Einfluss von keramischen Partikeln auf die Texturausbildung von Magnesiumknetlegierungen

Vom Promotionsausschuss der
Technischen Universität Hamburg-Harburg
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte Dissertation

von
Dipl.-Phys. Urs Haßlinger

aus Nienburg/Weser

2013

Gutachter:
1. Prof. Dr.-Ing. Karl Ulrich Kainer
2. Prof. Dr.-Ing. Joachim Albrecht

Tag der mündlichen Prüfung:
11.09.2013

urn:nbn:de:gbv:830-tubdok-12436

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis III

Tabellenverzeichnis IV

Abkürzungen, Symbole und Indizes V

1 Einleitung 1
1.1 Zielsetzung . . . 2

2 Grundlagen 3
2.1 Keramische Partikel in Magnesium . . . 3
2.1.1 Kristallstruktur . . . 3
2.1.2 Dichte . . . 3
2.1.3 Chemische Stabilität . . . 5
2.1.4 Benetzung in der Schmelze . . . 7
2.2 Kristallorientierungen . . . 7
2.2.1 Beschreibung . . . 7
2.2.2 Messung . . . 9
2.3 Verformungsmechanismen von Magnesiumlegierungen . . . 11
2.4 Erholung und statische Rekristallisation . . . 13
2.4.1 Erholung . . . 13
2.4.2 Statische Rekristallisation . . . 14

3 Experimentelles 17
3.1 Herstellung des Ausgangsmaterials . . . 17
3.1.1 Methoden zur Einbringung der Partikel in die Schmelze . . . 17
3.1.2 Gießtechnik . . . 18
3.2 Walzen . . . 21
3.3 Metallographie . . . 22
3.3.1 Präparation . . . 22
3.3.2 Lichtmikroskopie . . . 24
3.3.3 Rasterelektronenmikroskopie . . . 25
3.3.4 Partikel- und Agglomeratgrößenbestimmung . . . 26
3.4 Chemische Analyse . . . 27
3.5 Röntgendiffraktometrische Analyse . . . 27
3.6 Mechanische Prüfung . . . 28

4 Herstellung des Ausgangsmaterials **29**
4.1 Ergebnisse . . . 29
4.1.1 Methoden zur Einbringung der Partikel in die Schmelze . . . 29
4.1.2 Homogenisierung der Partikel in der Schmelze . . . 30
4.1.3 Chemische Stabilität der verwendeten Keramiken . . . 33
4.1.4 Gefügeausbildung . . . 35
4.2 Diskussion . . . 36
4.2.1 Absetzverhalten der Partikel in der Schmelze . . . 36
4.2.2 Agglomeration der Partikel . . . 36
4.2.3 Chemische Stabilität der verwendeten Keramiken . . . 38
4.2.4 Gefügeausbildung . . . 39
4.2.5 Auswahl des Ausgangsmaterials für die Umformung . . . 40

5 Warmwalzen **42**
5.1 Ergebnisse . . . 42
5.1.1 Walzverhalten . . . 42
5.1.2 Walzgefüge . . . 43
5.1.3 Makrotexturen . . . 45
5.1.4 Mikrotexturen . . . 46
5.1.5 Mechanische Eigenschaften . . . 52
5.2 Diskussion . . . 53
5.2.1 Walzgefüge . . . 53
5.2.2 Mikro- und Makrotexturen . . . 55
5.2.3 Mechanische Eigenschaften . . . 61

6 Zusammenfassung **63**

7 Anhang **66**
7.1 Eigenschaften der keramischen Pulver . . . 66
7.2 Kristallographische Strukturdaten . . . 67
7.3 Keramische Partikel in Magnesiumschmelzen . . . 67
7.4 Abguss . . . 68
7.5 Chemische Zusammensetzung . . . 69
7.6 Walzplatten . . . 70
7.7 Bleche . . . 70
7.8 Korngrößen . . . 71
7.9 Partikel- und Agglomeratgrößen . . . 71
7.10 Makrotextur . . . 73
7.11 Mechanische Eigenschaften . . . 74
7.12 Partikelformabhängige Behinderung der Versetzungsbewegung . . . 75

8 Literaturverzeichnis **76**

Abbildungsverzeichnis

2.1 (a) keramisches Partikel in einer Schmelze; (b) Sinkgeschwindigkeit 5
2.2 Konstruktion der Polfigur 8
2.3 Schema der Entstehung von Kikuchi-Bändern 10
2.4 $\{10\bar{1}2\}$-Zugzwilling 13
2.5 Deformationszone um ein hartes Partikel nach Walzverformung . . 15

3.1 (a) Mikrostruktur der Vorlegierung; (b) Vorlegierungstablette . . . 18
3.2 (a) Aufbau Kippgießöfen; (b) Scheibenrührer mit Korb 19
3.3 verwendete Rührertypen 20
3.4 Walzplan 22
3.5 Mikroskopische und makroskopische Agglomeratfläche 27

4.1 (a) AlN_p-Kugel in AZ31 HP; (b) $(ZrB_2)_p$-Agglomerate aus Tablette 30
4.2 Röntgengrobstruktur von AZ31-Gussbolzen mit ZrB_2 31
4.3 Gussgefüge verschiedener partikelmodifizierter Legierungen 33
4.4 (a) AZ31 mit SiC_p; (b) Z1 mit SiC_p 34
4.5 AlN_p in AZ31 HP 34
4.6 Homogenisierte Gussgefüge 35
4.7 Phasenanteile bei der Erstarrung: 0,4 Gew.-% MgB_2 in A3 38

5.1 Gewalzte Bleche 42
5.2 Farbgeätzte Mikrostrukturen der Bleche im Endzustand 43
5.3 Makroaufnahmen des Gefüges der Bleche im Endzustand 44
5.4 Polfiguren: AZ31 HP u. AZ31AlN, Blech II 45
5.5 Polfiguren: AZ31ZrB_2, verschiedene Blechpositionen 46
5.6 EBSD-Bilder der Bleche (Endzustand) der partikelmod. Legierungen 47
5.7 Orientierungsunterschied benachb. Körner: AZ31AlN, Blech II . . 48
5.8 Orientierungsunterschied benachb. Körner: AZ31ZrB_2, Blech, l/4 . 49
5.9 EBSD-Bild: AZ31AlN, Blech III, 1. Stich, wie verformt 50
5.10 Missorientierungsprofil: AZ31AlN, Blech III, 1. Stich, wie verformt 51
5.11 EBSD-Bild: AZ31AlN, Blech III, 1. Stich, angelassen 52
5.12 mech. Eigenschaften: AZ31 HP u. AZ31AlN, Blech II 53

7.1 Walzplattenentnahme aus den Gussbolzen 70
7.2 Polfiguren: AZ31 HP u. AZ31AlN, Blech I 73
7.3 Schema zur Versetzungsbehinderung durch Partikel 75

Tabellenverzeichnis

2.1 Kristallographische Strukturdaten und Dichte der Keramiken . . . 4
2.2 Bildungs- und Reaktionsenthalpien der verwendeten Keramiken . 6
2.3 Gleitsysteme in Magnesium 11
2.4 Zwillingssysteme in Magnesium 12

7.1 Eigenschaften der verwendeten keramischen Pulver 66
7.2 Ausführliche kristallographische Strukturdaten 67
7.3 Gießparameter ausgewählter Legierungen 68
7.4 Chemische Zusammensetzungen ausgew. Legierungen 69
7.5 Aufstellung gewalzter Bleche 70
7.6 Korngrößenparameter nach dem Linienschnittverfahren 71
7.7 Ergebnisse der Agglomeratvermessung im Guss 71
7.8 Agglomerat- und Partikelgröße im Blech 72
7.9 Mechanische Eigenschaften ausgewählter Bleche im Endzustand . 74

Abkürzungen, Symbole und Indizes

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
AZ	Anlieferungszustand
BSE	rückgestreute Elektronen (engl.: backscattered electrons)
DR	Dissolverrührer
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl.: energy dispersive X-ray spectroscopy)
EBSD	Beugung rückgestreuter Elektronen im REM (engl.: electron backscatter diffraction)
EBSP	Beugungsmuster rückgestreuter Elektronen (engl.: electron backscatter pattern)
Fa.	Firma
FS	Fotosedimentometer
FSSS	Verfahren zur Partikelgrößenbestimmung (engl.: Fisher Sub Sieve Sizer, s.a. Abschn. 7.1)
G	geglüht
Gew.-%	Gewichtsprozent
GWKG	Großwinkelkorngrenze
hdp	hexagonal dichtest gepackt
HMS	Hermann-Mauguin-Symbol (kristallographische Raumgruppenbezeichnung, s. Tab. 7.2)
HP	hochrein (engl.: high purity)
ICP-OES	optische Emissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma (engl.: inductively coupled plasma optical emission spectrometry)
IPF	inverse Polfigur
KWKG	Kleinwinkelkorngrenze
LB	Laserbeugung
LG	luftgekühlt
MMC	Metallmatrix-Verbundwerkstoff (engl.: Metal matrix composite)
NR	Normalenrichtung
ODF	Orientierungsdichteverteilungsfunktion
PR	Propellerrührer
PSN	Partikelstimulierte Keimbildung (engl.: particle stimulated nucleation)

Abkürzung	Bedeutung
QR	Querrichtung
REM	Rasterelektronenmikroskop
RKG	Rekristallisationsglühung
S	Stich
SE	Sekundärelektronen
SIBM	Verformungsinduzierte Korngrenzenwanderung (engl.: strain induced grain boundary migration)
SKG	Schwerkraftkokillenguss
SR	Scheibenrührer
Vol.-%	Volumenprozent
WP	Wyckoff-Position (s. Tab. 7.2)
WR	Walzrichtung

lateinische Buchstaben

Zeichen	Bedeutung	Einheit
a	Gitterparameter	$\AA$
	Aspektverhältnis, maximales Verhältnis von Höhe zu Breite eines einhüllenden Rechtecks	-
A	Bruchdehnung	%
b	Breite	m
c	Gitterparameter	$\AA$
	Konzentration, Anteil	Gew./Vol.-%
d	Durchmesser	m
	Gitterebenenabstand	$\AA$
e	Fehler	
f	Anteil, Verhältnis	
F	Kraft	N
g	$\approx 9,81$ [1], Gravitationsbeschleunigung in Erdnähe	m/s^2
	Rotationsvektor	
h	Höhe	m
$\Delta_f H^\circ$	Standardbildungsenthalpie	kJ/mol
$\Delta_r H^\circ$	Standardreaktionsenthalpie	kJ/mol
i	ganzzahlige Variable	-
I	Intensität	
k	$= 1,381 \cdot 10^{-23}$ [1], Boltzmann-Konstante	J/K
l	Länge	m
m	Masse	g
n	Beugungsordnung	-
	Drehzahl	s^{-1}
N	Anzahl	-

Zeichen	Bedeutung	Einheit
p	Projektion	
P	Leistung	W
r	radiale Polarkoordinate	-
Re	Reynoldszahl, Maß für die Turbulenz einer Strömung	-
R_m	Zugfestigkeit	MPa
$R_{p0,2}$	$0,2\,\%$-Dehngrenze	MPa
t	Zeit	s
T	Temperatur	$^\circ C$, K
v	Geschwindigkeit	m/s
	Variationskoeffizient (relative Standardabweichung)	-
V	Volumen	m^3
x, y, z	kartesische Koordinaten	-

griechische Buchstaben

Zeichen	Bedeutung	Einheit
α	(Pol-)Winkel	$^\circ$
	linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient	K^{-1}
Δ	Differenz	-
ϵ	Dehnung	%,-
φ	Azimutwinkel in Polar- und Kugelkoordinaten	$^\circ$
$\varphi_1, \Phi, \varphi_2$	Eulerwinkel	$^\circ$
η	Viskosität	Ns/m^2
λ	Wellenlänge	nm
	Größe der Mikrowirbel bei turbulenter Strömung	m
θ	Braggwinkel	$^\circ$
ρ	Dichte	g/cm^3, ...

weitere Symbole

Zeichen	Bedeutung
$\dot{}$	zeitliche Ableitung
∞	unendlich
$\bar{}$	numerischer Mittelwert
$\vec{}$	Vektor

Indizes

Index	Bedeutung
∘	kreisäquivalent (engl.: equal circle)
0	Ausgangs...
a	Agglomerat
A	Auftriebs...
E	Ellipse
eff	effektiv
f	Flächen..
g	gemessen
G	Gewichts...
H	Homogenisierung
i	Zählindex
K	Korn
l	linear
L	Schmelz... (engl.: liquid)
m	Matrix
M	Gleitmoden
max	maximal
Mg	Magnesium
min	minimal
p	(keramische) Partikel
QR	Querrichtung
r	rückgerechnet
R	Reibungs...
	Rührer
RX	Rekristallisations...
S	Sink...
soll	Sollwert
t	technisch
v	volumetrisch
w	wahr
W	Walzen, Walz...
WR	Walzrichtung
Z	Zugproben

1 Einleitung

Im Bereich Mobilität und Transport wird der Bedarf an Leichtbaulösungen zur Steigerung der Energieeffizienz und zur Verringerung der Emissionen immer größer. Eine aktuelle Studie [2] sagt beispielsweise bis 2030 eine Verdoppelung der Verwendung von Leichtbaumaterialien im Automobilsektor von jetzt etwa 30 % auf fast 70 % voraus und räumt dabei Magnesiumlegierungen zukünftig einen Anteil von etwa 5 % ein.
Magnesiumlegierungen haben viele herausragende Eigenschaften, die sie für den Einsatz im Leichtbau prädestinieren. So ist Magnesium beispielsweise das Konstruktionsmetall mit der geringsten Dichte. Magnesiumlegierungen können daher hohe spezifische Festigkeiten aufweisen. Die Verfügbarkeit von Magnesium ist exzellent. Es ist eines der häufigsten Elemente in der Erdkruste und das zweithäufigste metallische Element im Meerwasser [3]. Darüber hinaus sind Magnesiumlegierungen grundsätzlich recyclebar. Der Einsatz von Magnesiumlegierungen wird derzeitig jedoch durch verschiedene Faktoren limitiert. Neben der Korrosionsanfälligkeit ist dies bei Umformprodukten wie Blechen oder Strangpressprofilen aus Magnesiumknetlegierungen vor allem die begrenzte Verformbarkeit und mechanisch anisotropes Verhalten. Ursächlich hierfür ist im Wesentlichen die begrenzte Zahl an Verformungsmechanismen des hexagonalen Magnesiumkristalls, welche bei der Verformung zu einer starken Ausrichtung der Kristallite (Textur) führt. Ein wesentliches Ziel aktueller Magnesiumforschung ist es daher, durch Legierungsentwicklung Einfluss auf Verformung und Rekristallisation während der thermomechanischen Behandlung zu nehmen und so die Texturausbildung abzuschwächen. Das gezielte Legierungsdesign wird dabei jedoch dadurch erschwert, dass für Magnesiumlegierungen die Wirkungsweise von vielen Mechanismen, die eine Abschwächung der Textur hervorrufen können, nicht grundlegend verstanden sind. Zur Wirkungsweise von Partikeln auf die Rekristallisation existieren beispielsweise scheinbar widersprüchliche Ergebnisse. So zeigt sich in einfachen Mg-Mn-Legierungen [4] kein wesentlicher Einfluss der Ausscheidungspartikel auf die Rekristallisation, während in mit Calcium und seltenen Erden modifizierten AZ-Legierungen [5] ein deutliche Abschwächung der Walztextur beobachtet wird, die auf den Einfluss der Ausscheidungen auf die Rekristallisation zurückgeführt wird. Die gezielte Modifikation von Magnesiumknetlegierungen mit Partikeln hat das Potential, sich zu einem wichtigen Mittel zur Abschwächung der Textur in Umformprodukten und damit zur Verbesserung der Verformbarkeit zu entwickeln. Voraussetzung hierfür ist jedoch ein umfassenderes Verständnis der Wirkungsweise von Partikeln in Magnesiumknetlegierungen bei der Rekristallisation.

1.1 Zielsetzung

Im Rahmen dieser Arbeit wird untersucht, welchen Einfluss keramische Partikel auf die Texturentwicklung in einem anwendungsnahen Warmwalzprozess für Magnesiumknetlegierungen nehmen. Im Vordergrund steht hierbei nicht die Entwicklung einer gebrauchsfertigen Legierung. Vielmehr stellt die Verwendung keramischer Partikel einen innovativen, modellhaften Ansatz dar, der es im Gegensatz zu den meisten ausscheidungsmodifizierten Legierungen erlaubt, partikelmodifizierte direkt mit unmodifizierten Legierungen zu vergleichen und so erweiterte Erkenntnisse zur Wirkungsweise von Partikeln bei der Rekristallisation zu sammeln. Der Gehalt der zugegebenen Partikel soll dabei in einem für ausscheidungsmodifizierte Legierungen typischen Bereich liegen und so eine mit unmodifizierten Legierungen vergleichbare Walzbarkeit ermöglichen. Gerade bei technischen Legierungen, die in der Regel aus einer Vielzahl von verschiedenen Elementen bestehen, geht die Bildung von Ausscheidungspartikeln häufig mit einem veränderten Mischkristallgehalt einher. Dies erschwerte bisher die Deutung der Wirkungsweise von Partikeln. Für die Modifikation mit keramischen Partikeln sollen Keramiken ausgewählt werden, die in den untersuchten Legierungssystemen chemisch stabil sind. So können grundsätzlich Effekte ausgeschlossen werden, die durch eine Veränderung der Mischkristallzusammensetzung verursacht werden. Die Partikelgröße ist ein wichtiger Parameter, der Einfluss auf die Wirkungsweise der Partikel bei der Rekristallisation haben kann. Bei der Größenverteilung der keramischen Partikel ist man nicht an die Ausscheidungskinetik gebunden. Dadurch kann die Partikelgröße im Rahmen der durch keramische Pulver gebotenen Möglichkeiten gezielt ausgesucht werden. Zusätzlich sind die keramischen Partikel mechanisch stabiler als die meisten Ausscheidungen. Daher ist bei der Verformung eine deutlich geringere Verminderung der Partikelgröße durch Fragmentation zu erwarten.
Um negative Auswirkungen der Partikel auf die mechanischen Eigenschaften zu vermeiden, ist eine möglichst gleichmäßige Verteilung der Partikel über das Gefüge wünschenswert. Diese muss bereits im Ausgangsmaterial für die Umformung vorliegen, welches in der Regel schmelzmetallurgisch hergestellt wird. Die schmelzmetallurgische Herstellung von Legierungen mit homogen verteilten keramischen Partikeln ist technologisch jedoch deutlich anspruchsvoller als die Herstellung ausscheidungsmodifizierter Legierungen. Die Neigung der keramischen Pulver zur Agglomeration ist nur ein Grund hierfür. Ein wesentlicher Teil dieser Arbeit beschäftigt sich daher auch mit den Problematiken bei der Herstellung des Ausgangsmaterials für die Umformung und soll Wege aufzeigen, wie diese überwunden werden können.

2 Grundlagen

2.1 Keramische Partikel in Magnesium

Keramische Partikel werden technologisch in Magnesiumschmelzen bisher entweder in geringen Gehalten (bis wenige Zehntel Gew.-%) für Kornfeinung oder in größeren Gehalten (einige Gew.-%) für die Herstellung von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen (engl.: Metal matrix composite, kurz: MMC) eingesetzt. Im Weiteren wird auf einige für die Auswahl geeigneter Keramiken wichtige Eigenschaften eingegangen.

2.1.1 Kristallstruktur

Beim Einsatz keramischer Partikel als Gusskornfeiner wird die heterogene Keimbildung zur Erzeugung eines möglichst homogenen und feinen Gussgefüges ausgenutzt. Im Rahmen der klassischen Keimbildungstheorie ist dabei eine geringe Grenzflächenenergie zwischen Partikel und aufwachsendem Keim für eine effektive Kornfeinung günstig [6]. Eine effektive Kornfeinung kann dabei bis zu einer Fehlpassung des Gitterparameters in der betrachteten niedrig indizierten Ebene von etwa 15 % beobachtet werden [7].
Im Hinblick auf die Zielsetzung der Texturbeeinflussung des gewalzten Materials ist die Kornfeinung im Gusszustand eher ein sekundärer Effekt. Eine möglichst geringe Grenzflächenenergie zwischen den keramischen Teilchen und der Magnesiummatrix ermöglicht jedoch eine mechanisch stabile Grenzfläche, welche für die Integrität des Gefüges während der Umformung wichtig ist. In Tabelle 2.1 sind die Fehlpassungen des Gitterparameters der dichtest gepackten Ebenen einiger diesbezüglich geeigneter Keramiken angegeben, welche für die weitere Untersuchung ausgewählt wurden. Diese werden zum Teil auch bereits als Impfpartikel für die heterogene Keimbildung eingesetzt [9, 10]. Hierbei wird jedoch nur die dichtest gepackte Ebene betrachtet und die dreidimensionale Form der Partikel vernachlässigt. Da der Abstand der dichtest gepackten Ebenen in der Regel von denen in Magnesium deutlich abweicht, ist maximal eine teilkohärente Grenzfläche zwischen Partikel und Matrix zu erwarten.

2.1.2 Dichte

Aufgrund der geringen Dichte der Magnesiumschmelze ist die Dichte der Keramiken (s. Tab. 2.1) eine weitere wichtige Einflussgröße für die Prozessführung beim Abguss. Da diese in der Regel deutlich höher ist, besteht nach Beenden

Tabelle 2.1: Kristallographische Strukturdaten [8] (s.a. Tab. 7.2), Fehlpassung des Gitterparameters in der betrachteten Ebene (berechnet nach [7]) und Dichte ρ_p ausgewählter Keramiken im Vergleich zu reinem Magnesium

Material	Kristall-struktur	Gitterparameter a [Å]	c [Å]	Ebene {hk(i)l}	Fehlpassung [%]	ρ_p [g/cm^3]
Mg	hdp	3,21	5,21	0001	0	1,74
ZrB_2	hexagonal	3,17	3,53	0001	1,3	6,10
AlN	hexagonal	3,12	4,97	0001	2,8	3,26
MgB_2	hexagonal	3,09	3,52	0001	3,9	2,57
α-SiC(6H)	hexagonal	3,08	15,12	0001	4,0	3,23
MgO	kubisch	4,21	-	111	7,3	3,58

des Rührvorganges die Gefahr des Absetzens (engl.: settling) der Partikel [11]. Wie in Abb. 2.1(a) gezeigt, kann die Sinkgeschwindigkeit der Partikel mittels Gewichtskraft F_G, Auftrieb F_A und Reibungskraft für eine Kugel in einer laminaren Strömung nach Stokes F_R angenähert werden. Die sich aus dem Gleichgewicht dieser drei Kräfte ergebende Gleichgewichtsgeschwindigkeit $v(t \to \infty)$ wird dabei bei typischen Partikelgrößen von einigen Mikrometern in Bruchteilen von Sekunden erreicht [12]:

$$v(t \to \infty) = \frac{g(\rho_p - \rho_{Mg})d_p^2}{18\eta_{Mg}} \tag{2.1}$$

mit der Schwerkraftbeschleunigung $g = 9,81\,m/s^2$, der Dichte der keramischen Partikel ρ_p, der Dichte der Magnesiumschmelze $\rho_{Mg}(T = 700°C) = 1,572\,g/cm^3$ (vgl. Anhang, Gl. 7.1), d_p dem Partikeldurchmesser und der Viskosität der Schmelze $\eta_{Mg}(T = 700°C) = 1,12 \cdot 10^{-3}\,Ns/m^2$ (vgl. Anhang, Gl. 7.2). Die Gleichgewichtssinkgeschwindigkeiten für die leichteste (MgB_2) und schwerste (ZrB_2) verwendete Keramik sind in Abb. 2.1(b) in Abhängigkeit der Partikelgröße dargestellt. Die Dichte der Partikel wurde dabei näherungsweise als temperaturunabhängig angenommen. Anhand der Reynoldszahl Re kann die Annahme einer laminaren Strömung überprüft werden. Bei $50\,\mu m$ großen ZrB_2-Partikeln beträgt die Reynoldszahl nach [13] $Re \approx d_p \cdot \rho_{Mg} \cdot v(t \to \infty)/\eta_{Mg} \approx 0,4$. Ein wesentlicher Einfluss von turbulenten Strömungen ist erst bei deutlich größeren Werten zu erwarten [13]. Ebenfalls nicht berücksichtigt werden müssen die thermischen Stöße zwischen den Mg-Atomen der Schmelze und den Keramikteilchen (Brownsche Bewegung). Legt man die mittlere quadratische Verschiebung (vgl. Anhang, Gl. 7.3) der Partikel durch Diffusion zu Grunde, wird diese erst im Bereich $d_p \lesssim 0,1\,\mu m$ dominant. Die Teilchen in einem keramischen Pulver sind in der Regel globular. Abweichungen von der Kugelform werden wegen der größeren Oberfläche in der Regel zu einem leicht verlangsamten Absinken in Vergleich zu Abb. 2.1(b) führen. Ähnliches gilt bei geringen Gehalten und homogener Verteilung der Partikel in der Schmelze durch die Wechselwirkung der laminaren Strömungsfelder (s. Abb. 2.1(a)) verschiedener Partikel miteinander [14].

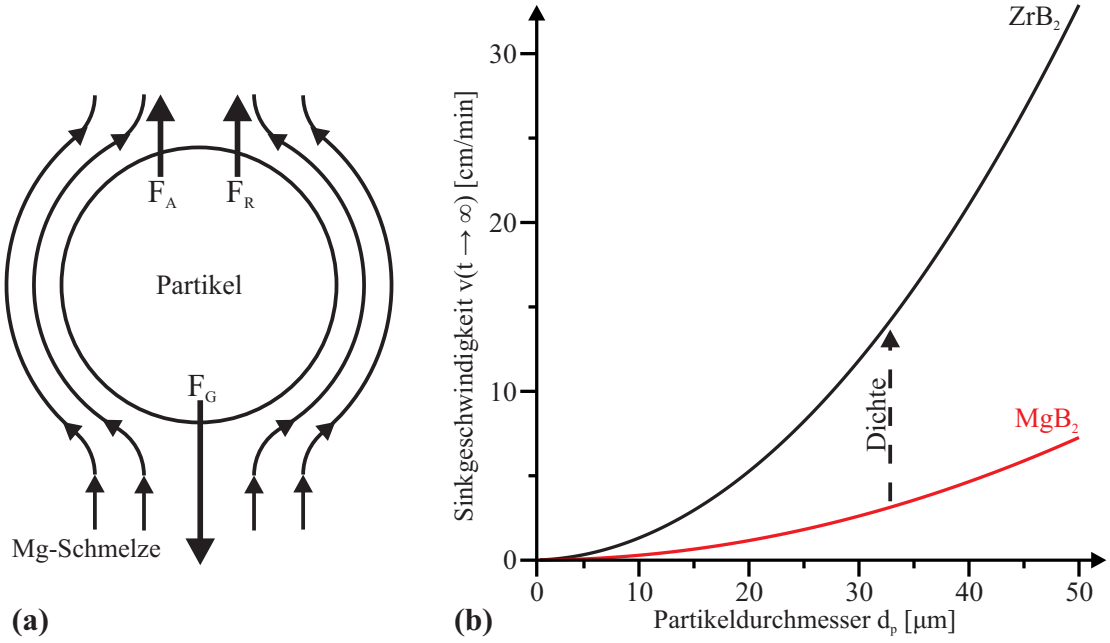


Abbildung 2.1: **(a)** Schema eines keramischen Partikels in einer Schmelze unter dem Einfluss von Gewichtskraft F_G, Auftrieb F_A und Reibungskraft nach Stokes F_R in Anlehnung an [13]
(b) Sinkgeschwindigkeit der keramischen Partikel in Abhängigkeit der Partikelgröße nach Gl. 2.1 bei $T = 700°C$ für die untersuchte Keramik mit der niedrigsten (MgB_2) und höchsten Dichte (ZrB_2)

2.1.3 Chemische Stabilität

Um eine systematische Untersuchung des Einflusses der Keramiken auf die Mikrostruktur- und Texturentwicklung beim Walzen zu ermöglichen, ist es wichtig, dass diese sich über die Zeit vom Einbringen in die Schmelze bis zur Erstarrung (typischerweise einige Minuten) als chemisch ausreichend stabil erweisen. Ein zu starkes Auflösen der Partikel würde nicht nur den Anteil ausreichend großer Partikel für die partikelstimulierte Keimbildung (s. Kap. 2.4.2) drastisch senken, sondern auch die chemische Zusammensetzung der Matrix ändern. Letzteres würde die Identifizierung auftretender Phänomene als von Partikeln verursachte Effekte erschweren. Keramiken gelten allgemein als eine chemisch vergleichsweise stabile Materialklasse. Aufgrund der hohen Reaktivität von Magnesium und Aluminium besteht jedoch auch für Keramiken in der Schmelze einer aluminiumhaltigen Magnesiumlegierung die Gefahr, dass diese sich unter Bildung anderer keramischer Phasen auflösen. Dabei muss die grundsätzliche Frage der Stabilität im Rahmen der Gleichgewichtsthermodynamik nicht unbedingt den Ausschlag geben. Erweist sich die Kinetik des Auflösens einer bestimmten Keramik als hinreichend langsam, so kann diese auch dann eingesetzt werden, wenn sie im Sinne der Gleichgewichtsthermodynamik nicht stabil ist. Die vollständige thermodynamische Beschreibung von

Keramiken in der Schmelze einer Magnesiumlegierung ist schwierig, weil die dafür notwendigen experimentellen Daten für viele Systeme häufig schwer zu generieren sind. Die einfacher zugänglichen Standardbildungsenthalpien der reinen Keramiken erlauben zumindest die Berechnung der Standardreaktionsenthalpien für die Auflösung der reinen Keramik unter Bildung entsprechender Reaktionsprodukte im betrachteten System (s. Tab. 2.2). Hierbei werden unter anderem Einflüsse der Entropie vernachlässigt. Die anhand der Reaktionsenthalpie getroffenen Aussagen über die Stabilität einer Keramik sind mit umso höherer Wahrscheinlichkeit zutreffend, je größer der Betrag der Reaktionsenthalpie ausfällt. Nach dieser ein-

Tabelle 2.2: Standardbildungsenthalpie $\Delta_f H^\circ$ der verwendeten Keramiken (fett) sowie ausgewählter möglicher binärer Reaktionsprodukte mit den entsprechenden Standardreaktionsenthalpien $\Delta_r H^\circ$ im System Mg-Al

Material-klasse	chem. Formel	$\Delta_f H^\circ$ [kJ/mol]	mögliche Reaktion	$\Delta_r H^\circ$ [kJ/mol]
Boride	AlB_2	- 151[15]		
	MgB_2	- 92[16]	$\rightarrow$ AlB_2	- 59
	ZrB_2	- 323[16]	$\rightarrow$ $AlB_2 + Al_3Zr$	+ 131
Nitride	**AlN**	- 318[16]	$\rightarrow$ $1/2\ Mg_3N_2$	+ 87
	Mg_3N_2	- 461[16]		
Oxide	Al_2O_3	-1676[15]		
	MgO	- 601[16]	$\rightarrow$ $1/3\ Al_2O_3$	+ 43
Karbide	Al_4C_3	- 216[16]		
	α-SiC	- 71[16]	$\rightarrow$ $1/3\ Al_4C_3 + Mg_2Si$	- 78
interm. Phasen	Al_3Zr	- 41[17]		
	Mg_2Si	- 78[16]		

fachen Betrachtungsweise sollten Keramiken wie AlN oder ZrB_2, welche eine hohe positive Reaktionsenthalpie aufweisen, im System Mg-Al stabil sein. Die Verwendung von Keramiken, die bereits Mg oder Al enthalten, kann für die chemische Stabilität vorteilhaft sein, da diese nur noch mit der jeweils anderen vorhandenen metallischen Komponente reagieren können. So führt im Fall von SiC erst die Möglichkeit der Reaktion mit beiden Komponenten (Mg und Al) zu einer deutlich negativen Reaktionsenthalpie. Sofern die entsprechenden thermodynamischen Daten vorhanden sind, kann diese Betrachtungsweise auch auf die freien Reaktionsenthalpien bei den vorliegenden Temperaturen unter der Berücksichtigung der in einer technischen Legierung vorkommenden Elemente erweitert werden. Für SiC in AZ91 findet sich beispielsweise eine entsprechende Aufstellung in der Literatur [18].

