden an allen Partikel Sauerstoff detektiert, der in der Simulation unberücksichtigt geblieben ist. Der erhöhte Sauerstoff-Anteil von 23,06At% bzw. 12,73At% in den Partikeln in der Legierung MgCe0,01 gibt Anlass zur Vermutung, dass sich hier Oxide während des Gießprozess gebildet haben.

Die Phase $CeMg_{12}$ konnte in anschließenden Untersuchungen von J.P. Hadorn experimentell nachgewiesen werden. Außerdem wurde deren Wirksamkeit bei der Gefüge- und Texturentwicklung diskutiert. Aufgrund der auftretenden Häufigkeit und Größe der $CeMg_{12}$-Partikel in Legierungen mit einem Gehalt von mehr als 0,04At% Cer werden diese mit einem Zener-Drag bei der Rekristallisation in Verbindung gebracht [Hadorn2012b, Hadorn2013].

3. Im System Magnesium-Neodym ergeben sich aus der thermodynamischen Simulation als bedeutsamste Phasen die Nd_5Mg_{41}, die für alle Zusammensetzungen ermittelt wurde, und für neodymreichere Bleche die Mg_2Si. Letztere steht allerdings in Konkurrenz zu Phasen des Typs Nd_xSi_y, die aufgrund einer unvollständigen Datenbank nicht berechnet werden konnten. Die EDX-Analyse der Partikel zeigt jedoch deutlich, dass in allen untersuchten Gefügebestandteilen Neodym vorhanden ist. Dies bedeutet, dass sich eher Neodym-Silizium-Ausscheidungen bilden als die Phase Mg_2Si. In der Legierung MgNd0,09 wurden außerdem Partikel nachgewiesen, die sich der Laves-Phase Al_2Nd zuordnen lassen. Auffällig sind bei der EDX-Bestimmung das Auftreten der Elemente Sauerstoff und Eisen, die in die Simulation nicht einbezogen wurden. So ist auch hier davon auszugehen, dass sich Oxidpartikel aus dem Gießprozess im Gefüge befinden. Das Eisen wurde in jedem Neodym-Partikel ab einem Legierungsgehalt von 0,01At% Neodym nachgewiesen. Es scheint, dass sich das Eisen bevorzugt an Neodym anlagert. Dass das Eisen allerdings die Gefüge- oder Texturentwicklung mitbestimmt ist unwahrscheinlich, da es als Verunreinigungen bereits im Magnesium vorkommt. Studien an den Magnesium-Neodym-Legierungen zeigen, dass für die thermomechanischen Prozesse die Magnesium-Neodym-Partikel von entscheidender Bedeutung sind [Hadorn2012b].

5.2 Gefüge- und Texturentwicklung beim Walzen von binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen

Prinzipiell wird die Gefüge- und Texturentwicklung von zwei Prozessen bestimmt. Dies sind das Walzen, d.h. die thermomechanische Umformung der Materialien, und die Wärmebehandlungen, welche zwischen und am Ende der Walzstiche erfolgen. Bei der folgenden Diskussion, die sich zum einen den Vorgängen während des Walzens und zum anderen den Entwicklungen während der Wärmebehandlung widmet, ist zu bedenken, dass die entstehenden Gefüge und Texturen aus sich mehrfach wiederholenden Walz- und Glühprozeduren resultieren. Dabei ist das nach dem Walzstich vorliegende gewalzte Gefüge immer der Ausgangspunkt für die metallphysikalischen Prozesse beim Glühen. Die wärmebehandelten Gefüge wiederum bilden Grundlage für das Deformations- und Rekristallisationsverhalten beim nächsten Walzstich.

5.2.1 Vorgänge bei der thermomechanischen Umformung

Die metallphysikalischen Prozesse während des Walzens von Magnesium-Legierungen führen zur Ausbildung einer Walztextur. Typischerweise wird die entstehende basale Textur von Basalgleitung geprägt, so dass sich die Mehrheit der kristallographischen (0002)-Ebenen parallel zur Blechoberfläche ausrichten. Dabei ist in den meisten Fällen eine leichte, abnehmende Kippung in Walzrichtung zu verzeichnen. Die Walztexturen, welche sich beim Walzen der Legierungen MgHP, MgZn0,4 und der Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen mit den jeweils zwei niedrigsten Elementgehalten ausbilden, entsprechen dieser Basaltextur. Die Texturen der anderen Bleche sind zwar ihrer Natur nach in erster Linie basal, zeigen aber deutlich eine Aufspaltung des Intensitätsmaxima in Walzrichtung bis zu einem Kippwinkel ψ von etwa 15°. Die Entstehung dieses sogenannten Doppelpeaks wird in der Literatur mit einer aktiven <c+a>-Gleitung in Verbindung gebracht [Agnew2001, Sandlöbes2011]. Dieses gibt erste Hinweise auf eine Änderung des Deformationsverhaltens dieser Legierungen. Bemerkenswert ist auch die erweiterte Kippung der Basalebenen in Querrichtung, die allerdings nur in den Seltenen-Erden-Legierungen, nicht aber in der MgZn0,9 auftritt. Texturkomponenten, die sich in Querrichtung bilden, wie es beispielsweise bei Titan beobachtet wird (siehe Abbildung 2-12 S. 24), werden auf prismatische <a>-Gleitung zurückgeführt. So drängt sich die Vermutung auf, dass in den Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen neben der basalen <a>-Gleitung die prismatischen und pyramidalen Gleitsysteme stärker aktiviert werden als bei den Referenzmaterialien.

In Abbildung 5-2 sind die maximalen Texturintensitäten der Basalpolfiguren in Abhängigkeit vom Elementgehalt für die binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen und der Referenzmaterialien im gewalzten Zustand zusammengestellt.

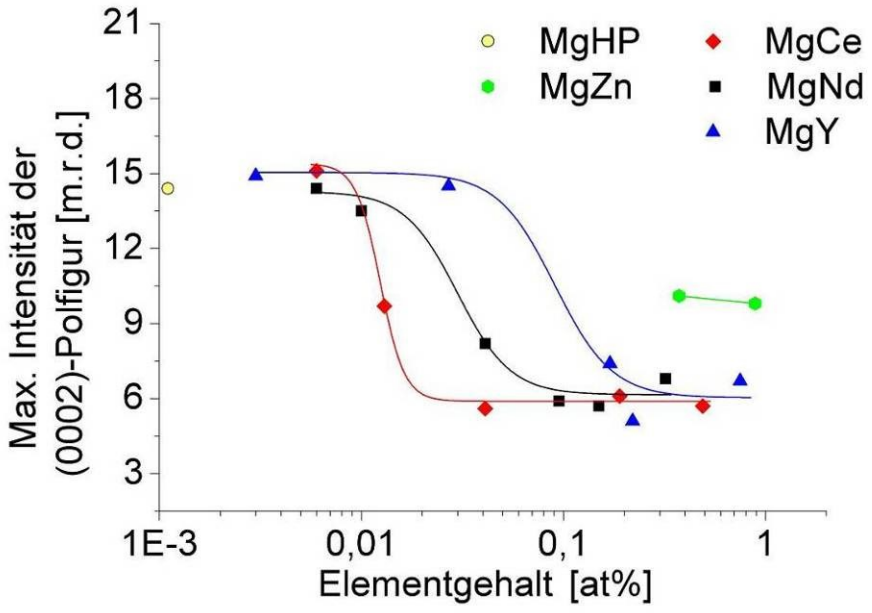


Abbildung 5-2: Graphische Darstellung der maximalen Intensitäten der (0002)-Polfigur in Abhängigkeit des Elementgehaltes für alle untersuchten binären Legierungen und MgHP im gewalzten Zustand (eingefügten Graphen veranschaulichen lediglich den Trend für die einzelnen Systeme)

Die Graphik zeigt, dass die Texturintensitäten bei den Zusammensetzungen, bei denen es zur Bildung eines Doppelpeaks in der Basalpolfigur kommt, signifikant sinken. Die Aufspaltung der Maxima in WR bei der Referenzlegierung MgZn0,9 ist nicht mit solch einer extremen Senkung der Texturstärke im gewalzten Zustand verbunden. Die Aufspaltung ist bis zu einen Kippwinkel ψ von 5° nicht allzu groß, so dass davon auszugehen ist, dass <c+a>-Gleitung mit der Zugabe von Zink nicht in dem Umfang aktiviert wird, wie es mit den Seltenen Erden der Fall ist.

In allen drei Magnesium-Seltenen-Erden-Systemen ist ein abnehmender Einfluss des Legierungsgehaltes auf die maximale Intensität zu erkennen. Auffällig ist, dass bereits mit nur 0,04At% Cer dieselbe Texturabschwächung erreicht wird, für die 0,09At% Neodym bzw. 0,2At% Yttrium benötigt werden. Diese Tendenz korrespondiert mit den maximalen Löslichkeiten der Seltenen Erden in Magnesium, die für Cer am niedrigsten und für Yttrium am höchsten ist und suggeriert die Wirksamkeit von Verformungs- und Rekristallisationsmechanismen, die mit Ausscheidungen und Mischkristallen in Verbindung stehen.

Eine Änderung des Deformationsverhaltens wurde ebenso bei den EBSD-Analysen beobachtet. Diese zeigen deutlich, dass bei einem höheren Seltenen-Erden-Gehalt, d.h. ab 0,01At% Cer, 0,04At% Neodym bzw. 0,2At% Yttrium, die Zwillingsbildung wesentlich stärker auftritt. Insbesondere bilden sich Druck- und sekundäre Zwillinge, die sich in Verformungsbändern wiederfinden. Auch die Zugabe von Zink resultiert in einer verstärkten Aktivierung der sekundären Zwillinge. Allerdings finden sich diese relativ gleichmäßig über das Gefüge verteilt wieder. Sie sind also nicht unmittelbar mit Verformungsbändern verbunden so wie es auch in den Seltenen-Erden-Legierungen mit geringen Elementgehalten der Fall ist. Für die Bleche mit den höheren Seltenen-Erden-Konzentrationen ist somit sehr wahrscheinlich, dass die Zwillinge Ausgangspunkte für auftretende Scher- bzw. Verformungsbänder sind und die Gesamtverformung signifikant mitbestimmen.

Die verstärkte Zwillingsbildung in den Magnesium-Zink-Legierungen kann auch mit dem Auftreten des Doppelpeaks in der Basalpolfigur in Verbindung stehen, die ebenfalls Teilversetzungen benötigt, wie sie für die <c+a>-Gleitung erforderlich sind, und die sich so in der Textur widerspiegeln. Dafür spricht auch die Änderung der Basalpolfigur gegenüber der des gewalzten MgHP-Bleches, wobei die Maxima in Walzrichtung verglichen mit denen der Seltenen-Erden-Blechen weniger gekippt vorliegen.

In den Legierungen mit den höchsten Seltenen-Erden-Konzentrationen wurden überdies prismatische <a>-Versetzungen beobachtet [Hadorn2012a, Hadorn2012b, Hadorn2013]. Die niedrig-legierten Materialien zeigen dagegen die für Magnesium typischen basalen <a>-Versetzungen. Die prismatischen <a>-Versetzungen können direkt aus prismatischer <a>-Gleitung resultieren, wobei die kritische Schubspannung dafür so hoch ist, dass eher andere Gleitsysteme aktiviert werden. So ist es eher wahrscheinlich, dass sie in Zusammenhang mit der Quergleitung von basalen <a>-Versetzungen in nicht-basalen Ebenen stehen. Dieser Vorgang ist nach Couret et al. für Magnesium temperaturabhängig und mit dem Auftreten von Knickbändern verbunden [Couret1991]. Insbesondere bei der Zugabe von Yttrium wurden mehr nicht-basale Versetzungen gefunden, die das Quergleiten auf prismatische oder pyramidale Ebenen begünstigen [Suzuki1998]. Auch Yasi et al. konnten über ein

geometrisches Modell, welches die Wechselwirkung von gelösten Elementen mit Schraubenversetzungen einbezieht, eine signifikante Abnahme der notwendigen Spannung für das Quergleiten von Versetzungen durch die Zugabe von Yttrium feststellen [Yasi2012]. Obwohl sich die meisten oben genannten Studien auf Yttrium beziehen, ist von dem ähnlichen Verhalten der Legierungen mit Cer und Neodym zu schließen, dass auch diese Elemente die Aktivität der Gleitsysteme in analoger Weise beeinflussen können.

In den Blechen mit den mittleren Yttrium-, Cer- und Neodymgehalten treten Versetzungen auf, die sich zum einen aus einer Kombination von basalen und prismatischen <a>-Gleitungen ergeben können. Zum anderen lassen sie sich <c+a>- oder pyramidaler <a>-Gleitung zu ordnen. Verschiedene Autoren konnten die auftretenden Versetzungen bei der Zugabe von Yttrium einer verstärkten Aktivität von <c+a>-Gleitung bzw. Druckzwillingen zu ordnen [Cottam2008, Sandlöbes2012]. Sandlöbes et al. konnten diesen Effekt auf die Veränderung der Stapelfehlerenergie zurückzuführen, wobei Yttrium Stapelfehler verursacht, die als Ausgangspunkte für <c+a>-Gleitung wirken [Sandlöbes2012]. Das analoge Deformationsverhalten und die daraus resultierenden Texturen der drei Systeme Magnesium-Yttrium, Magnesium-Neodym und Magnesium-Cer legt die Vermutung nahe, dass Neodym und Cer ähnliche Effekte in Magnesiumlegierungen verursachen. Es ist jedoch anzumerken, dass die untersuchten Gefüge von Sandlöbes et al. bei Raumtemperatur deformiert wurden. Bei den Blechen aus Magnesium-Yttrium, Magnesium-Neodym und Magnesium-Cer muss auch der Einfluss der Prozesstemperatur von 400°C beachtet werden. Eine höhere Umformtemperatur ist bekannt dafür, die kritische Schubspannung für <c+a>-Gleitung zu verringern und so deren Aktivität zu begünstigen. Auch wird durch die höhere Prozesstemperatur die Quergleitung der <a>-Versetzungen in nicht-basale Ebenen beeinflusst. Allerdings ist dies nicht in diesem Umfang für die Referenzmaterialien zutreffend, die eine für Magnesium charakteristische Basaltextur ausbilden.

So lässt sich festhalten, dass die Erhöhung der Seltenen-Erden-Gehalte in Magnesium zur Veränderung des Deformationsverhaltens führen, was sich vorrangig in der Bildung des Doppelpeaks entlang der Walzrichtung und der Intensitätsabnahme in der (0002)-Polfigur niederschlägt. Dabei ist speziell eine höhere Aktivität von pyramidaler und prismatischer Gleitung entscheidend. Außerdem zeigt sich in mit steigenden Legierungsgehalten verstärkt Zwillingsbildung besonders von sekundären Zwillingen.

Das Walzen der untersuchten binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen sowie der Referenzmaterialien bei 400°C führt zur Verzerrung und starken Deformation der Kornstrukturen. Lichtmikroskopisch konnten lediglich in den niedrig-legierten Blechen Hinweise auf eine dynamische Rekristallisation gefunden werden, vor allem in den Gefügen, welche parallel zur Blechoberfläche betrachtet wurden [siehe Hantzsche2010]. Das bedeutet allerdings nicht, dass eine dynamische Rekristallisation in den anderen Legierungen ausgeschlossen werden kann, zumal verschiedene Autoren diese in Studien an Magnesium-Legierungen beobachteten [Yang2003b, delValle2003]. Die über die EBSD-Messungen untersuchten Gefügeausschnitte lassen bei näherer Betrachtung kleine Gefügebestandteile erkennen, die durchaus als rekristallisierte Körner oder Keime definiert werden können. Um dies genauer zu erklären, sind in Abbildung 5-3 beispielhaft Ausschnitte der EBSD-Karten der Legierung MgCe0,006 zusammengestellt. Abbildung 5-3a und b zeigen die KAM-Werte und die auftretenden Zwillinge des Gefügeausschnittes. Beim Vergleich von a und b fällt auf,

dass die wesentlich kleineren Körner in den Bereichen mit höherem KAM-Werten, d.h. mit höherem Verformungsgrad und somit höherer Versetzungsdichte, auftreten. Über die Bestimmung des sogenannten ‚Grain Orientation Spread (GOS)" lassen sich die Orientierungsunterschiede innerhalb von definierten Körnern bzw. Kornbereichen angeben. Die Karte in Abbildung 5-3c zeigt dementsprechend alle Gefügebestandteile, deren GOS kleiner 1° sind, was bedeutet, dass an diesen Stellen die Verformung innerhalb des definierten Bereiches minimal ist. So lässt sich davon ausgehen, dass hier unverformte Körner vorliegen, die während des Walzens nicht mit verformt wurden oder aber die durch Rekristallisation entstanden sind. Für letzteres spricht der Umstand, dass viele dieser Körner in der unmittelbaren Nähe jener versetzungsreichen Gebiete liegen, die Voraussetzung und Ausgangspunkte von Rekristallisationsvorgängen sind. Aus diesen Betrachtungen und der Tatsache, dass der Zustand der Bleche unmittelbar nach dem Walzen untersucht wird, lässt sich schließen, dass hier dynamische Rekristallisation durchaus wirksam ist.