2.1.4 Benetzung in der Schmelze

In Kapitel 2.1.1 wurde auf die Bedeutung der Grenzfläche zwischen Magnesium und der Keramik im festen Zustand eingegangen. Für die gießtechnische Herstellung ist jedoch auch die Grenzfläche zwischen der Magnesiumschmelze und den Partikeln von Bedeutung. Diese Grenzflächenenergie hat Einfluss darauf, wo die Partikel bevorzugt in der Schmelze vorliegen. Ist die Grenzflächenenergie hoch, benetzt die Keramik also schlecht, wird das System einen Zustand bevorzugen, bei dem die notwendige Grenzfläche zwischen der Schmelze und den Teilchen gering ist. Haben die Partikel eine andere Grenzfläche z.B zu einem zweiten Partikel oder zur Gasphase ausgebildet, werden sie diese nicht freiwillig wieder verringern. So kann es zur unerwünschten Ansammlung der Partikel an der Schmelzoberfläche oder in Poren sowie zu Agglomeratbildung kommen.
Für eine gute Benetzung der Keramiken durch das flüssige Magnesium ist die Ausbildung starker chemischer Bindungen zwischen den Atomen der beiden Phasen in der Grenzfläche nötig. Hierfür ist es von Vorteil, wenn stabile chemische Verbindungen zwischen den Atomen der festen und flüssigen Phase existieren. So ist z.B. bei MgO in Magnesium eine gute Benetzung zu erwarten, da Mg sowohl mit sich selbst als auch mit Sauerstoff stabile Verbindungen bildet. Die Verwendung von Keramiken, die Elemente enthalten, die auch in der Schmelze enthalten sind, ist im Hinblick auf die Benetzung positiv. So können diese Elemente in der Grenzfläche zumindest zu sich selbst stabile chemische Bindungen aufbauen. Die Ausbildung starker Bindungen beinhaltet jedoch auch das Risiko der Reaktion der Keramik mit der Schmelze (s. Abschn. 2.1.3). Daher muss ein Kompromiss aus Benetzbarkeit und chemischer Stabilität gefunden werden. [19]

2.2 Kristallorientierungen

2.2.1 Beschreibung

Aufgrund der eingeschränkten Zahl an Verformungsmechanismen (s. Kap. 2.3) hat die Ausrichtung der Kristallite in polykristallinen Magnesiumlegierungen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Diese Ausrichtung wird als Textur bezeichnet. Um die Ausrichtung analysieren zu können, ist es zunächst wichtig, eine geeignete mathematische Beschreibung zu finden. Um die Darstellung der Orientierungen des Polykristalls möglichst einfach zu halten, kann die Position der Körner vernachlässigt werden. Die Orientierung eines einzelnen Korns gegenüber einem festen Probenkoordinatensystem kann dann mit nur einem Rotationsvektor $\vec{g}$ beschrieben werden:

$$\vec{g} = (\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \tag{2.2}$$

mit den Eulerwinkeln φ_1, Φ und φ_2. Eine vollständige Beschreibung der im Polykristall vorkommenden Orientierungen ergibt sich durch die Verteilungsfunktion der Rotationen gegenüber dem Probenkoordinatensystem. Sei dV das Infinitesimal

des Probenvolumens V mit einer Orientierung in der infinitesimalen Umgebung $d\vec{g} = 1/(8\pi^2)\sin\Phi d\Phi d\varphi_1 d\varphi_2$ um $\vec{g}$, so ist die Orientierungsdichteverteilungsfunktion (kurz: ODF) $f(\vec{g})$ definiert als [20]:

$$\frac{dV}{V} = f(\vec{g})d\vec{g} \tag{2.3}$$

Da es sich bei der ODF um eine Funktion dreier Variablen handelt, lässt sich diese nur darstellen, indem man einen der Winkel konstant hält. Daher wird häufig auch eine andere Darstellung der Orientierungsverteilung eines Polykristalls verwendet, die sogenannte Polfigur. Dabei wird die Darstellung vereinfacht, indem lediglich die Orientierung einer Normalen einer bestimmten kristallographischen Ebene (Pol) gegenüber dem Probenkoordinatensystem betrachtet wird. Die Lage der Ebene ist dann bis auf eine Rotation um die Ebenennormale festgelegt. Die Polfigur wird konstruiert, indem man zunächst die Durchstoßpunkte der in der Probe vorkommenden Pole einer bestimmten kristallographischen Ebene durch eine Referenzkugel bestimmt (s. Abb. 2.2). Diese werden dann stereographisch projiziert [21]. So wird der Polwinkel α in der ebenen Darstellung in die radiale Polarkoordinate r überführt.

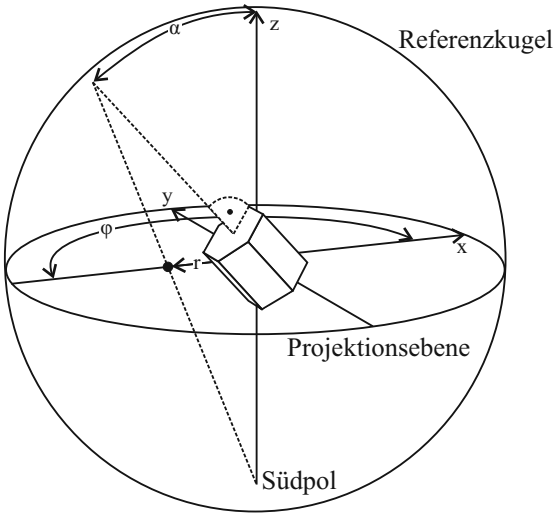


Abbildung 2.2: Konstruktion der Polfigur der basalen Ebene mittels stereographischer Projektion des Pols nach [21]

Betrachtet man die Lage bestimmter Richtungen des Probenkoordinatensystems (z.B. Walz-, Quer- und Normalenrichtung eines Bleches) relativ zum feststehenden Kristallkoordinatensystem, so erhält man für jede Probenrichtung eine Darstellung der Kristallorientierung, die als inverse Polfigur (kurz: IPF) bezeichnet wird. Abhängig von der Kristallsymmetrie lässt sich diese Darstellung häufig auf einen kleinen Bereich auf der Referenzkugel reduzieren. Für hexagonale Systeme wird

beispielsweise häufig das Dreieck aus den Durchstoßpunkten der Ebenennormalen der Basal- (0002) sowie der prismatischen Ebenen erster $\{1\bar{1}00\}$ und zweiter Ordnung $\{11\bar{2}0\}$ verwendet.

2.2.2 Messung

Zur Messung der Struktur und Orientierung von Kristallen werden häufig Beugungsmethoden verwendet. Dabei werden die Welleneigenschaften von Teilchen wie z.B. Röntgenquanten oder Elektronen ausgenutzt, mit denen eine Probe beschossen wird. Die Intensitätsverteilung der durch die Wechselwirkung mit dem Probenmaterial gestreuten Teilchen lässt Rückschlüsse auf die Kristallstruktur und Orientierung zu. Häufig wird dafür die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz ausgenutzt [21]:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \tag{2.4}$$

mit n der Beugungsordnung, λ der Wellenlänge, d dem Abstand der Gitterebenen und θ dem Winkel zwischen Gitterebene und einfallendem bzw. ausfallendem Strahl. So kann durch die Messung der θ-Winkel, unter denen konstruktive Interferenz auftritt, bei bekannter Wellenlänge auf die Kristallstruktur geschlossen werden. Bei bekannter Kristallstruktur kann über die Kenntnis der θ-Winkel auch die Lage der kristallographischen Ebenennormalen (Pole) relativ zum Probenkoordinatensystem bestimmt werden. Durch die Lagebestimmung verschiedener Ebenenscharen relativ zum Probenkoordinatensystem kann bei einem Einkristall die Orientierung des Kristalls relativ zum Probenkoordinatensystem bestimmt werden. Für einen Polykristall erhält man dementsprechend keine einzelne Orientierung sondern eine Verteilung von Orientierungen, wie sie durch Polfiguren oder die ODF beschrieben werden kann (s. Abschn. 2.2.1). Eine Messung der vollständigen Polfiguren oder der ODF ist in der Praxis in der Regel nicht möglich. Diese lassen sich jedoch mit der harmonischen Methode nach Bunge und Dahms [20, 22] aus einer ausreichenden Anzahl gemessener Polfiguren berechnen. Die Intensität der Polfiguren wird dabei als Vielfaches der Intensität bei regelloser Textur angegeben.

EBSD

Eine besondere Methode zur Bestimmung von Kristallorientierungen ist die Messung rückgestreuter gebeugter Elektronen (engl.: electron backscatter diffraction, kurz: EBSD) im Rasterelektronenmikroskop (kurz: REM). Damit lässt sich lokal die Kristallorientierung eines vom Elektronenstrahl beleuchteten Bereiches (Spot) bis etwa 50 nm [23] unter der Oberfläche bestimmen. Durch das Rastern des Elektronenstrahls über die Oberfläche können so beispielsweise Kristallorientierungskarten der Probenoberfläche erstellt werden (Mikrotextur). Der Vorteil der Bestimmung von Kristallorientierungen mit EBSD gegenüber der üblichen Messung von Makrotexturen mit Röntgenstreuung (s. Kap. 3.5) ist, dass erstere eine Korrelation des im REM sichtbaren Gefüges mit der lokalen Kristallorientierung zulässt, während man bei der Röntgenmessung keinerlei Information über

die Lage der gemessenen Orientierungen im erfassten Probenvolumen hat. Der erfasste Probenbereich ist jedoch bei der Röntgenmessung um ein Vielfaches größer und die Anforderungen an die Güte der Probenoberfläche geringer.
Die Kristallorientierungen werden beim EBSD mittels der auf einen fluoreszierenden Schirm treffenden Elektronen (s. Abb. 2.3) bestimmt, die mit geringem Energieverlust inelastisch rückgestreut wurden. Diese bilden auf dem Schirm ein für

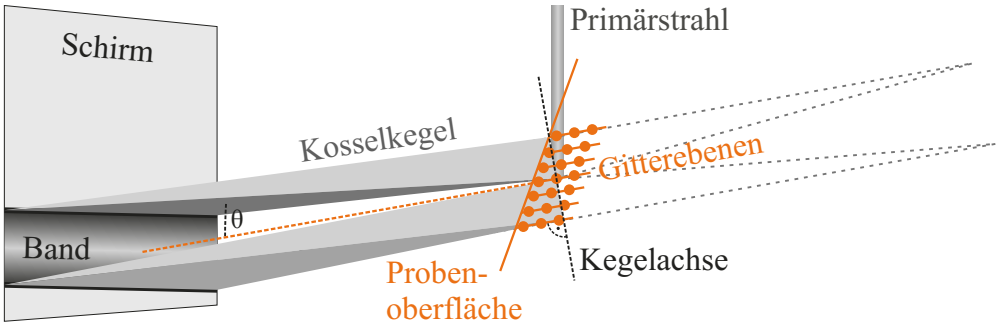


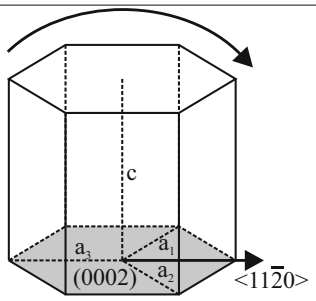
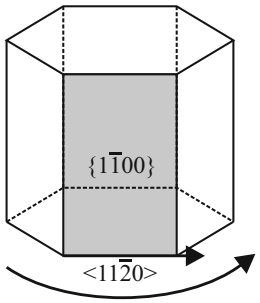
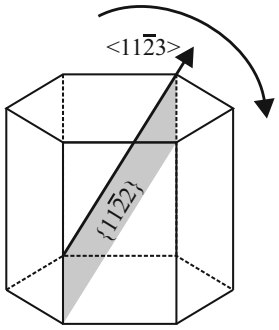
Abbildung 2.3: Schema der Entstehung von Kikuchi-Bändern auf einem Detektorschirm durch mit geringem Energieverlust inelastisch rückgestreute Elektronen in Anlehnung an [21]

die Kristallorientierung des erfassten Probenvolumens charakteristisches Muster aus Linien (auch engl. electron backscatter pattern, kurz EBSP, oder Kikuchi-Pattern [24] genannt). Die in der Probe ablaufenden Prozesse, die zur Entstehung der EBSP führen, sind komplex. Die mit geringem Energieverlust inelastisch gestreuten Elektronen bilden in der Probe eine Punktquelle, d.h. Elektronen werden von einem kleinen Volumen aus in alle Richtungen gestreut. Der Pfad, den die rückgestreuten Elektronen durch die Probe nehmen, ist dabei davon abhängig, ob diese die Bragg-Bedingung für das Kristallgitter erfüllen (vgl. Gl. 2.4). Dadurch erhält man eine von der Kristallorientierung abhängige Variation der Intensität der rückgestreuten Elektronen. Für die Vorder- und Rückseite jeder kristallographischen Ebenenschar erhält man so jeweils einen sogenannten Kosselkegel [21] geringerer Intensität mit der Kegelachse senkrecht zur kristallographischen Ebene (s. Abb. 2.3). Aufgrund der geringen Wellenlänge der Elektronen ist der Öffnungswinkel 90-θ der Kegel sehr groß. Dies führt dazu, dass die Schnittlinien der Kegel mit der Detektorfläche (Kikuchi-Linien) als Geraden erscheinen. Zwischen den beiden dunklen Linien nimmt die Intensität wieder zu. Die Mitte dieses hellen Bereiches, der auch als Band bezeichnet wird, entspricht der Projektion der Kristallebene auf den Schirm. Die Breite des Bandes, also der Abstand zwischen den beiden dunklen Kegelschnittlinien, ist umgekehrt proportional zum Abstand der entsprechenden kristallographischen Ebenen. Aus der Breite der Bänder und deren Lage auf dem Schirm können so unter vollständiger Kenntnis der Geometrie von Primärelektronenstrahl, Probe und Detektor die Bänder bestimmten kristallographischen Ebenen zugeordnet und so die Kristallorientierung bestimmt werden. [23]

2.3 Verformungsmechanismen von Magnesiumlegierungen

Das c/a-Verhältnis von reinem Magnesium ist mit 1,624 nahe an dem für die hexagonal dichtest gepackte Struktur idealen Verhältnis von $2\sqrt{2/3} \approx 1,63$. Daher weist es die für hdp typischen Verformungsmechanismen auf (s. Tab. 2.3). Vor allem bei niedrigen Temperaturen findet die Verformung primär durch Ver-

Tabelle 2.3: Gleitsysteme in Magnesium: Ebene und Richtung der Versetzungsbewegung sowie die Zahl unabhängiger Gleitmoden N_M nach [25]; die gekrümmten Pfeile stellen die durch die Versetzungsbewegung hervorgerufene Rotation der Einheitszelle dar.

System		Ebene	Richtung	N_M	
basal	<a>	(0002)	<11$\bar{2}$0>	2	
prismatisch	<a>	{1$\bar{1}$00}	<11$\bar{2}$0>	2	
pyramidal	<c+a>	{11$\bar{2}$2}	<11$\bar{2}$3>	5	

setzungsbewegung auf der basalen Ebene statt. Zusätzlich wird auch noch Zwillingsbildung beobachtet [26] (s. Tab. 2.4). Damit besitzt Magnesium bei niedrigen Temperaturen nicht die im von Mises Kriterium für homogene plastische Verformung ohne Rissbildung geforderten fünf unabhängigen Gleitsysteme [29]. Die

Tabelle 2.4: Zwillingssysteme in Magnesium [27]

Typ	Ebene	Orientierungsunterschied Winkel [°]	Drehachse	Scherung [28]
Zug	$\{10\bar{1}2\}$	86	$<1\bar{2}10>$	0,129
Druck	$\{10\bar{1}1\}$	56	$<1\bar{2}10>$	0,136
	$\{10\bar{1}3\}$	64	$<1\bar{2}10>$	0,136
Doppel	$\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$	38	$<1\bar{2}10>$	
	$\{10\bar{1}3\}$-$\{10\bar{1}2\}$	22	$<1\bar{2}10>$	

Kaltverformbarkeit von Magnesium ist daher begrenzt. Eine Verbesserung der Verformbarkeit ist, je nach Legierung, oberhalb von mindestens etwa $T \approx 200°C$ zu beobachten [26]. Dies ist auf die verstärkte Aktivierung von prismatischer und pyramidaler Gleitung zurückzuführen. Welcher Verformungsmechanismus in einem bestimmten Korn aktiviert wird, hängt wesentlich auch von dessen kristallographischer Orientierung in Bezug auf die äußere Spannung ab. Übersteigt die in das jeweilige Gleitsystem projizierte Scherspannung (Schmid-Faktor) die für die Aktivierung des Mechanismus notwendige kritische Schubspannung, so verformt sich das Korn über diesen Mechanismus, solange die Verformung mit dem restlichen Gefüge und den äußeren Zwangsbedingungen kompatibel ist. Die kritischen Schubspannungen der Verformungsmechanismen werden von Temperatur, Legierungszusammensetzung, Verformungszustand (Versetzungsdichte) und Korngröße bestimmt. Die Legierungszusätze können beispielsweise über die Veränderung des c/a-Verhältnisses oder der Stapelfehlerenergie Einfluss auf die kritischen Schubspannungen nehmen. Jedoch ändert dies in der Regel nichts an dem grundsätzlichen Charakter der Verformung von Magnesiumlegierungen, die primär über die Basalgleitung stattfindet und eine Ausrichtung der basalen Ebenen parallel zur Verformungsrichtung bewirkt. Die Scherung eines Korns entlang einer Richtung innerhalb einer bestimmten kristallographischen Ebene (Gleitsystem) bewirkt eine Rotation des Korns, da die Richtungen der angreifenden Spannung und der Scherverformung nicht parallel sind. Während Basal- und Pyramidalgleitung eine Kippung der c-Achse verursachen (s. Tab. 2.3), rotiert die Prismengleitung das Gitter um die c-Achse. Im Gegensatz dazu bewirkt die Zwillingsbildung keine kontinuierliche Rotation des Gitters sondern eine diskontinuierliche Orientierungsänderung. Die durch die Zwillingsbildung verursachte Scherung ist zwar nicht besonders groß (s. Tab. 2.4), die Orientierung des Gitters kann sich jedoch drastisch ändern. So rotiert beispielsweise beim häufig auftretenden sogenannten Zugzwilling die Orientierung des verzwillingten Bereiches um 86° (s. Abb. 2.4).

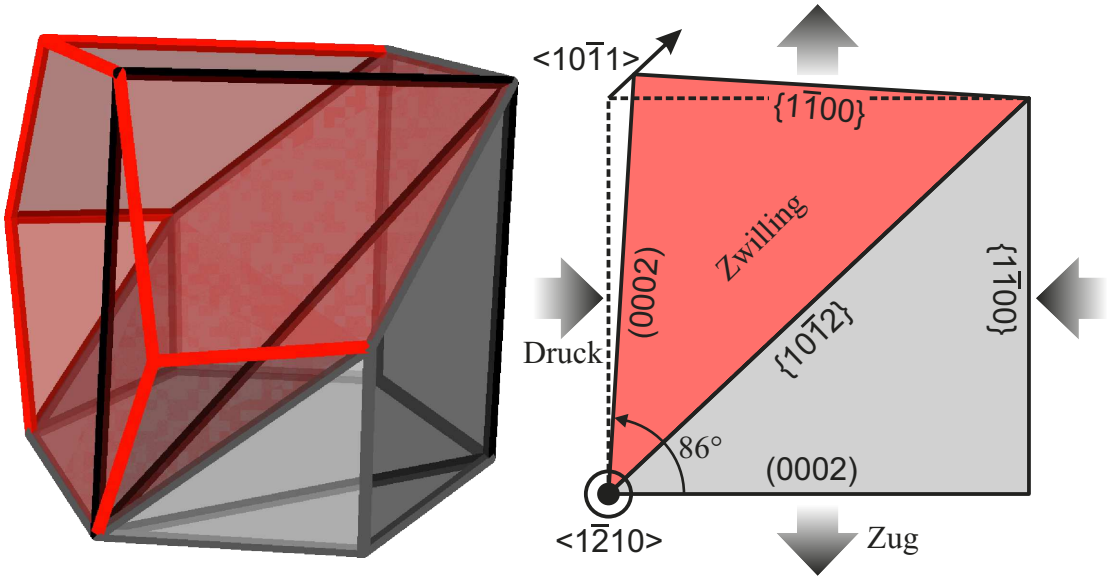


Abbildung 2.4: {10$\bar{1}$2}-Zugzwilling: verzwillingte hexagonale Zelle (links) und Schema der Zwillingsbildung in der prismatischen Ebene 2. Ordnung {11$\bar{2}$0} nach [30] (rechts)

2.4 Erholung und statische Rekristallisation

Dieser Abschnitt behandelt die für das Verständnis dieser Arbeit wichtigsten Aspekte der Erholung und Rekristallisation, wie z.B. die partikelstimulierte Keimbildung. Für eine umfassendere Beschreibung dieser Themen sei auf weiterführende Literatur [31, 32] verwiesen.

2.4.1 Erholung

Als Erholung werden alle Prozesse bezeichnet, die eine Auslöschung oder Umordnung von Versetzungen bewirken [21]. Die Erholung gestaltet also die Versetzungsstruktur eines verformten Materials um, ohne dabei die grundsätzliche kristallographische Struktur zu verändern. Diese Prozesse sind in der Regel thermisch aktiviert, da sie eine ausreichende Beweglichkeit der Versetzungen voraussetzen, und gehen mit einer Verringerung der Festigkeit des Materials einher. Die Zahl der Versetzungen kann immer dann verringert werden, wenn zwei Versetzungen mit entgegengesetztem Burgersvektor aufeinander treffen und sich gegenseitig auslöschen. Dieser Vorgang wird als Annihilation bezeichnet. Des Weiteren kann sich die Anordnung der Versetzungen so ändern, dass deren elastische Spannungsfelder weniger stark miteinander wechselwirken. Bei diesem als Polygonisation bezeichneten Prozess entstehen zunächst Zellen, bei denen die Versetzungen größtenteils in der Zellgrenze sitzen. Aus den Zellwänden können Kleinwinkelkorngrenzen (kurz: KWKG) und aus den Zellen somit Subkörner entstehen. Zur Erholung in Konkurrenz steht die im Folgenden beschriebene Rekristallisation, da letztere ebenfalls

von der Verringerung der in Form von Versetzungen gespeicherten Verformungsenergie getrieben wird.

2.4.2 Statische Rekristallisation

Als Rekristallisation bezeichnet man die durch die gespeicherte Verformungsenergie induzierte Um- und Neubildung der kristallographischen Struktur eines Gefüges. Die Versetzungsdichte wird dabei diskontinuierlich verringert [32]. Die Rekristallisation lässt sich in zwei wesentliche Schritte unterteilen, die Keimbildung und das Wachstum. Ein Rekristallisationskeim ist ein defektarmer Bereich mit geringer gespeicherter Verformungsenergie. Häufig sind dies bei der Erholung entstandene Subkörner. Der defektarme Keim kann auf Kosten des ihn umgebenden verformten Gefüges wachsen und so die gespeicherte Verformungsenergie verringern. Beim Warmwalzen von Magnesiumlegierungen ist die auftretende Rekristallisation in der Regel statisch. Bei der statischen Rekristallisation geschehen Keimbildung und Wachstum im Anschluss an die Verformung. Der Ablauf der Rekristallisation wird dabei wesentlich von dem Verformungsgrad und der Temperatur bestimmt. Je höher die Verformung und die Temperatur, desto schneller läuft im Allgemeinen die Rekristallisation ab. Die Keimbildung findet häufig an ausgezeichneten Punkten des Gefüges statt, z.B. an Korngrenzen oder Partikeln. Im Folgenden wird daher auf die für diese Arbeit wichtigen Keimbildungsmechanismen an Korngrenzen und Partikeln eingegangen.

Keimbildung an Korngrenzen

Korngrenzen sind wichtige Keimbildungszentren, da sie Gebiete (Körner), die sich unterschiedlich verformt haben können, voneinander trennen. Speichern zwei benachbarte Körner beispielsweise aufgrund ihrer Orientierung und der zur Verfügung stehenden Verformungsmechanismen unterschiedlich viel Energie, kann die gespeicherte Verformungsenergie verringert werden, indem an der Korngrenze liegende Subkörner aus dem Korn mit geringerer Verformungsenergie in das Korn mit höherer Verformungsenergie hineinwachsen. Dieser als Korngrenzenwanderung (engl.: strain induced grain boundary migration, kurz: SIBM) bezeichnete Prozess spielt vor allem bei geringen Verformungsgraden ($< 20\,\%$ in gewalztem Aluminium [31]) eine Rolle. Die so neu gebildeten Körner besitzen die Orientierung des Subkorns, aus dem sie gewachsen sind, und weisen damit einen geringen Orientierungsunterschied zu ihrem Mutterkorn auf. Ein Subkorn an der Korngrenze, das wesentlich größer als die Subkörner in der Umgebung ist, kann auch ohne einen wesentlichen Unterschied in der gespeicherten Verformungsenergie in das benachbarte Korn wachsen.
Korngrenzen trennen nicht nur Körner voneinander, sondern können auch effektive Hindernisse für Versetzungen darstellen. Infolgedessen ist in der Nähe der Korngrenzen die Dichte der Versetzungen erhöht und deren Verteilung in der Matrix inhomogen. Dies begünstigt die Keimbildung im korngrenzennahen Bereich [21].

Ähnliches gilt auch für den im nächsten Abschnitt behandelten Bereich um harte Partikel.

Partikelstimulierte Keimbildung

Die hier qualitativ dargestellten Erkenntnisse zur partikelstimulierten Keimbildung (engl.: particle stimulated nucleation, kurz: PSN) beruhen im Wesentlichen auf einfachen Modellannahmen sowie auf empirischen Untersuchungen aus der Literatur [31]. Durch die Verformung bildet sich in der Matrix um ein hartes, nicht schneidbares Partikel eine Deformationszone. Diese weist eine kleinere Zell-/Subkorngröße als die umgebende Matrix und einen hohen Orientierungsunterschied zu dieser auf (s. Abb. 2.5). Eine genaue theoretische Beschreibung der De-

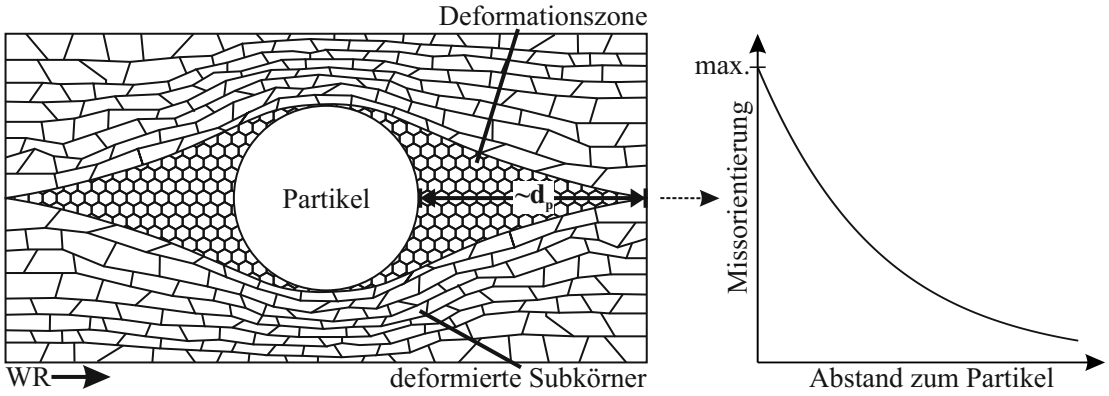


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Subkornstruktur um ein hartes Partikel nach Walzverformung (links) und qualitativer Verlauf der Missorientierung in der Deformationszone (rechts) nach [31]

formationszone ist schwierig, da die relevanten Prozesse auf einer mesoskopischen Skala stattfinden, die zwischen der der Kontinuumsmechanik (makroskopisch) und der von auf einzelnen Versetzungen basierenden Modellen (mikroskopisch) liegt. Die Behinderung der Versetzungsbewegung und der Versetzungsaufstau am Partikel führen zu enormen elastischen Spannungen im Gefüge um das Partikel, die zur Relaxation der Spannungen durch plastische Verformung führen. An ausreichend großen Partikeln ($d_p \gtrsim 0,1\,\mu m$ [31]) kann es dadurch zur Rotation der Matrix (engl.: rotational flow) kommen [33]. Bei Walzverformung ist die Deformationszone häufig in Walzrichtung gestreckt. Direkt am Partikel ist der Orientierungsunterschied zur umgebenden Matrix am größten. Der maximale Betrag des Orientierungsunterschieds ist für ausreichend große Partikel (wenige μm) hauptsächlich von der Stärke der Verformung (Dehnung) abhängig und nimmt mit ihr zu. Der Orientierungsunterschied fällt bis zur Grenze der Deformationszone ab, wo die Kristallorientierung annähernd der Orientierung der umgebenden Matrix entspricht. Die Breite der Deformationszone (s. Abb. 2.5) ist von gleicher Größenordnung wie der Partikeldurchmesser. Die Keimbildung geschieht durch die Wan-

derung der Grenzen eines oder mehrerer Subkörner aus der Deformationszone. Der Orientierungsgradient in der Deformationszone muss für die Keimbildung so hoch sein, dass die Subkörner durch das Wachstum Großwinkelkorngrenzen (kurz: GWKG) ausbilden können. Daher ist für die Keimbildung eine Mindestverformung notwendig. Im Anschluss an die Keimbildung müssen die Keime wachsen, um sich zu stabilen Körnern auszubilden. Der Keim kann in die umgebende Matrix hinein wachsen, wenn die für das Wachstum notwendige zusätzliche Korngrenzenenergie durch den Abbau der in der Matrix gespeicherten Verformungsenergie kompensiert wird. Geht man davon aus, dass der Durchmesser des Keims ungefähr der Größe der Deformationszone, also ungefähr dem Partikeldurchmesser, entspricht, so ergibt sich eine Mindestpartikelgröße, oberhalb derer entstandene Keime wachsen können. Das Auftreten der partikelstimulierten Keimbildung hängt deshalb sowohl von der Größe der Partikel als auch der Stärke der Verformung ab. In gewalztem Aluminium tritt PSN beispielsweise bei einem Umformgrad von etwa 20 % erst bei Partikeln mit einem Durchmesser $d_p > 10\,\mu m$ auf [34]. Die Orientierung des durch PSN neu gebildeten Korns entspricht der des Keims. Der Orientierungsunterschied zum Mutterkorn nimmt daher mit zunehmendem Verformungsgrad zu. In einem hoch verformten Polykristall können die neu gebildeten Orientierungen insgesamt zufällig verteilt sein und so eine Abschwächung der Textur bewirken.

3 Experimentelles

3.1 Herstellung des Ausgangsmaterials

3.1.1 Methoden zur Einbringung der Partikel in die Schmelze

Ein direktes Einstreuen des keramischen Pulvers in die Schmelze ist wegen der Schmelzhaut nicht möglich. Damit die Schmelzhaut durchdrungen werden kann, müssen die keramischen Partikel in kompakter Form zugegeben werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden daher zwei unterschiedliche Methoden zur Einbringung der Partikel in die Schmelze auf ihre Eignung hin getestet. Zum einen die direkte Zugabe des in Aluminiumfolie eingewickelten Pulvers und zum anderen die Einbringung über eine Vorlegierung. Für ersteres wurde das Pulver unter Argonatmosphäre in Kugelform in die Folie eingewickelt und bis kurz vor dem Abguss in einem gasdichten Behälter aufbewahrt, um den Sauerstoffanteil des in der Kugel eingeschlossenen Gases möglichst gering zu halten. Neben der einfachen Zugabe der Kugeln zur Schmelze wurden diese auch in einem Stahlkorb unter einen Scheibenrührer gehängt (s. Abb. 3.2(b)), um zu prüfen, ob sich so eine bessere Verteilung der Partikel erreichen lässt.