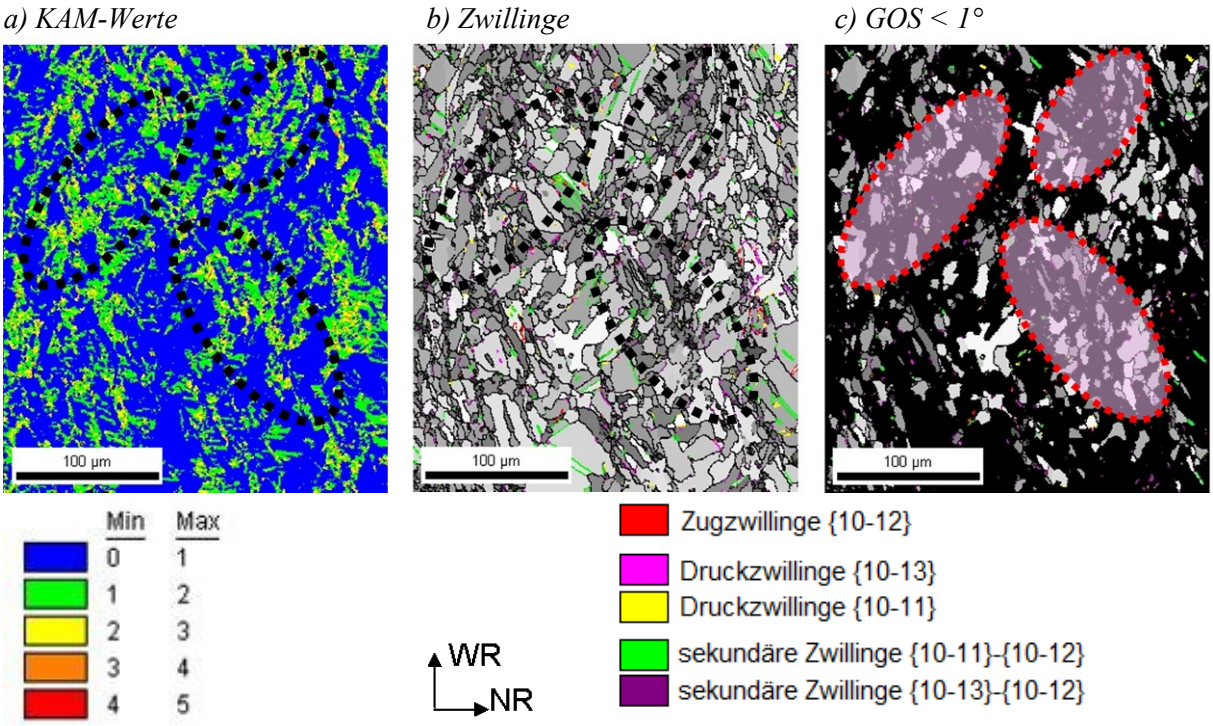


Abbildung 5-3: Ausschnitte aus den EBSD-Karten des Bleches MgCe0,006 a) KAM-Werte b) Darstellung Zwillinge mit Korngrenzen bei einem Misorientierungswinkel von 12°, c) Darstellung der Gefügebestandteile mit einem ‚Grain Orientation Spread' (GOS) < 1°

Äquivalente Untersuchungen an dem Blech MgCe0,04 mit höherem Legierungsgehalt zeigen, dass auch hier Gefügebestandteile mit einem GOS <1° an versetzungsreichen Gebieten auftreten (vgl. Abbildung 5-4). Allerdings sind diese weniger und wesentlich kleiner verglichen mit dem niedrig-legierten Blech MgCe0,006. Auffällig ist dabei, dass an allen Körnern mit GOS<1° (Abbildung 5-4c), Korngrenzen liegen, die Zwillingen zugeordnet werden können. Dabei ist der Zusammenhang der Zwillinge mit Scherbändern, der hier festgestellt wurde, nicht außer Acht zulassen. Demnach lassen sich sowohl die Zwillinge in dieser Legierung als Ausgangspunkte der Rekristallisation - insbesondere der Keimbildung - ansehen als auch Scherbänder, die mit den Zwillingen in Verbindung stehen.

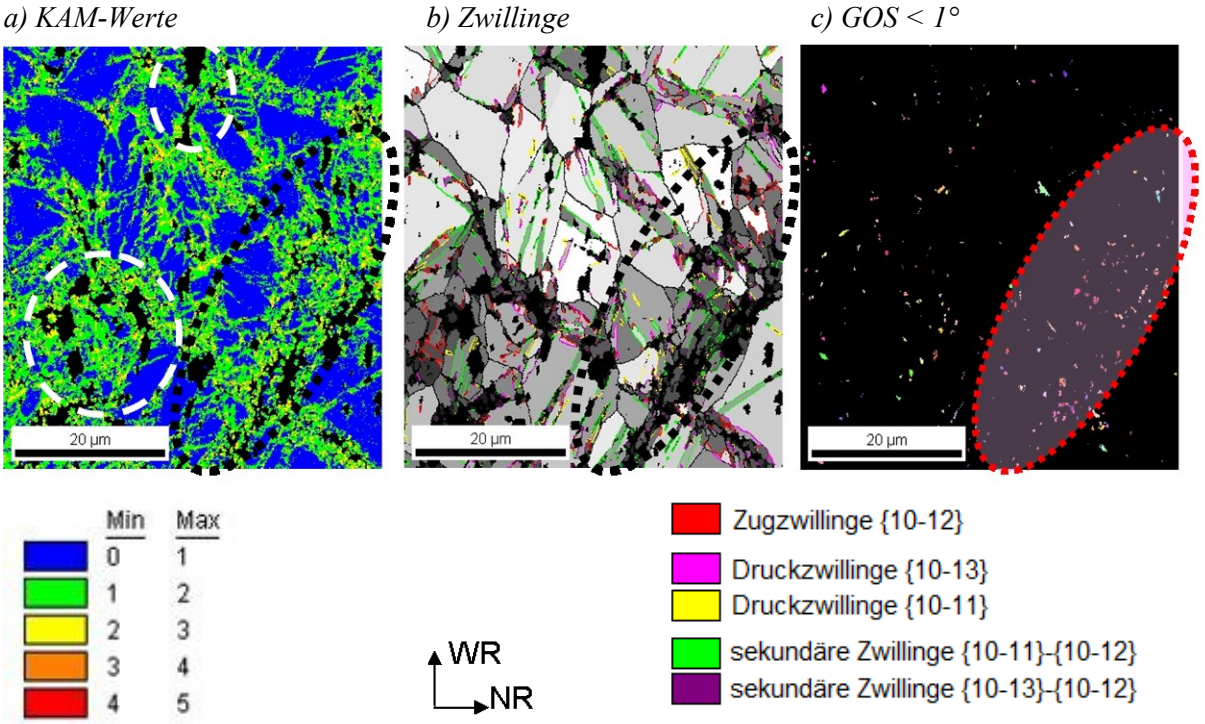


Abbildung 5-4: Ausschnitte aus den EBSD-Karten des Bleches MgCe0,04 a) KAM-Werte b) Darstellung der Zwillinge mit Korngrenzen bei einem Misorientierungswinkel von 12°, c) Darstellung der Gefügebestandteile mit einem ‚Grain Orientation Spread' (GOS) < 1°

Die Wirksamkeit beider Mechanismen, Keimbildung an Zwillingen und an Scherbändern, in Magnesium-Legierungen wurde bereits dokumentiert [Yi2009, Barnett2001, Senn2008 u.a.]. Besonders der Keimbildung an Scherbändern konnte in Kombination mit Seltenen Erden eine Abschwächung der Textur zugesprochen werden [Senn2008]. Die Keime, welche in Zwillingen entstehen, scheinen nach Yi et al. dagegen eher die Basallage zu begünstigen, wobei sie Kornbildung in sekundären Zwillingen und deren Wachstum in reinem Magnesium beobachteten [Yi2009].

Im Vergleich dazu sind in der Legierung MgCe0,006 ebenso Körner mit Zwillingsgrenzen zu erkennen (Abbildung 5-3c), allerdings finden sich wesentlich mehr Körner, deren Ursprung nicht in Zwillingen liegt. Dies bedeutet, dass hier neben einer möglichen Keimbildung an Zwillingen vorrangig andere Rekristallisationsmechanismen wirksam sind. Naheliegend ist auch dabei die Keimbildung an Scher- oder Verformungsbändern, da, wie bereits erwähnt, die Körner in Regionen hoher Deformation auftreten. Denkbar ist ebenfalls, dass hier während des Walzens Keimbildung an Korngrenzen einsetzt. Aufgrund der relativ großen Körner mit GOS<1° ist davon auszugehen, dass neben der Keimbildung auch Kornwachstum während der Verformung erfolgte. Das entspricht dem Verhalten, welches in reinem Magnesium gefunden wurde [Barnett2004]. Keimbildung an Korngrenzen erscheint beim Walzen bei der Legierung MgCe0,04 weit weniger bedeutsam, da hier in allen rekristallisierten Bereichen Zwillingsgrenzen beobachtet werden. Allerdings kann auch dieser Mechanismus nicht ausgeschlossen werden.

Ein äquivalentes Verhalten findet sich auch in den Systemen Magnesium-Neodym und Magnesium-Yttrium. So treten bei höher-legierten Blechen wesentlich mehr Zwillinge als Ausgangsort der Rekristallisation in Erscheinung. Allerdings sind nicht alle rekristallisierten

Bereiche an Zwillinge gekoppelt, wie es bei der MgCe0,04 beobachtet wurde, finden sich aber in Gebieten mit höheren KAM-Werten, d.h. in Verformungsbändern. So ist auch hier mit der Keimbildung an Scherbändern ein Rekristallisationsmechanismus wirksam, der für eine Randomisierung der Textur bekannt ist [Senn2008, Chun2012]. Bei der Keimbildung an Korngrenzen, welche auch in den Legierungen mit höheren Seltenen-Erden-Konzentrationen nicht auszuschließen ist, bilden sich Körner, die ähnliche Orientierungen wie die Mutterkörner besitzen. Dies verstärkt in der Regel die Basaltextur, welche beim Umformprozess entsteht, wie dies für MgHP der Fall ist. Die erhöhte Aktivierung zusätzlicher Gleitsysteme resultiert in einem verformten Gefüge, in dem sich die Basalebenen eben nicht vorrangig parallel zur Blechoberfläche ausrichten, sondern mehr um die NR ausgelenkt sind. Tritt an den Grenzen dieser Körner Keimbildung auf, würden sich die vorliegenden Orientierungen auch in den neuen Körnern wiederfinden und so einen Beitrag zur Abschwächung der Textur leisten können.

Denkbar wäre in diesen Legierungen auch eine durch Partikel stimulierte Keimbildung, da in allen Systemen entsprechende Partikel existieren, so wie es Ball und Prangnell beobachteten [Ball1994]. Die Untersuchung der Legierungen hinsichtlich dieses Mechanismus zeigt jedoch [Hadorn2012a, Hadorn2012b], dass die vorliegenden Partikel nicht die für die Initiierung der Keimbildung übliche Größe besitzen [Humphreys1996]. Gänzlich auszuschließen ist dieser Mechanismus jedoch nicht, vor allem in den Legierungen mit höheren Seltenen-Erden-Konzentrationen. Jedoch kann davon ausgegangen werden, dass die beobachtete Verringerung der Texturintensität mit steigendem Seltenen-Erden-Gehalt nicht in erster Linie mit Partikel induzierte Rekristallisation zusammenhängt. Auch Robson et al. konnten eine Partikel induzierte Rekristallisation in Magnesium-Mangan-Legierungen beobachten, die allerdings die Textur nicht entscheidend bestimmt [Robson2009].

Der Gehalt des Seltenen-Erden-Elements, ab dem die zunehmende Wirksamkeit der Keimbildung an Zwillingen erfasst werden kann, ist legierungsabhängig. So zeigt sich dies bei den Magnesium-Cer-Blechen bereits bei einem Gehalt von 0,01At% Cer, bei den Magnesium-Neodym-Blechen bei 0,04At% Neodym und im System Magnesium-Yttrium erst ab 0,2At% Yttrium. Das sind ebenfalls die Gehalte, ab denen sowohl eine signifikante Abschwächung der Texturen in Kombination mit der Bildung eines Doppelpeaks in Walzrichtung der (0002)-Polfiguren als Folge von erhöhter <c+a>-Gleitung auftritt, als auch verstärkte Zwillingsbildung insbesondere von Druck- und sekundären Zwillingen beobachtet wurde. Dementsprechend führt ein steigender Legierungsgehalt zu einer Änderung des Deformationsverhaltens, welches einhergeht mit einer Änderung der wirkenden Rekristallisationsmechanismen während der thermodynamischen Umformung.

5.2.2 Vorgänge bei der Glühbehandlung

Die Gefügeentwicklung der Bleche wird des Weiteren von den Zwischenglühungen bestimmt, d.h. von Rekristallisationsvorgängen, die statisch ablaufen. Diese stehen in unmittelbarer Verbindung zu den Prozessen, die während der Umformung ablaufen. Es ist davon auszugehen, dass die Keimbildung weitestgehend dynamisch erfolgt, so dass während der Wärmebehandlung vorrangig Kornwachstum stattfindet. Dies beinhaltet sowohl das Wachstum der Keime bzw. Körner bis die verformten Gefüge vollständig aufgezehrt sind, als auch das Kornwachstum, welches als sekundäre Rekristallisation bezeichnet wird.

Die resultierenden Korngrößen sind dabei abhängig vom jeweiligen Legierungsgehalt der Seltenen Erden. In Abbildung 5-5 sind die Korngrößen nach der Glühung für alle binären System und Referenzmaterialien noch einmal zusammengestellt. Der Einfluss des Elementgehaltes sowohl auf die Korngröße als auch auf die Texturintensität nimmt ab. So ergeben sich ab einem Elementgehalt von 0,03At% Yttrium, 0,04At% Cer und 0,04At% Neodym mittlere Korngrößen zwischen 10µm und 20µm. Lediglich im System Magnesium-Neodym kann bei der höchsten Elementkonzentration von 0,3At% eine weitere Abnahme der Korngröße auf 8µm erreicht werden. Ähnliche Gegebenheiten wurden für beim Walzen von binären Magnesium-Gadolinium-Legierungen beobachtet [Stanford2010].

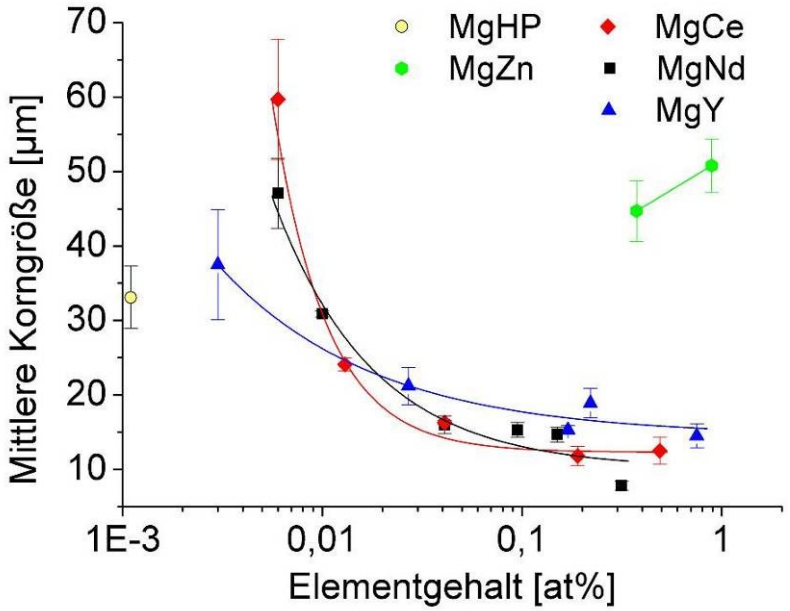


Abbildung 5-5: Korngrößen der binären Mg-SE-Bleche und der Referenzmaterialien MgHP und Mg-Zn nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C in Abhängigkeit vom Elementgehalt

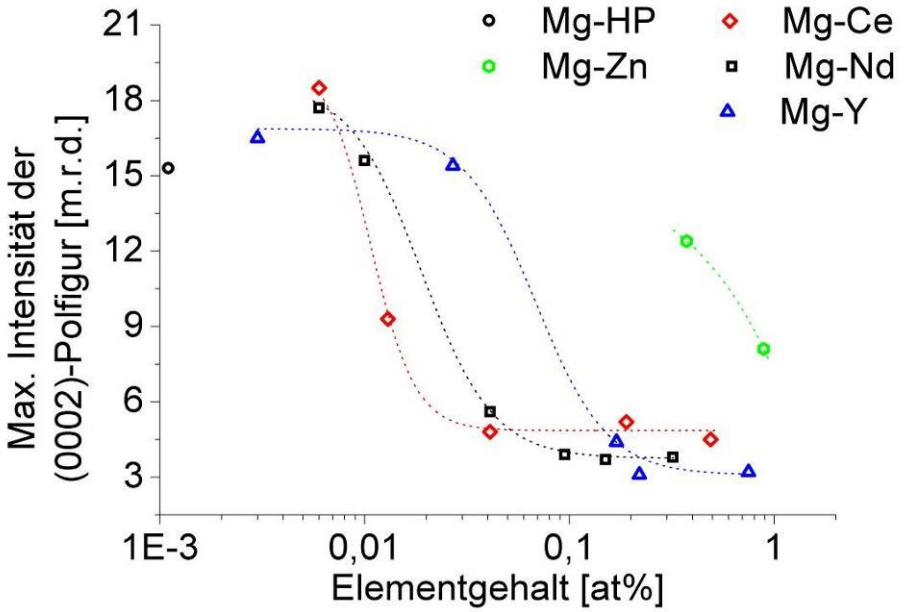


Abbildung 5-6: Graphische Darstellung der maximalen Texturintensitäten der (0002)-Polfigur der binären Mg-SE-Bleche und der Referenzmaterialien MgHP und Mg-Zn nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C in Abhängigkeit vom Elementgehalt

Abbildung 5-6 zeigt in Analogie zur Korngrößenentwicklung die Entwicklung der maximalen Texturintensitäten der Basalpolfiguren. Es ist auffällig, dass mit steigendem Elementgehalt an Seltenen Erden sowohl die Korngröße als auch die Texturstärke abnimmt. Ab dem Elementgehalt, ab dem ein relativ stabiles und niedriges Niveau der Korngrößen erreicht wird, stellt sich auch eine schwache Textur ein. Im Gegensatz dazu steht das System Magnesium-Zink, bei dem mit höherem Zinkgehalt ein gröberes Gefüge zusammen mit einer schwächeren Textur auftritt. Es ist zu betonen, dass die starken Texturen der niedrig-legierten Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen und der Referenzmaterialien durch die Glühung weiter intensiviert werden, bis auf die Texturen der Bleche MgZn0,0 und MgCe0,01, deren Texturintensität annähernd konstant bleibt. Dagegen sinken die geringen Texturintensitäten der höher-legierten Bleche im Walzzustand durch die Wärmebehandlung weiter ab. Dieser Sachverhalt wird in Abbildung 5-7 noch einmal veranschaulicht.

Die dargestellten Graphen zeigen die Texturintensitäten der Basalpolfiguren entlang der Walzrichtung (a und c) und entlang der Querrichtung (b und d) für die Referenzlegierungen und das System Magnesium-Yttrium sowohl im gewalzten Zustand als auch nach der Wärmebehandlung. Die Magnesium-Yttrium-Legierungen repräsentieren dabei das Verhalten aller untersuchten binären Magnesium-Seltenen-Erden-Systeme, die im Anhang zusammenfassend dargestellt sind (siehe Anhang A.4).

Verdeutlicht wird an den Diagrammen in Abbildung 5-7 außerdem die Wirkung der Rekristallisation während der Wärmebehandlung auf die Texturentwicklung. In Walzrichtung verliert sich durch die Wärmebehandlung der Doppelpeak der schwächeren Texturen, wobei die Intensitäten im Bereich von $\psi = 30\ldots50°$ zunehmen. Ebenso erhöht sich in Querrichtung nach der Glühung die Intensitäten bei einem Kippwinkel ψ von 50 bis 60° in den Legierungen mit höheren Elementgehalten. Dies ist nicht so ausgeprägt in den anderen Systemen Magnesium-Cer und Magnesium-Neodym. Bemerkenswert erscheint außerdem, dass die Texturintensität in Normalenrichtung durch die Wärmebehandlung in den Legierungen mit höherem Seltenen-Erden-Gehalt gleichbleibt bzw. bei Yttrium eher sinkt. Das bedeutet, dass diese Orientierung nicht durch das Kornwachstum betont wird, sondern dass Körner mit anderen Orientierungen bevorzugt wachsen.

Die deutliche Abnahme der Korngröße und der Texturstärke mit steigendem Elementgehalt in den Systemen mit Seltenen-Erden steht im Zusammenhang mit dem Auftreten von größeren und vermehrten Ausscheidungen und der höherem Menge an Seltenen Erden, die im Magnesium gelöst wird. Diese Umstände implizieren, dass Mechanismen wirksam sind, die die Korngrenzenbeweglichkeit einschränken und so das Kornwachstum hemmen: Zener-Pinning oder Solute-Drag [Humphreys1996, Gottstein1984].

Bei der Betrachtung der errechneten Löslichkeiten der Seltenen Erden in Magnesium zeigt sich, dass ab einem Gehalt von 0,04At% Neodym die Ausscheidungen des Typs Mg_xNd_y das Kornwachstum hemmen. Eine entsprechende Untersuchung von Hadorn zeigt, dass in den Legierungen mit schwächerer Textur Zener-Pinning wirksam ist. Dadurch wird die Korngrenzenmobilität soweit eingeschränkt, dass entsprechend kleine Körner entstehen [Hadorn2012b].

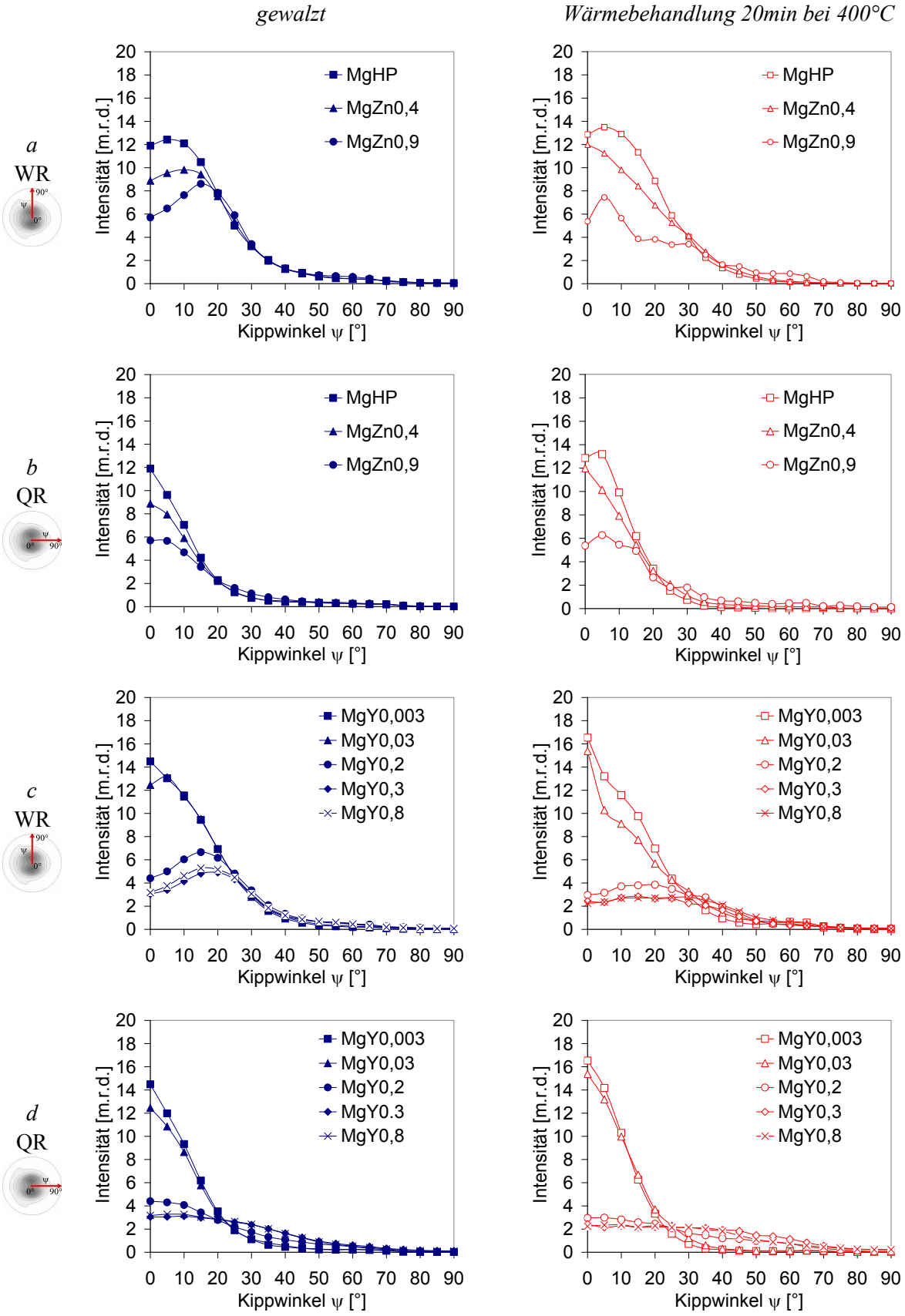


Abbildung 5-7: Diagramm der Texturintensitäten der (0002)-Polfigur in Abhängigkeit vom Kippwinkel ψ im gewalzten und wärmebehandelten Zustand von a) MgZn, MgHP in WR, b) MgZn, MgHP in QR c) MgY in WR d) MgY in QR;

Für die Magnesium-Cer-Legierungen zeigt sich ein analoges Bild, wobei die Gleichgewichtsphase $CeMg_{12}$ in den Legierungen mit über 0,04At% Cer für den beobachteten Zener-Drag verantwortlich ist. Die Untersuchungen von Hadorn et al. wurden für dieses System an den Blechen aus MgCe0,006 und MgCe0,04 durchgeführt und bei letzterem die Wirksamkeit von Zener-Pinning erfasst [Hadorn2013]. Die Abnahme der Korngröße und Texturintensität beim Blech MgCe0,01 impliziert, dass für die Initiierung eines Zener-Drags weniger als 0,04At% Cer erforderlich sind.

Das System Magnesium-Yttrium wurde ebenfalls auf mögliche Mechanismen zur Hemmung des Kornwachstums untersucht [Hadorn2012a]. Wie bereits aufgrund der thermodynamischen Simulationen erwartet, zeigt sich, dass für Magnesium-Yttrium-Legierungen Einschränkungen beim Kornwachstum aufgrund des gelösten Yttriums in Magnesium auftreten. Dies ist in den Legierungen ungleichmäßig verteilt, wobei eine Seigerung des Yttriums an Korngrenzen von Hadorn et al. explizit nachgewiesen werden konnte (Abbildung 5-8). Dabei wurden in Korngrenzregionen EDX-Messung entlang der schwarzen Linien 1-9 in Abbildung 5-8a durchgeführt, die es ermöglichen, die Yttrium-Verteilung an der Korngrenze zu bestimmen. Es zeigt sich direkt an der Korngrenze ein signifikant höherer Gehalt an gelöstem Yttrium (Abbildung 5-8b). So induziert das Yttrium im Magnesium einen Solute-Drag, der die Korngrenzenmobilität verringert. Die verhältnismäßig schwächsten Texturen finden sich nach der Glühung im System Magnesium-Yttrium, wodurch die Wirkung des Solute-Drag gegenüber dem Zener-Pinning als effektiver erscheint.

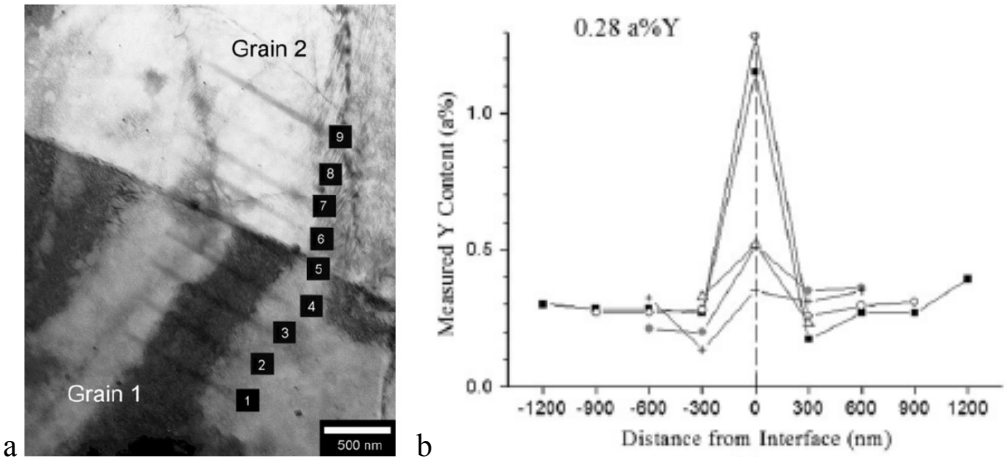


Abbildung 5-8: a) TEM-Aufnahme einer Korngrenzregion im Blech MgY0,3 mit den Positionen der EDX-Scans (schwarze Linien) als Funktion von der Entfernung von der Korngrenze; b) Yttrium-Gehalt aus den EDX-Messungen in Abhängigkeit von der Entfernung zur Korngrenze [aus Hadorn2012a]

Diese Einschränkungen des Kornwachstums über die Zulegierung von Seltenen Erden in entsprechenden Mengen führen zur Abschwächung der entstehenden Basaltexturen. Obwohl sich die Texturen in Querrichtung verbreitern, entsteht hier keine ausgereifte Komponente wie in den ternären Legierungen, sondern der basale Charakter bleibt erhalten.

Abschließend sei hier noch auf die Zunahme der Korngröße in den Blechen mit den niedrigsten Konzentrationen an Seltenen Erden (0,003At% Y, 0,006At% Nd und 0,006At% Ce) gegenüber MgHP hingewiesen. Vor allem im System Magnesium-Cer ergeben sich mit 60µm eine fast doppelt so große Körner wie im reinen Magnesium mit 33µm. Eine Erklärung

für dieses Phänomen kann in der Bindung der Verunreinigungen durch die geringen Seltenen Erden Gehalte gesehen werden, wodurch Elemente wie Aluminium oder Silizium ihre sonst kornfeinende Wirkung verlieren.

5.3 Vergleich der binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen mit den ternären Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Systemen

Die Kombination aus Zink und Seltenen Erden bewirkt die Änderung der Textur, wie es in zahlreichen Studien beobachtet wurde [Bohlen2007, Mackenzie2008b, Wendt2009]. Zur besseren Vergleichbarkeit sind im Folgenden nochmals die Intensitäten der Basalpolfiguren in Walzrichtung und Querrichtung der ternären Bleche und der Magnesium-Yttrium-Bleche, repräsentativ für die binären Systeme, im gewalzten Zustand (Abbildung 5-9) und nach der Wärmebehandlung (Abbildung 5-10) gegenübergestellt.

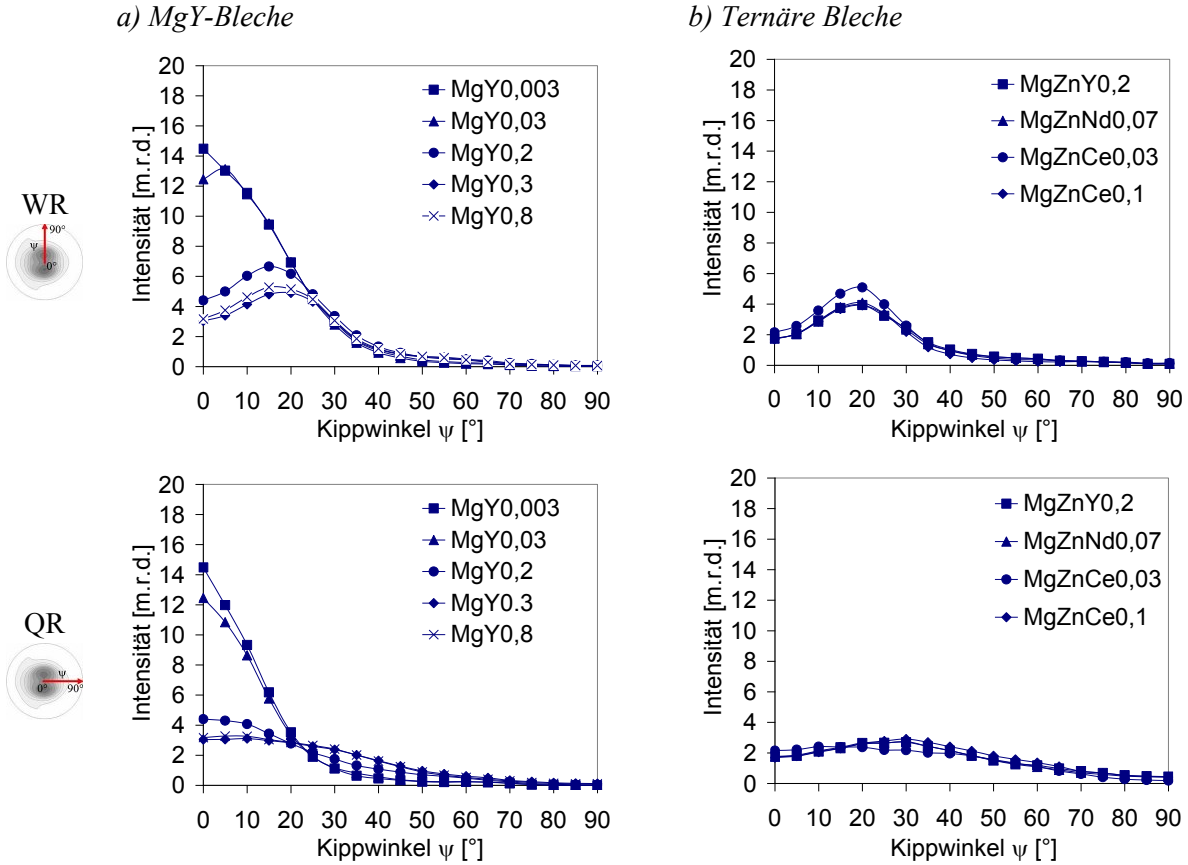


Abbildung 5-9: Graphische Darstellung der Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren im gewalzten Zustand entlang der WR und QR von a) den MgY-Legierungen, b) den ternären MgZnSE-Legierungen

In Walzrichtung WR finden sich sowohl bei den binären Magnesium-Seltenen-Erden-Blechen mit höherem Elementgehalt bei einem Kippwinkel ψ von 15°, als auch bei den ternären Legierungen bei ψ = 20° Maxima. Auch wenn dabei die Intensität bei den binären Blechen leicht höher ausfällt, haben sie ihren Ursprung in <c+a>-Gleitung. In den ternären liegt in der Normalenrichtung mit ca. 2m.r.d. signifikant niedrigere Intensitäten als in den binären Legierungen vor. Dies ist ein deutlicher Hinweis auf eine verringerte Aktivität der Basalgleitung während des Walzprozesses durch die Kombination der Seltenen-Erden mit Zink. Es ist bemerkenswert, dass verschiedene Autoren bei ähnlichen Untersuchungen an Magnesium-Zink-Seltenen-Erden mit der Zugabe von Zirkonium (d.h. Materialen vom Typ

ZEK100) an dieser Stelle eine Basaltextur beobachteten, die eine ausgeprägte Basalgleitung belegen [Al-Samman2011, Wendt2010, Mackenzie2008b].

Entlang der Querrichtung (QR) im gewalzten Zustand zeigt sich bei den ternären Blechen in den (0002)-Polfiguren eine wesentlich breitere Verteilung der Basalebenen. Zudem lassen sich erhöhte Intensitätswerte bei einem Kippwinkel von 30° in Querrichtung erkennen. Bei den binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen mit erhöhtem Elementgehalt werden die Basalebenen auch weiter in Querrichtung ausgelenkt, aber bei weitem nicht so extensiv, wie dies in den ternären Legierungen erfolgt. Lediglich im Blech MgZnCe0,03 erscheint dies etwas geringer auszufallen. So kann hier von einer weiteren Änderung im Deformationsverhalten ausgegangen werden: es kommt zur stärkeren Aktivität von prismatischer <a>-Gleitung gegenüber der binären Legierungen.

Die korrespondierenden Mikrostrukturen der ternären Legierungen sind relativ gleichmäßig stark verformt, so dass eventuell auftretende Scherbänder nicht wirklich detektiert werden konnten. Ansonsten tritt auch hier über das gesamte Gefüge massive Zwillingsbildung auf. Anzeichen für eine dynamische Rekristallisation sind lichtmikroskopisch nicht zu beobachten. Bohlen et al. zeigt an EBSD-Messungen, welche an diesen Blechen durchgeführt wurden, aber auch in diesen Materialien die Wirksamkeit von Rekristallisationsvorgängen während der Warmumformung [Bohlen 2012].

Erst durch die Wärmebehandlung und damit verbundener statischer Rekristallisation bildet sich die ‚Querrichtungs-Komponente', d.h. es werden die Maxima in Querrichtung verstärkt, wobei sie sich bis zu 35° verschieben, wie es auch in den Studien von Wendt et al. und Mackenzie et al. festgestellt wurde [Wendt2010, Mackenzie2008b]. Gleichzeitig werden die Peaks, die sich durch die Verformung in Walzrichtung gebildet hatten, abgebaut. Dieses Verhalten zeigt, dass es bei der statischen Rekristallisation durch die Verbindung von Zink und Seltenen Erden zu einem selektiven Kornwachstum kommt. Es wachsen die Körner mit Orientierungen in Querrichtung schneller auf Kosten der Körner mit Orientierungen in Walzrichtung.