Herstellung der Vorlegierung

Für die Herstellung der Vorlegierung wurde ein Verfahren eingesetzt, mit dem bereits erfolgreich Vorlegierungen zur Kornfeinung von Magnesiumlegierungen hergestellt wurden [9, 11, 35]. Die keramischen Pulver wurden dafür zusammen mit Metallspänen oder -pulver (Reinmagnesium oder -aluminium) zunächst mit einer Planetenkugelmühle (Pulverisette 5 der Firma Fritsch) unter Argonatmosphäre (Unilab Handschuhbox der Firma MBraun) intensiv gemahlen. Die Schutzatmosphäre soll hierbei ein Oxidieren des metallischen Mahlguts verhindern und wird fortlaufend durch ein Filtersystem gereinigt. Der Volumenanteil der Partikel in der Vorlegierung betrug in der Regel 10 Vol.-%. Um das Verschweißen des Mahlguts mit der Wand des aus Aluminiumoxid bestehenden Mahltiegels zu minimieren, wurden geringe Mengen flüssigen Cyclohexans (C_6H_{12}) als Mahlhilfe hinzugegeben. Als Mahlkugeln wurden ZrO_2-Kugeln verwendet. Die Mahlintensität wurde über die Rotationsgeschwindigkeit der Mühle so an das jeweilige Matrixmaterial angepasst, dass die keramischen Partikel in dieses eingemahlen werden. Nach einer Mahldauer von 18-24 h ist der Großteil der Partikel vollständig von Matrix umgeben (s. Abb. 3.1(a)). Dabei verringert sich jedoch die Größe der keramischen Partikel, da diese während des Mahlprozesses fragmentieren. Nach 18-stündigem

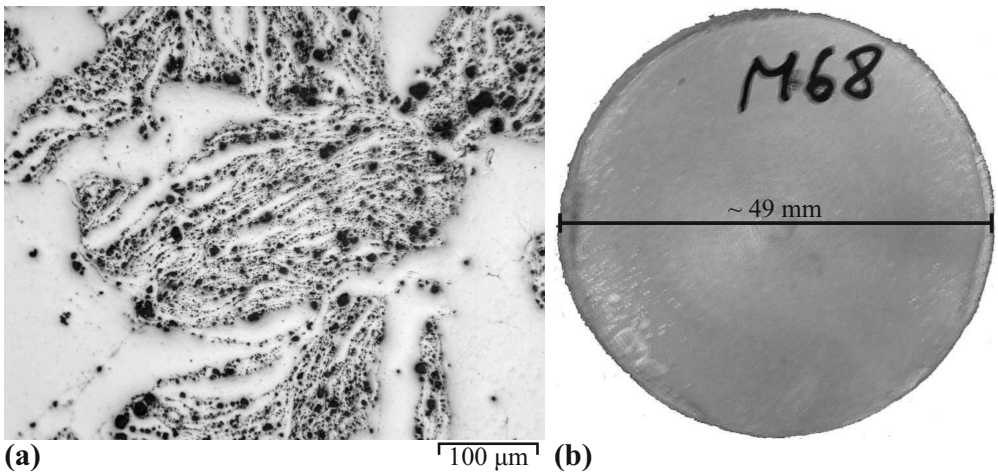


Abbildung 3.1: **(a)** Mikrostruktur einer gepressten Vorlegierung aus Mg (hell) und AlN-Partikeln (dunkel) nach 18-stündigem Mahlen;
(b) Gepresste Vorlegierungstablette

Mahlen zusammen mit Magnesiumspänen verringert sich beispielsweise die Partikelgröße des verwendeten AlN-Pulvers von $d_{p,50v} \approx$ 7-11 μm auf etwa $d_{p,50v} \approx$ 5 μm. Die Verwendung von Aluminium als Matrixmaterial ermöglicht geringere Mahlintensitäten, wodurch die Fragmentation der Partikel verringert wird. Bei der schmelzmetallurgischen Herstellung (s. Kap. 3.1.2) einer bestimmten partikelmodifizierten Legierung muss jedoch das zusätzlich über die Vorlegierung eingebrachte Aluminium berücksichtigt werden. Ob Aluminium als Matrixmaterial in der Vorlegierung eingesetzt werden kann, hängt von dem einzustellenden Partikelgehalt und der chemischen Zusammensetzung der herzustellenden Legierung ab. Im Anschluss an den Mahlprozess wird das Mahlgut mindestens 24 h offen in der Handschuhbox stehen gelassen, damit das flüchtige Cyclohexan entweichen kann. Danach wird das Mahlgut unter Argonfluss mit einer hydraulischen Presse der Firma Paul Weber (Maximallast 200 t) unidirektional zu Tabletten (s. Abb. 3.1(b)) gepresst.

3.1.2 Gießtechnik

Die Gießexperimente wurden im Magnesium Innovations Center (kurz: MagIC) des Helmholtz-Zentrums Geesthacht (kurz: HZG) durchgeführt. Für die Herstellung von Gussbolzen im Schwerkraftkokillenguss standen zwei Kippgießöfen der Firma Nabertherm (3,5 und 9,5 l Fassungsvermögen) zur Verfügung. Ihr Aufbau ist in Abb. 3.2(a) skizziert. Zentrales Element der Öfen ist der elektrisch beheizte Stahltiegel. Dieser besitzt einen nach außen gewölbten Boden, um das Entleeren zu erleichtern.
Magnesium bildet ähnlich zum festen Zustand auch als Schmelze keine deckende und damit schützende Oxidschicht. Um die Schmelze vor Oxidation zu schützen,

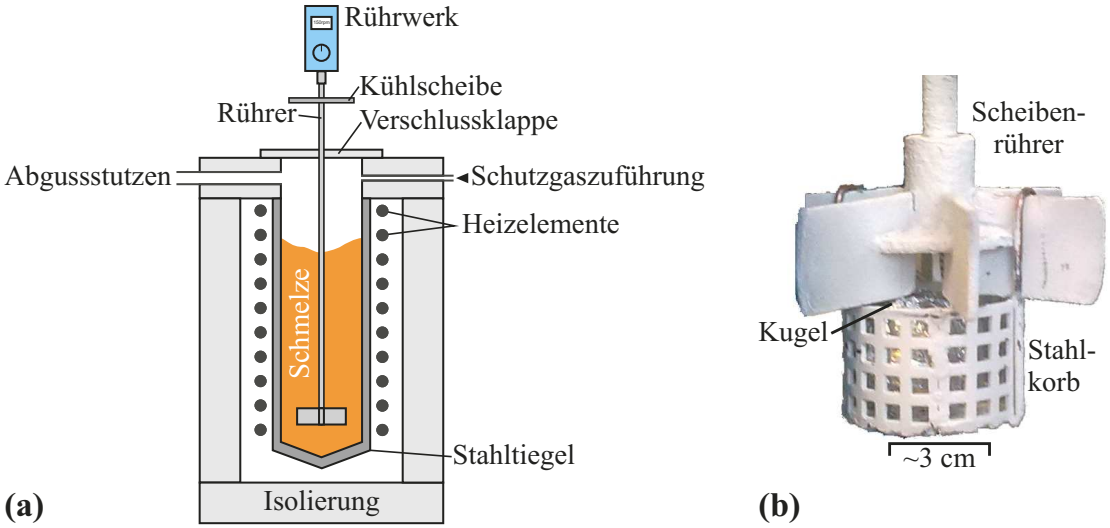


Abbildung 3.2: **(a)** Schematischer Aufbau der verwendeten Kippgießöfen; **(b)** Scheibenrührer mit Stahlkorb, der eine mit Aluminiumfolie umwickelte Kugel aus keramischem Pulver enthält

wird der Schmelzoberfläche daher Schwefelhexafluorid (SF_6) mit Argon als Trägergas zugeführt (s. Abb. 3.2(a)). Die Zugabe von Schwefelhexafluorid führt auf der Schmelzoberfläche zur Bildung einer wirksamen Schutzschicht, die unter anderem auf die Entstehung von MgF_2 und MgS zurückzuführen ist [36]. Jedes Durchstoßen der Schutzschicht, z.B. durch das Einbringen von Rührern oder Legierungselementen, birgt die Gefahr, unerwünschte Schlacke in die Schmelze einzubringen. Sämtliche metallischen Gießwerkzeuge, wie z.B. Tiegel und Rührer, werden mit einer hochtemperaturfesten Schlichte vor der Magnesiumschmelze geschützt.

Rührapparatur

Für die Herstellung von mit keramischen Partikeln modifizierten Legierungen ist das in Abb. 3.2(a) dargestellte Rührwerk von besonderer Bedeutung. Die Rührapparatur soll die Partikel suspendieren, also der Tendenz der Partikel entgegenwirken, sich abzusetzen und zu agglomerieren (s. Kapitel 2.1). Ein wichtiger Parameter für die Auslegung eines Suspendierrührwerkes ist daher die Sinkleistung der Partikel. Diese entspricht der zeitlichen Ableitung der potentiellen Energie der Partikel und hängt im Wesentlichen von deren Sinkgeschwindigkeit ab. Nimmt man für die Sinkgeschwindigkeit die in Gl. 2.1 definierte Gleichgewichtsgeschwindigkeit $v(t \to \infty)$ an, so ergibt sich die Sinkleistung P_S zu:

$$P_S = \Delta m_p \cdot g \cdot v(t \to \infty) = \frac{g^2(\rho_p - \rho_{Mg})^2 \cdot d_p^2 \cdot c_{p,G} \cdot m_L}{18\eta_{Mg} \cdot \rho_p} \tag{3.1}$$

mit Δm_p der effektiven Gesamtmasse der keramischen Partikel unter Berücksichtigung des Auftriebs, $c_{p,G}$ dem Gewichtsanteil der Keramik und m_L der Gesamt-

masse der Schmelze. Die Rührleistung sollte ein Vielfaches der Sinkleistung betragen [37]. Betrachtet man Agglomerate als kompakte Partikel, so ergibt sich bei einem Gehalt von 1 Gew.-% 100 μm großer ZrB_2-Agglomerate bei einem 16 kg schweren Abguss lediglich eine Sinkleistung von etwa 25 mW. Dem Absetzen der Partikel entgegenzuwirken ist demnach problemlos mit dem verwendeten Standardrührwerk (IKA Eurostar power control-visc) mit einer maximalen Leistungsabgabe von über 100 W möglich. Die durch das Rührwerk erbrachte Leistung wird durch das Rührorgan an die Schmelze übertragen. Dem Absinken der Partikel wirkt am besten ein Rührorgan mit primär axialer Förderwirkung, wie z.B. der in Abbildung 3.3 dargestellte Propellerrührer, entgegen, da hier Sinkrichtung der Partikel und Förderrichtung parallel sind. Für das Auflösen der Agglomerate sind

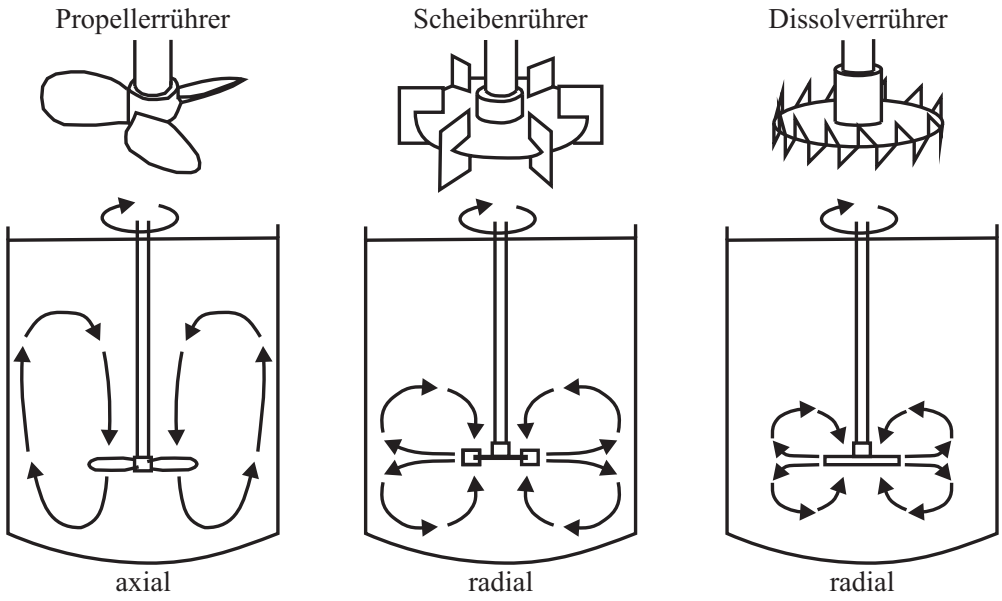


Abbildung 3.3: Form, Strömungsausbildung und primäre Förderrichtung für die verwendeten Rührertypen nach [37]

eher Rührer mit lokal hohem Energieeintrag geeignet, wie z.B. Scheiben- oder Dissolverrührer (auch Zahnscheibenrührer genannt). Deren axiale Förderwirkung ist jedoch vermindert. Alle drei der erwähnten Rührertypen wurden eingesetzt, um zu prüfen, mit welchem sich die homogenste Verteilung der keramischen Partikel einstellen lässt. Welche Art von Strömung sich beim Rühren ausbildet, kann anhand der Reynoldszahl bestimmt werden. Die Reynoldszahl des Rührers ergibt sich nach [37] zu:

$$Re = \frac{\rho_{Mg} \cdot n \cdot d_R^2}{\eta_{Mg}} \tag{3.2}$$

mit n der Drehzahl und d_R dem Durchmesser des Rührers. Für $Re > 10^3$ befindet sich das System im turbulenten Strömungsbereich, in dem Makrowirbel von der Größe des Rührers erzeugt werden, die in kleinere Mikrowirbel zerfallen [37].

Matrixmaterialien

Als Matrixmaterial wurde reines Magnesium (Mg), Mg mit 1 Gew.-% Zink (Z1), Magnesium mit 3 Gew.-% Aluminium (A3), Magnesium mit 3 Gew.-% Aluminium und 1 Gew.-% Zink aus reinen Elementen (AZ31) sowie eine kommerzielle, hochreine AZ31-Legierung (AZ31 HP, chemische Zusammensetzung siehe Anhang, Tab. 7.4) der Firma Magontec verwendet. Im Wesentlichen unterscheidet sich die kommerzielle AZ31 HP-Legierung von der AZ31 aus reinen Elementen dadurch, dass erstere zusätzlich noch etwa 0,3 Gew.-% Mangan enthält, das in der Regel Ausscheidungen bildet. Das Mangan verbessert die Korrosionsbeständigkeit der kommerziellen Legierung, indem es Ausscheidungen mit dem als Verunreinigung auftretenden Eisen bildet [26]. Falls sich die verschiedenen Legierungen als für die weitere Umformung geeignet erweisen, kann durch die Variation der Matrixzusammensetzung eine Untersuchung des Mischkristalleinflusses auf mögliche beim Warmwalzen auftretende Partikeleffekte durchgeführt werden.

Durchführung der Gießexperimente

Zunächst wurde das Matrixmaterial im Ofen erhitzt, bis die gewünschte Abgusstemperatur (üblicherweise $700 - 730°C$) erreicht war. Danach wurde das Rührwerk in den Schmelztiegel abgelassen und der Rührvorgang gestartet. Die Rührgeschwindigkeit wurde dabei an den jeweiligen Rührertyp angepasst (etwa 150-500 rpm) und lag in allen Fällen im Bereich turbulenter Strömung. Nachfolgend wurden die vorgeheizten Vorlegierungspresslinge bzw. Kugeln zugegeben. Die Rührdauer betrug in der Regel 10 min. Um ein Abbrennen von Mg-Rückständen am Rührer zu vermeiden, musste dieser vor dem Abguss entfernt werden. Dadurch betrug die Zeit zwischen dem Ausschalten des Rührers und dem Beginn des Abgusses je nach Komplexität des zu entfernenden Rühraufbaus mindestens 30 s. Der Abguss erfolgte durch Kippen des Ofens in eine vorgeheizte zylindrische Stahlkokille. Der Durchmesser der für die Umformung bestimmten Gussbolzen betrug dabei etwa 10 cm bei einem Gewicht von 4-6 kg (Höhe $\gtrsim$ 30 cm). Die Gießparameter der wichtigsten Legierungen einschließlich der in dieser Arbeit verwendeten Kurzbezeichnungen sind in Tabelle 7.3 im Anhang zu finden.

3.2 Walzen

Aus den für die Umformung ausgewählten Gussbolzen wurden zunächst Walzplatten mit den Maßen 170-177×6,5×89 mm^3 ($b \times h \times l$) unter Berücksichtigung vorliegender Makrolunker mit der Breite der Platten parallel zur Höhe des Bolzens herausgearbeitet (s. Abb. 7.1). Die Platten wurden zunächst 20 h bei $400°C$ homogenisiert und anschließend nach dem in Abb. 3.4 dargestellten, für Magnesiumknetlegierungen bewährten und anwendungsnahen Walzplan [5] an einer Walze der Firma Carl Wezel (Durchmesser der Walzen $d_W \approx 200\,mm$) mit einer Geschwindigkeit von $v_W = 5\,m/min$ (maximale Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{w,max} \approx 1\,s^{-1}$, maxi-

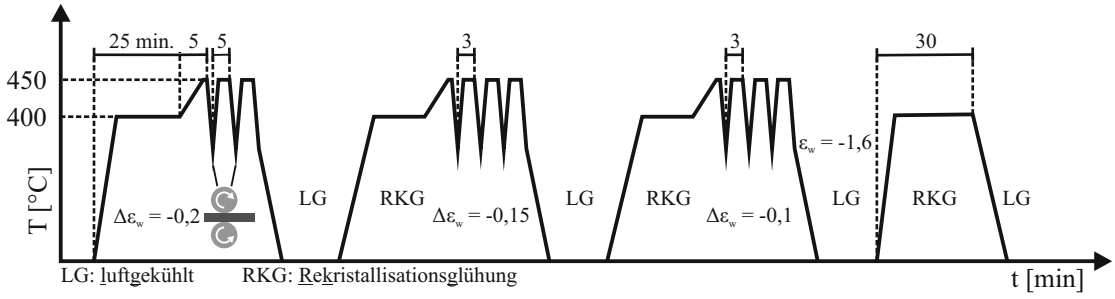


Abbildung 3.4: Walzplan für Magnesiumknetlegierungen mit 13 Stichen und abnehmendem Walzgrad nach [5]

male Verformungsdauer $t_{W,max} \approx 0,2\,s$) warmgewalzt. Das Aufwärmen der Bleche zwischen den Stichen und die 30-minütigen Rekristallisationsglühungen wurden dabei in einem direkt an der Walze stehenden Ofen der Firma Nabertherm vorgenommen. Der Transfer zwischen Ofen und Walze sowie das Einschieben der Bleche in den Walzspalt erfolgte manuell. Durch den massiven Kontakt mit den Walzen verlieren die Bleche beim Walzen stark an Temperatur. Die effektive Walztemperatur liegt daher ungefähr bei $T_{W,eff} \approx 250°C$. Die Temperatur variiert jedoch von Stich zu Stich mit der Höhe des Bleches und durch zeitliche Abweichungen in der Prozessführung. Die Walzen sind zum Schutz der Walze federnd gelagert und besitzen beim Zusammenfahren keine exakte Nullstellung. Daher kann der reale Walzgrad einer Walzserie vom Gesamtsollwalzgrad $\epsilon_{w,soll} = \ln(h_{soll}/h_0) = -1,6$ abweichen. In der Praxis ergaben sich für die in dieser Arbeit verwendeten Legierungen Abweichungen im Bereich von $\Delta\epsilon_w \approx \pm 0,1$. An den Stellen dieser Arbeit, die sich auf die Längenänderung des Bleches beziehen, wird zur Charakterisierung des Walzgrades anstelle der negativen Definition der wahren Dehnung über die Blechhöhe die positive Definition über die Blechlänge ($\epsilon_w = \ln(l/l_0) > 0$) verwendet. Eine Aufstellung der gewalzten Bleche befindet sich in Kap. 7.7 im Anhang.

3.3 Metallographie

3.3.1 Präparation

Zum groben Vortrennen größerer Teile wie z.B. Gussbolzen wurde eine Bügelsäge ohne Schmierung und Kühlung verwendet, um Reaktionen des Probenmaterials mit dem Schmier- oder Kühlmittel zu vermeiden. Kleine Teile wurden wahlweise mit einer Trennmaschine mit Korundscheibe oder Sägeblatt nach Möglichkeit ohne Kühlung oder mit einer Band- bzw. Handsäge getrennt. Anschließend wurden die Proben mit einem zweikomponentigen Epoxidharz (EpoFix der Firma Struers) kalt eingebettet. Die eingebetteten Proben wurden mit SiC-Schleifpapier auf einer Schleif- und Poliermaschine entweder manuell (Fa. Streuers, Knuth Rotor 2) oder automatisch (Fa. Struers, RotoPol 31 und RotoForce 4 bzw. TegraPol-35

und TegraForce-5) nass geschliffen. Die Körnung des Schleifpapieres wurde dabei schrittweise erhöht (600, 1200, 2400, 4000). Bei Blechproben wurde bei Schliffen parallel zur Blechoberfläche, wie z.B. bei Proben für die Texturmessung (s. Kap. 3.5), etwa bis zur Mitte der Blechdicke geschliffen. Die geschliffenen Proben wurden danach auf dem Polierautomaten mit einem Poliertuch und einer SiO_2-Suspension (Partikelgröße 0,04 μm) einige Minuten poliert.

EBSD-Proben

Für die übliche Metallographie rein mechanisch präparierte Proben sind für EBSD-Messungen im Rasterelektronenmikroskop (s. Abschn. 3.3.3) aufgrund der hohen Anforderungen an die Minimierung der durch die Präparation eingebrachten Verformung sowie die Oberflächengüte meist ungeeignet. Daher sind in der Regel im Anschluss an die übliche Präparation weitere Polierschritte notwendig. Die Präparation von Blechproben partikelmodifizierter Legierungen wird dabei zusätzlich durch den hohen Härteunterschied zwischen Partikeln und Matrix erschwert. Eine häufig verwendete Methode für die Präparation von Mg-Legierungen ist das elektrolytische Polieren [38]. Am Helmholtz-Zentrum Geesthacht durchgeführte Versuche zum elektrolytischen Polieren (Poliergerät LectroPol-5 mit Elektrolyt AC2 der Firma Struers) von partikelmodifizierten Legierungen haben jedoch gezeigt, dass dabei auch die Grenzfläche zwischen Partikel und Matrix angegriffen wird und dadurch viele Partikel herausgelöst werden. Die so entstehenden Löcher erschweren die Erfassung der Matrix um die Partikel in den EBSD-Messungen.
Eine weitere etablierte Präparationsmethode für EBSD-Proben ist das Polieren mit einem Vibrationspoliergerät. Hierbei bewegen sich die mit einem definierten Gewicht beschwerten Proben durch Vibration mit der Schlifffläche nach unten in einer Poliersuspension über ein Poliertuch. Die Präparation (Poliergerät Vibromet 2 der Fa. Buehler und SiO_2-Poliersuspension) von mit keramischen Partikeln modifizierten Magnesiumlegierungen erwies sich jedoch auch hier als schwierig. Aufgrund der bei dieser Methode notwendigen langen Polierzeiten (mindestens 30 min) kommt es bei zu geringen Lasten im nicht ausreichend abgetragenen Bereich um die Partikel zu Korrosion. Bei zu hoher Last können Mikrozwillinge in der Matrix erzeugt werden, die die Messungen verfälschen. Ob eine partikelmodifizierte Probe mit dieser Methode präpariert werden kann, hängt wesentlich von der Festigkeit der Matrix ab. Die Proben, die sich aus den genannten Gründen nicht mit dem Vibrationspoliergerät präparieren ließen, wurden länger mit abnehmenden Lasten auf dem konventionellen Polierautomaten poliert. Die Oberflächenqualität gemessen am Kontrast der sich in der EBSD-Messung ergebenden Bänder (s. Kap 3.3.3) ist zwar in der Regel schlechter als bei vibrationspolierten Proben, aber dennoch ausreichend und kann zum Teil durch längere Messzeiten ausgeglichen werden.

3.3.2 Lichtmikroskopie

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen wurden mit zwei Lichtmikroskopen der Firma Leica (Aristomet, DMR) gemacht. Die Mikroskope verfügen über eine maximale Vergrößerung von 1000 x sowie über Polfilter für Aufnahmen mit polarisiertem Licht. Für die Aufnahmen wurden am Leica Aristomet eine Schwarz-Weiß-Kamera von Hamamatsu mit einer Bildauflösung von 1,3 Megapixeln sowie am DMR zwei Farbkameras von Leica mit 5,4 (DC500) bzw. 8 Megapixeln (DFC495) verwendet. Makroskopische Aufnahmen wurden mit einem Stereomikroskop (M205 C der Firma Leica) mit einem Vergrößerungsbereich von 0,78-16,0 x und zwei Leica Farbkameras mit 5 (DFC450) bzw. 8 Megapixeln (DFC495) mit seitlicher (Ringleuchte) oder koaxialer Beleuchtung angefertigt. Die Mikrometerbalken wurden durch Abgleich mit einem Objektmikrometer generiert.

Korngrößenbestimmung

Zur Bestimmung der Korngrößen wurden mechanisch polierte Proben zunächst mit einer für Magnesiumlegierungen üblichen, auf Pikrin- und Essigsäure basierenden Lösung (ähnlich der in [39] beschriebenen) geätzt. Dabei bildet sich auf den Körnern abhängig von deren Orientierung eine Deckschicht, die in polarisiertem Licht einen Farbkontrast erzeugt. Zusätzlich werden durch die Lösung auch die Korngrenzen angeätzt, wodurch diese sich in der mikroskopischen Betrachtung vertieft darstellen. Die Vergrößerung der mit polarisiertem Licht erstellten Aufnahmen wurde zur optimalen Erfassung des Gefüges an die Korngröße angepasst (in der Regel 50-200 x). Die Korngröße wird anhand der lichtmikroskopischen Aufnahmen computergestützt (Software Scandium der Firma Olympus) im Linienschnittverfahren in Anlehnung an die ASTM-Norm E 122-96 bestimmt. Der Abstand der horizontalen Linien wird dabei so angepasst, dass diese nach Möglichkeit kein Korn zweimal schneiden. Die Schliffläche schneidet bei globularen Gefügen die meisten Körner nicht an der breitesten Stelle. In der Schliffläche werden die Körner von den Linien des Linienschnittverfahrens in der Regel ebenfalls nicht an der breitesten Stelle geschnitten. Bei globularen Gefügen mit sehr schmaler Korngrößenverteilung ohne Vorzugsrichtung unterschätzen daher die Liniensegmente die tatsächliche Korngröße im Mittel um etwa 40 %. Der Faktor zwischen tatsächlicher und sich direkt durch Liniensegmente ergebender Korngröße hängt stark von Kornform und -größenverteilung ab. Daher werden in dieser Arbeit die sich direkt aus den Linienschnittsegmenten ergebenden Werte angegeben. Zur Erhöhung der Genauigkeit werden dabei die am Bildrand liegenden Segmente bei der Auswertung nicht berücksichtigt. Bei sehr schmaler Größenverteilung globularer Körner erzeugt das Linienschnittverfahren bereits eine Breite der Verteilung, die gemessen am Variationskoeffizienten bei etwa 20 % liegt. Die so ermittelten Korngrößenparameter ausgewählter Legierungen und Zustände sind in Tabelle 7.6 zu finden.

3.3.3 Rasterelektronenmikroskopie

Für die weiterführende Gefügeanalyse wurden zwei Rasterelektronenmikroskope (LEO 1530 Gemini und Zeiss Supra 55VP) verwendet, die mit Detektoren für Sekundärelektronen (kurz: SE), rückgestreute Elektronen (engl.: backscattered electrons, kurz: BSE) sowie zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie (engl.: energy dispersive X-ray spectroscopy, kurz: EDX) ausgerüstet sind. Die Beschleunigungsspannung der Primärelektronen betrug in der Regel 3-10 keV.

EBSD

Das Elektronenmikroskop Supra 55VP der Firma Zeiss ist zusätzlich noch mit einem Detektor (Nordlys der Firma Oxford Instruments) für am Kristallgitter der Probe gebeugte rückgestreute Elektronen (engl.: electron backscatter diffraction, kurz: EBSD, s.a. Kap. 2.2.2) ausgestattet. Die Detektorfläche steht dabei parallel zum Primärelektronenstrahl und wird zur Messung möglichst nah an die Probe herangefahren. Die Probe wird mit einem Winkel von 70° zum Probentisch (20° zwischen Primärstrahl und Probenoberfläche) eingebaut. Um ein möglichst starkes Signal zu erhalten, wurde hier für den Primärstrahl eine Beschleunigungsspannung von 20 keV gewählt. Für die Messung von Orientierungskarten wurde zunächst anhand einer elektronenmikroskopischen Aufnahme einer ausgewählten Gefügestelle ein Messraster festgelegt. Die Schrittweite des Messrasters wird dabei an die Größe der zu analysierenden Gefügestrukturen angepasst und lag in der Regel etwa im Bereich 1-6 μm. Die Messdauer je Rasterpunkt (Größenordnung 10^2 ms) wird so eingestellt, dass die Signalstärke innerhalb des vom Detektor erfassbaren Bereiches möglichst hoch ist. Bei der EBSD-Messung wird von der Software (AZtec der Firma Oxford Instruments) des mit dem Detektor verbundenen Messrechners an jedem Punkt des Rasters versucht, mit Hilfe der Standardstrukturdaten (s. Tab. 7.2) anhand der Analyse der Kikuchi-Pattern die lokale Kristallorientierung zu bestimmen. Die Qualität der Pattern gemessen am Kontrast zwischen den dunklen Randlinien und dem hellen Mittelbereich der Bänder wird dabei stark von der Oberflächengüte beeinflusst. Ob eine Bestimmung der Kristallorientierung an einem Rasterpunkt möglich ist, hängt neben der Qualität des Pattern auch von dessen Eindeutigkeit ab. Wird mehr als ein Kristallgitter vom Elektronenstrahl erfasst, wie z.B. an den Korngrenzen oder im Bereich der Partikel, so ist eine eindeutige Bestimmung der Kristallstruktur oft nicht möglich. Um mögliche Fehlindizierungen zu entfernen und die Zahl nicht indizierter Messpunkte zu verringern, wurden die Messungen anschließend noch nachbearbeitet (Software Channel 5 [23], Fa. Oxford Instruments HKL). Beispielsweise wurden nicht indizierte Bereiche an den Korngrenzen durch Nachbarorientierungen ersetzt. Die Software ermöglicht anhand der Analyse der Orientierungsbeziehungen zwischen den Messpunkten auch die Bestimmung der Kornstruktur des erfassten Gefügebereichs. Um sowohl Kleinwinkelkorngrenzen mit großem Orientierungsunterschied als auch Großwinkelkorngrenzen zu erfassen, wurde der notwendige

Mindestorientierungsunterschied für eine Korngrenze auf 6° festgelegt.

3.3.4 Partikel- und Agglomeratgrößenbestimmung

Zur Bestimmung der Partikelgrößen wurden zunächst mikroskopische Aufnahmen mit einer Vergrößerung gemacht, bei der die Partikel in der Mehrheit noch einzeln zu erkennen sind (s. z.B. Abb. 3.1(a)). Wie hoch die Vergrößerung dabei sein muss, hängt von der Größe der Partikel und deren mittleren Abstand zueinander ab. Die Aufnahmen wurden, abhängig davon mit welchem Mikroskop der größte Kontrast zwischen Partikeln und Matrix erreicht wurde, entweder licht- oder elektronenmikroskopisch erstellt. Die Auswertung der Bilder erfolgte computergestützt (Software Scandium der Firma Olympus). Die Partikel wurden dabei anhand eines manuell festgelegten Grauwertbereiches identifiziert. Dabei wurde manuell eine Mindestgröße (in Pixeln) für die Partikel festgelegt, um nach Möglichkeit lokale Fluktuationen des Grauwertes (Rauschen) und Verunreinigungen von der Erfassung auszuschließen. Neben einfachen größenbezogenen Parametern, wie der Fläche der Partikel oder dem kreisäquivalenten Durchmesser $d_\circ$, können auch form- oder positionsbezogene Parameter, wie z.B. das Aspektverhältnis a, erfasst werden.
Die Vermessung der Partikelagglomerate erfolgte in ähnlicher Weise. Um jedoch eine repräsentative Zahl an Agglomeraten zu erfassen, muss in der Regel ein größerer Teil des Gefüges analysiert werden. Als dafür geeignete Methode erwies sich die makroskopische Betrachtung (Vergrößerung 1,25 x) des Gefüges mit einem Stereolichtmikroskop (M205 C der Firma Leica) unter schräg einfallender Beleuchtung (Ringleuchte). Da die Matrix in unmittelbarer Nähe der Partikel bei der Schliffpräparation (s. Abschn. 3.3.1) aufgrund der hohen Härte der Partikel nicht in gleicher Weise abgetragen wird wie der Rest der Matrix, ist das Gefüge um die Partikel erhaben. Unter diesen Beleuchtungsbedingungen wird das Licht von den Partikeln und deren direkter Umgebung in das Mikroskopobjektiv reflektiert, weshalb sich die Agglomerate hell und die Matrix dunkel darstellen (s. Abb. 4.3). Daher kann unter diesen Abbildungsbedingungen nicht zwischen Partikeln und unmittelbar angrenzender Matrix unterschieden werden. Eine Abschätzung des tatsächlichen Partikelanteils der erfassten Agglomerate ergibt sich aus der Bestimmung der Gesamtfläche der Partikel in ausgewählten Agglomeraten bei hoher Vergrößerung (s.o.) und dem Vergleich des Ergebnisses mit der bei kleiner Vergrößerung bestimmten Fläche der jeweiligen Agglomerate (s. Abb. 3.5). Die Ergebnisse der Vermessung der Agglomerate sind in Abschnitt 7.9 im Anhang zu finden.