Diese Beobachtungen treffen allerdings nicht in diesem Umfang für die Legierung MgZnCe0,03 zu. Hier ändert sich kaum etwas in der Verteilung der Basalebenen in Querrichtung, allerdings verstärkt die Rekristallisation die Intensität in Normalenrichtung. Es wachsen also bevorzugt Körner mit Basaltextur, wobei sich die globale Textur ähnlich wie die der binären Bleche ausbildet, allerdings mit einer signifikant breiteren Verteilung der Basalebenen in Querrichtung.

Auch ergibt sich in dem Blech MgZnCe0,03 eine höhere Korngröße gegenüber denen der Bleche MgZnY0,2, MgZnNd0,07 und MgZnCe0,1. Deren mittlere Korngrößen bewegen sich in der Größenordnung der Korngrößen der binären Bleche mit höherem Seltenen-Erden-Gehalt. So ist es auch bei den ternären Blechen wahrscheinlich, dass ab einen bestimmten Seltenen-Erden-Gehalt das Kornwachstum beschränkt wird. Ein Hinweis auf die Verringerung der Korngrenzenmobilität lässt sich in den Ausscheidungen an den Korngrenzen sehen.

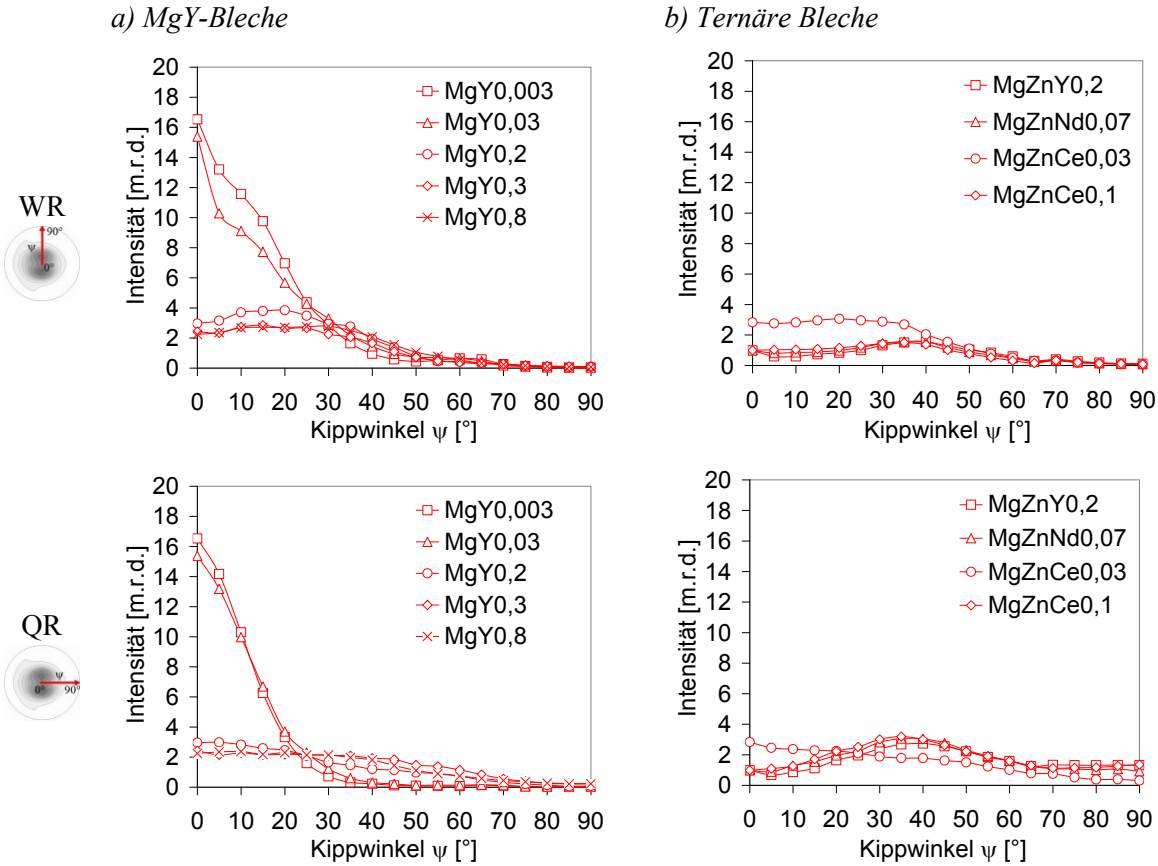


Abbildung 5-10: Graphische Darstellung der Texturintensitäten der (0002)-Polfiguren nach der Wärmebehandlung entlang der WR und QR von a) den MgY-Legierungen, b) den ternären MgZnSE-Legierungen

Der Vergleich der EDX-Analysen der Bleche MgZnCe0,03 und MgZnCe0,1 zeigt, das möglicherweise nicht allein der Cer-Gehalt für die Änderung in der Texturentwicklung verantwortlich ist, sondern auch das Verhältnis der Menge an Cer zu Zink. Dieses ist mit etwa 1:6 in MgZnCe0,03 deutlich geringer als in MgZnCe0,1 mit etwa 1:2. So ergibt sich in den Matrixmessungen mittels EDX im Blech MgZnCe0,03 ein Gehalt von 0,56At% Zink und im Blech MgZnCe0,1 von nur 0,28At%. Ähnliche Beobachtungen wurden an Magnesium-Zink-Cer-Legierungen von Sanjari et al. gemacht, wobei Legierungen mit einem höheren Cer/Zink-Verhältnis deutlich schwächere Basaltexturen zeigten [Sanjari2013]. So scheint es, dass das gelöste Zink in der Matrix auch einen Einfluss auf das Deformations- und Rekristallisationsverhalten hat. Ausschlaggebend sind jedoch die sich bildenden Zink-Cer-Phasen bzw. respektive die Zink-Neodym- oder Zink-Yttrium-Phasen, da erst die Kombination aus Zink und Seltenen Erden zur Ausbildung der Textur mit Querrichtungs-Komponente führt.

In der Literatur existieren einige Erklärungsversuche, wie genau diese Phasen zur die Texturentwicklung beitragen. Al-Samman und Li konnten in ihren untersuchten Legierungen Partikel induzierte Keimbildung beobachten [Al-Samman2011]. Dieser Mechanismus trägt vor allem zur Randomisierung der Textur bei, indem Keime mit verschiedenen Orientierungen aus den versetzungsreichen Gebieten um die Partikel entstehen. Jedoch bildete sich in den entsprechenden Texturen keine Querrichtungs-Komponente aus. Dies kann auch mit dem Umstand in Verbindung stehen, dass in den Legierungen von Al-Samman Partikel aus Magnesium-Zirkonium als Keimbildner wirkten. Partikel induzierte Rekristallisation,

sofern sie in den ternären Blechen auftritt, sollte zwar zur Abschwächung der Texturintensität beitragen, nicht aber zu der beobachteten Entwicklung einer Querrichtungs-Komponente. Auch in Studien an stranggepressten Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen von Stanford und Barnett konnte eine Veränderung der Textur nicht mit Partikel stimulierte Keimbildung in Verbindung gebracht werden[Stanford2008b].

Lee et al. führten eine Randomisierung der Textur beim Walzen auf lokale Gitterrotationen um quasi-kristalline ikosaederförmige Ausscheidungen während der Umformung in Magnesium-Zink-Yttrium (mit 6Gew% Zink und 1,2Gew%Yttrium) zurück [Lee2008]. Allerdings konnten die Autoren lediglich eine Abschwächung einer Basaltextur feststellen. Es ist bisher nicht bekannt, ob sich in Magnesium-Zink-Cer und Magnesium-Zink-Neodym ebenfalls quasi-kristalline Phasen bilden, so dass in den vorliegenden Blechen solche Partikel nicht für die Erklärung der Änderung der Textur herangezogen werden können.

Diese Untersuchungen stärken die Annahme, dass - wie schon in den binären Legierungen - Zener-Pinning und Solute-Drag wirksam sind und die Texturentwicklung während der Wärmebehandlung entscheidend prägen. Dabei ist ein selektives Kornwachstum von ausgewählten Orientierungen entscheidend. Allerdings kann das effektiv nur in Kombination mit einem veränderten Deformationsverhalten geschehen, wie dies auch Mackenzie et al. postulieren [Mackenzie2008b]. So ist die bei der Rekristallisation entstehende Querrichtungs-Komponente auch schon im gewalzten Zustand ansatzweise zu erkennen und kann damit einer signifikant höheren Aktivität der prismatischen <a>-Gleitung erklärt werden. Gleichzeitig wird die Basalgleitung behindert, so dass kaum Körner mit Basaltextur entstehen. Ausgeprägt ist in den Blechen die <c+a>-Gleitung, wodurch sich die Mehrheit der Körner um 20° in Walzrichtung ausrichten. An dieser Stelle sei nochmals auf die Mehrstufigkeit und Komplexität des Walzprozesses hingewiesen, wodurch die entstehenden Gefüge und Texturen Ergebnisse aus sich wiederholenden und einander bedingenden Deformations- und Rekristallisationsprozessen sind. Wendt et al. konnten mit ihren Versuchen an ZEK100 zeigen, dass auch die Walzbedingungen, insbesondere die Walztemperatur, einen bemerkenswerten Einfluss auf die Texturentwicklung ausübt [Wendt2010]. Auch diese bestimmt die Aktivität der verschiedenen Gleitsysteme und die Kinetik der Rekristallisation.

Es lässt sich gleichwohl festhalten, dass die Seltenen Erden erst in Verbindung mit Zink eine massive Änderung der Deformationsmechanismen und des Rekristallisationsverhaltens bewirken. Ab einer Mindesteinsatzmenge der Seltenen Erden ist dies mit der Bildung einer nicht-basalen Textur mit ausgeprägter Querrichtungs-Komponente in den Blechen verbunden. Neben der Einsatzmenge ist dabei das Verhältnis zu Zink nicht zu vernachlässigen ist. So bietet sich mit dem System Magnesium-Zink-Selten-Erden eine Legierungsgruppe an, die es erlaubt gezielt Blechtexturen einzustellen. Dabei sind außerdem die Prozessbedingungen entscheidend, die bei konventionellen Legierungen wie AZ31 oder ZM21 nicht in der Art und Weise in Erscheinung treten, wie es aus den verschiedenen Studien an ZE-Blechen ersichtlich ist.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Walzen von Magnesium-Knetlegierungen ist immer mit der Ausbildung einer ausgeprägten kristallographischen Textur verbunden. Diese resultiert aus der hexagonalen Gitterstruktur und der damit verbundenen begrenzten Anzahl von Gleitsystemen, die bei der Verformung aktiviert werden. Bevorzugt wird dabei das Basalgleitsystem, wodurch sich nach dem Walzen die Mehrheit der Basalebenen parallel zur Blechebene ausrichten. Diese starken Blechtexturen schränken die weitere Verarbeitung der Halbzeuge durch Tiefziehen oder ähnliche Verfahren erheblich ein. Erst bei erhöhten Umformtemperaturen ist bei konventionellen Legierungen wie der AZ31 die technisch notwendige Umformbarkeit gegeben. Ein Ansatzpunkt, diesen Aufwand zu reduzieren, besteht darin, sowohl über Prozessparameter als auch über eine geeignete Werkstoffwahl die Ausbildung der Walztexturen gezielt zu manipulieren. Voraussetzung für ein entsprechendes Legierungsdesign bildet die Kenntnis über die Einflüsse von Legierungselementen auf die Gefüge- und Texturentwicklung beim Walzen sowie über die zugrundeliegenden Mechanismen. Im Fokus stehen dabei Legierungen vom Typ Magnesium-Zink-Seltenen-Erden, da hier bereits die Ausbildung andersartiger und schwächere Texturen beobachtet werden konnte [Bohlen2007].

Zur Klärung der Frage, wie sich die Texturen in den Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Legierungen entwickeln, ist es notwendig, die Wirkung der einzelnen Elemente auf die metallphysikalischen Prozesse beim Walzen zu kennen und zu verstehen. Dafür wurden in der vorliegenden Arbeit die wichtigsten Vertreter der Seltenen Erden Elemente – Cer, Neodym und Yttrium – ausgewählt, und deren Einfluss in binären Magnesium-Selten-Erden-Systemen auf die Ausbildung der Gefüge und Texturen beim Walzen aufzuzeigen. Dabei war es entscheidend, die Menge der Legierungselemente so zu variieren, dass sowohl Legierungen mit Zusammensetzungen im Mischkristallbereich als auch aus dem jeweiligen 2-Phasengebiet untersucht werden konnten. Dies ermöglichte, den Zusammenhang zwischen der Gefüge- und Texturausbildung und den im Magnesium gelösten Elementen bzw. den auftretenden Phasen herzustellen. Die Einsatzmengen reichten dabei elementabhängig von 0,003At% bis 0,5At%. Zur Vergleichbarkeit wurden Bleche aus Rein-Magnesium und Magnesium-Zink gewalzt, wobei auch der Zinkgehalt variiert wurde. Zusätzlich wurden Bleche aus den ternären Legierungssystemen Magnesium-Zink-Cer, Magnesium-Zink-Neodym und Magnesium-Zink-Yttrium gewalzt und hinsichtlich ihrer Gefüge- und Texturentwicklung untersucht. Dadurch konnten Rückschlüsse auf die Entstehung der Walztexturen der technisch genutzten mehrkomponentigen Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Systemen gezogen und eine Relation zu den binären Legierungen hergestellt werden.

Die Analyse der Gefüge und Texturen erfolgte zum einen unmittelbar nach dem letzten Walzstich, was Rückschlüsse auf Deformations- und Rekristallisationsmechanismen während der Verformung erlaubte. Zum anderen wurden an wärmebehandelten Proben das Rekristallisationsverhalten und die damit verbundene Gefüge- und Texturentwicklung untersucht. Dabei ließ sich Folgendes feststellen:

Die Zugabe von Cer, Neodym und Yttrium führte gleichermaßen zur Abschwächung der Walztextur in den binären Legierungen. Allerdings war die Einsatzmenge, ab der eine

signifikant schwächere Textur beobachtet werden konnte, legierungsabhängig und steht in Zusammenhang mit der Löslichkeit der Elemente in Magnesium. Je geringer die Löslichkeit ist, desto weniger Gehalt an dem Seltenen Erden Element war erforderlich. Die Abnahme der Texturintensität ging dabei einher mit der Bildung eines Doppelpeaks entlang der Walzrichtung der Basal-Polfigur, welcher auf eine gesteigerte Aktivität von nicht-basalen Versetzungsbewegungen, insbesondere von <c+a>-Gleitung, hinweist. Außerdem konnte eine Peak-Verbreiterung in Querrichtung beobachtet werden, was auf eine verstärkte Aktivierung von weiteren nicht-basalen Gleitsystemen, wie prismatische <a>-Gleitung, deutet. Gleichzeitig trat vermehrte Zwillingsbildung speziell von sekundären Zwillingen auf. Diese bildeten Ausgangspunkte sowohl für die Ausbildung von Verformungsbändern als auch für dynamische Keimbildung. Eine verstärkte Zwillingsbildung trat auch bei der Zugabe von Zink auf, jedoch wirkten die Zwillinge nicht als Initiatoren von den hier beobachteten Scherbändern, sondern verteilten sich relativ gleichmäßig über das Gefüge.

Bei der Rekristallisation während der Wärmebehandlung dieser Bleche wurden die Texturen weiter abgeschwächt, wobei sich die magnesium-typischen Basaltexturen ausbildeten. Allerdings wiesen sie eine wesentliche Verbreiterung in Querrichtung auf. Das Rekristallisationsverhalten wurde dabei von den Seltenen Erden bestimmt, die im Magnesium gelöst vorlagen, bzw. von den auftretenden Phasen. Das Yttrium mit der höchsten Löslichkeit reicherte sich vermehrt an Korngrenzen an und verursachte neben der Änderung des Deformationsverhaltens bei der Umformung einen Solute-Drag bei der statischen Rekristallisation. Dadurch wurde das Kornwachstum erheblich eingeschränkt und es entstanden feinkörnigere Gefüge. Die jeweilige Zugabe von Neodym und Cer führte in den Magnesiumlegierungen zur Bildung von Ausscheidungen, die auch hier die Korngrenzenmobilität einschränkten (Zener-Pinning) und so das Kornwachstum während der Rekristallisation hemmten. Es entwickelten sich also beim Walzen von binären Magnesium-Seltenen-Erden-Legierungen ab einer legierungsabhängigen Mindesteinsatzmenge an Seltenen Erden schwache Basaltexturen, die mit einem veränderten Deformationsverhalten, insbesondere gesteigerter <c+a>-Gleitung und Zwillingsbildung, und einer Hemmung des Kornwachstums in Zusammenhang stehen.

Erst die Kombination aus Zink und Seltenen-Erden bewirkte eine Änderung der Basaltextur und die Ausbildung der Querrichtungs-Komponente, die in ZE-Legierungen vorher beobachtet wurden. Dies konnte ebenfalls auf eine Modifikation der Deformationsmechanismen in Verbindung mit einer Änderung im Rekristallisationsverhalten zurückgeführt werden. Neben einer höheren Aktivität der nicht-basalen Gleitsysteme wurde eine signifikante Einschränkung der Basalgleitung beobachtet. Es bildete sich so der Doppelpeak entlang der Walzrichtung zusammen mit einem Minimum in Normalenrichtung in der (0002)-Polfigur aus. Die im Ansatz durch die Umformung entstandene Komponente in Querrichtung formte sich erst durch die Wärmebehandlung komplett aus. Dies bedeutet, dass die Verbindung von Zink und Seltenen Erden nicht nur die Rekristallisation hemmt, sondern auch ein bevorzugtes Kornwachstum von Körnern mit speziellen Orientierungen verursacht. Diese Veränderungen in der Texturentwicklung sind auch mit einem Mindestgehalt an Seltenen Erden verbunden, wobei die Magnesium-Zink-Cer-Bleche zeigen, dass das Verhältnis Selten-Erden-Element/Zink nicht zu vernachlässigen ist.

Die Gehalte an Seltenen Erden und die Kombination aus Seltenen Erden und Zink stehen bei der Entwicklung von Blechen aus Magnesium als Parameter zur Manipulation der entstehenden Blechtexturen zur Verfügung. Gerade die Abschwächung der Texturen verspricht eine verbesserte Umformbarkeit der Bleche [Yi2010a], wobei das Deformationsverhalten auch bei der Umformung entsprechend zum Tragen kommen wird. Es existieren mittlerweile erste Kenntnisse über die metallphysikalischen Wirkungen der Seltenen Erden, wie die Änderung der Stapelfehlerenergie durch Yttrium [Sandlöbes2012], dennoch bedürfen die wesentlich komplexeren Verhältnisse in den Magnesium-Zink-Seltenen-Erden-Legierungen weiterer Untersuchungen - zumal neuere Studien eine signifikante Abhängigkeit der Texturentwicklung dieser Systeme vom Walzprozess [Bohlen2012] und den Prozessparametern [Al-Samman2011] zeigen.

Die aus den Untersuchungen gewonnen Erkenntnisse über die grundlegenden Wirkungsweisen der Seltenen Erden Cer, Neodym und Yttrium auf die Texturentwicklung beim Walzen von Magnesium-Blechen, lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

- Durch die Zugabe von Cer, Neodym oder Yttrium werden während des Walzens Zwillingsbildung und nicht-basale Versetzungsbewegungen (<c+a>-Gleitung) verstärkt aktiviert.

- Während der Rekristallisation kommt es verstärkt zur Keimbildung an Zwillingen und Scherbändern, wobei das Kornwachstum durch die Wirksamkeit von Zener-Pinning (Cer und Neodym) oder Solute-Drag (Yttrium) gehemmt wird.

- Durch die Veränderungen des Deformations- und Rekristallisationsverhaltens lassen sich die starken Basaltexturen signifikant abschwächen, wobei sich die Anlage einer Querrichtungskomponente bildet.

- Die Seltenen Erden in Verbindung mit Zink erhöhen die Aktivität pyramidaler und prismatischer Gleitsystem während der Umformung. Bei der Rekristallisation lässt sich eine Hemmung des Kornwachstums in Verbindung mit dem Wachstum bevorzugter Orientierungen nachweisen, so dass sich, neben der Randomisierung der Textur, eine ausgeprägte Querrichtungskomponente bildet.

Insgesamt bieten somit die Seltenen Erden, insbesondere in Verbindung mit Zink, ein großes Potential für ein erfolgreiches Texturdesign von Magnesiumknetlegierungen. Dabei ist es nicht entscheidend, welches Seltene Erden Element verwendet wird. Ausschlaggebend ist vielmehr die Menge, da schon geringe Konzentrationsänderung die Gefüge- und Texturentwicklung signifikant beeinflussen. Für die Magnesium-Blechherstellung bedeutet dies zum einen, dass auf eine sorgfältige Zusammenstellung der Legierungen geachtet werden muss. Zum anderen zeigt die Möglichkeit der Substitution der Seltenen Erden untereinander, beispielsweise von Yttrium durch Cer, bei dementsprechender Anpassung der Einsatzmenge einen aussichtsreichen Weg zu Kostenersparnissen bei der Blechproduktion.

7 Symbolverzeichnis

a_1, a_2 , c	Gitterkonstanten
b	Burgers-Vektor
f	Volumenanteil
G	freie Enthalpie
ΔG_V	Änderung der freien Enthalpie
K_1, K_2, K_2’	Zwillingsebenen
m	Schmid-Faktor
p	Druck auf Korngrenze
p_Z	Zener-Kraft
r_C	kritischer Keimradius
r_{CKG}	kritischer Radius der beweglichen Korngrenzfläche
r_p	Teilchenradius
s	Scherbetrag

α, β, γ	Raumwinkel in Elementarzelle
γ	spez. Grenzflächenenergie
η_1, η_2, η_2’	Richtungen der Schnittlinien der Ebenen K_1, K_2, K_2’ mit der Scherebene
κ	Winkel zwischen Normalenrichtung der Gleit- oder Zwillingsebene und der äußeren Kraft
λ	Winkel der Gleitrichtung mit der äußeren Kraft
ρ	Versetzungsdichte
σ	angelegte Spannung
τ	Schubspannung
ψ	Kippwinkel (0…90°)
φ	Rotationswinkel (0…360°)

8 Literaturverzeichnis

[Agnew2001] Agnew, S.R., Yoo, M.H., Tomé, C.N.: Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y, Acta Materialia 49 (2001) S. 4277–4289.

[Agnew2005] Agnew, S.R., Duygulu, Ö.: Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B, International Journal of Plasticity 21 (2005) S. 1161–1193.

[Aldinger1979] Aldinger, F.: Flow and fracture of single crystals, in: Beryllium Science and Technology Bd. 1: Hrsg.: Webster, D., London, G.J., Plenum Press, New York und London (1979) S. 30-33.

[Al-Samman2008] Al-Samman, T., Gottstein, G.: Room temperature formability of a magnesium AZ31 alloy: Examining the role of texture on the deformation mechanisms, Materials Science and Engineering A 488 (2008) S. 406–414.

[Al-Samman2011] Al-Samman, T., Li, X.: Sheet texture modification in magnesium-based alloys by selective rare earth alloying, Materials Science and Engineering A 528 (2011) S. 3809-3822.

[Bailey1962] Bailey, J. E., Hirsch, P. B.: The recrystallization process in some polycrystalline metals, in: Proceedings of the Royal Society of London A267 (1962) S. 11-30.

[Ball1994] Ball, E.A., Prangnell, P.B.: Tensile-compressive yield asymmetries in high strength wrought magnesium, Scripta Metallurgica et Materialia, 31 (1994) S. 111-116.

[Barnett2001] Barnett, M.R.: Influence of deformation conditions and texture on the high temperature flow stress of magnesium AZ31, Journal of Light Metals 1 (2001) 167-177.

[Barnett2004] Barnett, M.R., Nave, M.D., Bettles, C.J.: Deformation microstructures and textures of some cold rolled Mg alloys, Materials Science and Engineering A 386 (2004) S. 205-211.

[Barnett2005] Barnett, M.R., Keshavarz, Z., Nave, M.D.: Microstructural Features of Rolled Mg-3Al-1Zn, Metallurgical and Materials Transactions 36A (2005) S.1697-1704.

[Bohlen2007] Bohlen, J., Nürnberg, M.R., Senn, J., Letzig, D., Agnew, S.R.: The texture and anisotropy of magnesium–zinc–rare earth alloy sheets, Acta Materialia 55 (2007) 2101-2112.

[Bohlen2012] Bohlen, J., Hantzsche, K., Kainer, K.U., Wendt, J., Fuskova, L., Boelhauve, P., Letzig, D.: Microstructure and texture development during rolling of ternary Mg-Zn alloys containing rare earth elements, in: Magnesium 2012 - Proceedings of the 9th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications, Hrsg.: Poole, W.J., Kainer, K.U., Warrendale (2012) S. 517 - 523.

[Bunge1969] Bunge, H.-J.: Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie-Verlag, Berlin (1969).

[Chun2012] Chun, Y.B., Davies, C.H.J.: Texture effects on development of shear bands in rolled AZ31 alloy, Materials Science and Engineering A556 (2012) S. 253-259.

[Clark1965] Clark, J.B.: Transmission electron microscopy study of age hardening in a Mg-5wt.%Zn alloy, Acta Metallurgica 13 (1965) S. 1281-1289.

[Cottam2008] Cottam, R., Robson, J., Lorimer, G., Davis, B.: Dynamic recrystallization of Mg and Mg-Y alloys: Crystallographic texture development, Materials Science and Engineering A 485 (2008) S. 375-382.

[Couret1991] Couret, A., Caillard, D., Püschl, W., Schoeck, G.: Prismatic glide in divalent h.c.p. metals, Philosophical Magazine A 63 (1991) S. 1045-1057.

[delValle2003] del Valle, J.A. , Pérez-Prado, M.T., Ruano, O.A.: Texture evolution during large-strain hot rolling of the Mg AZ61 alloy, Materials Science and Engineering A355 (2003) S. 68-78.

[Dobron2011] Dobroň, P., Chemlík, F., Yi, S., Parfenenko, K., Letzig, D., Bohlen, J.: Grain size effects on deformation twinning in an extruded magnesium alloy tested in compression, Scripta Materialia 65 (2011) S. 424-427.

[Dreyer2010] Dreyer, C.E., Chiu, W.V., Wagoner, R.H., Agnew, S.R.: Formability of a more randomly textured magnesium alloy sheet: Application of an improved warm sheet formability test, Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) S. 37-47.

[Fang2008] Fang, X., Yi, D., Luo, W., Wang, B., Zhang, X., Zheng, F.: Effects of yttrium on recrystallization and grain growth of Mg-4.9Zn-0.7Zr alloy, Journal of Rare Earths 26 (2008) S. 392-397.

[Frank1955] Frank, F. C., Thompson, N.: On deformation by twinning, Acta Metallurgica 3 (1955) S. 30-33.

[Galiyev2001] Galiyev, A., Kaibyshev, R., Gottstein, G.: Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60, Acta Materialia 49 (2001) S. 1199–1207.

[Gottstein1979] Gottstein, G., Zabardjadi, D., Mecking, H.: Dynamic recrystallization in tension deformed single crystals, Metal Science 13 (1979) S. 223-227.

[Gottstein1984] Gottstein, G. (Hrsg.), Rekristallisation metallischer Werkstoffe, DGM, Oberursel (1984).

[Gottstein2007] Gottstein, G.: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, 3.Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2007).

[Hadorn2012a] Hadorn, J.P., Hantzsche, K., Yi, S., Bohlen, J., Letzig, D., Wollmershauser, J.A., Agnew, S.R.: Role of solute in the texture modification during hot deformation of Mg-rare earth alloys, Metallurgical and Materials Transactions A 43 (2012) S.1347-1362.

[Hadorn2012b] Hadorn, J.P., Hantzsche, K., Yi, S., Bohlen, J., Letzig, D., Agnew, S.R.: Effect of solute and second-phase particles on the texture of Nd-containing Mg alloys, Metallurgical and Materials Transactions A 43 (2012) S. 1363-1375.

[Hadorn2013] Hadorn, J.P., Mulay, R.P., Hantzsche, K., Yi, S., Bohlen, J., Letzig, D., Agnew, S.R.: Texture weakening effects in Ce-containing Mg alloys, Metallurgical and Materials Transactions A 44 (2013) S. 1566-1576.

[Hantzsche2007] Hantzsche, K., Kurz, G., Bohlen, J., Kainer, K.U., Letzig, D.: Magnesium sheet alloys for structural applications, in: Proceedings of the Light Metals Technology Conference, Hrsg.: Sadayappan, K., Sahoo, M., Saint-Sauveur (2007) S. 189-200.

[Hantzsche2009] Hantzsche, K., Wendt, J., Kainer, K.U., Bohlen, J., Letzig, D.: Effect of process parameters and alloy composition on texture development and mechanical properties of magnesium sheets, JOM 61 (2009) S. 38-42.

[Hantzsche2010] Hantzsche, K., Bohlen, J., Wendt, J., Kainer, K.U., Yi, S., Letzig. D.: Effect of rare earth additions on microstructure and texture development of magnesium alloy sheets, Scripta Materialia 63 (2010) S. 725-730.

[Heiple1987] Heiple, C.R., Carpenter, S.H.: Acoustic emission produced by deformation of metals and alloys – a review. Part I, Journal of Acoustic Emission 6 (1987) S.177-204.

[Humphreys1977] Humphreys, F.J.: The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium, Acta Metallurgica 25 (1977) S. 1323-1344.

[Humphreys1996] Humphreys, F.J., Hatherly, M.: Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier Ltd., Oxford (1996).

[Humphreys1997] Humphreys, F. J.: A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - II. The effect of second-phase particles, Acta Materialia 45 (1997) S. 5031-5039.

[Hutchinson1974] Hutchinson, W.B.: Development of textures in recrystallization, Metal Science 8 (1974) S. 185-196.

[Ion1982] Ion, S. E., Humphreys, F. J., White, S. H.: Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium, Acta Metallurgica 30 (1982) S. 1909-1919.

[Jin2006] Jin, Q., Shim, S., Lim, S.: Correlation of microstructural evolution and formation of basal texture in a coarse grained Mg–Al alloy during hot, Scripta Materialia 55 (2006) S. 843-846.

[Kim2005] Kim, S.-H., You, B.-S., Yim, C.D., Seo, Y.-M.: Texture and microstructure changes in asymmetrically hot rolled AZ31 magnesium alloy sheets, Materials Letters 59 (2005) S.3876-3880.

[Kolpasnikov1979] Kolpasnikov, A.I.: Prokatka listov iz legkich splavov, Metallurgija , Moskva (1979).

[Kree2004] Kree, V., Bohlen, J., Letzig, D., Kainer, K.U.: The Metallographical Examination of Magnesium Alloys, Practical Metallography 41 (2004) S. 233-246.

[Laser2008] Laser, T., Hartig, Ch., Nürnberg, M.R., Letzig, D., Bormann, R.: The influence of calcium and cerium mischmetal on the microstructural evolution of Mg–3Al–1Zn during extrusion and resulting mechanical properties, Acta Materialia 56 (2008) S. 2791-2798.

[Lee2008] Lee, J.Y., Lim, H.K., Kim, D.H., Kim, W.T., Kim, D.H.: Effect of icosahedral phase particles on the texture evolution in Mg-Zn-Y alloys, Materials Science and Engineering A 491 (2008) S. 349-355.

[Mackenzie2007] Mackenzie, L.W.F., Davis, B., Humphreys, F.J., Lorimer, G.W.: The deformation, recrystallisation and texture of three magnesium alloy extrusions, Materials Science and Technology 23 (2007) S. 1173-1180.

[Mackenzie2008a] Mackenzie, L.W.F., Pekguleryuz, M.: The influences of alloying additions and processing parameters on the rolling microstructures and textures of magnesium alloys, Materials Science and Engineering A 480 (2008) S. 189-197.

[Mackenzie2008b] Mackenzie, L.W.F., Pekguleryuz, M.O.: The recrystallization and texture of magnesium-zinc-cerium alloys, Scripta Materialia 59 (2008) S. 665-668.

[Massalski1986] Massalski, Th.B. (Ed.): Binary alloy phase diagrams, Bd. 1+2, ASM, Metals Park Ohio (1986).

[Minonishi1982] Minonishi, Y., Ishioka, S., Koiwa, M. Morozumi, S.: The core structure of a 1/3 (-1-123)[11-22] edge dislocation under applied shear stress in an hcp model crystal, Philosophical Magazine A 45 (1982) S. 835-850.

[Nadella2003] Nadella, R. K., Samajdar, I., Gottstein, G.: Static recrystallisation and textural changes in warm rolled pure magnesium, in: Magnesium2006 – Proceedings of 6th Intern. Conf. Magnesium Alloys and their Applications, Hrsg.: Kainer, K. U., Wiley-VCH, Weinheim (2003) S. 1052-1057.

[Nave2004] Nave, M. D., Barnett, M.R.: Microstructures and textures of pure magnesium deformed in plane-strain compression, Scripta Materialia 51 (2004) S. 881–885.

[Obara1973] Obara, H., Yoshinga, S., Morozumi, S.: {11-22}⟨-1-123⟩ slip system in magnesium, Acta Metallurgica 21 (1973) S. 845-853.

[Orowan1942] Orowan, E.,: A type of plastic deformation new in metals, Nature 149 (1942) S. 643-644.

[Partridge1967] Partridge, P. G.: The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals, Metallurgical reviews 12 (1967) S. 169-194.

[Roberts1966] Roberts, E., Partridge, P.G.: The accomodation around {10-12}⟨-1011⟩ twins in magnesium, Acta Metallurgica 14 (1966) S. 513-527.

[Robson2009] Robson, J.D., Henry, D.T., Davis, B.: Particle effects on recrystallization in magnesium–manganese alloys: Particle-stimulated nucleation, Acta Materialia 57 (2009) S. 2739-2747.

[Robson2011] Robson, J.D., Henry, D.T., Davis, B.: Particle effects on recrystallization in magnesium–manganese alloys: Particle pinning, Materials Science and Engineering A 528 (2011) S. 4239-4247.

[Rokhlin2003] Rokhlin, L.L.: Magnesium alloys containing rare earth metals: structure and properties, Advances in metallic alloys, Bd. 3, Hrsg.: Fridlyander, J.N., Eskin, D.G., Taylor & Francis, London, New York (2003) .

[Rosenbaum1964] Rosenbaum, H.S.: Nonbasal slip in hcp metals and its relation to mechanical twinning, in: Deformation twinning, Hrsg.: Reed-Hill, R. E., Rosi, J.P., Rodgers, H. C., Gordon and Breach Science Publishers, New York, London, Bd. 25 (1964) S. 43-76.

[Sandlöbes2011] Sandlöbes, S., Zaefferer, S., Schestakow, I., Yi, S., Gonzalez-Martinez, R.: On the role of non-basal deformation mechanisms for the ductility of Mg and Mg–Y alloys, Acta Materialia 59 (2011) S. 429-439.

[Sandlöbes2012] Sandlöbes, S., Friák, M., Zaefferer, S., Dick, A., Yi, S., Letzig, D., Pei, Z., Zhu, L.-F., Neugebauer, J., Raabe, D.: The relation between ductility and stacking fault energies in Mg and Mg-Y alloys, Acta Materialia 60 (2012) S. 3011-3021.

[Sanjari2013] Sanjari, M., Farzadfar, S.F., Sakai, T., Utsunomiya, H., Essadiqi, E., Jung, In-Ho, Yue, S.: Microstructure and texture evolution of Mg-Zn-Ce magnesium alloys sheets and associated restoration mechanisms during annealing, Materials Science and Engineering A 561 (2013) S. 191-202.

[Schmid1936] Schmid, E., Boas, W.: Kristallplastizität, Springer-Verlag Berlin (1936).

[Senn2006] Senn, J.W., Agnew, S.R.: Texture randomization during thermomechanical processing of a magnesium-yttrium-neodymium alloy, in Proceedings of Magnesium Technology in the Global Age, Hrsg.: Pekguleryuz, M.O., Mackenzie, L.W.F., Canadian Institute of Mining, Metallurgy & Petroleum (C I M) (2006) S. 115-130.

[Senn2008] Senn, J. W., Agnew, S. R.: Texture randomization of magnesium alloys containing rare earth elements, in: Magnesium Technology, Hrsg.: Pekguleryuz, M.O., Neelameggham, N.R., Beals, R.S., Nyberg, E.A., TMS (The Minerals, Metals & Materials Soc.) Warrendale (2008) S. 153-158.

[Sestak1979] Sestack, B.: Plasticity and crystal structure, in: Proceedings of the 5th International Conference on Strength of Metals and Alloys, Aachen, Hrsg.: Haasen, P., Gerold, V., Kostorz, G., 3 (1979) S. 1461-1482.

[Stanford2008a] Stanford, N., Barnett, M.R.: The origin of “rare earth” texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility, Materials Science and Engineering A496 (2008) S. 399-408.