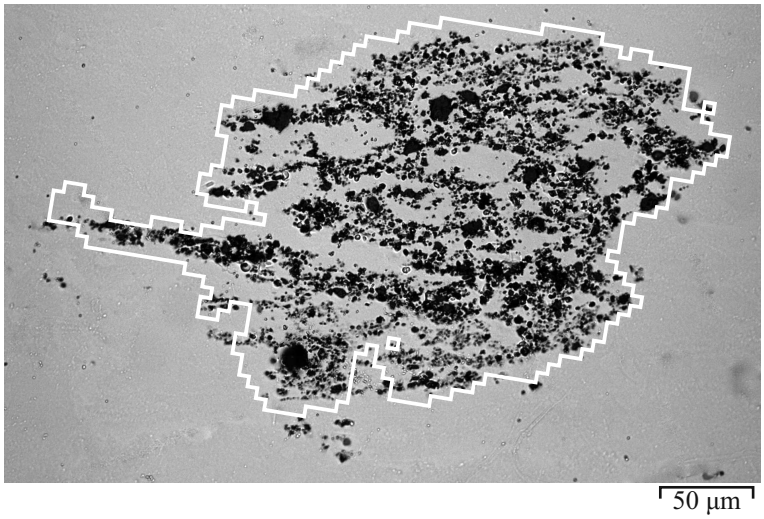


Abbildung 3.5: Mikroskopische Aufnahme eines AlN-Agglomerates zusammen mit der makroskopisch erfassten Agglomeratfläche (weiß umrandet)

3.4 Chemische Analyse

Die chemischen Analysen wurden im Zentrallabor Chemische Analytik der Technischen Universität Hamburg-Harburg erstellt. Zunächst wurden dafür Säge- oder Bohrspäne der zu untersuchenden Materialien in Salz- bzw. Flusssäure aufgelöst. Die Gehalte vorgegebener Elemente wurden mit den so erhaltenen Lösungen durch optische Emissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma (engl.: inductively coupled plasma optical emission spectrometry, kurz: ICP-OES) in einem Spektrometer der Firma PerkinElmer (Optima 7000 DV) bestimmt. Die Gehalte von Elementen wie N, C oder O, die auch zu einem erheblichen Anteil in der Atmosphäre vorkommen, lassen sich allgemein nur schwer zuverlässig bestimmen, weshalb auf deren Bestimmung verzichtet wurde. Die korrekte Bestimmung der in den keramischen Partikeln enthaltenen Elemente setzt voraus, dass diese sich mit der verwendeten Säure vollständig auflösen lassen. Die so ermittelten chemischen Zusammensetzungen ausgewählter Legierungen sind in Tab. 7.4 festgehalten.

3.5 Röntgendiffraktometrische Analyse

Für die Röntgendiffraktometrischen Analysen wurde ein Texturgoniometer (Bruker AXS D8 Discover) verwendet, das eine Röntgenröhre der Firma Siemens mit Cu-K_α-Strahlung und einen Szintillationszähler als Detektor verwendet. Das Goniometer nutzt einen sogenannten Polykapillarkollimator an der Röntgenröhre sowie einen Sollerblock vor dem Detektor um Parallelstrahlgeometrie herzustellen. Bevor der Röntgenstrahl auf die Probe trifft, hat er ungefähr eine Querschnittsfläche von $1\times3\,\mathrm{mm}^2$. Die Probe wird bei der Messung exzentrisch rotiert, um die erfasste Probenoberfläche zu vergrößern. Die Rotationsperiode ist dabei

kleiner als die Messdauer an einem einzelnen Messpunkt des in Schritten von $\Delta\alpha, \varphi = 5°$ eingeteilten Messrasters. Eine Messung ist bis zu einem Polwinkel von etwa $\alpha = 85°$ im Probenkoordinatensystem möglich. Die Winkelauflösung beträgt dabei etwa $\Delta\theta \approx 0,15°$. An den Texturdaten wird im Anschluss an die Messung eine Winkelkorrektur durchgeführt. Die Winkelkorrekturfunktion wurde vorher an kaltisostatisch gepressten Magnesiumproben bestimmt, die eine regellose Textur besitzen. Die ODF und die vollständigen Polfiguren wurden mit der harmonischen Methode nach Bunge und Dahms [20, 22] berechnet. Für die Berechnung wurden die folgenden gemessenen Polfiguren verwendet: $\{1\bar{1}00\}$, (0002), $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}0\}$, $\{11\bar{2}2\}$.

3.6 Mechanische Prüfung

Für Flachzugversuche wurden aus den ausgewählten Blechen mittels Funkenerosion Proben der Form DIN 50125 - E $1,5 \times 6,5 \times 25$ verformungsfrei herausgetrennt. Die Probenform richtet sich dabei nach der Solldicke der Bleche ($h_{soll} = 1,5\,mm$). Die Flachzugproben wurden an einer Universalprüfmaschine (Zwick 1474) mit Flachzugeinspannung bei Raumtemperatur mit einer Dehngeschwindigkeit von $\dot{\epsilon}_{w,soll} = 10^{-4}s^{-1}$ bis zum Bruch gedehnt. Die Kraft wurde dabei mit einer Kraftmessdose und die Dehnung mit einem induktiven Wegmesssystem aufgezeichnet.

4 Herstellung des Ausgangsmaterials

4.1 Ergebnisse

Die Erzeugung einer homogenen Verteilung keramischer Partikel in einer metallischen Matrix über gießtechnische Prozesse stellt für sich schon eine große technologische Herausforderung dar. Aufgrund der hohen Affinität von schmelzflüssigem Magnesium zu Sauerstoff muss zusätzlich noch über den gesamten Prozess ein ausreichender Schutz vor Oxidation gewährleistet werden. Im Hinblick auf eine mögliche spätere Anwendung dürfen die verwendeten Verfahren jedoch nicht so aufwändig sein, dass sie in großtechnischer Umsetzung unwirtschaftlich werden. Aufgrund dieser Problematik sollte zunächst untersucht werden, welches Maß an Homogenität mit einfachen und somit kosteneffizienten Methoden bei der Verteilung von Partikeln ausreichender Größe im Gussgefüge überhaupt erreicht werden kann. Dies beinhaltet sowohl die Eignungsbewertung verschiedener keramischer Partikel als auch die Untersuchung unterschiedlicher Verfahren zur Einbringung und Homogenisierung.

4.1.1 Methoden zur Einbringung der Partikel in die Schmelze

Direkte Zugabe der Partikel

Die Zugabe der Partikel in Form von in Aluminiumfolie eingewickeltem Pulver erwies sich in der Handhabung als schwierig. Abhängig von der Packungsdichte der Kugel und der Porosität des Pulvers werden unterschiedliche Mengen an Gas eingeschlossen. Dies kann zum Aufschwimmen der Kugel auf der Schmelzoberfläche führen. Das verwendete MgO-Pulver neigte beispielsweise aufgrund seiner Grobkörnigkeit und Porosität immer dazu, bei direkter Zugabe soviel Gas einzuschließen, dass es auf der Schmelze aufschwamm, und ist für dieses Verfahren der Zugabe daher ungeeignet. Da die Kugeln manuell hergestellt werden, kann die Packungsdichte variieren, wodurch ein rasches Absinken der Kugeln nicht reproduzierbar garantiert werden kann. Die Packungsdichte der Pulver durch Verpressen zu erhöhen ist kritisch, da dadurch die Auflösung des Agglomeratverbandes weiter erschwert wird. Abbildung 4.1(a) zeigt ein während der Auflösung einer AlN-Kugel erstarrtes Gefüge. Primär lösen sich von der Kugel nicht einzelne Partikel sondern größere Agglomerate, die im Nachhinein nur schwer aufzulösen sind. Da die Kugeln nicht gasdicht sind, kann trotz der Handhabung der Kugeln in Argonatmosphäre (s. Abschnitt 3.1.1) nicht garantiert werden, dass diese beim Transfer in die Schmelze nicht doch unerwünschten Sauerstoff enthalten.

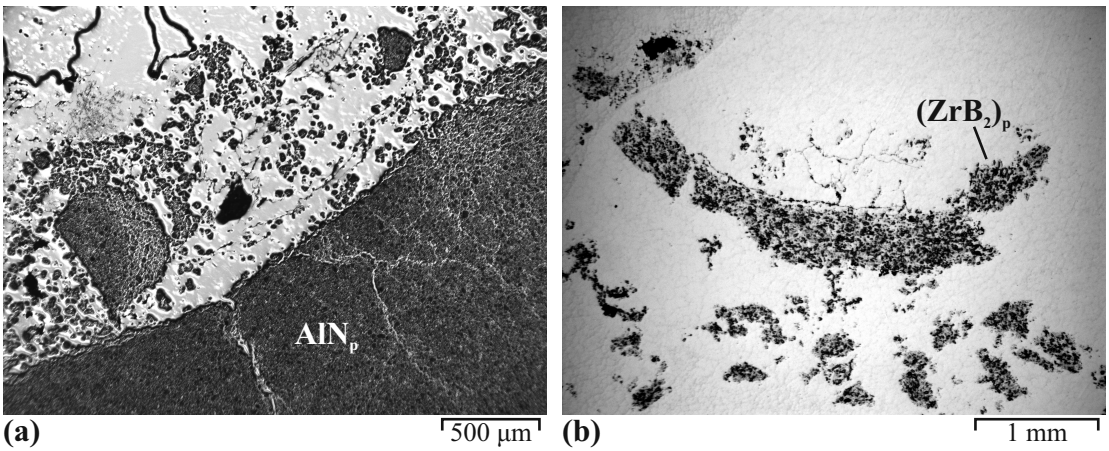


Abbildung 4.1: **(a)** Von einer Kugel aus AlN-Partikeln in AZ31 HP lösen sich Agglomerate ab; **(b)** Agglomerate aus ZrB_2-Teilchen in Mg, die aus einem Vorlegierungspressling unterhalb des Bildes stammen

Impfung der Schmelze mittels Vorlegierung

Aufgrund der kompakten Form und der geringen Porosität sind Presslinge aus einer die Partikel enthaltenden Vorlegierung zur Einbringung des keramischen Pulvers in die Schmelze wesentlich besser geeignet. Eine Agglomeration der Partikel kann jedoch auch durch die Verwendung einer Vorlegierung nicht verhindert werden. Ähnlich wie bei der Kugel aus keramischem Pulver lösen sich auch hier nicht einzelne Partikel sondern Agglomerate aus dem Pressling (s. Abb. 4.1(b)). Von der für die Herstellung der Vorlegierung durch Mahlen notwendigen Mahlhilfe Cyclohexan (s. Abschn. 3.1.1) bleiben zum Teil auch nach mehrwöchigem Trocknen Rückstände im Mahlgut zurück. Beim Eintauchen der Presslinge in die Schmelze macht sich dies durch verstärkte Gasbildung bemerkbar. Für die Handhabung der Presslinge ist dies jedoch nur im Moment des Eintauchens kritisch. Der schlagartige Übergang der Rückstände der Mahlhilfe in die Gasphase kann das Auseinanderbrechen und damit die Auflösung der Tabletten sogar beschleunigen.

4.1.2 Homogenisierung der Partikel in der Schmelze

Makroskopische Homogenität der Partikelverteilung

Am entscheidendsten dafür, dass der Partikelgehalt über den gesamten Gussbolzen homogen ist, ist das Absetzverhalten der Partikel in der Schmelze. Als kritisch für den Abguss erwies sich die höhere Dichte der Keramiken vor allem bei Zirkondiborid. Bei dem verwendeten groben Pulver ist es im Standardschwerkraftkokillenguss nur schwer möglich, makroskopisch eine homogene Verteilung der Partikel im Gussgefüge zu erreichen. In Abbildung 4.2 sind die invertierten Röntgengrobstrukturaufnahmen zweier im Schwerkraftkokillenguss abgegossenen Gussbolzen mit 1 Gew.-% ZrB_2 dargestellt. Bei einem Gussbolzen mit homoge-

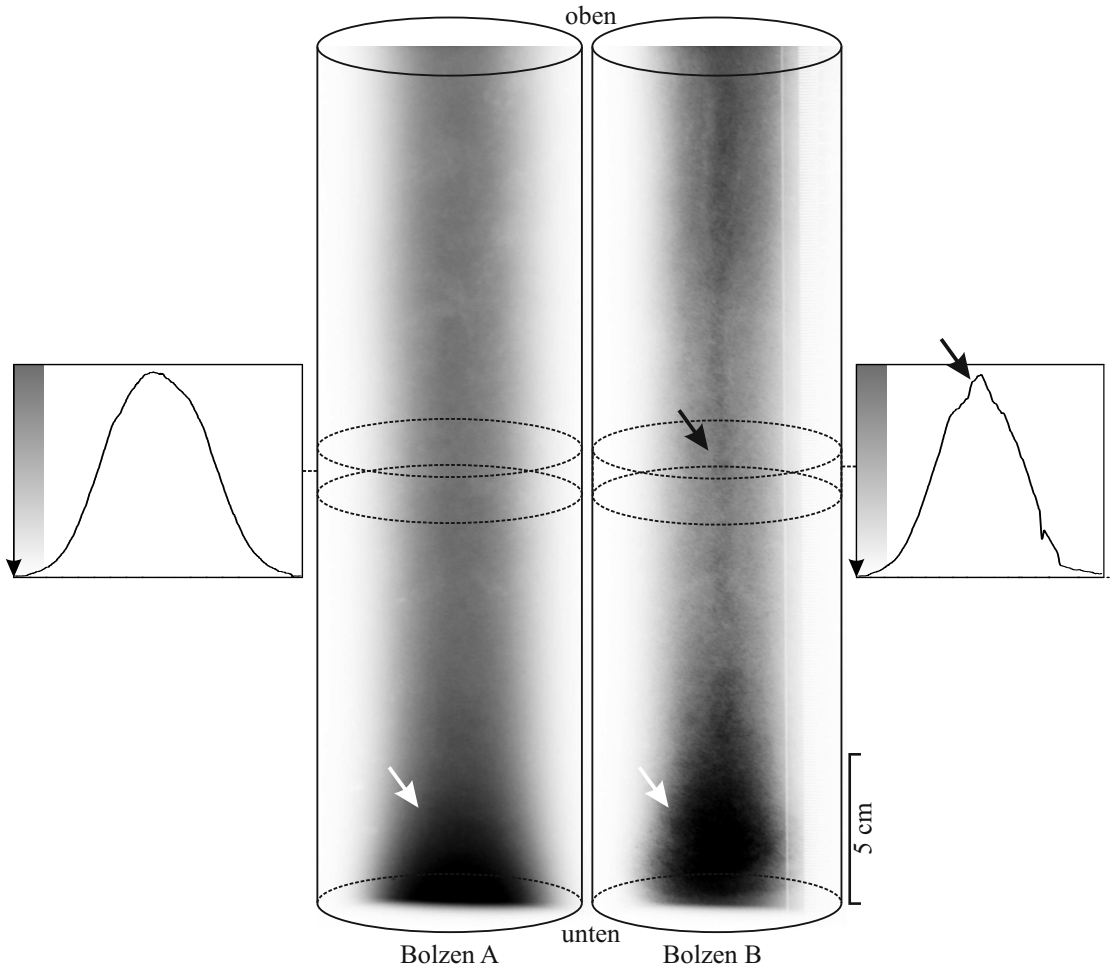


Abbildung 4.2: Invertierte Röntgengrobstrukturaufnahmen zweier AZ31-Gussbolzen mit 1 Gew.-% ZrB_2 ($AZ31ZrB_2$) mit Graustufenprofil der Bolzenmitte (Pfeile weisen auf Bereiche erhöhter Dichte hin)

ner Dichte ergibt sich aufgrund der zylindrischen Form bei der Durchleuchtung mit Röntgenstrahlung typischerweise eine radiale Intensitätsverteilung wie sie in Abb. 4.2 beim Bolzen A in der Mitte zu sehen ist. Diese radiale Intensitätsverteilung variiert bei homogener Dichte über die Höhe des Bolzens nicht. Bei beiden mit ZrB_2 modifizierten Gussbolzen sind am Boden dunkle Bereiche hoher Dichte zu finden (s. helle Pfeile in Abbildung 4.2). Das Zirkondiborid hat sich zu einem nicht unerheblichen Teil am Boden abgesetzt. Beim rechten Bolzen B hat sich zusätzlich noch ein Streifen höherer Dichte entlang der Zylinderachse gebildet, der im Graustufenprofil deutlich zu sehen ist (s. dunkle Pfeile in Abb. 4.2). Dem normalen radialen Intensitätsverlauf ist hier im Bereich der Zylinderachse ein stärkerer Helligkeitsabfall überlagert, der auf eine Zunahme der Dichte schließen lässt. Dies ist wahrscheinlich auf ein Absetzen der Partikel im Tiegel des Ofens nach dem Abschalten des Rührers zurückzuführen. Die Partikel, die sich im Tiegel abgesetzt

haben, sind beim Abguss als letztes aus dem Tiegel mittig in die Gussform geflossen und haben den Streifen entlang der Zylinderachse gebildet. Begünstigt wird das Absetzen der Partikel durch den nach außen gewölbten Boden des Ofentiegels (s. Abb. 3.2(a)), der ein bodennahes Rühren mit den verwendeten Rührern verhindert. Dadurch können große Partikel, die sich am Boden absetzen, nicht wieder aufgerührt werden.
Die höhere Dichte der Keramiken kann jedoch nicht nur zu einem vertikalen Absetzen der Partikel führen. Wird die Schmelze durch Rühren zu stark in Rotation versetzt, werden die Partikel aufgrund ihrer höheren Dichte durch die Zentrifugalwirkung an die Tiegelwand gedrückt.

Mikroskopische Homogenität der Partikelverteilung

Eine mikroskopisch perfekt homogene Verteilung der keramischen Partikel im Sinne einzeln im Gefüge vorliegender Teilchen lässt sich mit der verwendeten einfachen Rührapparatur (s. Kap. 3.1.2) nicht erreichen. Die vorliegenden Agglomerate können lediglich verkleinert werden. Hierbei sind dem Einsatz eines einzelnen Rührers in einem konventionellen Kippgießofen allerdings Grenzen gesetzt. Um die Agglomerate aufzubrechen, kann beim Propeller- und Scheibenrührer die Umdrehungsgeschwindigkeit nicht nur wegen der bereits angesprochenen Zentrifugalwirkung auf die Partikel nicht beliebig erhöht werden. Auch die Integrität der Schutzschicht wird durch die damit verbundene starke Trichterbildung an der Schmelzoberfläche gefährdet. Beim Dissolverrührer ist ein Betrieb mit hohen Geschwindigkeiten möglich, die axiale Förderwirkung des Rührers reicht aber nicht aus, um dem Absinken der Partikel entgegenzuwirken. Der Dissolverrührer wurde daher mit den beiden anderen Rührertypen kombiniert. Aufgrund der notwendigen unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten wurden dafür zwei voneinander unabhängige Rührwerke verwendet. Dadurch erschwert sich jedoch die Handhabung und die Zeit zwischen dem Beenden des Rührvorganges und dem Beginn des Abgusses verlängert sich. In Abbildung 4.3 sind makroskopische Aufnahmen der Gussgefüge von unter unterschiedlichen Bedingungen abgegossenen, partikelmodifizierten Legierungen gezeigt. Die Zugabe der Partikel erfolgte dabei mittels Vorlegierungstabletten. Die Ergebnisse der Vermessung der Agglomerate für diese Legierungen sind in Tabelle 7.7 im Anhang zu finden. Der Abguss mit einem Scheibenrührer und feinem Pulver (SiC F1200-D, Ausgangspartikelgröße vor dem Mahlprozess $d_{p,50} = 3\,\mu m$, s.a. Tab 7.1) führt zu groben Agglomeraten mit einer mittleren Größe von $\overline{d}_{a,\circ} = 56\,\mu m$ (s. Abb. 4.3(a)). Die Verwendung von einem Propellerrührer zusammen mit einem Dissolverrührer und gröberem Pulver (AlN, Ausgangspartikelgröße vor dem Mahlprozess $\mathrm{d}_{p,50v} \approx 7 - 11\,\mu m$) führt zu kleineren Agglomeraten mit einer mittleren Größe von $\overline{d}_{a,\circ} = 31\,\mu m$ (s. Abb. 4.3(b)). Die Verringerung der Schmelztemperatur auf $T_L = 655°C$ hat auf die Agglomeratgröße hingegen keinen Einfluss (s. Abb. 4.3(c)). Die Größenverteilung der Agglomerate ist in allen Fällen sehr breit (Variationskoeffizient $v(d_{a,\circ}) \approx 1$). Die Agglomerate erweisen sich in der Form im Gusszustand als kompakt. Das mittlere

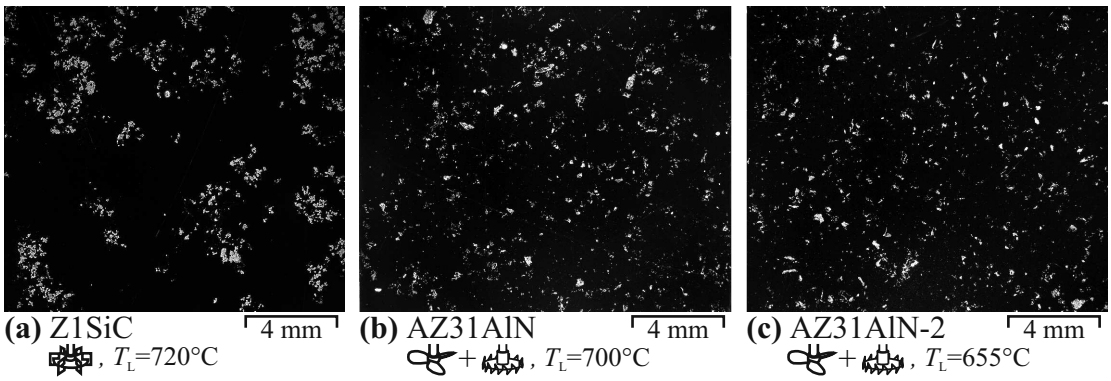
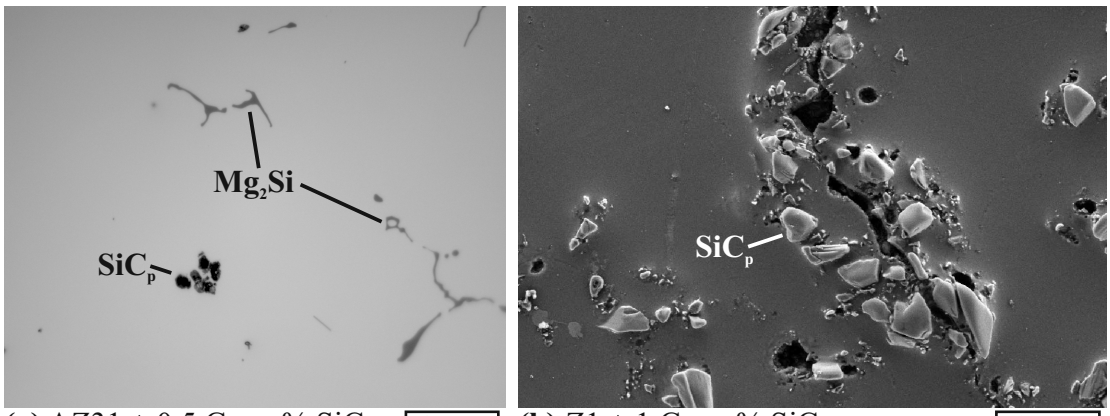


Abbildung 4.3: Makroskopische Aufnahmen (1,25 x) der Gussgefüge (Matrix dunkel, Partikel hell) von unter verschieden Bedingungen (s.a. Tab. 7.3) abgegossenen, partikelmodifizierten Legierungen (Zugabe der Partikel mittels Vorlegierungstabletten, Ausgangspartikelgröße vor dem Mahlprozess: (a) SiC F1200-D: $d_{p,50} = 3\,\mu m$, (b,c) AlN: $d_{p,50v} \approx 7 - 11\,\mu m$, s.a. Tab. 7.1)

Aspektverhältnis der Agglomerate liegt in allen drei Legierungen bei etwa 1,5. Die homogenste Verteilung wurde mit den in Abbildung 3.2(b) dargestellten Stahlkorb unter einem Scheibenrührer erreicht. Hierbei wird jedoch soviel Gas und Schmelzhaut in die Schmelze eingebracht, dass das Gussgefüge mit Schlacke durchsetzt und die Legierung für die weitere Verwendung somit ungeeignet ist.

4.1.3 Chemische Stabilität der verwendeten Keramiken

Bis auf Siliziumkarbid erwiesen sich alle Keramiken in den untersuchten Systemen (Mg, Z1, A3, AZ31) als chemisch hinreichend stabil. Für SiC wurde eine deutliche Auflösung der Partikel in aluminiumhaltigen Schmelzen (A3, AZ31) beobachtet. Die Gießexperimente haben gezeigt, dass bei typischen Abgussdauern von einigen Minuten bei einem SiC-Gehalt von etwa 0,5 Gew.-% nur noch vereinzelt SiC-Partikel im Gefüge zu finden sind. Dafür zeigt das Gefüge massive Mg_2Si-Ausscheidungen (s. Abb. 4.4(a)). In aluminiumfreiem Z1 erwies sich SiC hingegen als stabil (s. Abb. 4.4(b)).
Bei dem verwendeten polykristallinen und leicht porösen Aluminiumnitrid-Pulver kann man in konventionellen, hochreinen (engl.: high purity, kurz: HP) AZ31-Legierungen die Ausscheidung von Al-Mn-Phasen (wahrscheinlich Al_8Mn_5) auf den AlN-Partikeln beobachten (s. Abb. 4.5). Eine Bildung der Al-Mn-Phasen auf Kosten des AlN konnte jedoch nicht eindeutig beobachtet werden.



(a) AZ31 + 0,5 Gew.-% SiC_p **(b)** Z1 + 1 Gew.-% SiC_p

Abbildung 4.4: **(a)** lichtmikroskopische Aufnahme einer AZ31-Legierung mit 0,5 Gew.-% SiC-Partikeln (F600-D, s. Tab 7.1);
(b) REM-Aufnahme von SiC-Teilchen (F1200-D, s. Tab 7.1) in einer Z1-Magnesiumlegierung (Z1SiC)

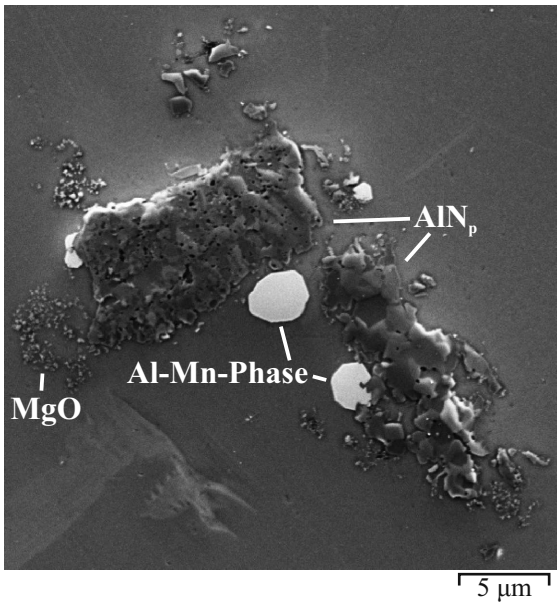
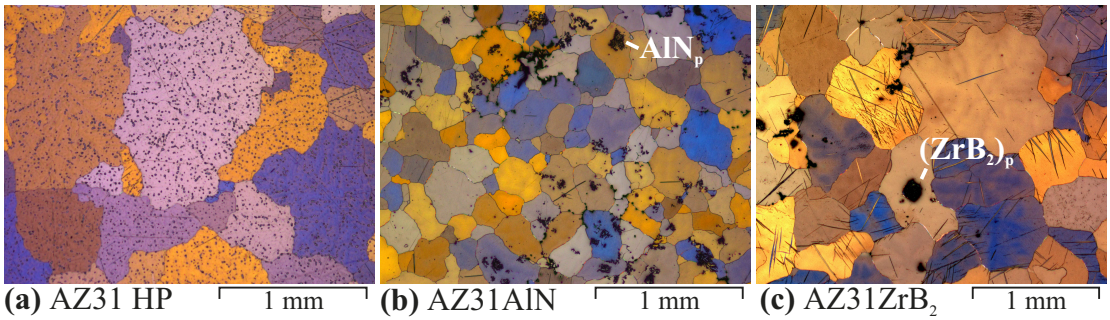


Abbildung 4.5: REM-Aufnahme von AlN-Partikeln in einer konventionellen AZ31 HP-Legierung im Gusszustand

4.1.4 Gefügeausbildung

Bei den Gießexperimenten kam es bei allen ausgewählten Keramiken nicht zu vermehrter Anlagerung der keramischen Partikel in Poren oder an der Schmelzoberfläche aufgrund schlechter Benetzung (s. Kap. 2.1.4), jedoch neigen alle Keramiken zur Agglomeratbildung. Wie Abb. 4.5 zeigt, werden die Partikel vollständig von der Matrix eingeschlossen. Bei den einfachen Modelllegierungen (Mg, Z1, A3) werden häufig Risse entlang der Agglomerate beobachtet (s. beispielsweise Abb. 4.4(b)). Des Weiteren wirken sich die Partikel auf die Gusskorngröße der Matrix aus. In Abbildung 4.6 sind die farbgeätzten Gefüge zweier partikelmodifizierter AZ31-Legierungen zusammen mit einer partikelfreien Referenzlegierung gezeigt, die im Schwerkraftkokillenguss abgegossen wurden. Während die AZ31 HP-Referenzlegierung (s. Abb. 4.6(a)) eine für die Abgussbedingungen (s. Abschnitt 3.1.2) übliche Korngröße von etwa 380 μm aufweist, sind die Korngrößen in den mit AlN (s. Abb. 4.6(b)) und ZrB_2-Partikeln (s. Abb. 4.6(c)) modifizierten Legierungen mit etwa 120 μm bzw. 270 μm signifikant kleiner (vgl. Tab. 7.6). Die Breite der Korngrößenverteilung in Form des Variationskoeffizienten liegt bei 0,6-0,7. Die Partikelagglomerate stellen sich in Abbildung 4.6(b,c) dunkel dar. Die Grenzflächen zwischen den Partikeln und der Matrix werden ähnlich wie die Korngrenzen angeätzt und die Partikel so zum Teil herausgelöst. Um die Ausscheidungen der Referenzlegierung in Abb. 4.6(a) (überwiegend Al-Mn) haben sich Ätzgrübchen gebildet, wodurch diese sich stark vergrößert als dunkle Punkte darstellen.



(a) AZ31 HP **(b)** AZ31AlN **(c)** AZ31ZrB_2

Abbildung 4.6: Farbgeätzte und mit polarisiertem Licht aufgenommene homogenisierte Gussgefüge verschiedener im Schwerkraftkokillenguss abgegossener Legierungen

4.2 Diskussion

4.2.1 Absetzverhalten der Partikel in der Schmelze

Die Betrachtung der Sinkleistung in Abschnitt 3.1.2 hat gezeigt, dass das verwendete Rührwerk in der Lage sein sollte, dem Absinken der Partikel entgegen zu wirken. Nachdem der Rührer abgeschaltet wird und die axiale Strömung zum Erliegen kommt, beginnen die Partikel abzusinken. Die Sinkgeschwindigkeiten aus Kap. 2.1.2 ergeben sich unter der Voraussetzung, dass die Partikel einzeln mit ausreichendem Abstand zueinander absinken. In den untersuchten Systemen liegen die Partikel jedoch vorzugsweise in großen Agglomeraten vor, die zueinander einen größeren Abstand haben. Unter diesen Bedingungen erhöht sich die Sinkgeschwindigkeit in der Regel. In der Praxis können Erhöhungen der Sinkgeschwindigkeiten im Vergleich zu einzeln absinkenden Partikeln um etwa 50 % beobachtet werden [40]. So trägt neben dem Dichteunterschied auch die Agglomeration zur makroskopischen Heterogenität der Partikelverteilung im Gussbolzen bei. Die größten ZrB_2-Partikel des verwendeten Pulvers ($d_p \gtrsim 40\,\mu m$) sind zum Zeitpunkt des Abgusses mindestens schon um etwa $\Delta h \gtrsim 10\,cm$ abgesunken. Zusätzlich kann das Absinken der Partikel dazu führen, dass die Agglomerate vergröbern, da größere Partikel schneller fallen und somit auf kleinere auflaufen. Daher sollte in der Praxis die Zeit zwischen dem Beenden des Rührvorganges und der Erstarrung möglichst gering gehalten werden. Für die verwendeten Keramiken mit einer Dichte bis etwa $\rho_p \lesssim 2 \times \rho_{Mg}$ (AlN, MgB_2, MgO, SiC) kann eine makroskopisch annähernd homogene Verteilung im konventionellen Schwerkraftkokillenguss bei optimierter Prozessführung erreicht werden. Für die Verwendung von groben keramischen Pulvern hoher Dichte, wie dem verwendeten ZrB_2, sind schnellere Abgussverfahren, wie z.B. die Verwendung einer Schmelzepumpe, besser geeignet.

4.2.2 Agglomeration der Partikel

Die Untersuchungen zur Einbringung der Partikel in die Schmelze haben gezeigt, dass ein Großteil der Partikel als Agglomerate in die Schmelze übergehen. Der bei der Vorlegierung erzeugte Abstand zwischen den Partikeln ist demnach zu klein, als dass die Partikel einzeln in der Schmelze vorliegen. Ein größerer Abstand zwischen den Partikeln kann durch eine homogenere Verteilung oder eine Verringerung des Volumenanteils der keramischen Partikel in der Vorlegierung erreicht werden. Der Volumenanteil der Partikel in der Vorlegierung kann jedoch nur begrenzt verringert werden, ohne dass die abzugießende Legierung im Wesentlichen aus der Vorlegierung besteht. Eine homogenere Verteilung der Partikel ist nur durch eine längere Mahldauer zu erreichen und damit mit einer weiteren Verringerung der Partikelgröße verbunden.
Die Agglomerate, die sich aus der Vorlegierung lösen (s. Abb. 4.1), sind zum Teil deutlich größer als jene, die im Gussgefüge (s. Abb. 4.3) zu finden sind. Die Agglomerate werden durch das Rühren in der Schmelze verkleinert. In der Schmelze

wird die Größe der Agglomerate dadurch bestimmt, wie fest die Partikel an ihren Kontaktstellen miteinander verbunden sind und welche Kräfte (s. Abb. 2.1(a)) auf die Partikel wirken. In den untersuchten Systemen (Mg, Z1, A3, AZ31) sind nur geringe Unterschiede der für die Agglomeratausbildung relevanten Eigenschaften der Schmelze, wie z.B. der Viskosität oder der Grenzflächenenergien, zu erwarten. Alle verwendeten Keramiken weisen starke chemische Bindungen mit kovalentem und/oder ionischem Charakter auf. Geht man daher davon aus, dass die Kräfte an den Kontaktstellen in den betrachten Systemen von gleicher Größenordnung sind, hängt die Festigkeit der Agglomerate im Wesentlichen von der Größenverteilung der Partikel ab. Je kleiner die einzelnen Partikel sind und je breiter die Größenverteilung ist, desto mehr Kontaktstellen gibt es zwischen den Partikeln bei gleichem Volumen und desto fester ist das Agglomerat [41]. Eine Möglichkeit, die Tendenz zur Agglomeration zu verringern, wäre demnach, den Feinanteil aus dem Ausgangspulver herauszusieben. Siebverfahren im dafür notwendigen niedrigen Mikrometerbereich sind jedoch sehr aufwändig. Zudem würde sich bei der Zugabe der Partikel mittels Vorlegierung beim Mahlen ein neuer Feinanteil bilden. Die in Abb. 4.3(b),(c) im Vergleich zu Abb. 4.3(a) deutlich kleinere Agglomeratgröße kann neben der Partikelgröße auch auf den zusätzlichen Einsatz des Dissolverrührers zurückgeführt werden. Dieser erzeugt lokal ein hohes Schergefälle in der Schmelze und reißt so auftreffende Agglomerate auseinander. Eine weitere Verringerung der Agglomeratgröße kann rührtechnisch durchaus erreicht werden, ist jedoch mit einem größeren technologischen Aufwand verbunden. So könnte z.B. der in Abbildung 3.2(b) dargestellte Korb in einem geschlossenen Ofensystem unter inertem Schutzgas verwendet werden, in dem nur wenig Schlacke anfällt. Aufgrund der niedrigen Viskosität der Magnesiumschmelze kann auch ein Tiegel mit radialen Stromstörern verwendet werden, die eine Rotation der gesamten Schmelze verhindern. Die Rotation der Schmelze bewirkt nicht nur Trichterbildung an der Schmelzoberfläche und drückt die Partikel nach außen, sie verringert auch die Relativgeschwindigkeit zwischen Rührer und Schmelze und damit den für die Verkleinerung der Agglomerate notwendigen Energieeintrag des Rührers in die Schmelze. Bei turbulentem Rühren nimmt die Größe der Mikrowirbel mit zunehmendem Energieeintrag ab. Innerhalb eines Mikrowirbels erfolgt in der Regel keine Scherung der Agglomerate, weshalb die Agglomerate nicht kleiner als die Mikrowirbel sein können. Die Größe der Mikrowirbel λ hängt neben der Rührleistung auch von der Viskosität ($\lambda \propto \eta^{3/4}$ nach [37]) ab. Die Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur ist jedoch nach Gl. 7.2 zu gering, um über eine Variation der Temperatur die Größe der Mikrowirbel merklich zu beeinflussen. Dies erklärt auch die in Abb. 4.3(b) ($T_L = 700°C$) und (c) ($T_L = 655°C$) vergleichbare Agglomeratgröße. Zur Erzeugung kleinerer Agglomerate ist der Einsatz aufwändigerer Rührsysteme denkbar, wie sie z.B. beim intensiven Schmelzrühren [42, 43] eingesetzt werden.

4.2.3 Chemische Stabilität der verwendeten Keramiken

Die in Abschnitt 4.1.3 dargestellten Ergebnisse zur chemischen Stabilität der verwendeten Keramiken weichen nur bei Magnesiumdiborid von den anhand der Reaktionsenthalpien (s. Kap. 2.1.3) getroffenen Voraussagen ab. So erweist sich MgB_2 trotz der deutlich negativen Standardreaktionsenthalpie für die Reaktion zu AlB_2 als stabil. Dies ist darauf zurückzuführen, dass es sich bei MgB_2 und AlB_2 nicht um zwei getrennte Phasen mit nahezu unveränderlicher Zusammensetzung handelt, sondern um eine Mischkristallphase $(Mg,Al)B_2$ mit variabler Zusammensetzung. Die Zusammensetzung kann dabei durchgehend von reinem MgB_2 zu reinem AlB_2 variieren. Somit ist hier auch ein Einfluss der Zusammensetzung der keramischen Phase auf das thermodynamische Gleichgewicht zu erwarten. Daher können in diesem System die mit den Standardbildungsenthalpien der reinen Keramiken berechneten Reaktionsenthalpien zu falschen Voraussagen führen. Thermodynamische Rechnungen [44] für das System Mg-Al-B haben gezeigt, dass bei Magnesium mit 3 Gew.-% Aluminium (A3) für MgB_2-Gehalte von 0,4 Gew.-% und üblichen Schmelztemperaturen von $T = 700 - 730°C$ nur eine geringe Auflösung von MgB_2 zu erwarten ist (s. Abb. 4.7). Der Al-Gehalt im $(Mg,Al)B_2$-Mischkristall ist in der

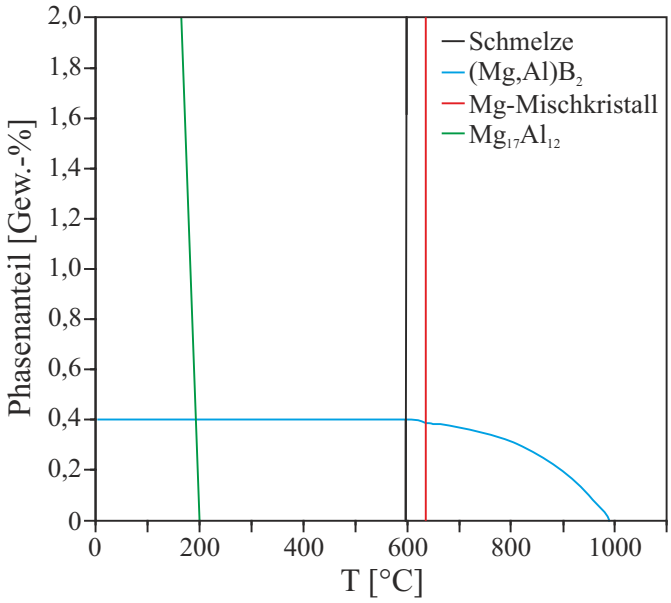


Abbildung 4.7: Phasenanteile bei der Erstarrung für 0,4 Gew.-% MgB_2 in A3 [44]

Magnesiumschmelze mit 3 Gew.-% Al vernachlässigbar. MgB_2 ist daher in einfachen Mg-Al-Legierungen (A3) als chemisch stabil anzusehen.
Die Auflösung von AlN unter Bildung von Al-Mn-Phasen erscheint unwahrscheinlich, da die meisten Al-Mn-Phasen eine Standardbildungsenthalpie von $\Delta_f H° \geq$ -20 kJ je mol Al-Atome [45] haben. Die Reaktionsenthalpie für die Auflösung des Aluminiumnitrids unter Bildung von Magnesiumnitrid und Al-Mn-Phasen läge somit immer noch bei $\Delta_r H° \approx +70\,\text{kJ/mol}$ (vgl. Tab. 2.2).

Die chemische Instabilität von SiC in aluminiumhaltigen Magnesiumschmelzen konnte ebenfalls durch thermodynamische Rechnungen bestätigt werden. Für SiC in einer konventionellen AZ31-Legierung zeigt sich, dass Siliziumkarbid erst ab einem Anteil von etwa 4 Gew.-% im Gleichgewicht vorliegt [44]. Das SiC reagiert demnach zu Mg_2Si und aluminiumhaltigen Karbiden wie Al_4C_3. Während Magnesiumsilizid eindeutig im Gefüge nachzuweisen ist (s. Abb. 4.4(a)), ist der Nachweis des wasserlöslichen Aluminiumkarbids präparationsbedingt schwierig. Die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass die Kinetik der Reaktion zu schnell ist, als dass Siliziumkarbid in aluminiumhaltigen Magnesiumlegierungen als stabiles Partikel eingesetzt werden kann. Ausschlaggebend für die chemische Instabilität ist dabei die Möglichkeit zur Bildung von aluminiumhaltigen Karbiden.

4.2.4 Gefügeausbildung

Das Auftreten der Risse entlang der Agglomerate in den einfachen Modelllegierungen (Mg, Z1, A3, s. beispielsweise Abb. 4.4(b)) geht wahrscheinlich auf die thermische Kontraktion der Magnesiummatrix im festen Zustand infolge der Abkühlung zurück. Legt man für Magnesium einen mittleren linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa $\alpha \approx 30 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [36] zugrunde, ergibt sich bei der Abkühlung ($\Delta T \approx 550°C$) eine lineare technische Dehnung von etwa $\epsilon_t \approx -1,7\,\%$. Die thermische Kontraktion der keramischen Partikel ist im Vergleich dazu vernachlässigbar. Daher entstehen bei der Abkühlung um die keramischen Partikel Spannungsfelder in der Matrix, die sich in den Agglomeraten überlagern und dazu führen können, dass sich die Matrix plastisch verformt, um die Spannungen abzubauen. Auch wenn die Verformungsgeschwindigkeit bei der Kontraktion wegen der geringen Kühlraten (typisch wenige K/s) nicht besonders hoch ist und die Verformung bei den höheren Temperaturen durch Diffusion begünstigt wird, besitzen die einfachen Legierungen jedoch offensichtlich nicht die Zähigkeit, um dem komplexen Spannungszustand innerhalb der Agglomerate ohne Rissbildung durch plastische Verformung zu kompensieren. Möglicherweise haben die Partikel hier auch eine risseinleitende Wirkung. In den zäheren AZ31-basierten Legierungen sind keine Anzeichen der Verformung der Matrix innerhalb der Agglomerate sichtbar. Diese wird sicherlich auch zu einem Teil durch die sich an den Abguss anschließende Homogenisierung des Gussmaterials bei niedrigeren Temperaturen ($T_H = 400°C$) abgebaut.
Die Verringerung der Gusskorngröße durch die Zugabe der keramischen Partikel (s. Abb. 4.6) kann qualitativ durch heterogene Keimbildung erklärt werden. Das Kornfeinungsvermögen von Aluminiumnitrid erwies sich in vorhergehenden Experimenten in der Modelllegierung A1 bei einem Gehalt von 1 Vol.-% ≈ 1,9 Gew.-% im Vergleich mit anderen keramischen Partikeln als gering [10]. Durch die Zugabe von 0,5 Gew.-% AlN wird in AZ31 jedoch trotz der Agglomeration eine Kornfeinung erreicht, die mit der von SiC, das allgemein als potenter Kornfeiner in den Al-haltigen Legierungen gilt, vergleichbar ist [35]. Im Rahmen der erweiterten

klassischen Keimbildungstheorie [6] ist dies möglicherweise auf den Einfluss zurückzuführen, den die zum Zeitpunkt der Erstarrung in der Schmelze vorliegende Größe und Verteilungsdichte der Keimbildungsflächen [46] (Partikelgrößenverteilung) auf die Kornfeinung hat. Dass die Gusskorngröße der ZrB_2-modifizierten AZ31-Legierung größer ausfällt als die der AlN-modifizierten, kann mit einer lokalen Variation der Korngröße begründet werden, die durch die makroskopisch inhomogene Verteilung der sich in der Schmelze absetzenden ZrB_2-Partikel hervorgerufen wird [11].

4.2.5 Auswahl des Ausgangsmaterials für die Umformung

Anhand der gewonnenen Erkenntnisse wurden geeignete Materialien und geeignete Verfahren zur Herstellung des Ausgangsmaterials für die Umformung ausgewählt. Von den untersuchten keramischen Pulvern eignen sich dabei nicht alle für die Herstellung des Ausgangsmaterials. SiC ist wegen seiner chemischen Instabilität für die Herstellung Al-haltiger Legierungen ungeeignet. Nachteilig für den Einsatz von MgB_2 ist das geringe Angebot an geeigneten Partikelgrößen und die hohen Kosten des Pulvers, die mit der aufwändigen Herstellung von reinem Magnesiumdiborid verbunden sind. Das verwendete MgO-Pulver ist aufgrund seiner Porosität und dem damit verbundenen Gaseinschluss schwierig zu handhaben. Die hohe Dichte von ZrB_2 führt bei Partikelgrößen von mehreren Mikrometern im Standardschwerkraftkokillenguss zu einer makroskopisch inhomogenen Verteilung aufgrund des Absetzens der Partikel. Alle verwendeten Pulver neigen zu starker Agglomeration. Von den untersuchten Matrixmaterialien eignet sich nur AZ31 für den Abguss partikelmodifizierter Legierungen, da bei den einfacheren Modelllegierungen aufgrund mangelnder Zähigkeit beim Abkühlen Risse entlang der Agglomerate entstehen. Eine Untersuchung des Mischkristalleinflusses auf mögliche beim Warmwalzen auftretende Partikeleffekte ist daher nicht möglich. In die Schmelze eingebracht werden die Partikel am besten über Vorlegierungspresslinge, da diese weniger Schlacke in die Schmelze einbringen und auch reproduzierbar zum Absinken gebracht werden können. Die Agglomeratgröße kann durch den Einsatz aufwändigerer Rührsysteme in der Schmelze verringert werden. Je feiner dabei das verwendete Pulver ist, desto größer sind die sich im Gussgefüge ergebenden Agglomerate.
Für die weitere Umformung wurde daher eine AZ31 HP-Legierung (AZ31AlN) ausgewählt, bei der der Schmelze mittels Vorlegierungspresslingen 0,5 Gew.-% AlN-Partikel (Partikelgröße in der Vorlegierung etwa $d_{p,50v} \approx 5\,\mu m$) zugegeben und die Schmelze anschließend gleichzeitig mit Propeller- und Dissolverrührer gerührt wurde. Dadurch ergab sich ein mittlerer Agglomeratdurchmesser von $\overline{d}_{a,\circ} = 31\,\mu m$ (s. Abb. 4.3(b) u. 4.6(b)). Als Referenzlegierung wurde eine unmodifizierte AZ31 HP-Legierung unter gleichen Bedingungen abgegossen (s. Abb. 4.6(a)).
Des Weiteren wurde eine AZ31-Legierung aus reinen Elementen mit einem Sollgehalt von 1 Gew.-% ZrB_2 (AZ31ZrB_2) ausgewählt. Die Herstellung der Legierung aus reinen Elementen ermöglicht die Verwendung von Aluminium als Matrixmate-

rial in der Vorlegierung, wodurch die Partikelgröße im Mahlprozess weniger stark verringert wird (s. Kap. 3.1.1). Außerdem kann auf den Zusatz von Mangan verzichtet werden, was die Untersuchung des Einflusses der groben ZrB_2-Partikel auf die Texturausbildung in einer näherungsweise ausscheidungsfreien Matrix ermöglicht. Durch die makroskopisch inhomogene Verteilung der Partikel (s. Abb. 4.2 u. 4.6(c)) ist die Legierung aufgrund der zu erwartenden inhomogenen Eigenschaften beispielsweise für die mechanische Prüfung ungeeignet. Die lokale Variation der Partikelverteilung könnte jedoch Erkenntnisse über die Abhängigkeit möglicher Partikeleffekte von der Partikelverteilung ermöglichen. Daher wurde für die Umformung eine Walzplatte so aus der Mitte des Bolzens B entnommen, dass eine systematische Abnahme des Partikelgehaltes in WR von der Mitte des Bleches zum Rand hin zu erwarten ist (vgl. Abb. 4.2 u. Abb. 7.1). Bolzen A derselben Legierung wurde wegen des zu erwartenden geringen Partikelgehaltes in der Zone, aus der die Walzplatten entnommen werden, nicht verwendet.

5 Warmwalzen

5.1 Ergebnisse

5.1.1 Walzverhalten

In Abbildung 5.1 sind beispielhaft jeweils ein gewalztes Blech im Endzustand der mit AlN modifizierten AZ31 HP-Legierung AZ31AlN (links) und der partikelfreien Referenzlegierung AZ31 HP (rechts) dargestellt. Bei dem in Abb. 3.4 darge-

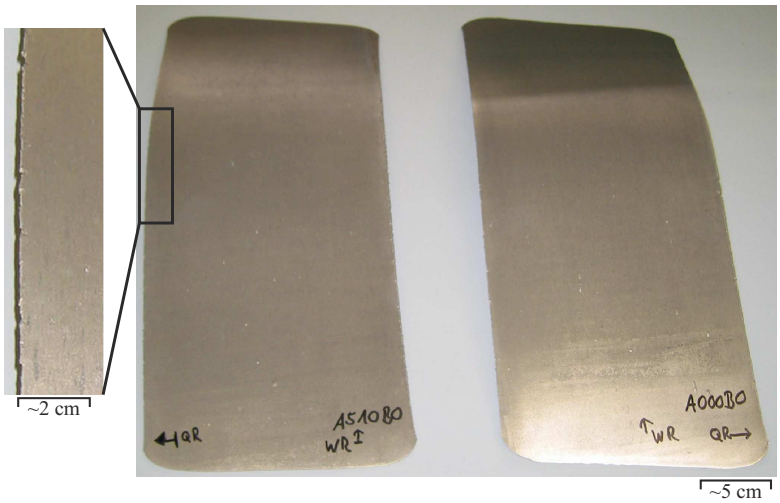


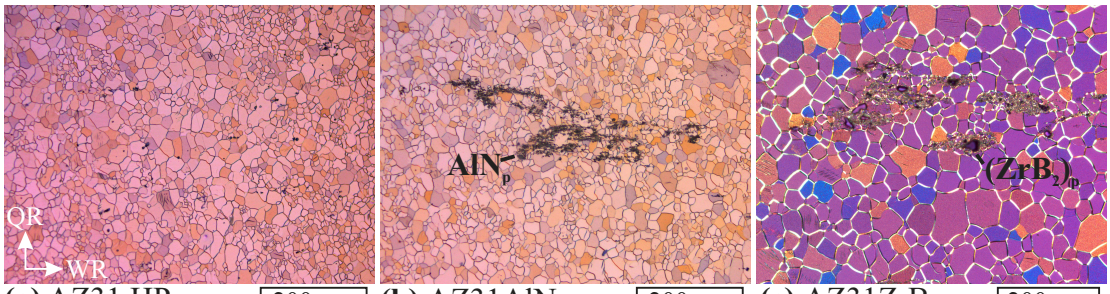
Abbildung 5.1: Nach dem Walzplan in Abb. 3.4 gewalzte Bleche II aus der mit AlN-Partikeln modifizierten AZ31 HP-Legierung AZ31AlN (links) einschließlich Vergrößerung des Randbereiches mit geringer Randrissigkeit und der Referenzlegierung AZ31 HP (rechts)

stellten Walzprozess wird mit den partikelmodifizierten Legierungen eine mit der partikelfreien Legierung vergleichbar gute Walzbarkeit mit geringer Randrissigkeit erreicht. Die Bleche in Abb. 5.1 wurden parallel, d.h. Stich für Stich nacheinander, gewalzt, so dass die Zustellung der Walze bei jedem Stich identisch war. Als Folge reduzieren sich die in Abschn. 3.2 beschriebenen Abweichungen zwischen unterschiedlichen Walzreihen aufgrund der elastischen Lagerung der Walzen und durch Abweichungen in der nicht automatisierten Prozessführung auf ein Minimum. Dadurch verbessert sich die direkte Vergleichbarkeit der Bleche, gemessen an den Prozessparametern der thermomechanischen Behandlung, deutlich. Beim Verformungsgrad ergeben sich dabei nur sehr geringe Unterschiede zwischen

partikelmodifizierter und Referenzlegierung. Dies weist auf ein vergleichbares Verformungsverhalten während der Umformung hin. Wäre die partikelmodifizierte Legierung signifikant fester, würden die Walzen bei der Verformung stärker auseinander gedrückt werden und sich so im direkten Vergleich ein geringerer Walzgrad ergeben. Die für die direkte Vergleichbarkeit notwendige Voraussetzung, dass sich die partikelmodifizierte Legierung bei der Walzverformung im Prinzip wie eine unmodifizierte Legierung verhält, konnte mit den Partikelgehalten von 0,5-1,0 Gew.-% $\hat{\approx}$ 0,3 Vol.-% erfüllt werden. Von der AlN-modifizierten Legierung wurden so zwei Bleche (I und II) parallel mit der AZ31 HP-Referenzlegierung gewalzt. Dabei ergab sich für die Bleche I ein Walzgrad von $\epsilon_w \approx -1,54$ und für die Bleche II ein Walzgrad von $\epsilon_w \approx -1,68$. Um die Rekristallisation am Beginn des Walzprozesses zu untersuchen, wurde ein einzelnes Blech (III) der AZ31AlN-Legierung lediglich bis zum 1. Stich gewalzt. Wegen der Inhomogenität der Partikelverteilung (s. Kap. 4.1.2) und der damit verbundenen begrenzten Vergleichbarkeit von Blechen aus verschiedenen Bereichen des Gussbolzens wurde von der AZ31ZrB_2-Legierung nur ein Blech ($\epsilon_w \approx -1,69$) aus der Mitte des Bolzens B gewalzt. Eine entsprechende Übersicht über die gewalzten Bleche ist in Kap. 7.7 im Anhang zu finden.

5.1.2 Walzgefüge

Wie die in Abbildung 5.2 dargestellten Walzgefüge zeigen, ergibt sich am Ende des Walzprozesses ein vollständig rekristallisiertes Gefüge mit globularen Körnern und im Vergleich zum Gussgefüge (vgl. Abb. 4.6) deutlich reduzierter Korngröße. Die Korngröße der Referenzlegierung und der mit AlN modifizierten Legierung,

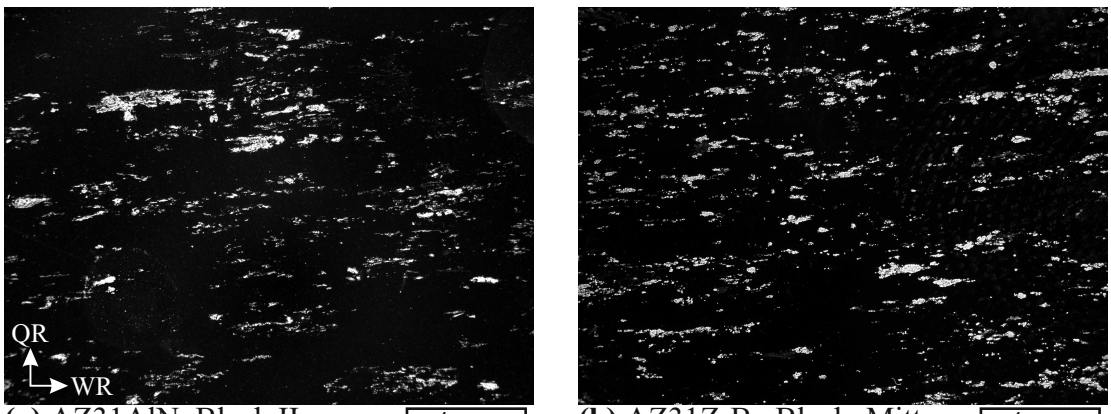


(a) AZ31 HP Blech II, ε_w= -1,67 **(b)** AZ31AlN Blech II, ε_w= -1,68 **(c)** AZ31ZrB_2 Blech, ε_w= -1,69

Abbildung 5.2: Farbgeätzte Mikrostrukturen der Bleche im Endzustand der für die Umformung ausgewählten Legierungen in polarisiertem Licht

die beide auf der manganhaltigen AZ31 HP-Legierung basieren, liegt bei etwa 10 μm. Die Breite der Korngrößenverteilung ist gemessen am Variationskoeffizienten in beiden Legierungen annähernd gleich. Abweichungen im Walzgrad zwischen verschiedenen Walzserien haben darauf nur sehr geringen Einfluss (s. Tab. 7.6 im

Anhang). Die ZrB_2-modifizierte Legierung (s. Abb. 5.2(c)), deren Mn-Gehalt vernachlässigbar ist (vgl. Tab. 7.4), weist hingegen eine deutlich größere Korngröße von etwa 30 μm auf.
Abbildung 5.3 zeigt makroskopische Aufnahmen von Schliffen der Bleche im Endzustand der partikelmodifizierten Legierungen. Der mittlere kreisäquivalente Agglomeratdurchmesser in der AlN-modifizierten Legierung liegt hier bei etwa $\overline{d}_{a,\circ} \approx 32\,\mu m$ (s. Abb. 5.3(a) u. Tab. 7.8). Der durch den Vergleich von Mikro- und Makroaufnahmen (s. Kap. 3.3.4) ermittelte Flächenanteil der Partikel innerhalb der Agglomerate in dieser Legierung liegt im Mittel bei etwa $\overline{f}_{p,a,f} \approx 31\,\%$. Der sich daraus ergebende Flächenanteil der Partikel am Gefüge lag für verschiedene Makroaufnahmen in der Ebene parallel zur Blechoberfläche im Bereich $f_{p,f} \approx 0,5{-}0,9\,\%$. Etwa 73 Vol.-% der AlN-Partikel sind dabei größer als 5 μm.
Die Agglomerate in der ZrB_2-modifizierten Legierung fallen in der Mitte des Bleches mit im Mittel $\overline{d}_{a,\circ} \approx 44\,\mu m$ (s. Abb. 5.3(b) u. Tab. 7.8) deutlich größer aus. Parallel zur Walzrichtung nimmt die Größe der Agglomerate in dieser Legierung zum Blechrand hin ab. Auf halber Länge zwischen Blechmitte und Rand beträgt der mittlere Agglomeratdurchmesser nur noch $\overline{d}_{a,\circ} \approx 35\,\mu m$ und am Blechrand $\overline{d}_{a,\circ} \approx 32\,\mu m$. Der über mehrere Positionen im Blech gemittelte Partikelanteil der ZrB_2-Agglomerate liegt bei etwa $\overline{f}_{p,a,f} \approx 38\,\%$. Der sich ergebende Flächenanteil der Partikel am Gefüge nimmt ebenfalls in Walzrichtung zum Blechrand hin von $f_{p,f} \approx 1,7\,\%$ in der Mitte auf etwa $f_{p,f} \approx 0,4\,\%$ ab. Die ZrB_2-Partikel sind dabei deutlich größer als die des Aluminiumnitrids. Unabhängig von der Position im Blech sind etwa 96 Vol.-% der Zirkondiboridpartikel größer als 5 μm.

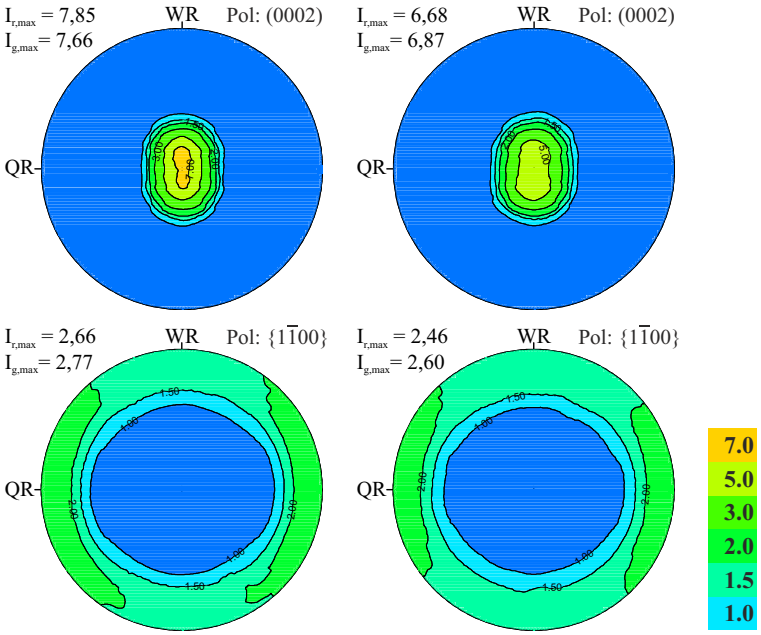


(a) AZ31AlN, Blech II **(b)** AZ31ZrB_2, Blech, Mitte

Abbildung 5.3: Makroaufnahmen des Gefüges der Bleche (Endzustand) partikelmodifizierter Legierungen mit Partikelagglomeraten (hell) und Matrix (dunkel)

5.1.3 Makrotexturen

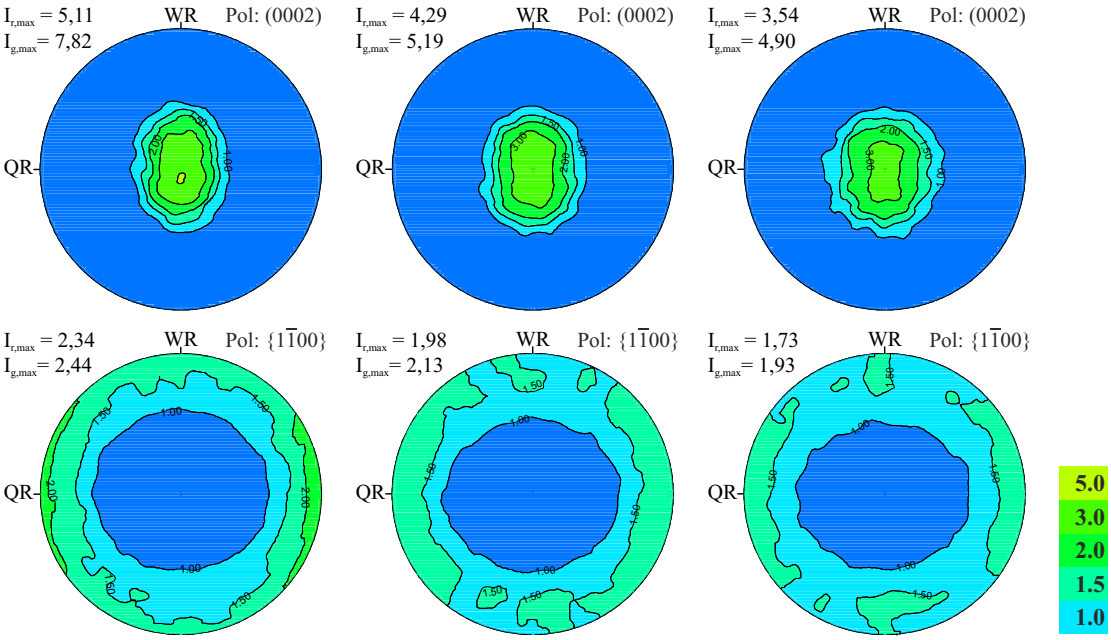
Die rückgerechneten Polfiguren der parallel gewalzten Bleche im Endzustand der AZ31 HP-basierten Referenzlegierung (s. Abb. 5.4(a)) und der mit AlN modifizierten Legierung (s. Abb. 5.4(b)) zeigen eine typische Walztextur mit einer breiteren Streuung der basalen Pole in Walzrichtung. Die Textur der partikelmodifizierten



(a) AZ31 HP, Blech II **(b)** AZ31AlN, Blech II

Abbildung 5.4: Rückgerechnete basale (oben) und prismatische (unten) Polfiguren der parallel gewalzten Bleche II im Endzustand ($\epsilon_w \approx -1,68$) der AZ31 HP-basierten Referenzlegierung (a) und der AlN-modifizierten Legierung (b)

Legierung ist nur geringfügig schwächer. Als Folge der starken Ausrichtung der basalen Ebenen parallel zur Blechebene stehen die prismatischen Ebenen erster Ordnung $\{1\bar{1}00\}$ vermehrt senkrecht zur Blechebene und weisen dabei eine verstärkte Ausrichtung der Pole in Querrichtung auf (s. Abb. 5.4 unten). Von Walzserie zu Walzserie können die Intensitäten der Polfiguren aufgrund von Abweichungen im Walzprozess (s. Kap. 3.2) signifikant variieren. Bei geringerem Walzgrad ($\epsilon_w \approx -1,54$) weisen die parallel gewalzten Bleche I der beiden Legierungen eine etwas stärkere Textur auf (Blech I, (0002): AZ31 HP: $I_{g,max} \approx 10$; AZ31AlN: $I_{g,max} \approx 9$, s. Abb. 7.2 im Anhang).
In der ZrB_2-modifizierten AZ31-Legierung zeigt sich ebenfalls eine Walztextur (s. Abb. 5.5), die in ihrer Form denen der AZ31 HP-basierten Legierungen ähnelt. Aufgrund der inhomogenen Verteilung der Partikel (s. Abschn. 5.1.2) wurden hier die Texturen an verschiedenen Blechpositionen bestimmt. Die Intensität der Textur nimmt in Walzrichtung von der Mitte zum Rand des Bleches hin ab. Die



(a) Blechmitte **(b)** l/4 **(c)** Rand

Abbildung 5.5: Rückgerechnete basale (oben) und prismatische (unten) Polfiguren an verschiedenen Positionen in WR (Mitte (a) bis zum Rand (c)) des Bleches (Endzustand, $\epsilon_w \approx -1,69$) der AZ31ZrB_2-Legierung

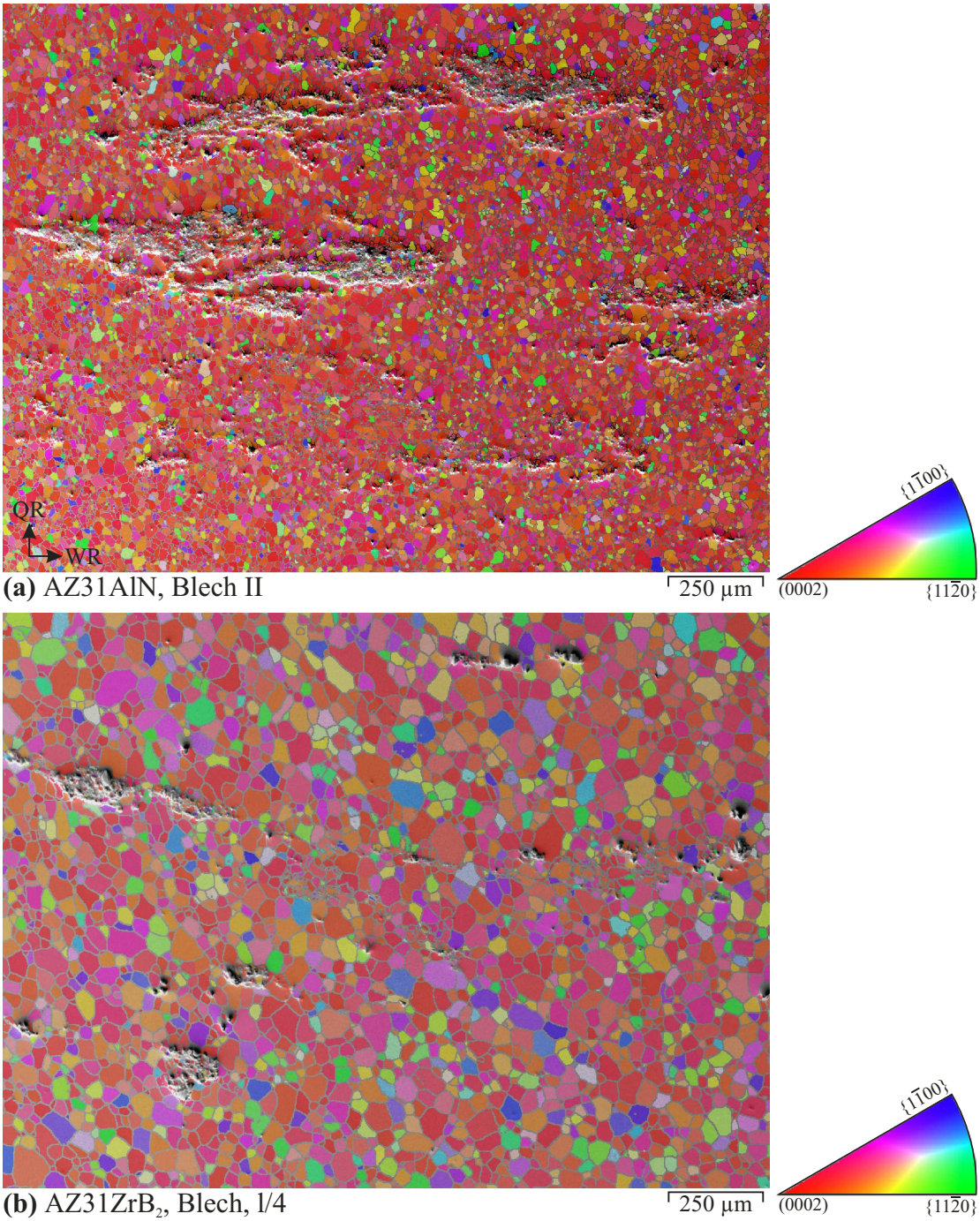
gemessenen Texturen sind unregelmäßiger als bei den AZ31 HP-basierten Legierungen, was sich auch durch einen größeren Unterschied zwischen den gemessenen ($I_{g,max}$) und rückgerechneten maximalen Intensitäten ($I_{r,max}$) äußert. Dadurch wird ein direkter Vergleich der Blechtexturen der AZ31ZrB_2-Legierung mit denen der Legierungen auf AZ31 HP-Basis erschwert. Zumindest die Texturen außerhalb der Blechmitte der ZrB_2-modifizierten Legierung (s. Abb. 5.5(b) u. (c)) sind insgesamt schwächer als die der AZ31 HP-basierten Legierungen.