[Stanford2008b] Stanford, N., Barnett, M.R.: Effect of composition on the texture and deformation behaviour of wrought Mg alloys, Scripta Materialia 58 (2008) S. 179–182.

[Stanford2009] Stanford, N., Gang, S., Beer, A., Ringer, S., Barnett, M.R.: Recrystallisation Texture Weakening in Mg Alloyed with Misch Metal - Effect of Deformation Mode, Strain and Initial Grain Size, in: Magnesium2009 - Proceedings of 8th International Conference on Magnesium alloys and their Applications, Hrsg. Kainer, K.U., Weimar (2009) S. 19-24.

[Stanford2010] Stanford, N., Atwell, D., Barnett, M.R.: The effect of Gd on the recrystallisation, texture and deformation behaviour of magnesium-based alloys, Acta Materialia 58 (2010) S. 6773-6783.

[Stohr1972] Stohr, J. F., Poirier, J.P.: Etude en microscopie electronique du glissement pyramidal {11-22}⟨11-23⟩ dans le magnesium, Philosophical Magazine 25 (1972) S. 1313-1329.

[Suzuki1998] Suzuki, M., Sato, H., Maruyama, K., Oikawa, H: Creep behavior and deformation microstructures of Mg–Y alloys at 550 K, Materials Science and Engineering A252 (1998) S. 248–255.

[Suzuki2001] Suzuki, M., Sato, H., Maruyama, K., Oikawa, H.: Creep deformation and dislocation substructures of Mg-Y binary alloys, Materials Science & Enginneering A 319-321 (2001) S. 751-755.

[Suzuki2003] Suzuki, M., Kimura, T., Koike, J. and Maruyama, K.: Strengthening effect of Zn in heat resistant Mg–Y–Zn solid solution alloys, Scripta Materialia 48 (2003) S. 997–1002.

[Tenckhoff1980] Tenckhoff, E.: Verformungsmechanismen, Textur und Anisotropie in Zirkonium und Zircaloy, Geb. Borntraeger Berlin, Stuttgart, Metallkundlich-Technische Reihe Bd. 5 (1980).

[USS1957] United States Steel Corporation: Making, Shaping and Treating of Steel, 7th edition. U. S. Steel Corp., Pittsburgh, PA (1957) S. 386.

[Verma2009] Verma, R., Carter, J.T., Krajewski, P.E.: High-Temperature Deformation Behavior of three rolled Sheets of Magnesium Alloy AZ31, in: Magnesium Technology, Proceedings of TMS Annual Meeting 2009, Hrsg.: Nyberg, E.A., Agnew, S.R., Neelameggham, N.R., Pekguleryuz, M.O., TMS (The Minerals, Metals & Materials Soc.) Warrendale (2009) S. 399-403.

[Wassermann1962] Wassermann, G., Grewen, J.: Texturen metallischer Werkstoffe, Springer Verlag, Berlin (1962).

[Wendt2009] Wendt, J., Kainer, K.U., Arruebarrena, G., Hantzsche, K., Bohlen, J., Letzig, D.: On the microstructure and texture of RE-containing magnesium alloys, in Magnesium Technology, Proceedings of TMS Annual Meeting 2009, Hrsg.: Nyberg, E.A., Agnew, S.R., Neelameggham, N.R., Pekguleryuz, M.O., TMS (The Minerals, Metals & Materials Soc.) Warrendale (2009) S. 289-293.

[Wendt2010] Wendt, J., Hantzsche, K., Bohlen, J., Kainer, K. U., Yi, S., Letzig, D.: Development of the Microstructure and Texture of Magnesium Alloy ZEK100 during Hot Rolling**,** Materials Science Forum 654-656 (2010) S. 580-585.

[White1980] White, S. H., Burrows, S. E., Carreras, J., Shaw, N. D., Humphreys, F. J.: On mylonites in ductile shear zones, Journal of Structural Geology 2 (1980) S. 175-187.

[Yang2003] Yang, P., Cui, F., Ma, S., Gottstein, G.: Influence of initial textures on dynamic recrystallization and textures in AZ31 magnesium alloys, Transactions of Nonferrous Metals Society of China 13 (2003) S. 504-508.

[Yang2009] Yang, M., Pan, F., Chenga, L., Shena, J.: Effects of cerium on as-cast microstructure and mechanical properties of Mg–3Sn–2Ca magnesium alloy, Materials Science and Engineering A 512 (2009) S.132–138.

[Yasi2012] Yasi, J.A., Hector Jr., L.G., Trinkle, D.R.: Prediction of thermal cross-slip stress in magnesium alloys from a geometric interaction model, Acta Materialia 60 (2012) S.2350-2358.

[Yi2009] Yi, S., Schestakow, I., Zaefferer, S.: Twinning-related microstructural evolution during hot rolling and subsequent annealing of pure magnesium, Materials Science and Engineering A 516 (2009) S. 58–64.

[Yi2010a] Yi, S., Letzig, D., Hantzsche, K., Gonzalez Martinez, R., Bohlen, J., Schestakow, I., Zaefferer, S.: Improvement of magnesium sheet formability by alloying addition of rare earth elements. In: Materials Science Forum, THERMEC 2009, 638-642 (2010) S. 1506-1511.

[Yi2010b] Yi, S., Bohlen, J., Heinemann, F., Letzig, D.: Mechanical anisotropy and deep drawing behaviour of AZ31 and ZE10 magnesium alloy sheet, Acta Materialia 58 (2010) S. 592-605.

[Yoo2001] Yoo, M.H., Agnew, S.R., Morris, J.R., Ho, K.M.: Non-basal slip systems in HCP metals and alloys: source mechanisms, Materials Science and Engineering A319–321 (2001) S. 87–92.

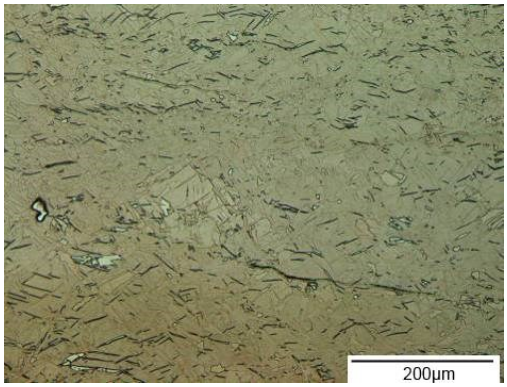
[Yukutake2003] Yukutake, E., Kaneko, J., Sugamata, M.: Anisotropy and Non-Uniformity in Plastic Behavior of AZ31 Magnesium Alloy Plates, Materials Transactions 44 (2003) S. 452-457.

9 Anhang

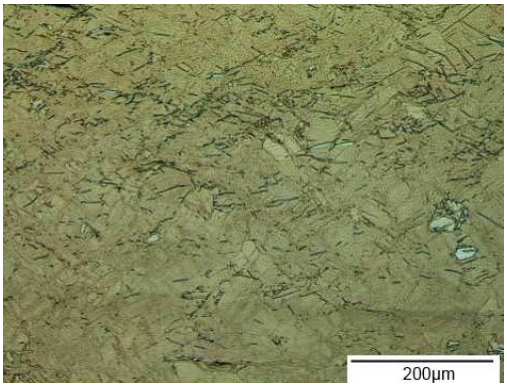
A.1 Übersichten der Mikrostrukturen im gewalzten und wärmebehandelten Zustand der binären Magnesium-Seltenen-Erden Legierungen

A1.1 Mikrostrukturen der Bleche des Systems Mg-Y

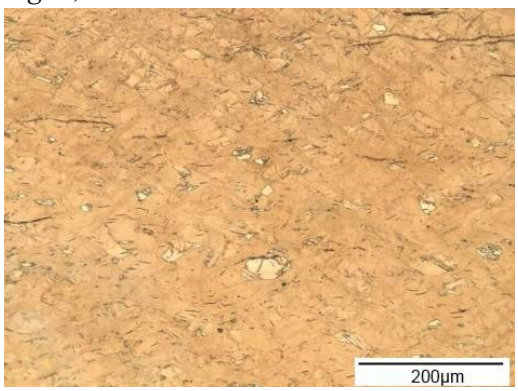
MgY0,003



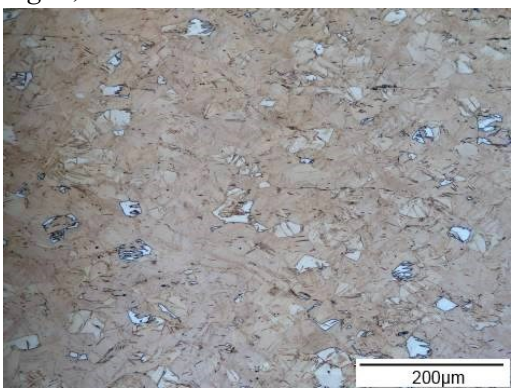
MgY0,03



MgY0,2



MgY0,3

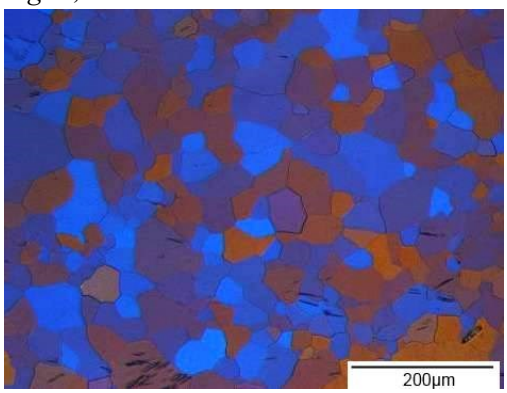


MgY0,8

→ WR

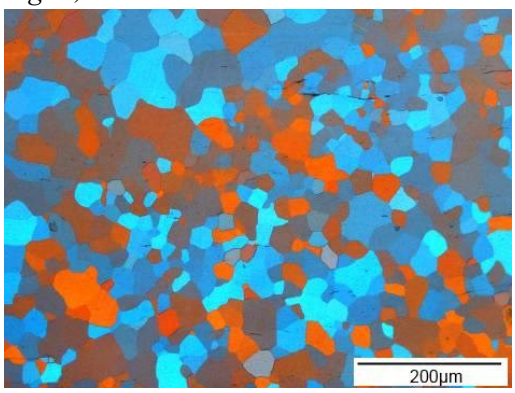
Abbildung 9-1: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgY0,003, MgY0,03, MgY0,2, MgY0,3 und MgY0,8 jeweils im gewalzten Zustand

MgY0,003



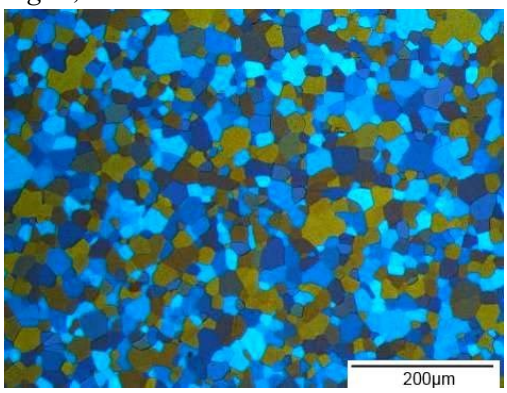
Korngröße: 38µm

MgY0,03



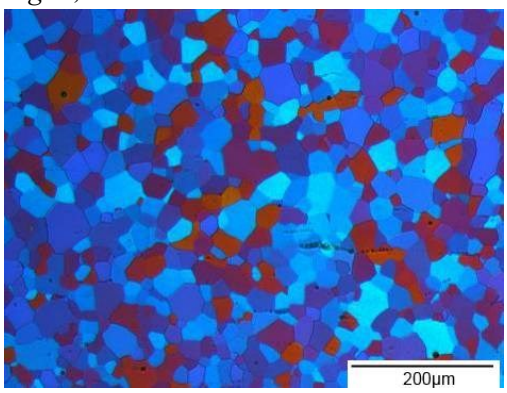
Korngröße: 21µm

MgY0,2



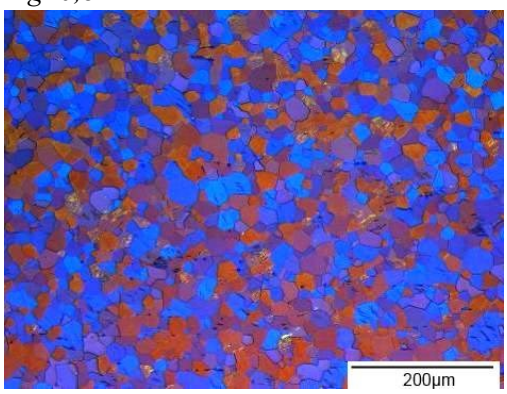
Korngröße: 15µm

MgY0,3



Korngröße: 19µm

MgY0,8



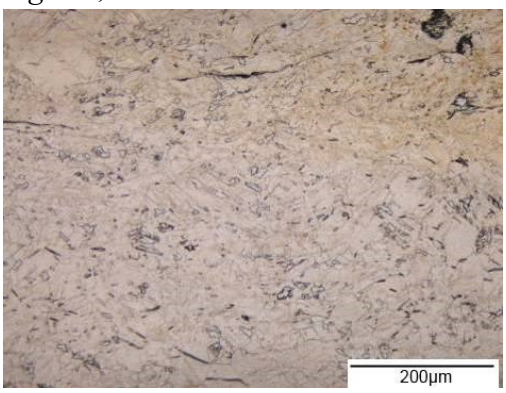
Korngröße: 15µm

→ WR

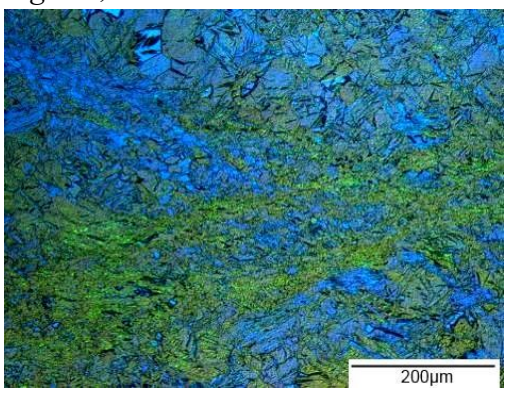
Abbildung 9-2:Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgY0,003, MgY0,03, MgY0,2, MgY0,3 und MgY0,8 jeweils nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C (polarisiertes Licht)

A1.2 Mikrostrukturen der Bleche des Systems Mg-Nd

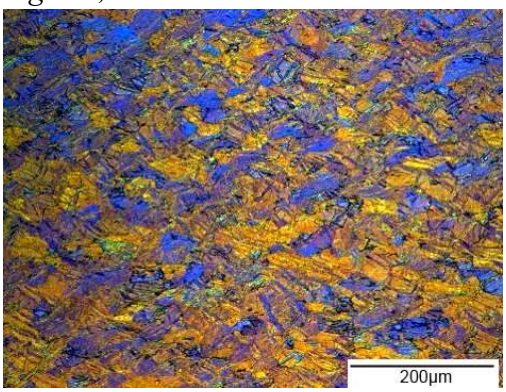
MgNd0,006



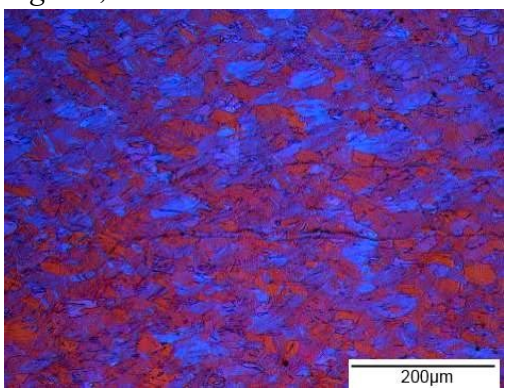
MgNd0,01



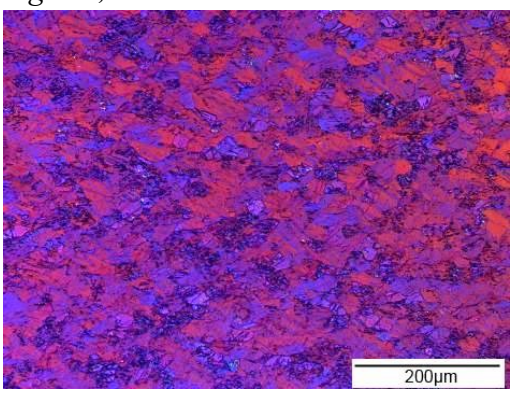
MgNd0,04



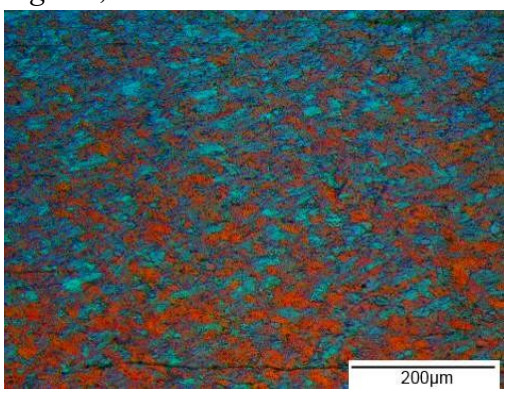
MgNd0,09



MgNd0,2



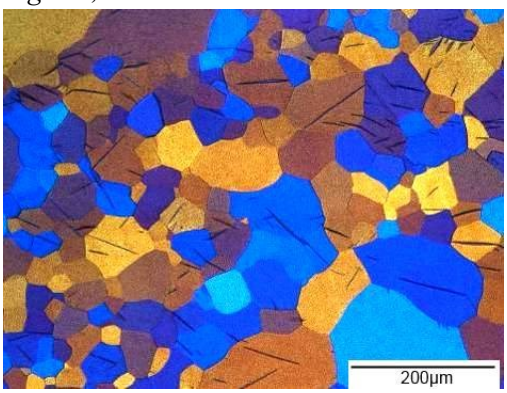
MgNd0,3



→ WR

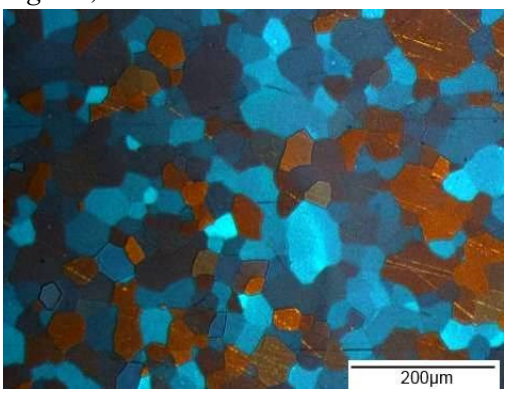
Abbildung 9-3: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgNd0,006, MgNd0,01, MgNd0,04, MgNd0,09, MgNd0,2 und MgNd0,3 jeweils im gewalzten Zustand (teilweise polarisiertes Licht)