5.1.4 Mikrotexturen

Im Folgenden werden zunächst die Ergebnisse der EBSD-Messungen an den Blechen im Endzustand beider partikelmodifizierter Legierungen präsentiert. Zusätzlich wurde bei der AlN-modifizierten Legierung auch noch der Beginn des Walzprozesses untersucht.

Bleche im Endzustand

In Abbildung 5.6 sind Überlagerungsbilder aus dem Elektronenbild und den mittels EBSD-Messungen erzeugten Orientierungskarten für beispielhafte Gefügestellen der Bleche im Endzustand der partikelmodifizierten Legierungen gezeigt. Die Farbgebung der Orientierungskarten richtet sich dabei nach der Lage der Kristall-



(a) AZ31AlN, Blech II

(b) AZ31ZrB$_2$, Blech, l/4

Abbildung 5.6: Überlagerungsbilder aus Elektronenbild und Orientierungskarten (Farbgebung nach Lage in inverser Polfigur in NR, Korngrenzen und nicht indizierte Bereiche transparent) für beispielhafte Gefügestellen der Bleche im Endzustand der partikelmodifizierten Legierungen

orientierung in der inversen Polfigur in Blechnormalenrichtung. Die identifizierten Korngrenzen sind in der Orientierungskarte transparent dargestellt. Das Gefüge ist vollständig rekristallisiert. Ein Flächenanteil von etwa 79% weist eine mittlere Kornmissorientierung von weniger als 1° auf. Die Orientierung der Matrix in direkter Umgebung der Partikel kann nicht immer bestimmt werden. Große Partikel weisen auf der der Primärelektronenquelle zugewandten Seite häufig einen nicht indizierten Bereich auf. Dieser Bereich ist wahrscheinlich auf eine Abschattung der rückgestreuten Elektronen durch die großen hervorstehenden Partikel zurückzuführen. Ein ähnlicher Effekt zeigt sich in den aufgenommenen Sekundärelektronenbildern. Hier zeigt sich ebenfalls auf der der Primärelektronenquelle zugewandten Seite der Partikeln ein Schatten, der die exakte Größenbestimmung der Partikel erschweren kann. Eine deutliche Abweichung der lokalen Textur oder der Korngröße in direkter Umgebung der Partikel ist anhand der Orientierungskarten nicht offensichtlich. Die Bestimmung einer ausreichend genauen Orientierungsdichteverteilungsfunktion für die direkte Umgebung der Partikel war wegen der hohen erforderlichen Zahl an verschiedenen Kristallorientierungen (Körnern) innerhalb eines vernünftigen Zeitrahmens nicht möglich. Um dennoch unterschiedliche Bereiche miteinander vergleichen zu können, wurden Verteilungen des Orientierungsunterschieds zwischen benachbarten Körnern für verschiedene Bereiche bestimmt. In Abbildung 5.7 sind die ermittelten Verteilungen für partikelfreie

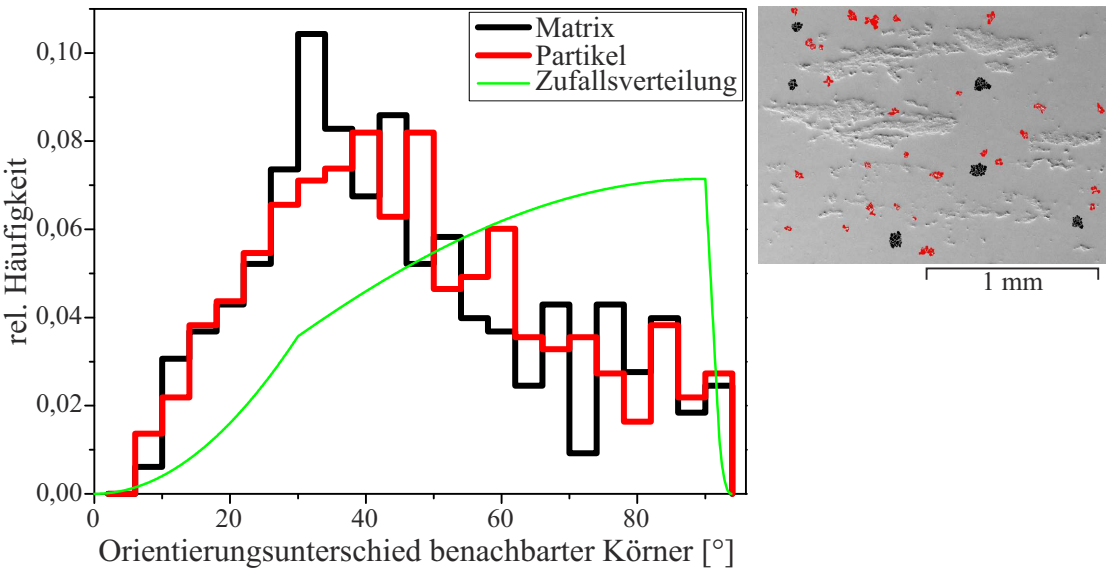


Abbildung 5.7: AZ31AlN, Blech II: Verteilung der Orientierungsunterschiede benachbarter Körner (links) im Blech im Endzustand für die partikelfreie Matrix (schwarz), die Umgebung großer einzelner Partikel ($\gtrsim 5\,\mu m$) und kleiner Agglomerate (rot) zusammen mit einer Zufallsverteilung nach [47] (grün); rechts: Elektronenbild mit den ausgewerteten Körnern (vgl. Abb. 5.6(a))

Matrixstellen und die direkte Umgebung von großen einzelnen Partikeln ($\gtrsim 5\,\mu m$) und kleineren Agglomeraten für die AlN-modifizierte Legierung zusammen mit einer theoretischen Zufallsverteilung dargestellt. Hier zeigt sich kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen Partikelumgebung und der partikelfreien Matrix. In ähnlicher Weise ist für die ZrB_2-modifizierte Legierung eine entsprechende Verteilung in Abbildung 5.8 dargestellt. Zusätzlich ist dort noch die Matrix innerhalb eines großen Agglomerates ausgewertet worden und die Streuung der basalen Pole für die einzelnen Bereiche dargestellt. Die Verteilung der Orientierungsunterschiede benachbarter Körner in der Partikelumgebung weist im Vergleich zu

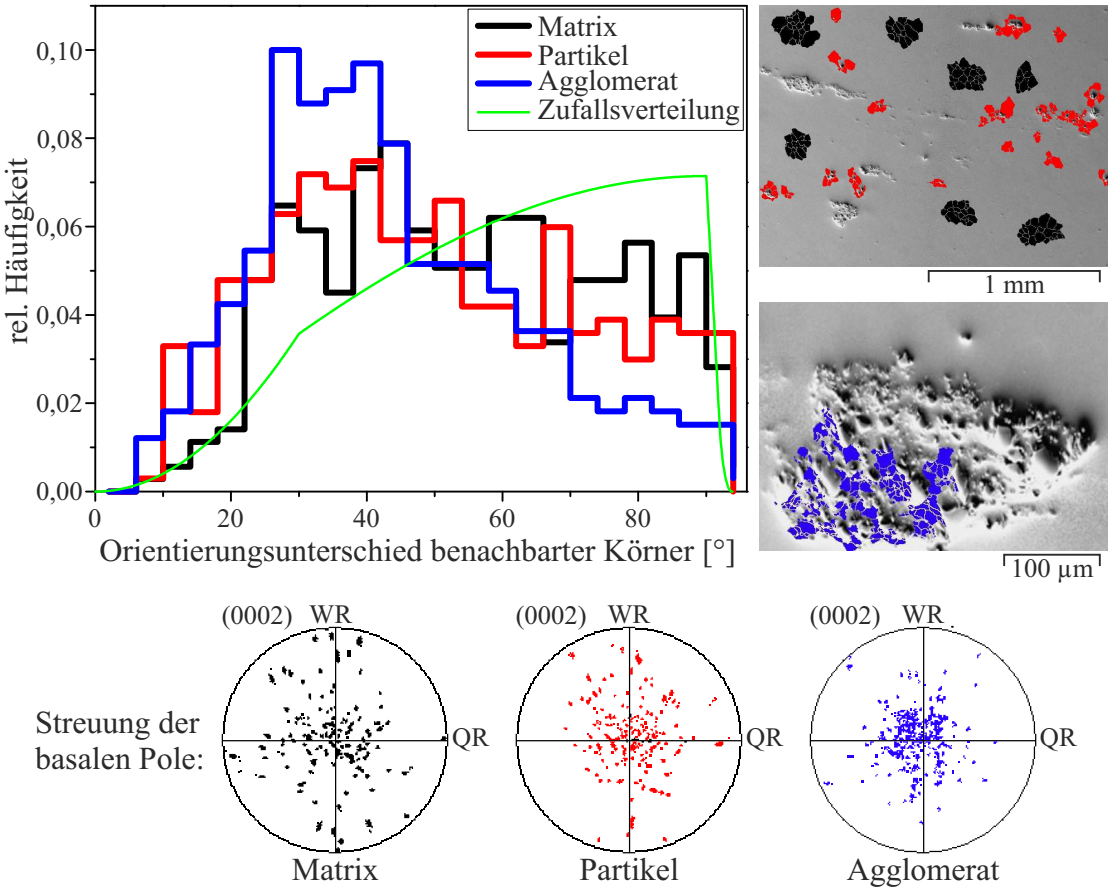


Abbildung 5.8: $AZ31ZrB_2$, Blech, l/4: Verteilung der Orientierungsunterschiede benachbarter Körner (links oben) im Blech im Endzustand für die partikelfreie Matrix (schwarz), die Umgebung großer einzelner Partikel ($\gtrsim 5\,\mu m$) und kleiner Agglomerate (rot) sowie die Matrix innerhalb eines großen Agglomerates (blau) zusammen mit einer Zufallsverteilung nach [47] (grün); rechts oben: Elektronenbild mit den ausgewerteten Körnern (vgl. Abb. 5.6(b)) und darunter ein zusätzliches Agglomerat; unten: Streuung der basalen Pole für die entsprechenden Bereiche

der in der partikelfreien Matrix leicht geringere Orientierungsunterschiede auf. Deutlich ausgeprägter ist jedoch der Unterschied zur Verteilung im Agglomerat. In der Agglomeratmatrix treten große Orientierungsunterschiede ($\geq 70°$) deutlich seltener auf als in der partikelfreien Matrix. Dieser Trend spiegelt sich auch in den Streuungsdarstellungen der basalen Pole in den ausgewerteten Bereichen wider (s. Abb. 5.8 unten). Alle drei Bereiche zeigen eine bevorzugte Ausrichtung der Basalebenen parallel zur Blechebene auf. Während die Verteilung der basalen Pole in der partikelfreien Matrix nur leicht zufälliger als in der Partikelumgebung erscheint, weist die Agglomeratmatrix eine deutlich stärkere Ausrichtung der basalen Ebenen auf.

Beginn des Walzprozesses (1. Stich)

Neben den Blechen im Endzustand wurde bei der AlN-modifizierten Legierung auch der Beginn des Walzprozesses untersucht. Abbildung 5.9 zeigt ein EBSD-Überlagerungsbild für das Gefüge im rein verformten Zustand direkt nach dem 1. Stich, in dem zusätzlich alle Korngrenzen, die im Rahmen einer 5°-Toleranz die Orientierungsbeziehung für den Zugzwilling (vgl. Tab. 2.4) erfüllen, schwarz eingefärbt sind. Die Verformung zeigt sich vor allem durch Verzwillingung und durch

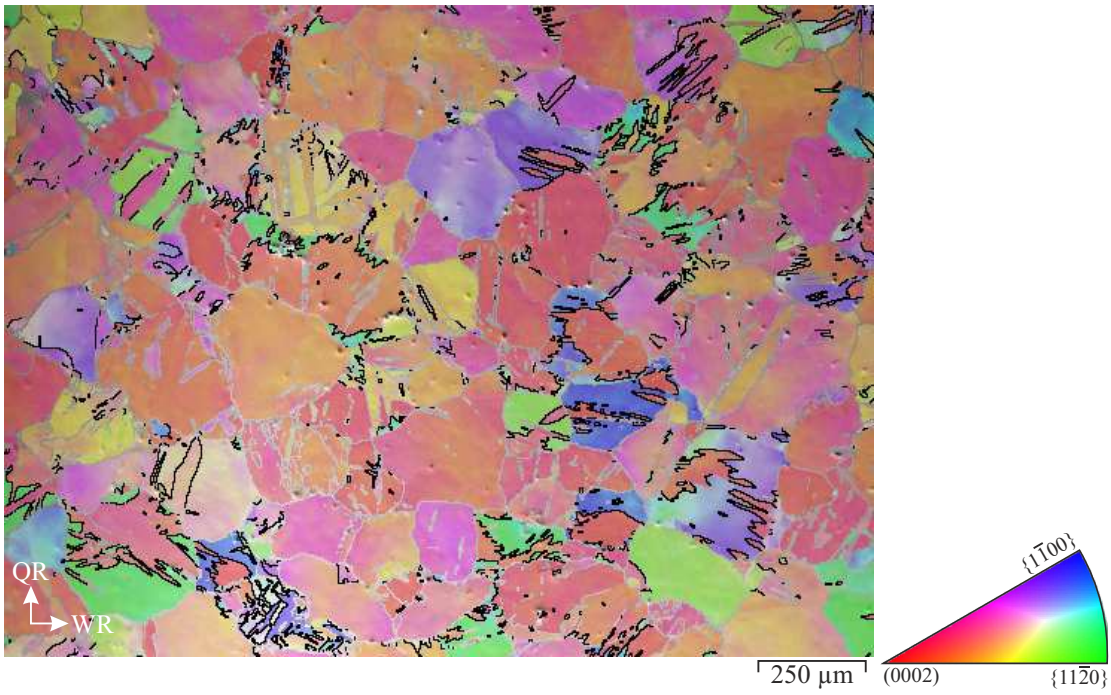


Abbildung 5.9: AZ31AlN, Blech III, 1. Stich ($\epsilon_w = -0,14$), wie verformt: Überlagerungsbild aus Elektronenbild und Orientierungskarte (Farbgebung nach Lage in inverser Polfigur in NR, Korngrenzen und nicht indizierte Bereiche transparent, Zugzwillingsgrenzen schwarz)

die im Vergleich zu den Blechen im Endzustand (vgl. Abb. 5.6) stärkeren Schwankungen der Kristallorientierung innerhalb der Körner. Letztere äußern sich in der Orientierungskarte durch die stärkere Farbvariation innerhalb der Körner. Lediglich ein Flächenanteil der Körner von etwa 1% hat eine mittlere Missorientierung von weniger als 1°. Abbildung 5.10 zeigt den über mehr als ein Dutzend Gefügestellen gemittelten Verlauf des Orientierungsunterschieds in Walzrichtung innerhalb eines Kornes relativ zum ersten Messpunkt an großen Partikeln ($\gtrsim 5\,\mu m$) und an entsprechenden Korngrenzenstellen. Die Missorientierung steigt in Walzrichtung

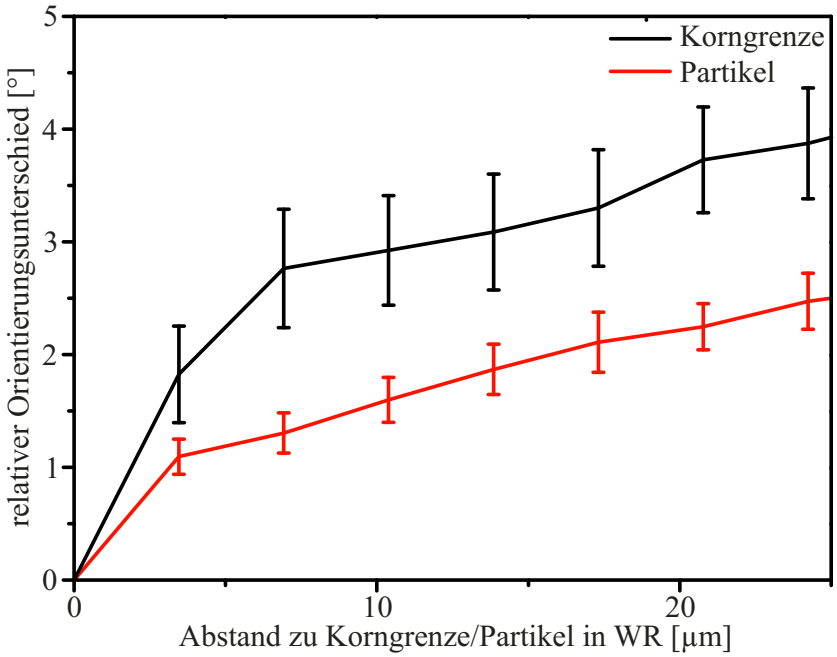


Abbildung 5.10: AZ31AlN, Blech III, 1. Stich ($\epsilon_w = -0,14$), wie verformt: Verlauf des Orientierungsunterschiedes in WR relativ zum ersten Messpunkt an Korngrenzen (schwarz) bzw. großen Partikeln ($\gtrsim 5\,\mu m$, rot) gemittelt über mehr als ein Dutzend verschiedene Gefügestellen (Fehlerbalken geben den Fehler des Mittelwertes an)

von Partikel und Korngrenze weg kontinuierlich an. Der Anstieg ist dabei am Anfang am größten. Der Orientierungsunterschied fällt an den Korngrenzen insgesamt größer aus. Während die Missorientierung an den Partikeln nur um durchschnittlich etwas mehr als 1° innerhalb der ersten $3{,}5\,\mu m$ ansteigt, wächst diese an den Korngrenzen innerhalb der ersten $7\,\mu m$ im Mittel um fast 3°. Von Korngrenze zu Korngrenze variiert der Verlauf der Missorientierung stärker als von Partikel zu Partikel. Im betrachteten Bereich bis $25\,\mu m$ von der Korngrenze entfernt weist die Missorientierung an den Korngrenzen im Mittel einen Variationskoeffizienten (relative Standardabweichung) von etwa 0,60 auf. Der Variationskoeffizient für die Missorientierung an den Partikeln beträgt im Mittel nur etwa 0,45. Der Verlauf des Orientierungsunterschieds ist mit einer gewissen Unsicherheit behaftet, da der

erste Messpunkt in der Regel nicht direkt am Partikel oder an der Korngrenze liegt. Dies hängt neben dem Abstand zwischen den einzelnen Messpunkten der Orientierungskarte vor allem davon ab, wie nah am Partikel bzw. an der Korngrenze sich die Kristallorientierung noch eindeutig bestimmen lässt.
Abbildung 5.11 zeigt den angelassenen Zustand direkt vor dem 2. Stich. Durch das Anlassen haben sich neue kleine Körner gebildet. Ein Flächenanteil von über 30% der Körner weist eine mittlere Missorientierung von weniger als 1° auf. Abbildung 5.11(b) zeigt, dass die neu gebildeten Körner primär an den ursprünglichen Korngrenzen der größeren verformten Körner liegen.

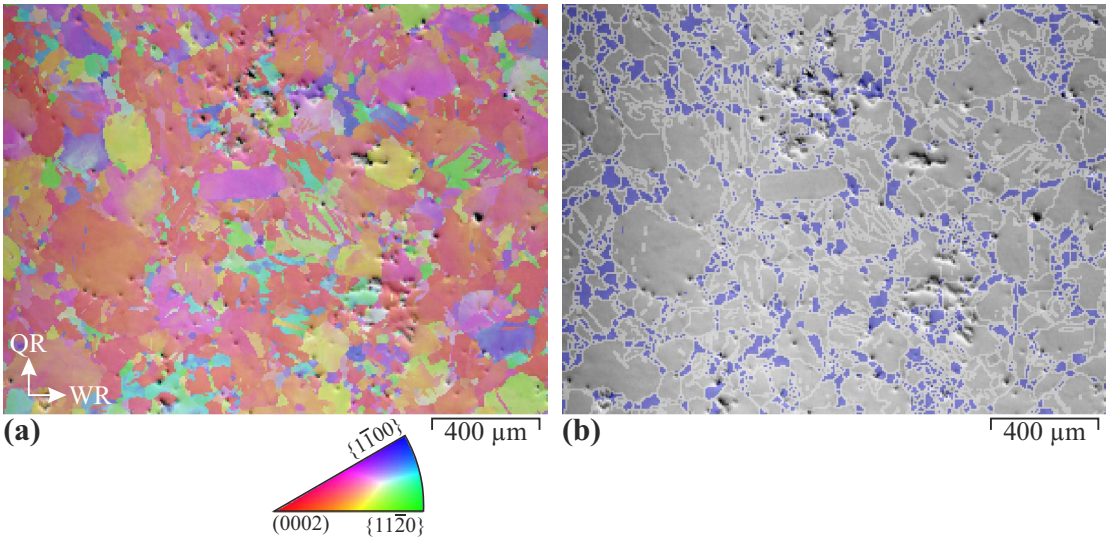


Abbildung 5.11: AZ31AlN, Blech III, 1. Stich ($\epsilon_w = -0,14$), angelassen: Überlagerungsbild aus Elektronenbild und (a) Orientierungskarte (Farbgebung nach Lage in inverser Polfigur in NR) sowie (b) rekristallisierten Körnern mit einer mittleren internen Missorientierung $\leq 1°$ (blau), Korngrenzen (grau) und verformten Körnern (transparent)

5.1.5 Mechanische Eigenschaften

Exemplarisch wurden für die Bleche II der Referenzlegierung und der AlN-modifizierten Legierung im Flachzugversuch die in Abbildung 5.12 dargestellten mechanischen Eigenschaften in Walz- und Querrichtung ermittelt. In beiden Richtungen setzt die plastische Verformung, gemessen an der 0,2 %-Dehngrenze, in der partikelmodifizierten Legierung bei etwas geringeren Spannungen ein. Auf das Verhältnis der Dehngrenzen in Walz- und Querrichtung als Maß für die mechanische Anisotropie hat dies jedoch keinen Einfluss (vgl. Tab. 7.9). In beiden Legierungen ist $R_{p0,2}$ in WR etwa 10 % geringer als in QR. Die Duktilität ist in beiden Blechen in Walzrichtung deutlich größer als in Querrichtung und insgesamt ist die

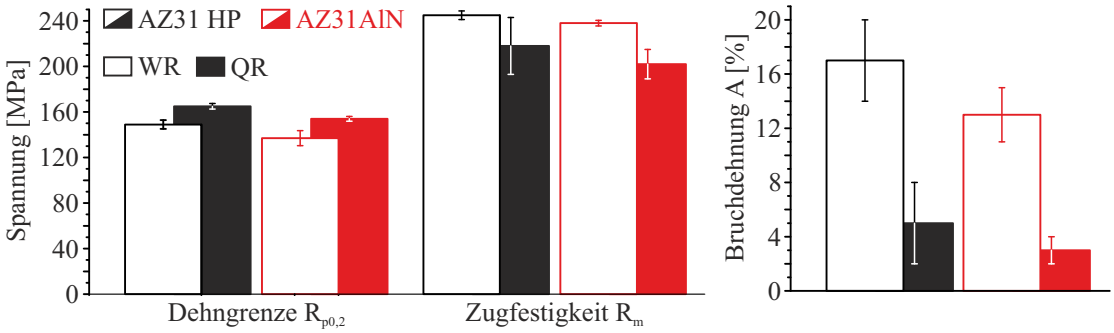


Abbildung 5.12: Im Flachzugversuch ermittelte mechanische Eigenschaften (vgl. Tab. 7.9) der Bleche II von Referenz- und AlN-modifizierter Legierung in Walz- und Querrichtung (Fehlerbalken geben Standardabweichung an)

Referenzlegierung duktiler als die partikelmodifizierte Legierung. Dies wirkt sich entsprechend auf die Zugfestigkeit aus. Diese ist in beiden Legierungen in WR höher als in QR und in der AZ31 HP-Legierung höher als in der AZ31AlN.

5.2 Diskussion

5.2.1 Walzgefüge

Trotz der deutlich unterschiedlichen Korngröße im homogenisierten Gusszustand von etwa 380 μm in der AZ31 HP- und etwa 120 μm in der AZ31AlN-Legierung, weisen beide Legierungen im Blech (Endzustand) mit einer mittleren Korngröße von etwa 10 μm nur einen vernachlässigbaren Unterschied in der Kornstruktur auf (vgl. Tab. 7.6). Dies zeigt den geringen Einfluss, den das Ausgangsgefüge bei einem komplexen Warmwalzprozess auf das Endgefüge hat, und dass die AlN-Partikel dabei keinen wesentlichen Einfluss auf die sich im Walzprozess ergebende Korngröße haben. Aufgrund ihrer Größe und inhomogenen Verteilung können die AlN-Partikel bei einem Gehalt von 0,3 Vol.-% wegen der zum Teil sehr großen Abstände zwischen den Partikeln offensichtlich die Rekristallisation nicht effektiv verlangsamen. Anders ist das bei den fein verteilten Mn-haltigen Ausscheidungen, die beide Legierungen enthalten. Viele der in Abbildung 4.6(a) sichtbaren Ätzgrübchen gehen auf solche Ausscheidungen zurück. Diese Ausscheidungen fehlen in der fast Mn-freien AZ31ZrB_2-Legierung (vgl. Tab. 7.4), die trotz des nahezu identischen Walzgrades eine deutlich größere Korngröße aufweist (s. Abb. 5.2(c)). Dies deutet auf eine Hemmung der Rekristallisation durch die fein verteilten Mn-haltigen Phasen in der AZ31AlN- und AZ31 HP-Legierung hin. Eine Verlangsamung der Rekristallisationskinetik durch fein verteilte Mn-haltige Partikel konnte parallel zu dieser Arbeit auch in einfachen Mg-Mn-Legierungen festgestellt werden [48].
Die Agglomerate erfahren durch die Walzverformung eine deutliche Streckung in

Walzrichtung (s. Abb. 5.3). Bei der Walzverformung ist zu erwarten, dass der Abstand der Partikel in WR größer wird, während er in QR unverändert bleibt. Dabei wird im Mittel weder eine wesentliche Vergrößerung der makroskopisch erfassten Fläche der Agglomerate (vgl. $\overline{d}_{a,\circ}$ für AZ31AlN in Tab. 7.7 u. 7.8) noch des Flächenanteils der Partikel an den Agglomeraten beobachtet. Dies ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, dass bei der makroskopischen Vermessung der Agglomerate (s. Kap. 3.3.4) als Ergebnis der Präparation um jedes Partikel eine Matrixumgebung mit erfasst wird, die durch die Verformung nicht zwangsläufig größer wird. Des Weiteren können sich durch die Verformung Partikel von den Agglomeraten abtrennen und so die erfasste Fläche eines Agglomerates wieder verringern. Der Flächenanteil der Partikel am Gefüge $f_{p,f}$ wird über den Flächenanteil der Agglomerate offensichtlich zu hoch abgeschätzt. So liegt dieser in der AlN-modifizierten Legierung im Bereich $f_{p,f} \approx 0,5-0,9\,\%$ und ist damit im Mittel größer als der sich aus dem Sollgehalt der Partikel ergebende $f_{p,f,soll} = c_{p,v,soll}^{2/3} \approx 0,4\,\%$. Dies liegt zum Teil an der Schwierigkeit, die Partikelfläche eines Agglomerats bei hoher Vergrößerung exakt zu erfassen. Hier werden aufgrund des fehlenden Kontrastes zwischen Partikeln und Matrix sowie aufgrund von um die Partikel erzeugten Schatten häufig auch Teile der Matrix mit einbezogen, wodurch der Anteil der Partikel am Agglomerat $f_{p,a,f}$ zu hoch ausfällt. Ein weiterer Grund für die Überschätzungen der Partikelanteile am Gefüge könnte eine systematische Verminderung des Flächenanteils der Partikel an den Agglomeraten mit steigender Agglomeratgröße sein. Die numerische Mittelung des Partikelanteils über mehrere Agglomerate würde so zu zu hohen Partikelanteilen am Gefüge führen. Um eine systematische Abhängigkeit des Partikelanteils von der Agglomeratgröße zu verifizieren, wäre jedoch die aufwändige Vermessung einer Vielzahl von Agglomeraten bei hoher Vergrößerung notwendig. Anhand der Streckung der Agglomerate in Walzrichtung lässt sich abschätzen, wie stark die Matrix innerhalb der Agglomerate zur Verformung beigetragen hat. Vor der Verformung weisen die Agglomerate eine kompakte Form mit geringem Aspektverhältnis auf (s. Abschn. 4.1.2). Mittelt man das Verhältnis der Projektionen großer Agglomerate in Walz- und Querrichtung (s. Tab. 7.8), lässt sich daraus die Dehnung der Agglomerate abschätzen. So ergibt sich nach Gl. 7.4 für große zusammenhängende AlN-Agglomerate ($d_{a,\circ} > 300\,\mu m$) eine wahre Dehnung in Walzrichtung von im Mittel etwa $\overline{\epsilon}_{a,w} \approx 1$ und für große ZrB_2-Agglomerate eine Dehnung von etwa $\overline{\epsilon}_{a,w} \approx 0,9$. Systematisch kommt diese Abschätzung wegen der bereits angesprochenen Abtrennung von Partikeln wahrscheinlich zu etwas zu kleinen Dehnungen. Vergleicht man diese Abschätzungen mit dem Betrag der über die Blechhöhe definierten wahren Solldehnung der Bleche von $\epsilon_{w,soll} = -1,6$, ist ersichtlich, dass die Agglomerate einen wesentlichen Teil der Verformung mittragen. Die lokal hohe Partikeldichte in den Agglomeraten und die möglicherweise damit verbundene lokal erhöhte Festigkeit verhindert die Verformung der Agglomerate nicht. Eine Behinderung der Verformung kann anhand der Formänderung der Agglomerate jedoch nicht ausgeschlossen werden. Da sich die Partikel nicht verformen, muss die Matrix um die Partikel des Agglomerats dies durch höhere

Verformung kompensieren. Für die Matrix innerhalb der Agglomerate ergibt sich mit den über die Formänderung der Agglomerate bestimmten Agglomeratdehnungen $\bar{\epsilon}_{a,w}$ nach Gl. 7.6 mit den jeweiligen mittleren Flächenanteilen der Partikel an den Agglomeraten (s. Tab. 7.8) für beide partikelmodifizierten Legierungen eine Dehnung von etwa $\epsilon_{m,a,w} \approx 1,6$, was ungefähr der Solldehnung entspricht. Wie viel stärker die lokale Dehnung der Agglomeratmatrix $\epsilon_{m,a,w}$ im Vergleich zur Dehnung des Agglomerates $\epsilon_{a,w}$ ausfällt, hängt vom Anteil der Matrix am Agglomerat ab. Die für die Verformung der Agglomerate relevante Matrixfläche um die Partikel ist jedoch nicht unbedingt mit der Fläche identisch, die bei makroskopischer Vermessung der Agglomerate (s. Abschn. 3.3.4) zusätzlich zu den Partikeln erfasst wird. Daher stellt die mit dem Flächenanteil der Partikel an den Agglomeraten in Tabelle 7.8 berechnete Dehnung der Agglomeratmatrix lediglich eine Abschätzung dar.