MgNd0,006



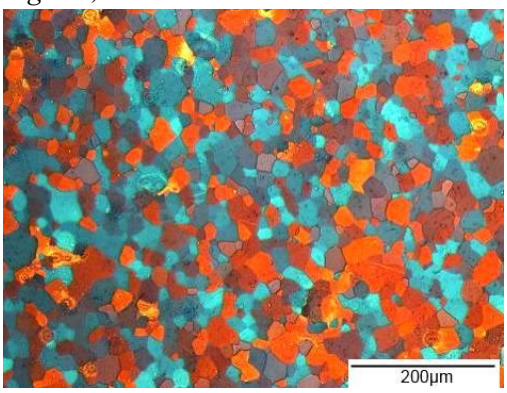
Korngröße: 47µm

MgNd0,01



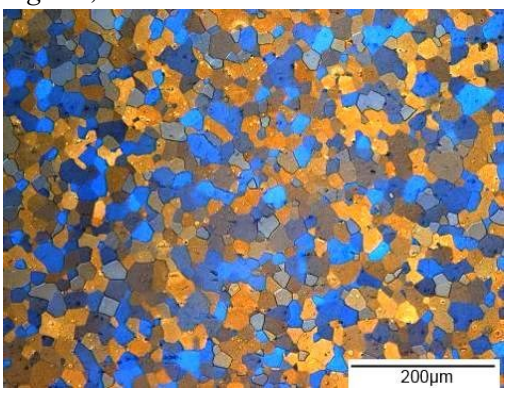
Korngröße: 31µm

MgNd0,04



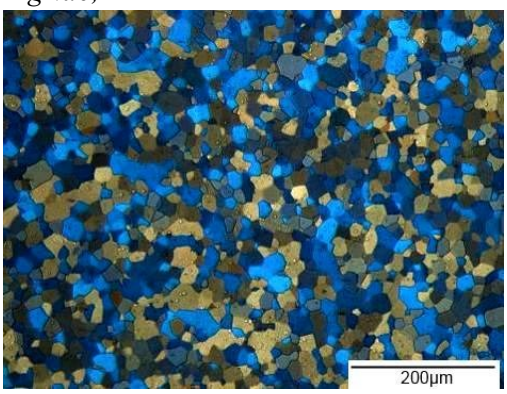
Korngröße: 16µm

MgNd0,09



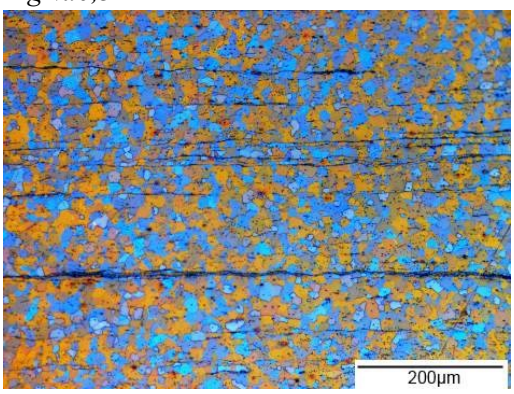
Korngröße: 15µm

MgNd0,2



Korngröße: 15µm

MgNd0,3



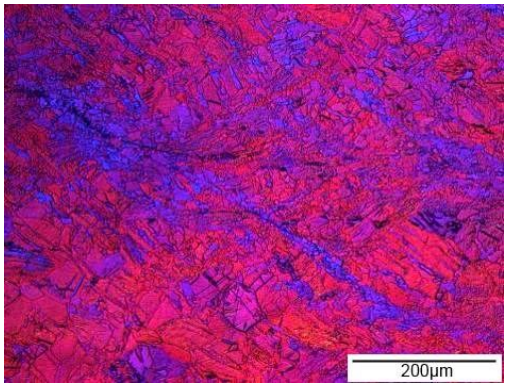
Korngröße: 8µm

→ WR

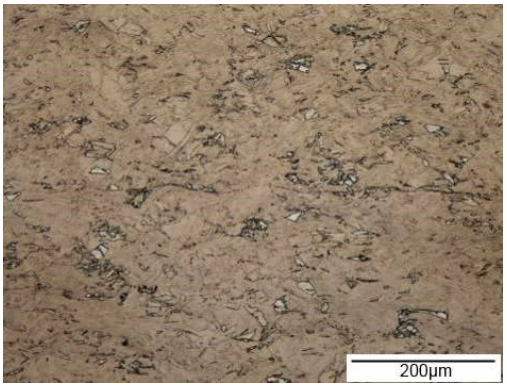
Abbildung 9-4: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgNd0,006, MgNd0,01, MgNd0,04, MgNd0,09, MgNd0,2 und MgNd0,3 jeweils nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C (polarisiertes Licht)

A1.3 Mikrostrukturen der Bleche des Systems Mg-Ce

MgCe0,006

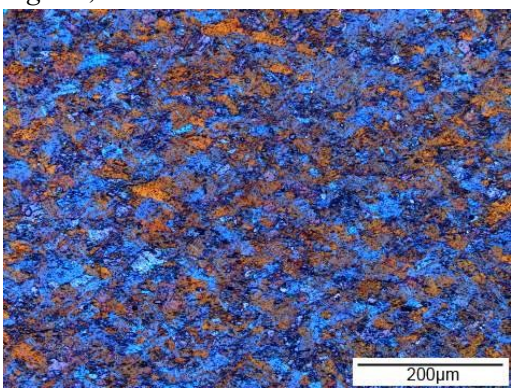


MgCe0,01

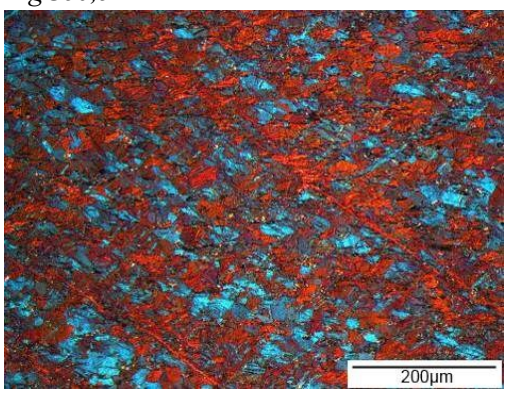


MgCe0,04

MgCe0,2



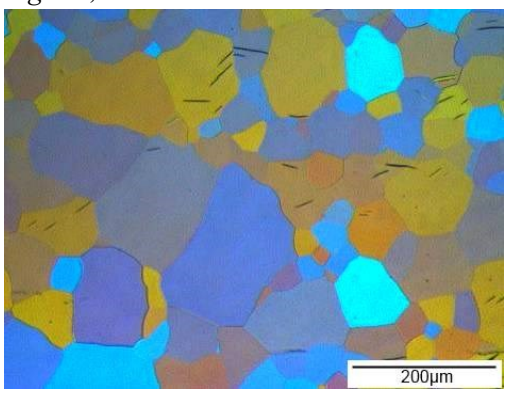
MgCe0,5



→ WR

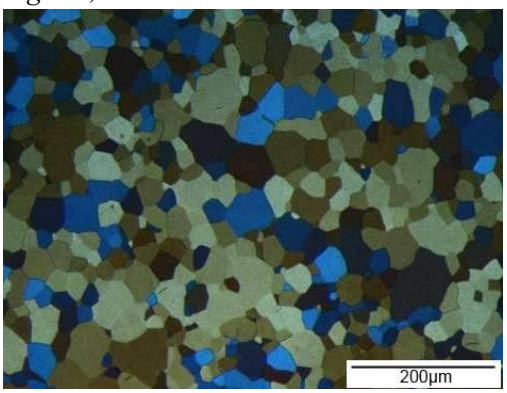
Abbildung 9-5: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgCe0,006, MgCe0,01, MgCe0,04, MgCe0,2 und MgCe0,5 jeweils im gewalzten Zustand (teilweise polarisiertes Licht)

MgCe0,006



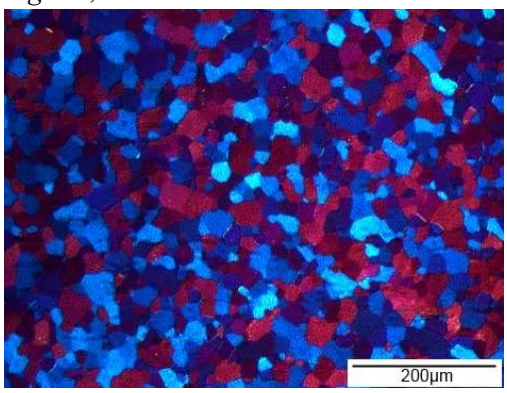
Korngröße:60µm

MgCe0,01



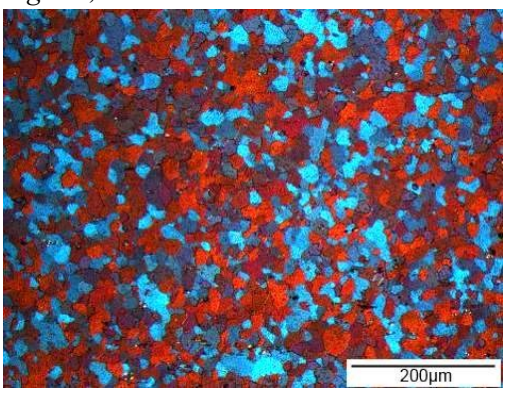
Korngröße: 24µm

MgCe0,04



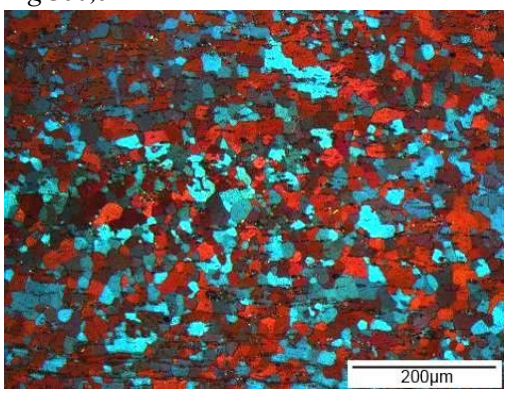
Korngröße: 16µm

MgCe0,2



Korngröße: 12µm

MgCe0,5



Korngröße: 13µm

→ WR

Abbildung 9-6: Metallographische Gefügeaufnahmen an den Blechen MgCe0,006, MgCe0,01, MgCe0,04, MgCe0,2 und MgCe0,5 jeweils nach der Wärmebehandlung von 20min bei 400°C (polarisiertes Licht)

A.2 Details der EDX-Analyse der Magnesium-Bleche

Tabelle 9-1: EDX-Messungen von repräsentativen Partikeln P der Legierungen MgY0,003, MgY0,03 und MgY0,2; Angaben der Werte in atom%

Legierung	P	Mg	Nd	Ce	Y	O	Al	Si	Zr	Fe	Sonstige
MgY0,003	1	84,83	-	-	0,36	13,66	-	0,12	1,03	-	-
	2	90,47	-	-	0,15	8,13	-	0,52	0,73	-	-
	3	92,02	-	-	0,24	7,07	-	0,45	0,22	-	-
MgY0,03	1	88,77	-	-	0,34	10,40	-	0,23	-	-	F*
	2	86,87	-	-	9,69	1,61	-	0,72	-	-	Cd*, F*, Ca
	3	83,14	-	-	2,71	10,15	-	1,03	2,32	-	F*
MgY0,2	1	35,87	-	-	16,32	32,65	-	1,02	-	-	F*, Na*, Ca
	2	52,14	-	-	10,81	27,47	-	0,84	-	-	F*, Na*, Po*, Cd*
	3	48,83	-	-	12,16	28,40	-	0,88	-	-	F*, Na*, Po*, Cd*
	4	60,76	-	-	8,89	27,14	-	0,80	-	-	F*, Na*, Cd*
	5	86,95	-	-	10,05	2,33	-	0,67	-	-	-
MgY0,3	1	54,59	-	-	10,78	31,17	-	0,84	-	-	F*, S*
	2	27,27	-	-	16,87	33,70	-	1,17	-	-	F*

*Elemente sind Rückstände aus der Probenpräparation (elektro-chem. Polieren)

Tabelle 9-2: EDX-Messungen von repräsentativen Partikeln P der Legierungen MgCe0,006, MgCe0,01 und MgCe0,04; Angaben der Werte in atom%

Legierung	P	Mg	Nd	Ce	Y	O	Al	Si	Zr	Fe	Sonstige
MgCe0,006	1	92,50	-	-	-	1,71	-	-	4,26	-	N
	2	92,54	-	5,65	-	1,59	-	-	0,22	-	-
	3	92,91	-	1,59	-	5,49	-	-	0,01	-	-
MgCe0,01	1	75,94	-	0,06	-	23,06	-	-	1,34	-	-
	2	82,76	-	0,15	-	12,73	-	-	4,35	-	-
	3	91,24	-	2,43	-	6,24	-	-	0,09	-	-
	4	97,19	-	1,46	-	1,36	-	-	-	-	-
MgCe0,04	1	89,89	-	2,82	-	3,50	-	3,79	-	-	-
	2	93,13	-	1,84	-	4,90	-	0,13	-	-	-
	3	88,19	-	3,53	-	3,51	-	4,77	-	-	-

Tabelle 9-3: EDX-Messungen von repräsentativen Partikeln P der Legierungen MgNd0,006, MgNd0,01, MgNd0,04 und MgNd0,09; Angaben der Werte in atom%

Legierung	P	Mg	Nd	Ce	Y	O	Al	Si	Zr	Fe	Sonstige
MgNd0,006	1	94,18	1,11	-	-	1,89	-	0,41	0,72	-	Cu, Zn
	2	97,30	1,64	-	-	0,99	-	0,05	0,02	-	-
MgNd0,01	1	85,04	1,39	-	-	7,55	-	3,02	-	2,60	S*
	2	86,45	0,04	-	0,09	5,17	-	-	-	-	S*, F*
	3	97,57	1,12	-	-	0,60	-	-	-	0,71	-
	4	97,40	1,73	-	-	0,66	-	-	-	0,21	-
MgNd0,04	1	91,34	3,57	-	-	4,04	-	0,14	-	0,50	S*
	2	93,70	5,33	-	-	0,68	-	0,05	-	0,24	-
	3	98,72	0,60	-	-	0,52	-	0,06	-	0,11	-
	4	97,42	1,17	-	-	1,26	-	0,08	-	0,07	-
MgNd0,09	1	71,25	4,00	-	-	14,84	0,64	9,24	-	0,02	-
	2	18,44	47,89	-	-	21,60	2,06	7,35	-	2,65	-
	3	98,85	0,36	-	-	0,75	-	-	-	0,03	-

*Elemente sind Rückstände aus der Probenpräparation (elektro-chem. Polieren)

A.3 Thermodynamische Simulationen der TU Clausthal (Prof. Schmid-Fetzer und Dr. Gröbner)

A.3.1 Phasendiagramme

A.3.1.1 System Magnesium-Yttrium

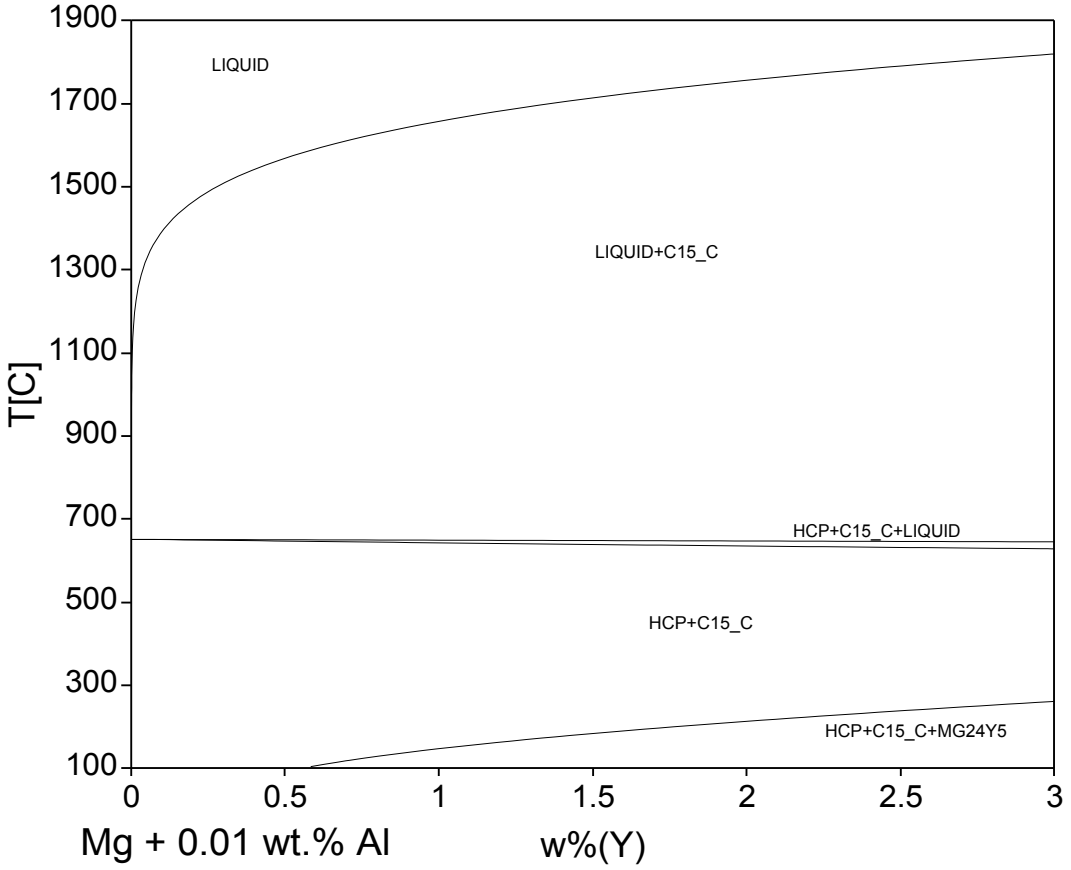


Abbildung 9-7: Berechnete Magnesium-Ecke des Phasendiagramms mit konstant 0,01Gew% Aluminium im System Mg-Y-Al (LIQUID… Schmelze, HCP… Magnesium-Mischkristall, C15_C… Laves-Phase Al2Y, MG24Y5… Phase Mg24Y5)