5.2.2 Mikro- und Makrotexturen

AZ31 HP und AZ31AlN

Bereits der Vergleich der Makrotextur der partikelfreien AZ31 HP-Legierung mit der der parallel gewalzten partikelmodifizierten AZ31AlN-Legierung (s. Abb. 5.4 u. 7.2) zeigt, dass die AlN-Partikel hier keinen wesentlichen Einfluss auf die Textur der Bleche im Endzustand haben. Dies bestätigt auch die Betrachtung der Mikrotexturen (Orientierungskarten), bei denen keine offensichtlichen Unterschiede zwischen der Matrix um Partikel und partikelfreier Matrix sichtbar sind (s. Abb. 5.6(a)). Bei einem wesentlichen Einfluss der partikelstimulierten Keimbildung auf die Texturentwicklung während des Walzprozesses würde man im Blech im Endzustand lokal um die Partikel eine von der partikelfreien Matrix abweichende Textur erwarten. An Partikeln neu gebildete Körner müssten einen deutlichen Orientierungsunterschied zum Mutterkorn aufweisen, um die Textur wesentlich zu verändern. Die Orientierungsunterschiede benachbarter Körner um Partikel weichen im Blech im Endzustand jedoch nicht signifikant von der der partikelfreien Matrix ab (s. Abb. 5.7). Die verformungsinduzierte Formänderung der Agglomerate (s. Kap. 5.2.1) liefert eine Untergrenze für die Verformung der Agglomerate ($\bar{\epsilon}_{a,w} \gtrsim 1$). Bei einer signifikanten Verformungsdifferenz zwischen Matrix und Agglomeraten wäre aber ein deutlicherer Texturunterschied zwischen der AZ31AlN- und der partikelfreien AZ31 HP-Legierung zu erwarten. Die Agglomeration der Partikel verhindert grundsätzlich das Auftreten der partikelstimulierten Keimbildung nicht. Wie sich die Agglomerate auf die Effizienz der Partikel bei der Erzeugung rekristallisierter Körner auswirken, hängt von der Verteilung und der Größe der Partikel im Agglomerat ab. So können an Partikelagglomeraten entstandene Rekristallisationskeime auch dann wachsen, wenn die Partikel einzeln eigentlich zu klein sind, um Wachstum zu erlauben [31]. Im Interesse der Gefügehomogenität ist eine gleichmäßigere Verteilung der Partikel jedoch wünschenswert.
Der geringe Einfluss der Partikel kann anhand der Zwischenzustände im Walz-

prozess verstanden werden. Zu Beginn des Walzprozesses zeigt sich direkt nach dem ersten Stich ein verformtes Gefüge mit vielen Zugzwillingen (s. Abb. 5.9). Die Zugzwillinge entstehen zu Beginn des Walzprozesses nach der für die Walzverformung bekannten Systematik der Texturentwicklung konventioneller Legierungen, wie sie beispielsweise anhand viskoplastischer selbstkonsistenter Modelle nachvollzogen worden ist [49], in Körnern, deren basale Pole annähernd parallel zur Blechebene ($\{1\bar{1}00\}$- bis $\{11\bar{2}0\}$-Lage in der IPF-Darstellung in NR) stehen. Die Basalebenen der entsprechenden Zugzwillinge sind so annähernd parallel zur Blechebene ((0002)-Lage in der IPF-Darstellung in NR). Neben der Zwillingsbildung zeigt sich die Verformung vor allem durch die deutliche lokale Variation der Kristallorientierung innerhalb der Körner, die mit der durch die Verformung entstandenen Versetzungsstruktur zusammenhängt. Aufgrund der kurzen Verformungsdauer, des vergleichsweise geringen Verformungsgrades sowie des massiven Temperaturverlustes durch den Kontakt mit den Walzen zeigen sich im verformten Stadium keine Anzeichen von dynamischer Rekristallisation. An den Partikeln zeigt sich innerhalb der Körner in Walzrichtung im Mittel nur ein geringer Orientierungsgradient (s. Abb. 5.10). In der Regel könnte daher ein wachsendes Subkorn aus dem Bereich um das Partikel keine Großwinkelkorngrenze ausbilden. Die Verformung durch den ersten Stich ist demnach zu gering, um einen ausreichenden Orientierungsgradienten für die Aktivierung von PSN an hinreichend großen Partikeln zu erzeugen.
Die Matrix an den Korngrenzen weist im verformten Zustand einen deutlich größeren Orientierungsgradienten auf. Im Mittel reicht hier der Orientierungsgradient zwar auch nicht für die Ausbildung einer Großwinkelkorngrenze aus, jedoch weist der Gradient eine starke Streuung zwischen einzelnen Korngrenzenstellen auf. Aufgrund des hohen Anteils der Korngrenzen am Gefüge ist das Auftreten eines ausreichenden Orientierungsgradienten für die Erzeugung einer Großwinkelkorngrenze beim Wachstum eines Subkorns an einigen Korngrenzenstellen daher durchaus denkbar. Neben der verformungsinduzierten Korngrenzenwanderung (s. Kap. 2.4.2) steht an den Korngrenzen also noch ein weiterer auf dem Orientierungsgradienten in der Mantelregion basierender Rekristallistionsmechanismus zur Verfügung, der dem der partikelstimulierten Keimbildung ähnelt. Wenn man das im 1. Stich verformte Gefüge anlässt, findet daher die Rekristallisation primär an den Korngrenzen statt (s. Abb. 5.11). Grundsätzlich ist in den noch nicht rekristallisierten Bereichen eine Akkumulation der Verformung und damit des maximalen Orientierungsunterschiedes an Partikeln möglich, so dass diese dann im späteren Verlauf des Walzprozesses als PSN-Zentren aktiviert werden können. Die nicht rekristallisierten Bereiche werden aber durch die fortschreitende Rekristallisation an den Korngrenzen immer kleiner und der maximale Orientierungsunterschied in den Deformationszonen an den Partikeln durch bei den Zwischenglühungen auftretende Erholungsprozesse häufig wieder verringert [31]. Grundsätzlich wäre es daher für die Aktivierung von PSN besser, wenn beim Walzen größere Verformungsschritte als die im verwendeten Walzplan (vgl. Abb. 3.4) maximalen $\Delta\epsilon_{w,soll,max} = -0,2$ gemacht würden. Es ist jedoch zu erwarten, dass größere

Verformungsschritte sich schnell negativ auf die Walzbarkeit und strukturelle Integrität der Legierungen auswirken. Neben stärkerer Randrissigkeit ist auch ein Abreißen der Matrix von den keramischen Partikeln möglich, wie es beispielsweise in stranggepressten Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffen beobachtet wird [50]. Höhere Verformungsgrade und damit eine stärkere Aktivierung von PSN könnten wahrscheinlich durch einen isothermen Walzprozess mit einer beheizbaren Walze ermöglicht werden.
Abbildung 5.11 legt noch einen weiteren, wichtigeren Grund nahe, warum die AlN-Partikel in der AZ31AlN-Legierung keinen wesentlichen Einfluss auf die Textur haben: Um bei der Rekristallisation mit den Korngrenzen konkurrieren und so einen wesentlichen Einfluss auf die sich ausbildende Textur nehmen zu können, sind hohe Partikelgehalte notwendig. In Abbildung 5.11 beträgt die Flächendichte rekristallisierter Körner mit einem Durchmesser $d_{K,RX,\circ} > 15\,\mu m$ etwa $\rho_{K,RX,f} \approx 3 \cdot 10^{-4}\,\text{Körner}/\mu m^2$, was einem mittleren Abstand der Körner von Zentrum zu Zentrum von etwa $60\,\mu m$ entspricht. Die rekristallisierten Körner liegen fast ausschließlich an den ehemaligen Korngrenzen der Mutterkörner. Um im gleichen Umfang durch PSN gebildete Körner an den Partikeln zu erzeugen, bräuchte man bei $10\,\mu m$ großen Partikeln, wenn sich an jedem Partikel ein Korn bildet, beim 1. Stich bereits einen Partikelvolumenanteil von $c_p \approx 0,5\,\text{Vol.-}\%$. Dabei werden die Partikel bei dem vorliegenden Verformungsgrad in der Regel beim 1. Stich gar nicht aktiviert. Wäre die Verformung beim 1. Stich jedoch stark genug, um die Partikel als PSN-Zentren zu aktivieren, würden sich sehr wahrscheinlich auch mehr rekristallisierte Körner an den Korngrenzen bilden. Der nötige Partikelvolumenanteil wäre also noch größer, damit die Partikel mit den Korngrenzen bei der Rekristallisation konkurrieren können. Zusätzlich ist im weiteren Verlauf des Walzprozesses davon auszugehen, dass der mittlere Abstand der an Korngrenzen erzeugten rekristallisierten Körner abnimmt. Hinweise auf PSN in mit keramischen Partikeln modifizierten Magnesiumlegierungen finden sich daher in mit hohem Strangpressverhältnis gepressten MMCs [50, 51].
Es ist naheliegend, die Ergebnisse dieser Arbeit mit denen von Legierungen zu vergleichen, die für PSN geeignete Ausscheidungen enthalten. Robson et al. [4] haben Untersuchungen zu PSN an einfachen Mg-Mn-Legierungen durchgeführt und kommen zu sehr ähnlichen Ergebnissen. Die kompakten Mn-haltigen Ausscheidungen, die sich sowohl im Korninneren als auch entlang der Korngrenzen bilden, sind in Form und Größe durchaus mit den in dieser Arbeit verwendeten keramischen Partikeln zu vergleichen. Die Mg-Mn-Legierungen wurden bei $T = 300°C$ mit einer anfänglichen Dehnrate von $\dot{\epsilon}_{w,0} = 10^{-3}\,s^{-1}$ zu Dehnungen von mindestens $\epsilon_{w,min} = 0,4$ in eine längliche Vertiefung (engl.: channel die) gepresst. Der Verformungszustand ist dabei dem der Walzverformung äquivalent. Auch hier ist die Missorientierung an den Korngrenzen größer als an den Partikeln. Die Beträge der Missorientierung fallen aufgrund der höheren Verformung im Vergleich zum 1. Stich des in dieser Arbeit verwendeten Walzprozesses ($\Delta\epsilon_{w,soll} = -0,2$) insgesamt größer aus, sind an den Partikeln jedoch meist trotzdem nicht für die Ausbildung einer Großwinkelkorngrenze ausreichend. Nach dem Anlassen entste-

hen selbst bei sehr hohen Verformungen nur an weniger als 1 % der Partikel neue Körner, die auch bei längerem Anlassen eher klein bleiben. Die aktivierten Partikel sind in der Regel sehr groß. Der Großteil der rekristallisierten Körner entsteht auch hier an den Korngrenzen. Weitere Untersuchungen existieren zu eher länglichen Ausscheidungen, die häufig an Korn- und ehemaligen Dendritengrenzen liegen. So ergeben sich durch die Zugabe von Ca und Ce zu AZ31 aluminiumreiche Ausscheidungen und durch den auch in dieser Arbeit verwendeten Walzprozess eine deutlich schwächere Textur im Vergleich zu einer unmodifizierten AZ31-Legierung [5]. Walzt man diese Legierungen kalt ($\epsilon_w = 0,1$) und lässt sie im Anschluss daran an, so sind die rekristallisierten Körner in der modifizierten AZ31-Legierung deutlich kleiner, liegen nicht ausschließlich an den Korngrenzen und scheinen auch eine größere Orientierungsdifferenz zum Mutterkorn aufzuweisen. Wie effizient diese Art von Ausscheidungen bei der Erzeugung neuer Körner ist, ist jedoch schwer einzuschätzen. Viele der Ausscheidungen liegen an Korngrenzen und lassen sich daher nicht getrennt von diesen betrachten. Des Weiteren fehlen detaillierte Untersuchungen über den Verlauf der Missorientierung an den Partikeln und ein genauer Vergleich, wie häufig sich Körner an Partikeln im Korn und an Korngrenzen bilden. Wird eine Basislegierung ohne Ausscheidungen direkt mit einer modifizierten Legierung mit Ausscheidungen verglichen, muss auch beachtet werden, dass diese deutlich unterschiedliche Mischkristallzusammensetzungen haben können. Das kann sich sowohl auf die Verformung als auch auf die Rekristallisation auswirken. Der Vergleich der Ergebnisse dieser Arbeit mit der Literatur legt dennoch die Frage nahe, warum kompakte regellos verteilte Partikel, zu denen auch die in dieser Arbeit verwendeten keramischen Partikel gehören, im Gegensatz zu länglichen Ausscheidungen, bei denen ein erheblicher Anteil an den Korngrenzen liegt, keinen wesentlichen Einfluss auf die Rekristallisation zu haben scheinen. Geht man zur Vereinfachung davon aus, dass die maximale Missorientierung an Partikeln und Korngrenzen mit der Versetzungsdichte ansteigt, welche sich wiederum mit der Verformung erhöht, dann hängt die maximale lokale Missorientierung an Partikeln und Korngrenzen davon ab, wie sich die Versetzungen im Korn verteilen. Will man erreichen, dass die Partikel im Korn bei der Rekristallisation mit den Korngrenzen konkurrieren können, so muss an den Partikeln eine ähnliche Versetzungsdichte wie an den Korngrenzen erreicht werden. Der Aufstau der Versetzungen an den Partikeln muss also für eine insgesamt gleichmäßigere Verteilung der Versetzungen über das Korn sorgen. In den mit Ca und Ce modifizierten AZ31-Legierungen [5] gibt es Hinweise darauf, dass diese das tatsächlich tun. Bei den Mg-Mn-Legierungen [4] könnte man erwarten, dass sich auch hier eine gleichmäßigere Verteilung der Versetzungen einstellt. Da die Matrix hier jedoch aus reinem Mg besteht, ist möglicherweise aufgrund des fehlenden Mischkristalls die Behinderung der Versetzungsbewegung zu gering. In den in dieser Arbeit verwendeten Legierungen mit keramischen Partikeln ist die Verteilung der Partikel wahrscheinlich zu inhomogen, um eine gleichmäßigere Verteilung der Versetzungen zu erreichen. Außerdem ist die kompakte Form (geringes Aspektverhältnis) zwar für die mechanische Stabilität der Partikel von Vorteil, jedoch nicht

unbedingt für deren Funktion als Hindernis für Versetzungen. Anhand einfacher geometrischer Überlegungen (s. Kap. 7.12) kann man zeigen, dass hier ein hohes Aspektverhältnis von Vorteil sein kann. Dass plattenförmige Ausscheidungen mit hohem Aspektverhältnis zur Behinderung der Versetzungsbewegung besser geeinigt sein können, zeigt sich auch bei der Betrachtung ausscheidungsgehärteter Legierungen [52]. Bei den aufgrund ihrer Größe für PSN geeigneten Ausscheidungen handelt es sich jedoch im Gegensatz zu den für Härtung geeigneten kleinen Ausscheidungen mit geringem Partikelabstand im Allgemeinen um inkohärente Gleichgewichtsphasen [53], die einen großen Abstand zwischen den Partikeln aufweisen können. Bei langgestreckten Partikeln tritt die maximale Missorientierung an den Enden auf [31]. Möglicherweise ist diese dort auch größer als an einem kugelförmigen Partikel gleichen Volumens. Die notwendige Verformung für das Erreichen der kritischen lokalen Missorientierung scheint daher in den mit kompakten Partikeln modifizierten Legierungen vergleichsweise hoch zu sein. Nach der klassischen PSN-Theorie (s. Kap. 2.4.2) ist die maximale lokale Missorientierung bei ausreichend großen Partikeln im Wesentlichen von der Verformung abhängig. Warum dann nicht alle für das Keimwachstum ausreichend großen Partikel in den einfachen Mg-Mn-Legierungen rekristallisierte Körner erzeugen, ist nicht klar. Die kornorientierungsabhängige Aktivität der Gleitmoden (s. Abschn. 2.3) und deren deutlich unterschiedliche kritische Schubspannungen [49] legen nahe, dass in verschiedenen Körnern unterschiedlich viel Verformungsenergie gespeichert wird. So weist die Matrix an Partikeln von Korn zu Korn möglicherweise unterschiedliche maximale Missorientierungen auf, wodurch nicht alle ausreichend großen Partikel als PSN-Zentren aktiviert werden.
Eine gleichmäßigere Verteilung der Versetzungen und damit der gespeicherten Verformungsenergie wirkt sich nicht nur auf das Keimbildungskriterium in Form der maximalen lokalen Missorientierung aus, sondern auch auf das Keimwachstumskriterium. Je gleichmäßiger die Verteilung der gespeicherten Verformungsenergie ist, desto größer ist der Betrag dieser in der die Deformationszone umgebenden Matrix. Der kritische Keimradius für das Wachstum in die Matrix ist damit umso kleiner. Die vorangegangenen Überlegungen gelten im Wesentlichen für Partikel im Korn. Längliche Partikel entlang der Korngrenzen behindern sehr wahrscheinlich die Verformung der Korngrenze und möglicherweise auch den Abbau von Versetzungen durch Dissoziation in die Korngrenze. Daher ist es denkbar, dass die Partikel die Versetzungsdichte und lokale Missorientierung an den Korngrenzen eher erhöhen und sich so mehr Körner mit größerem Orientierungsunterschied in der Mantelregion der Mutterkörner bilden. So wird in der seltenen Erd-Legierung WE43 die Entstehung neuer Körner an Partikeln vor allem dann beobachtet, wenn diese an Korngrenzen liegen [54]. Um die vorgestellten Theorien zukünftig zu verifizieren und zu quantifizieren, in welchem Umfang diese bei der Rekristallisation zum tragen kommen, sind umfangreiche Untersuchungen der Missorientierung in mit länglichen Partikeln modifizierten Legierungen ratsam. Von besonderem Interesse ist dabei der Vergleich der maximalen Missorientierung an Korngrenzen mit Partikeln und ohne Partikel sowie an Partikeln im Korn. Bei der Bestimmung

von eindimensionalen Missorientierungsprofilen ist nicht garantiert, dass auch die jeweils maximal an Korngrenzen und Partikeln auftretenden Missorientierungen erfasst werden. Daher ist die Erstellung zweidimensionaler hochaufgelöster Karten in der Ebene der Hauptverformungsrichtungen (beim Walzen die Ebene, in der NR und WR liegen) sinnvoll, die die lokale Missorientierung zu den benachbarten Messpunkten oder relativ zur mittleren Kornorientierung angeben (s. beispielsweise [55]).

AZ31ZrB$_2$

Bei der ZrB_2-modifizierten Legierung nimmt die Texturintensität mit der Größe der Agglomerate und dem Partikelgehalt von der Mitte zum Rand des Bleches in WR ab (vgl. Abb. 5.5. und Tab. 7.8). Die Untersuchungen der Mikrotextur deuten darauf hin, dass die Textur in der Matrix innerhalb der Agglomerate stärker ist als außerhalb (s. Abb. 5.8). Die Variation der Makrotextur mit Agglomeratgröße und Partikelgehalt kann also mit einer deutlich ausgeprägteren lokalen Textur innerhalb der Agglomerate erklärt werden. Betrachtet man nur die Verformung, so steigt grundsätzlich die Intensität der Textur mit der Verformung an. Verformen sich die Agglomerate in gleichem Maße wie das gesamte Blech ($\epsilon_{a,w} = \epsilon_w = 1,6$), so ergäbe sich nach Gl. 7.6 für die Matrix innerhalb der Agglomerate eine Dehnung von etwa $\epsilon_{m,a,w} \approx 2,4$. Die stärkere Textur im Agglomerat könnte also das Ergebnis stärkerer Verformung der Matrix innerhalb des Agglomerats sein, mit der die fehlende Verformung der Partikel kompensiert wird. Um die Spannungskompatibilität während der Verformung zu gewährleisten, dürfte die Matrix im Agglomerat jedoch weder durch die stärkere Verformung noch durch die lokal hohe Partikeldichte wesentlich verfestigt werden. Außerdem wird dabei der Einfluss der Rekristallisation im Walzprozess vernachlässigt. Stärkere Verformung kann dazu führen, dass die Triebkräfte für die Rekristallisation größer sind und neu gebildete Körner einen größeren Orientierungsunterschied zum Mutterkorn aufweisen. Infolge der komplexen Zusammenhänge zwischen Verformung und Rekristallisation kann daher in einem thermomechanischen Prozess nicht grundsätzlich davon ausgegangen werden, dass stärkere Verformung zwangsläufig zu einer stärkeren Textur führt. So zeigen die Bleche II der AZ31 HP-basierten Legierungen (s. Abb. 5.4) trotz einer aus Abweichungen des Walzprozesses (s. Kap. 3.2) resultierenden stärkeren Verformung im Vergleich zu den Blechen I (s. Abb. 7.2) eine schwächer ausgeprägte Textur. Wahrscheinlicher ist daher, dass die stärkere Textur der Agglomeratmatrix auf geringerer Verformung basiert, wie sie anhand der Formänderung der Agglomerate zumindest nicht ausgeschlossen werden konnte (s. Abschn. 5.2.1). Durch die geringere Verformung sind die Triebkräfte für Rekristallisation in der Agglomeratmatrix kleiner, Erholungsvorgänge haben größeren Einfluss und neu entstehende Körner weisen einen niedrigeren Orientierungsunterschied zum Mutterkorn auf. Die lokale Textur ist daher dort weniger rekristallisations- und mehr verformungsbestimmt und somit stärker ausgeprägt. Die Ausnutzung von PSN setzt voraus, dass die Verformung auch an den Par-

tikeln stattfindet und keine Möglichkeit hat, der Verformungsbehinderung durch die Partikel auszuweichen. Aufgrund der inhomogenen Verteilung der Partikel in dieser Legierung gibt es jedoch ausreichend viele Bereiche ohne Partikel, die dadurch lokal eine geringere Festigkeit aufweisen und sich daher stärker verformen als die Matrix innerhalb der Agglomerate. Dies wird in der AZ31ZrB_2-Legierung durch die größere Partikel- und Korngröße sowie das Fehlen feiner Ausscheidungen begünstigt, wodurch der Festigkeitsunterschied zwischen der Matrix innerhalb und außerhalb der Agglomerate größer als in der AZ31AlN-Legierung ausfällt. Die Makrotextur ergibt sich aus der Kombination der Beiträge der Matrix innerhalb und außerhalb der Agglomerate. Verteilt sich die aufgrund der geringeren Verformung der Agglomeratmatrix notwendige zusätzliche Verformung gleichmäßig auf die Matrix außerhalb der Agglomerate, ergeben sich wegen des insgesamt geringen Anteils der Agglomerate am Gefüge in der Verformung und damit in der Textur außerhalb der Agglomerate zwischen den drei Blechpositionen nur geringe Unterschiede und die Dehnung entspricht dort ungefähr der Solldehnung. Die Variation der Textur mit dem Partikelgehalt ergibt sich dann einfach als Folge des variierenden Anteils der Agglomeratmatrix.
Dass die Texturen in der AZ31ZrB_2-Legierung insgesamt schwächer ausfallen als in den AZ31 HP-basierten Legierungen, kann damit zusammenhängen, dass sich die weniger verlangsamte Rekristallisation in der AZ31-Legierung aus reinen Elementen positiv auf die Texturausbildung auswirkt, indem sich Körner schneller neu bilden und wachsen und so die Textur abgeschwächt wird. Ungehemmte Rekristallisation ist im Hinblick auf eine kleine Endkorngröße und damit hohe Festigkeit und Duktilität in der Praxis eher unerwünscht und kommt daher als Mittel zur Texturbeeinflussung nicht in Frage.

5.2.3 Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften des Bleches II der AZ31 HP-Legierung sind mit denen eines in ähnlicher Weise hergestellten Bleches einer AZ31-Legierung aus vorangegangen Untersuchungen [5] vergleichbar. Im Hinblick auf die Spannungskennwerte ergeben sich im Flachzugversuch bei der AZ31AlN-Legierung nur geringe Unterschiede zur AZ31 HP-Referenzlegierung. In Magnesiumlegierungen wird im Allgemeinen eine starke Korrelation zwischen den mechanischen Eingenschaften und der Textur beobachtet. Dies zeigen beispielsweise Untersuchungen an verschiedenen AZ-Legierungen [56, 57]. Die insgesamt etwas geringere Dehngrenze der AZ31AlN kann daher durch die etwas schwächere Textur erklärt werden. Aufgrund der stärkeren Streuung der basalen Pole in Walzrichtung fällt die Dehngrenze in beiden Legierungen in WR niedriger aus als in QR. Um einen ausgeprägten Unterschied in der mechanischen Anisotropie hervorzurufen, ist der Unterschied zwischen den Texturen der beiden Legierungen zu gering. Dafür müsste die Textur der AZ31AlN-Legierung wesentlich schwächer ausfallen und/oder ihre Form deutlich ändern.

Die Legierungen verfestigen sich in hohem Maße bis kurz vor dem Bruch. Die Unterschiede in der Zugfestigkeit zwischen WR und QR sowie zwischen den beiden Legierungen ergeben sich daher im Wesentlichen aus den Unterschieden in der Bruchdehnung. Die Bruchdehnung fällt in Querrichtung deutlich geringer aus als in Walzrichtung. Dies ist in der Regel auf ausgewalzte Gussdefekte wie Lunker oder Schlacke zurückzuführen, die im einfachen Schwerkraftkokillenguss leicht entstehen können. Diese stehen im Flachzugversuch in QR senkrecht zur Belastungsrichtung und bringen dadurch die Proben vorzeitig zum Versagen. Die Partikelagglomerate werden in ähnlicher Weise in WR ausgewalzt. Die Bruchdehnung wird durch die Partikel in der AZ31AlN-Legierung in beiden Richtungen herabgesetzt. Ein negativer Einfluss der Agglomerate auf die Duktilität ist auf zweierlei Weisen denkbar. Zum einen ist davon auszugehen, dass die maximal teilkohärenten Grenzflächen zwischen Matrix und Partikeln (s. Kap. 2.1.1) insgesamt mechanisch nicht so stabil sind wie beispielsweise die Korngrenzen der Matrix. Die hohe Konzentration von Grenzflächen in den Agglomeraten kann daher die Rissausbreitung begünstigen. Des Weiteren hat die Entstehung von Abkühlrissen entlang der Agglomerate in den einfachen Modelllegierungen im Gusszustand (s. Kap. 4.2.4) gezeigt, dass dort komplexe Spannungszustände entstehen können, die Rissbildung und -ausbreitung begünstigen. Eine mikroskopisch homogenere Verteilung der Partikel würde sich daher mit hoher Wahrscheinlichkeit positiv auf die Duktilität auswirken.