A.3.1.2 System Magnesium-Cer

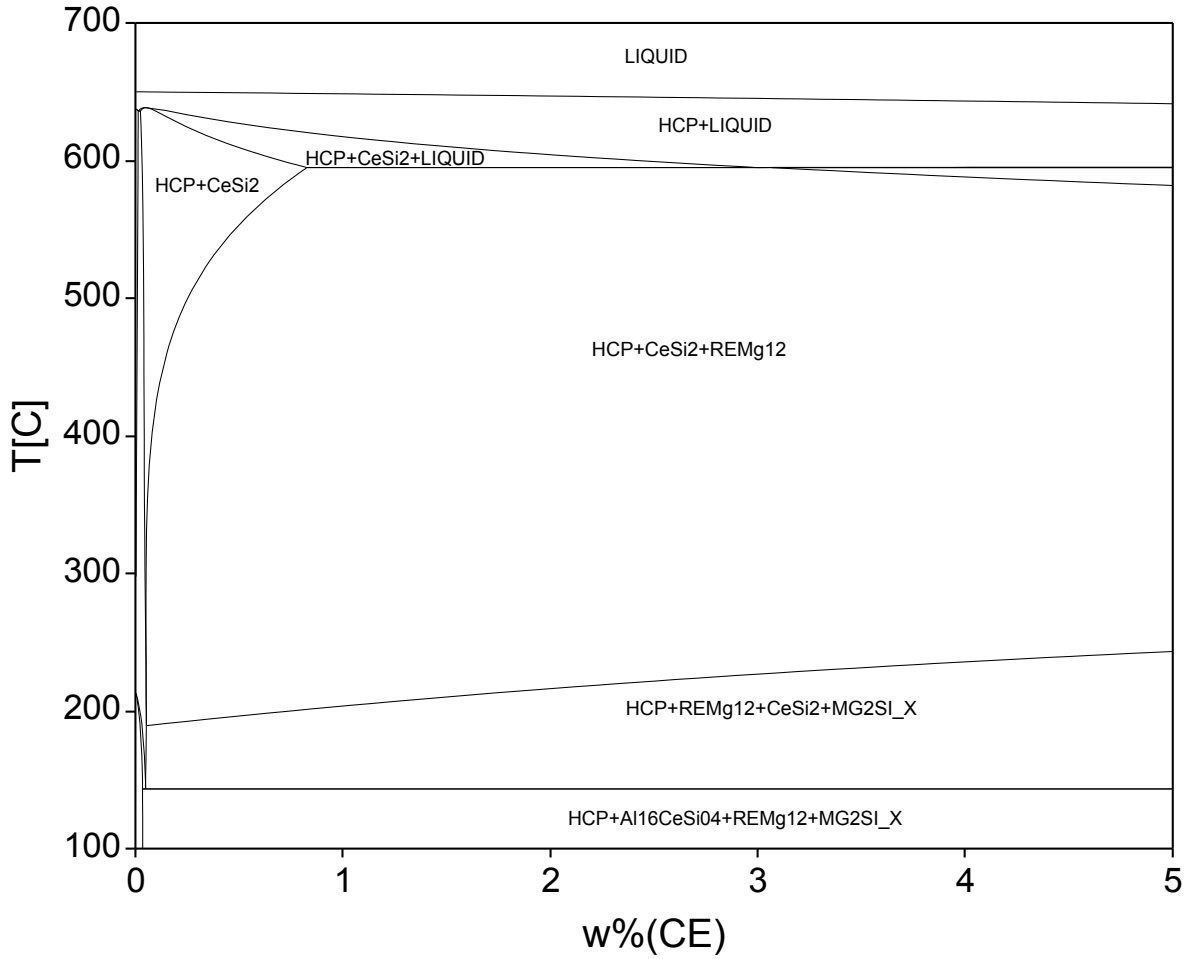


Abbildung 9-8: Berechnete Magnesium-Ecke des Phasendiagramms mit konstant 0,01 Gew% Aluminium und 0,01Gew% Silizium im System Mg-Ce-Al-Si (LIQUID… Schmelze, HCP… Magnesium-Mischkristall, CeSI2… Phase $CeSi_2$, REMg12… Phase $CeMg_{12}$, MG2SI_X… Phase Mg_2Si, Al16CeSIO4… Phase $Al_{16}CeSiO_4$)

A.3.1.3 System Magnesium-Neodym

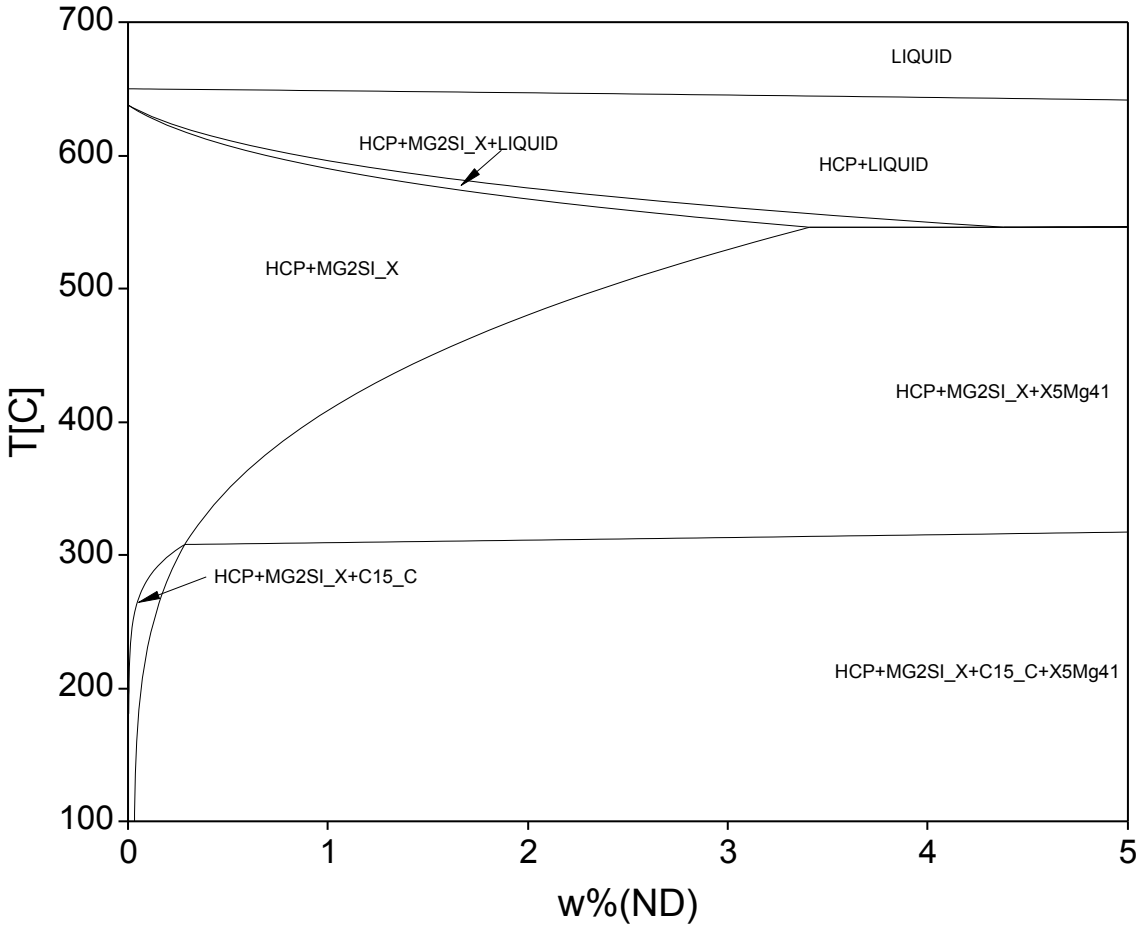


Abbildung 9-9: Berechnete Magnesium-Ecke des Phasendiagramms mit konstant 0,01 Gew% Aluminium und 0,01Gew% Silizium im System Mg-Nd-Al-Si (LIQUID… Schmelze, HCP… Magnesium-Mischkristall, X5Mg41… Phase Nd_5Mg_{41}, MG2SI_X… Phase Mg_2Si, C15_C… Laves-Phase Al_2Nd)

A.3.2 Ergebnisse der Scheil- und Gleichgewichtserstarrungsrechnungen der Legierungen unter Einbeziehung der Hauptverunreinigungen Aluminium, Silizium und Mangan

A3.2.1 System Magnesium-Yttrium

		Scheil		Gleichgewicht	
	Phase	T/°C	Max. Anteil	T/°C	Max. Anteil
MgY0,003	Al2Y	< 1207	0.0001	< 1207	0.0001
	(Mg)	< 650	Rest	< 650	Rest
	CeSi2	< 638	0.000006	-	0
	Al12CeSi4	< 604	0.0000001	-	0
	REMg12	< 597	0.00006	-	0
MgY0,03	Al2Y	< 1388	0.00035	< 1388	0.000505
	(Mg)	< 650	Rest	< 650	Rest
	SiY	< 644	0.000002	-	0
MgY0,2	Al2Y	< 1598	0.00037	< 1598	0.00064
	(Mg)	< 649	Rest	< 649	Rest
	SiY	-	0	< 644	0.00001
MgY0,3	Al2Y	< 1631	0.00037	< 1631	0.00066
	(Mg)	< 649	Rest	< 649	Rest
	SiY	-	0	< 644	0.00017
MgY0,8	Al2Y	< 1802	0.0004	< 1802	0.0008
	(Mg)	< 645	Rest	< 645	Rest
	SiY	-	0	< 635	0.0001

A3.2.2 System Magnesium-Cer

		Scheil		Gleichgewicht	
	Phase	T/°C	Max. Anteil	T/°C	Max. Anteil
MgCe0,006	(Mg)	< 650	Rest	< 650	100
	Al_2Ce	< 590	0.000006	-	0
	$CeMg_{12}$	< 588	0.00009	-	0
	Ce_5Mg_{41}	< 558	0.00001	-	0
MgCe0,01	(Mg)	< 650	Rest	< 650	100
	$CeSi_2$	< 629	0.00003	-	0
	$CeMg_{12}$	< 598	0.00148	-	0
MgCe0,04	(Mg)	< 649	Rest	< 649	Rest
	$CeSi_2$	< 637	0.00027	< 636	0.00026
	CeSi	< 595	0.00001	-	0
	$CeMg_{12}$	< 594	0.00336	-	0
MgCe0,2	(Mg)	< 649	Rest	< 649	Rest
	$CeSi_2$	< 637	0.00027	< 636	0.00026
	CeSi	< 595	0.00001	-	0
	$CeMg_{12}$	< 594	0.00336	-	0
MgCe0,5	$Al_2(Y,Ce,Nd)$	< 1276	0.00012	< 1222	0.00013
	(Mg)	< 643	Rest	< 643	Rest
	$CeSi_2$	< 598	0.00019	< 598	0.00023
	$CeMg_{12}$	< 596	0.08063	< 596	0.06881
	CeSi	< 595	0.00004	-	0

A3.2.3System Magnesium-Neodym

		Scheil		Gleichgewicht	
	Phase	T/°C	Max. Anteil	T/°C	Max. Anteil
MgNd0,006	(Mg)	< 650	Rest	< 650	100
	Mg2Si	< 605	0.00004	-	0
	Al2Nd	< 575	0.00001	-	0
	Nd5Mg41	< 545	0.00038	-	0
MgNd0,01	(Mg)	< 650	Rest	< 650	100
	Mg_2Si	< 596	0.00005	-	0
	Al_2Nd	< 565	0.00002	-	0
	Nd_5Mg_{41}	< 545	0.00072	-	0
MgNd0,04	(Mg)	< 650	Rest	< 650	100
	Mg_2Si	< 555	0.00006	-	0
	Nd_5Mg_{41}	< 545	0.0031	-	0
MgNd0,09	(Mg)	< 649	Rest	< 649	100
	$CeSi_2$	< 586	0.00002	-	0
	Mg_2Si	< 574	0.00013	< 608	0.00017
	Nd_5Mg_{41}	< 547	0.00096	-	0
	Al_2Nd	< 545	0.000002	-	0
MgNd0,2	(Mg)	< 648	Rest	< 649	100
	$CeSi_2$	< 580	0.00002	< 593	0.00002
	Mg_2Si	< 574	0.00035	< 602	0.00031
	Nd_5Mg_{41}	< 547	0.01165	-	0
	Al_2Nd	< 544	0.00011	-	0
MgNd0,3	$Al_2(Y,Nd)$	< 1222	0.00005	< 1222	0.00005
	(Mg)	< 647	Rest	< 650	100
	$CeSi_2$	< 556	0.00001	< 578	0.00002
	Nd_5Mg_{41}	< 549	0.01166	-	0
	Mg_2Si	< 546	0.00015	< 581	0.00027

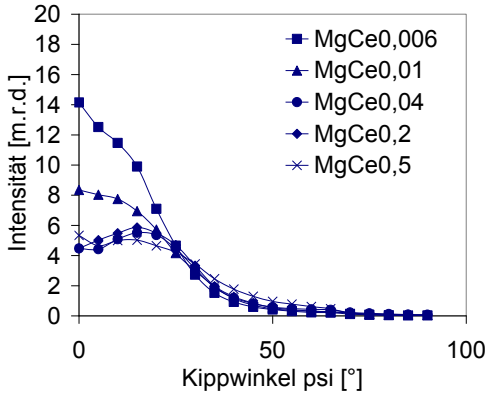
A.4 Vergleiche zu den Texturen

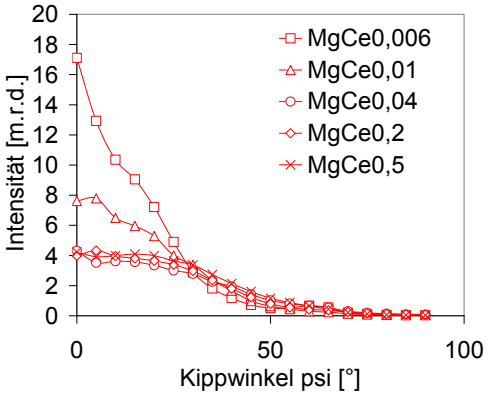
A.4.1 Texturplots der (0002)-Polfigur-Intensitäten von MgCe

gewalzt

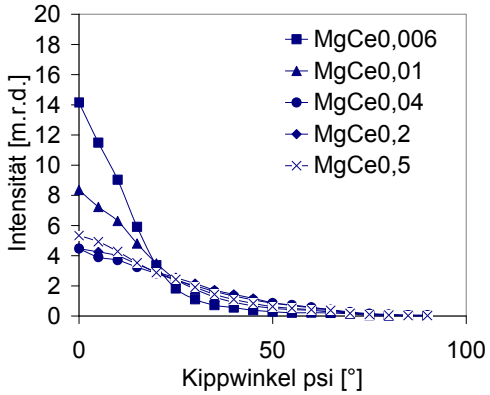
Wärmebehandlung 20min bei 400°C

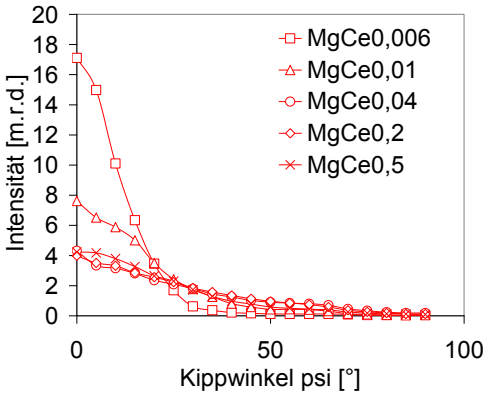
WR





QR



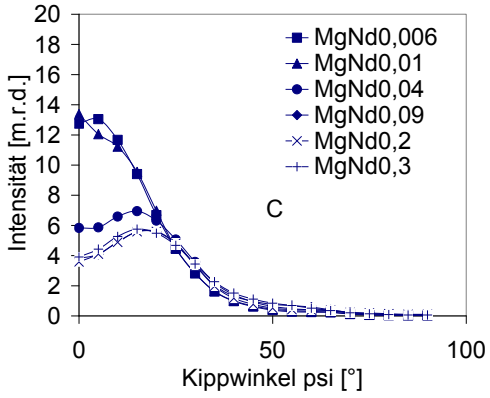


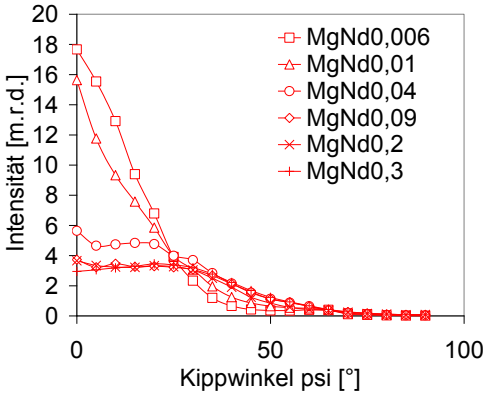
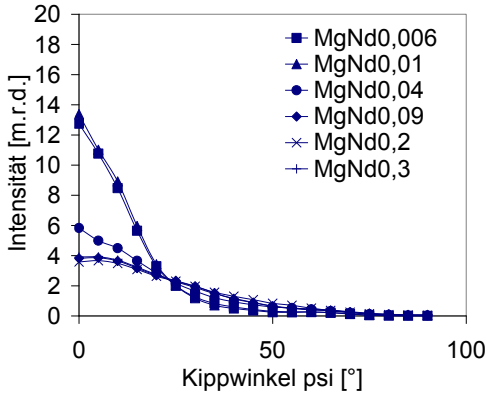
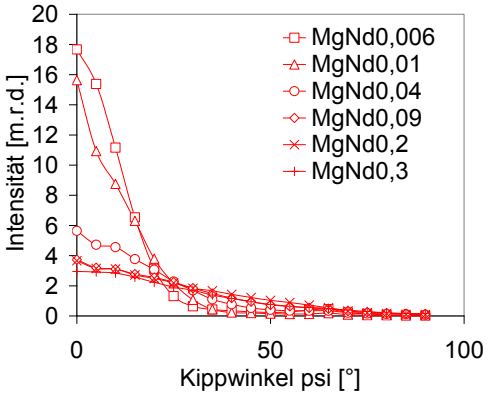
A.4.2 Texturplots der (0002)-Polfigur-Intensitäten von MgNd

gewalzt

Wärmebehandlung 20min bei 400°C

WR





QR