6 Zusammenfassung

Um den Einfluss keramischer Partikel auf die Texturausbildung von Magnesiumknetlegierungen beim Warmwalzen untersuchen zu können, musste zunächst geeignetes Ausgangsmaterial für die Umformung hergestellt werden. Keramische Partikel wurden in Magnesiumlegierungen bisher zur Kornfeinung des Gussgefüges ($c_p \approx 10^{-2}$ Vol.-%) oder zur Herstellung von Metallmatrixverbundwerkstoffen ($c_p \approx 10^{1}$ Vol.-%) eingesetzt. Für die Herstellung der partikelmodifizierten Legierungen in dieser Arbeit konnte nur begrenzt auf bereits existierende Forschungsergebnisse zurückgegriffen werden. Ein wesentlicher Grund hierfür war der von den bisherigen Anwendungen grundsätzlich verschiedene Konzentrationsbereich ($c_p \approx 10^{-1}$ Vol.-%) der Partikel. Daher waren grundlegende Untersuchungen zur Herstellung des Ausgangsmaterials im Schwerkraftkokillenguss erforderlich. Hierfür wurden verschiedene Keramiken (AlN, MgB_2, MgO, SiC, ZrB_2, s.a. Tab. 7.1) anhand ihrer geringen Fehlpassung zum Magnesiumkristallgitter (s. Kap. 2.1.1) für die Partikelmodifikation ausgewählt. Diese wurden zunächst auf ihre Eignung in Bezug auf chemische Stabilität, Benetzung und Absetzverhalten in der Schmelze sowie Gefügeausbildung hin getestet. Bis auf SiC in Al-haltigen Schmelzen erwiesen sich alle Keramiken in den untersuchten Systemen (Mg, Z1, A3, AZ31) als chemisch hinreichend stabil. Die anhand der einfachen Betrachtung der Standardreaktionsenthalpien getroffenen Voraussagen zur chemischen Stabilität (s. Kap. 2.1.3) waren für alle Keramiken bis auf MgB_2 korrekt. Bei MgB_2 führte die Betrachtung der Standardreaktionsenthalpie für die Reaktion von reinem MgB_2 zu reinem AlB_2 zu unzutreffenden Voraussagen, da MgB_2 einen durchgehenden Mischkristall $(Mg,Al)B_2$ bildet. Die Benetzung der untersuchten Keramiken kann als ausreichend bezeichnet werden. Zentrales Problem bei der Herstellung des Ausgangsmaterials ist die Gewährleistung einer homogenen Verteilung der Partikel. Diese liegen sowohl im Anlieferungszustand des keramischen Pulvers als auch in der Vorlegierung (s. Kap. 3.1.1) bereits als Agglomerate vor. Die Agglomerate werden durch Rühren in der Schmelze verkleinert. Haupteinflussgrößen für die sich ergebende Agglomeratgröße im Gussgefüge sind die Rührintensität und die Partikelgröße. Der Rührintensität setzt vor allem die für den Oxidationsschutz der Schmelze notwendige Schutzschicht auf der Schmelze Grenzen, da diese bei zu intensivem Rühren aufreißen kann. Neben der Agglomeration gefährdet vor allem das Absetzen der Partikel in der Schmelze, das durch die im Vergleich zur Magnesiumschmelze höhere Dichte der Keramiken verursacht wird, die Homogenität der Partikelverteilung. Die Rührleistung eines Standardrührwerkes erweist sich als völlig ausreichend, um dem Absinken der Partikel entgegenzuwirken. Kritisch ist jedoch die Zeitspanne zwischen der notwendigen Abschaltung des Rührers und

dem Abguss. Während hier für die Keramiken mit einer Dichte $\rho_p \lesssim 2 \times \rho_{Mg}$ (AlN, MgB_2, MgO, SiC) mit optimierter Prozessführung eine makroskopisch homogene Verteilung der Partikel gewährleistet werden konnte, war dies für ZrB_2 aufgrund der hohen Dichte sowie der Größe der Partikel nicht möglich.
Im Gussgefüge wurde Kornfeinung durch die eingebrachten AlN- und ZrB_2-Partikel beobachtet. Die Einbindung der untersuchten Partikel in die Magnesiummatrix ist grundsätzlich gut, jedoch bilden sich in den einfachen Modelllegierungen (Mg, Z1, A3) aufgrund der geringen Zähigkeit des Materials Abkühlrisse in der Matrix entlang der Agglomerate. Für die Umformung wurden daher nur AZ31-Legierungen ausgewählt: Eine mit AlN modifizierte (mittlere Agglomeratgröße $\overline{d}_{a,\circ} = 31\,\mu m$, 73 Vol.-% der Partikel größer als $d_{p,\circ} = 5\mu m$, Korngröße $\overline{d}_K \approx 120\mu m$) und eine partikelfreie Referenzlegierung (Korngröße $\overline{d}_K \approx 380\mu m$) auf Basis einer kommerziellen AZ31 HP-Legierung, sowie eine ZrB_2-modifizierte Legierung (Korngröße $\overline{d}_K \approx 270\mu m$) aus reinen Elementen. Letztere unterscheidet sich von der AlN-modifizierten Legierung in drei wesentlichen Aspekten. Zum einen wurde der ZrB_2-Legierung kein Mangan zugesetzt, wodurch diese keine Mn-haltigen Ausscheidungen enthält. Die ZrB_2-Partikel sind größer (96 Vol.-% der Partikel größer als $d_{p,\circ} = 5\mu m$) als die AlN-Partikel und durch das Absetzen in der Schmelze makroskopisch inhomogen im Gussbolzen verteilt. Die inhomogene Verteilung der ZrB_2-Partikel ermöglicht Untersuchungen von Partikeleffekten in Abhängigkeit des Partikelgehaltes innerhalb eines Bleches. Der Sollgehalt der Partikel beträgt in beiden partikelmodifizierten Legierungen etwa 0,3 Vol.-%.
Die Walzbarkeit der partikelmodifizierten Legierungen ist in einem anwendungsnahen Walzprozess für Magnesiumknetlegierungen (s. Abb. 3.4) mit der der unmodifizierten Referenzlegierung vergleichbar gut. Es ergibt sich ein typisches Walzgefüge mit globularen Körnern und deutlich reduzierter Korngröße. Trotz des deutlichen Unterschiedes in der Gusskorngröße weisen beide AZ31 HP-basierten Legierungen im Blech im Endzustand eine nahezu identische Kornstruktur (Korngröße $\overline{d}_K \approx 10\mu m$) auf. Die Korngröße der Mn-freien ZrB_2-modifizierten AZ31-Legierung fällt hingegen deutlich größer aus ($\overline{d}_K \approx 30\mu m$). Dieser Unterschied in der Korngröße kann auf die Verlangsamung der Rekristallisation durch die feinen Mn-haltigen Ausscheidungen in den AZ31 HP-basierten Legierungen zurückgeführt werden. Wegen der Partikelgröße ist bei den vorliegenden Gehalten keramischer Partikel deren mittlerer Abstand im Gefüge zu groß um die Rekristallisation zu verlangsamen. Die Agglomerate tragen einen wesentlichen Teil der Verformung mit und zeigen eine deutliche Streckung in Walzrichtung. Im Blech der ZrB_2-modifizierten Legierung ergibt sich wegen der makroskopisch inhomogenen Verteilung der Partikel im Gusszustand (s. Abb. 4.2, Bolzen B) wie erwartet ein abnehmender Partikelgehalt in WR von der Mitte des Bleches zum Rand.
Alle drei Legierungen zeigen typische Walztexturen. Die Makrotextur der AlN-haltigen Legierung stellt sich nur geringfügig schwächer als die der Referenzlegierung dar. Als Folge zeigt sich keine Verbesserung der mechanischen Anisotropie und sogar eine Verschlechterung der Duktilität, die auf die Partikelagglomerate zurückzuführen ist. Lokal zeigt sich kein signifikanter Unterschied in der Mikrotex-

tur der Umgebung der AlN-Partikel im Vergleich zu partikelfreien Matrixstellen. Untersuchungen des Beginns des Walzprozesses (1. Stich) zeigen, dass die lokale Missorientierung an den Partikeln nicht ausreichend für die Aktivierung der partikelstimulierten Keimbildung ist. Die Missorientierung an den Korngrenzen fällt signifikant größer aus. Als Folge findet die Rekristallisation primär an den Korngrenzen statt. Die Makrotextur in der ZrB_2-haltigen Legierung fällt insgesamt schwächer als in den AZ31 HP-basierten Legierungen aus. Dies ist wahrscheinlich auf das ungehinderte Kornwachstum zurückzuführen, das neu gebildeten Körnern schnelles Wachstum ermöglicht und so die Textur abschwächt. Die Makrotexturen werden im Blech der ZrB_2-modifizierten Legierung mit abnehmendem Partikelgehalt von der Mitte zum Rand des Bleches in WR schwächer. Dies ist auf eine stärkere Mikrotextur innerhalb der ZrB_2-Agglomerate zurückzuführen. Diese wird vermutlich durch geringere Verformung innerhalb der durch die großen ZrB_2-Partikel verfestigten Agglomerate ausgelöst. Lokal werden dadurch die Triebkräfte für die Rekristallisation herabgesetzt und die Textur so stärker verformungsbestimmt.
Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen deutlich, dass kompakte Partikel wie die hier verwendeten keramischen Partikel für die Ausnutzung von PSN zur Texturabschwächung ungeeignet sind, da sowohl die notwendige Verformung als auch der Partikelgehalt ($c_p >> 0,5\,$Gew.-% bei $d_p = 10\,\mu m$) sehr hoch sein müssen. Der Fokus sollte daher zukünftig auf der weiteren Erforschung von Legierungen liegen, die längliche Ausscheidungen enthalten. Diese können Versetzungen effektiver aufstauen und so insgesamt eine gleichmäßigere Verteilung der Versetzungsdichte über das Korn ermöglichen. So können die Partikel besser mit den Korngrenzen bei der Rekristallisationskeimbildung konkurrieren. Neben Partikeln im Korn könnten auch längliche Ausscheidungen an den Korngrenzen eine Abschwächung der Textur bewirken, indem sie die lokale Missorientierung erhöhen und so neu gebildete Körner einen größeren Orientierungsunterschied zum Mutterkorn aufweisen. Diese Ergebnisse stellen eine wesentliche Erweiterung des Kenntnisstandes zur Wirkungsweise von Partikeln bei der Rekristallisation in Magnesiumlegierungen dar und erlauben eine noch zielgerichtetere Entwicklung von Magnesiumknetlegierungen mit vorteilhafterer Texturausbildung.

7 Anhang

7.1 Eigenschaften der keramischen Pulver

Tabelle 7.1: Eigenschaften der verwendeten keramischen Pulver nach Herstellerangaben

Material	Hersteller	Bezeichnung	Partikelgröße Messverfahren	Partikelgröße [μm]
AlN	H.C. Starck	Grade A	LB, $d_{p,50v}$	7,0-11,0
MgB_2	H.C. Starck	Grade A	FSSS	2,0-5,0
MgO	H.C. Starck	-325 mesh; 98 %	mesh	<44
SiC	ESK	Grün Mikro F600-D	FS, $d_{p,3}/d_{p,50}/d_{p,94}$	19/9,3/3
		Grün Mikro F1200-D	FS, $d_{p,3}/d_{p,50}/d_{p,80}$	7/3,0/1
ZrB_2	ESK	-400 mesh	mesh	<37

Anmerkungen/Erläuterungen:

SiC: SiC ist polytypisch. Das Pulver enthält daher verschiedene, kristallographische Phasen: 90 % 6H, 4-5 % 4H und der Rest 15R.

LB: Dieser Wert wurde mittels Laserbeugung ermittelt.

$d_{p,X(v)}$: X % (v: Vol.-%) der Partikel haben eine Größe $\geq d_{p,X}$. Auch wenn vom Hersteller nicht weiter spezifiziert, wird meist der volumetrische Wert angegeben.

FSSS: Mit dem Fisher Sub Sieve Sizer wird die mittlere Partikelgröße durch eine Gasdurchflussmessung bestimmt.

mesh: Hier ergibt sich eine Obergrenze der Partikelgröße durch die beim Sieben verwendete Weite der Maschen (engl.: mesh) des Siebes.

FS: Bestimmung der Partikelgröße mittels eines Fotosedimentometers

7.2 Kristallographische Strukturdaten

Tabelle 7.2: Ausführliche kristallographische Strukturdaten [8] ausgewählter Elemente und Verbindungen

Material	Raumgruppe		Gitterparam.		Atompositionen				
	HMS	Nr.	a [Å]	c [Å]	Atom	WP	x	y	z
AlN	$P6_3mc$	186	3,11	4,98	Al	2b	1/3	2/3	0
					N	2b	1/3	2/3	0,38
Mg	$P6_3/mmc$	194	3,21	5,21	Mg	2c	1/3	2/3	1/4
MgB_2	P6/mmm	191	3,09	3,52	Mg	1a	0	0	0
					B	2d	1/3	2/3	1/2
MgO	$Fm\bar{3}m$	225	4,21	-	Mg	4a	0	0	0
					O	4b	1/2	1/2	1/2
α-SiC(6H)	$P6_3mc$	186	3,08	15,12	Si1	2a	0	0	0
					C1	2a	0	0	0,13
					Si2	2b	1/3	2/3	0,67
					C2	2b	1/3	2/3	0,79
					Si3	2b	1/3	2/3	0,33
					C3	2b	1/3	2/3	0,46
ZrB_2	P6/mmm	191	3,17	3,53	Zr	1a	0	0	0
					B	2d	1/3	2/3	1/2

HMS: Hermann-Mauguin-Symbol
WP: Wyckoff-Position

7.3 Keramische Partikel in Magnesiumschmelzen

7.3.1 Dichte und Viskosität der Magnesiumschmelze

Nach [3] verringert sich die Dichte ρ_{Mg} einer Schmelze aus reinem Magnesium mit steigender Temperatur T im Bereich zwischen $650°C$ und $900°C$ wie folgt:

$$\rho_{Mg}(T) = 1,584 - 2,34 \cdot 10^{-4}(\frac{T}{°C} - 650)\ [g/cm^3] \tag{7.1}$$

Die dynamische Viskosität η_{Mg} einer reinen Magnesiumschmelze verringert sich ebenfalls mit steigender Temperatur und kann nach [12, 58] im Bereich zwischen $650°C$ und $827°C$ folgendermaßen abgeschätzt werden:

$$\eta_{Mg}(T) = 1,25 \cdot 10^{-3} - 2,54 \cdot 10^{-6}(\frac{T}{°C} - 650)\ [Ns/m^2] \tag{7.2}$$

7.3.2 Brownsche Bewegung der Partikel

Die mittlere quadratische Verschiebung $\overline{x^2(t)}$ eines Teilchens in einem viskosen Medium durch Diffusion ist nach [13] definiert als:

$$\overline{x^2(t)} = \frac{2kT}{3\pi d_p \eta} t \tag{7.3}$$

mit der Boltzmann-Konstanten $k = 1,381 \cdot 10^{-23}\, J/K$ [1], d_p dem Partikeldurchmesser und η der Viskosität. Vergleicht man dies mit der sich aus Gl. 2.1 ergebenden zurückgelegten Fallstrecke eines Partikels in einer Magnesiumschmelze bei $T = 700°C$, so zeigt sich, dass die Brownsche Bewegung erst ab $d_p \lesssim 0,1\,\mu m$ dominant wird.

7.4 Abguss

Tabelle 7.3: Gießparameter ausgewählter Legierungen einschließlich Kurzbezeichnungen; alle hier aufgeführten Legierungen wurden zu etwa 6 kg schweren, luftabgekühlten Bolzen mit einem Durchmesser von 10 cm abgegossen. Die Partikel wurden über Vorlegierungspresslinge zugegeben.

Kurzbezeichnung	**AZ31 HP**	**Z1SiC**	**AZ31AlN**	**AZ31AlN-2**	**AZ31ZrB$_2$**
Basis	AZ31 HP	Z1	AZ31 HP	AZ31 HP	AZ31
Partikel	-	SiC	AlN	AlN	ZrB_2
	-	(F1200-D)	Grade A	Grade A	-400 mesh
$c_{p,soll}$					
[Gew.-%]	-	0,5	0,5	0,5	1
[Vol.-%]	-	0,27	0,27	0,27	0,29
T_L [°C]	700	720	700	655	720
Rührer	SR	SR	PR+DR	PR+DR	SR
n_R [min^{-1}]	150	200	150/540	150/540	200
t_R [min]	11	5	10	10	11

$c_{p,soll}$: Sollgehalt der Partikel
SR: Scheibenrührer; PR: Propellerrührer; DR: Dissolverrührer
n_R: Rührerdrehzahl
t_R: Rührdauer

7.5 Chemische Zusammensetzung

Tabelle 7.4: Chemische Zusammensetzungen ausgewählter Legierungen in Gew.-%

	MgAl3Zn DIN 1729-1	AZ31 HP AZ	AZ31 HP SKG	AZ31AlN	AZ31ZrB_2
Al	2,5-3,5	3,1	3,2	3,2	3,3
Zn	0,5-1,5	0,9	1,0	0,9	1,0
Mn	0,05-0,4	0,3	0,2	0,2	0,02
Si	≤0,1	0,02	0,009	0,008	<0,005
Cu	≤0,1	0,001	0,006	0,005	0,009
Fe	≤0,03	0,003	0,002	0,004	0,011
Ni	≤0,005	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Zr	-	-	-	-	0,3
B	-	-	-	-	0,07

AZ: Anlieferungszustand, gemittelte Werte nach Herstellerangaben
SKG: im Schwerkraftkokillenguss abgegossene Referenzlegierung

7.6 Walzplatten

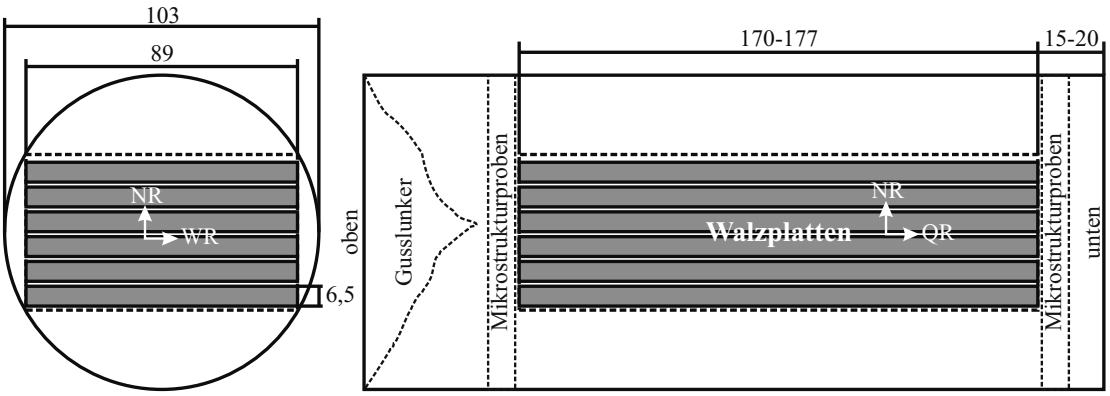


Abbildung 7.1: Schema für die Entnahme der Walzplatten aus den Gussbolzen (Maße in mm)

7.7 Bleche

Tabelle 7.5: Aufstellung der nach dem Walzplan in Abb. 3.4 gewalzten Bleche

Legierung	Bezeichnung		ϵ_w	Erläuterung
AZ31 HP	Blech	I	-1,54	S11G, parallel gewalzt mit AZ31AlN Blech I
		II	-1,67	S11G, parallel gewalzt mit AZ31AlN Blech II
AZ31AlN	Blech	I	-1,54	S11G, parallel gewalzt mit AZ31 HP Blech I
		II	-1,68	S11G, parallel gewalzt mit AZ31 HP Blech II
		III	-0,14	S1NG S1G
$AZ31ZrB_2$	Blech		-1,69	S11G

SXNG: Stich X nicht geglüht (wie verformt)
SXG: Stich X geglüht (S11G entspricht dem Blech im Endzustand)

Anmerkungen/Erläuterungen:

Probenpositionen in der Blechebene werden neben üblichen Bezeichnungen wie „Blechmitte“ auch gemessen vom Rand in WR als Vielfaches der Blechlänge (l) und in QR der Breite (b) angegeben (z.B. Blechmitte: b/2, l/2).

7.8 Korngrößen

Tabelle 7.6: Korngrößenparameter nach dem Linienschnittverfahren für ausgewählte Legierungen und Zustände

Legierung	Zustand	ϵ_w	$\overline{d}_K$ $[\mu m]$	$e(\overline{d}_K)$ $[\mu m]$	$v(d_K)$	N_K
AZ31 HP	SKG, homogenisiert	0	**383**	21,4	0,63	129
AZ31AlN			**116**	1,5	0,59	2162
AZ31ZrB_2			**273**	12,2	0,68	229
AZ31 HP	Blech I, S11G	-1,54	**9**	0,1	0,56	1403
AZ31AlN			**11**	0,2	0,54	1179
AZ31 HP	Blech II, S11G	-1,67	**10**	0,2	0,60	1265
AZ31AlN		-1,68	**12**	0,2	0,58	940
AZ31ZrB_2	Blech, S11G	-1,69	**29**	0,5	0,52	823

SKG: Schwerkraftkokillenguss
S11G: Stich 11, geglüht (entspricht Blech im Endzustand)
$\overline{d}_K$: Mittelwert der Liniensegmentlängen (mittlerer Korndurchmesser)
$e(\overline{d}_K)$: Fehler des Mittelwertes
$v(d_K)$: Variationskoeffizient der Liniensegmentlängen (Korndurchmesser)
N_K: Zahl der gemessenen Liniensegmente (Körner)

7.9 Partikel- und Agglomeratgrößen

Tabelle 7.7: Ergebnisse der Agglomeratvermessung im Gusszustand senkrecht zur Zylinderachse (s. Abb. 7.1)

Legierung	$d_{a,\circ,min}$ $[\mu m]$	$\overline{d}_{a,\circ}$ $[\mu m]$	$e(\overline{d}_{a,\circ})$ $[\mu m]$	$v(d_{a,\circ})$	N_a	$\overline{a}_a$
Z1SiC	6,2	**56,1**	1,3	0,99	1769	1,5
AZ31AlN	6,2	**30,8**	0,5	1,01	3846	1,5
AZ31AlN-2	6,2	**30,1**	0,6	1,07	3295	1,6

$d_{a,\circ,min}$: minimal erfasster Agglomeratdurchmesser
$\overline{d}_{a,\circ}$: Mittelwert der kreisäquivalenten Agglomeratdurchmesser
$\overline{a}_a$: Mittelwert des Aspektverhältnisses der Agglomerate

Tabelle 7.8: Ergebnisse der Agglomerat- und Partikelvermessung im Blech im Endzustand parallel zur Blechoberfläche

	Legierung		AZ31AlN	AZ31ZrB$_2$		
	Blech		II			
	ϵ_w		-1,68		-1,69	
	Position		b/4, l/4	b/2, l/2	b/2, l/4	b/2, 0
Agglomerat	$d_{a,\circ,min}$	$[\mu m]$	6,2		6,2	
	$\overline{d}_{a,\circ}$	$[\mu m]$	**31,5**	**43,8**	**35,3**	**31,8**
	$e(\overline{d}_{a,\circ})$	$[\mu m]$	0,8	0,8	0,8	0,7
	$v(d_{a,\circ})$		1,38	1,08	0,85	0,87
	N_a		3051	3294	1583	1733
	$\overline{p_{a,WR}/p_{a,QR}}$ $(d_{a,\circ} > 300\,\mu m)$		2,8	2,4	-	-
Partikel	$\overline{f}_{p,a,f}$	[%]	31		38	
	$f_{p,f}$	[%]	0,9	1,7	0,4	0,4
	$d_{p,\circ,min}$	$[\mu m]$	0,5		0,5	
	$\overline{d}_{p,\circ}$	$[\mu m]$	**1,6**	**2,7**	**2,6**	**3,3**
	$e(\overline{d}_{p,\circ})$	$[\mu m]$	0,03	0,1	0,1	0,1
	$v(d_{p,\circ})$		0,89	1,20	1,31	1,08
	N_p		2144	851	1139	1134
	$f_{p,v}(d_{p,\circ} > 5\,\mu m)$	[%]	73	96	96	95

Position: vom Rand als ungefähres Vielfaches von Blechlänge (l) in WR und Breite (b) in QR angegeben

$\overline{p_{a,WR}/p_{a,QR}}$ $(d_{a,\circ} > 300\,\mu m)$: Mittelwert des Verhältnisses der Projektionen der Agglomerate in Walz- und Querrichtung für große Agglomerate mit $d_{a,\circ} > 300\,\mu m$

$\overline{f}_{p,a,f}$: über mehrere Makroschliffe gemittelter Flächenanteil der Partikel an den Agglomeraten

$f_{p,f}$: Flächenanteil der Partikel am Gefüge

$f_{p,v}(d_{p,\circ} > 5\,\mu m)$: Volumenanteil der Partikel mit $d_{p,\circ} > 5\,\mu m$

7.9.1 Verformung der Agglomerate

Da beim Walzen die Verformung des Bleches in Querrichtung vernachlässigbar ist, kann man davon ausgehen, dass sich die Länge der Agglomerate in QR in Folge der Verformung im Gegensatz zur Walzrichtung nicht geändert hat. Aufgrund des geringen Aspektverhältnisses im Gussgefüge (s. Tab. 7.7) entspricht die Projektion der Agglomerate in QR $p_{a,QR}$ etwa der Länge der Agglomerate in WR vor der Verformung $l_{a,0}$. Die Projektion der Agglomerate in WR $p_{a,WR}$ entspricht ungefähr der Länge der Agglomerate nach der Verformung l_a. Die über mehrere Agglomerate gemittelte Dehnung der Agglomerate ergibt sich somit zu:

$$\overline{\epsilon}_{a,w} = \overline{\ln(l_a/l_{a,0})} \approx \ln(\overline{p_{a,WR}/p_{a,QR}}) \tag{7.4}$$

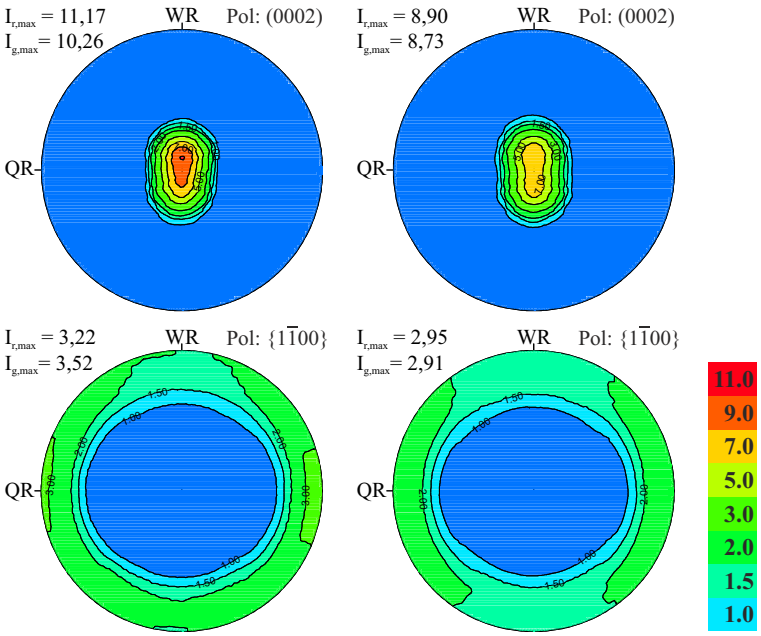
Besteht ein Material aus N Gefügebestandteilen (i), die sich unterschiedlich verformen, lassen sich die wahren Dehnungen der jeweiligen Bestandteile über deren Anteile an der anfänglichen Gesamtlänge ($f_{i,l,0} = l_{i,0}/l_0$) mit der Gesamtdehnung in Verbindung bringen:

$$\exp(\epsilon_w) = l/l_0 = \sum_{i=1}^{N} l_i/l_0 = \sum_{i=1}^{N} f_{i,l,0} \cdot l_i/l_{i,0} = \sum_{i=1}^{N} f_{i,l,0} \cdot \exp(\epsilon_{i,w}) \tag{7.5}$$

Mit Gl. 7.5 lässt sich beispielsweise die Dehnung der Matrix im Agglomerat $\epsilon_{m,a,w}$ aus der Dehnung des Agglomerates $\epsilon_{a,w}$ berechnen. Der Anteil der Partikel an der Gesamtlänge des Agglomerates vor der Verformung kann aus dem Flächenanteil der Partikel am Agglomerat bestimmt werden ($f_{p,a,l,0} = \sqrt{f_{p,a,f}}$). Für nicht deformierbare Partikel ($\epsilon_{p,a,w} = 0$) ergibt sich somit die Dehnung der Agglomeratmatrix zu:

$$\epsilon_{m,a,w} = \ln((\exp(\epsilon_{a,w}) - \sqrt{f_{p,a,f}})/(1 - \sqrt{f_{p,a,f}})) \tag{7.6}$$

7.10 Makrotextur



(a) AZ31 HP, Blech I **(b)** AZ31AlN, Blech I

Abbildung 7.2: Rückgerechnete basale (oben) und prismatische (unten) Polfiguren der parallel gewalzten Bleche I im Endzustand ($\epsilon_w \approx -1,54$) der AZ31 HP-basierten Referenzlegierung (a) und der mit AlN-modifizierten Legierung (b)

7.11 Mechanische Eigenschaften

Tabelle 7.9: Im Flachzugversuch ermittelte mechanische Eigenschaften von ausgewählten Blechen im Endzustand

Legierung		AZ31 HP		AZ31AlN	
Blech		II			
Richtung		WR	QR	WR	QR
N_Z		6	6	6	6
$\overline{R}_{p0,2}$	[MPa]	**149**	**165**	**138**	**154**
$e(\overline{R}_{p0,2})$	[MPa]	1,6	1,0	2,7	0,9
$v(R_{p0,2})$		0,03	0,01	0,05	0,01
$\frac{\overline{R}_{p0,2}(WR)}{\overline{R}_{p0,2}(QR)}$		0,90		0,89	
$\overline{R}_m$	[MPa]	**245**	**218**	**238**	**202**
$e(\overline{R}_m)$	[MPa]	1,6	10,2	1,0	5,3
$v(R_m)$		0,02	0,11	0,01	0,06
$\overline{A}$	[%]	**17**	**5**	**13**	**3**
$e(\overline{A})$	[%]	1,2	1,2	0,8	0,4
$v(A)$		0,18	0,60	0,15	0,33

7.12 Partikelformabhängige Behinderung der Versetzungsbewegung

Wie stark Partikel die Bewegung von Versetzungen behindern, hängt davon ab, welche konkreten Mechanismen den Versetzungen zur Überwindung der Partikelhindernisse zur Verfügung stehen. Beim Orowan-Mechanismus ist beispielsweise die nötige Spannung, die es einer Versetzung erlaubt, eine Partikelanordnung zu überwinden, wesentlich vom effektiven Abstand der Partikel in der Ebene der Versetzungsbewegung (Gleitebene) abhängig [53]. Im Folgenden soll stark vereinfacht die partikelformabhängige effektive Größe des Partikels senkrecht zur Gleitebene als Maß für die Behinderung der Versetzungsbewegung gelten, da sich darin die Wahrscheinlichkeit widergespiegelt, dass eine Versetzung auf ein Partikelhindernis trifft. Zur Vereinfachung wird das Problem auf zwei Dimensionen reduziert und die Projektion eines kompakten Partikels (Kreis) mit der eines länglichen Partikels (Ellipse) in die Ebene senkrecht zur Gleitebene verglichen (s. Abb. 7.3). Beim Kreis ist dies der Kreisdurchmesser $p_\circ = d_\circ$. Bei der Ellipse hängt die Projektion vom Winkel α zwischen der Hauptachse der Ellipse h und der Projektionsebene ab. Ist die Hauptachse wesentlich länger als die dazu senkrechte Achse b, so entspricht die Projektion der Ellipse im Wesentlichen der Projektion der Hauptachse $p_E = \cos(\alpha) \cdot h$. Unter der Annahme, dass jeder Winkel zwischen Projektionsebene und Ellipsenhauptachse gleich wahrscheinlich auftritt, α also gleichverteilt ist, beträgt die Projektion im Mittel $\overline{p}_E = h \cdot \int_0^\pi \cos(\alpha)/\pi = 2 \cdot h/\pi \approx 0,6 \cdot h$. Für die Ellipse ergibt sich bei Flächengleichheit $\pi \cdot d^2/4 = \pi \cdot h \cdot b/4$ im Mittel eine im Vergleich zum Kreis größere Projektion $\overline{p}_E > p_\circ = d_\circ$ ab einem Aspektverhältnis von $a = h/b > \pi^2/4 \approx 2,5$. Im Rahmen dieser einfachen Betrachtung behindern Partikel mit hohem Aspektverhältnis Versetzungen also effektiver als kompakte.

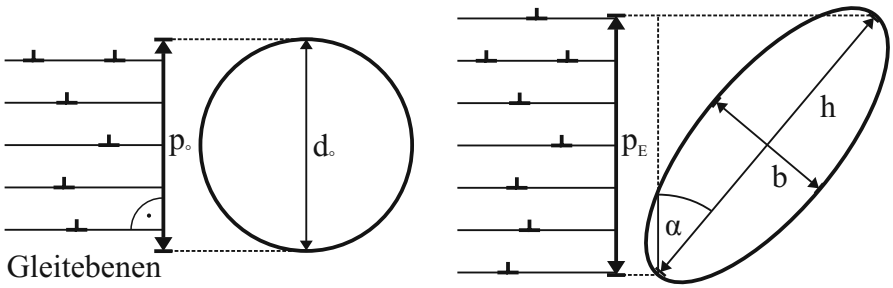


Abbildung 7.3: Schema zur Behinderung der Versetzungsbewegung durch kompakte (links) und längliche (rechts) Partikel

8 Literaturverzeichnis

[1] Kuchling, Horst: *Taschenbuch der Physik*. Bd. 17., verbesserte Auflage. Fachbuchverlag Leipzig, 2001

[2] Heuss, Ruth ; Müller, Nicolai ; Sintern, Wolff van ; Starke, Anne ; Tschiesner, Andreas: *Lightweight, heavy impact*. 2012. – McKinsey & Company - Studie

[3] Lide, D. R. (Hrsg.): *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 81st Edition. National Institute of Standards and Technology, 2000-2001

[4] Robson, J. D. ; Henry, D. T. ; Davis, B.: Particle effects on recrystallization in magnesium-manganese alloys: Particle-stimulated nucleation. In: *Acta Materialia* 57 (2009), Nr. 9, S. 2739–2747

[5] Laser, Torsten: *Einfluss von intermetallischen Phasen in der Magnesiumknetlegierung AZ31 auf Rekristallisation, Texturausbildung und mechanische Eigenschaften*, TU Hamburg-Harburg, Dissertation, 2008. – Aachen: Shaker Verlag, 2009 - ISBN 978-3-8322-7909-7

[6] Kelton, K. ; Greer, A.L.: *Nucleation in Condensed Matter: Applications in Materials and Biology*. Elsevier Science, 2010 (Pergamon Materials Series). – ISBN 9780080912646

[7] Turnbull, David ; Vonnegut, Bernard: Nucleation Catalysis. In: *Industrial and Engineering Chemistry* Vol. 44, No. 6 (1952), S. 1292–1298

[8] Villars, Pierre ; Calvert, Lauriston D.: *Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases*. 2nd. Metals Park, Ohio : ASM International, 1991

[9] Günther, R. ; Ebeling, T. ; Hasslinger, U. ; Hort, N. ; Hartig, Ch. ; Bormann, R.: All Purpose Grain Refinement of Mg alloys by Inoculation Based on Ceramic Particles: Simulation and Experiments. In: Kainer, K.U. (Hrsg.): *Magnesium: Proceedings of the 8th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications*. Weimar : Wiley-VCH, 2009, S. 1268–1275

[10] Lee, Y. C.: *Grain Refinement of Magnesium*, University of Queensland, Brisbane, Australia, PhD thesis, 2002

[11] Günther, R. ; Hartig, Ch. ; Hort, N. ; Bormann, R.: On the influence of settling of $(ZrB_2)_P$ inoculants on Grain Refinement of Mg-alloys: Experiment and Theoretical Calculation. In: Nyberg, E.A. (Hrsg.) ; Agnew, S. R. (Hrsg.) ; Neelameggham, N. R. (Hrsg.) ; Pekguleryuz, M. O. (Hrsg.): *Magnesium Technology 2009*. San Francisco, CA : TMS, 2009, S. 309–313

[12] Qian, M. ; Zheng, L. ; Graham, D. ; Frost, M. T. ; StJohn, D. H.: Settling of undissolved zirconium particles in pure magnesium melts. In: *Journal of Light Metals* 1 (2001), S. 157–165

[13] Langkau, Rudolf ; Scobel, Wolfgang: *Physik kompakt: Fluiddynamik und Wärmelehre*. Braunschweig/Wiesbaden : Friedr. Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft mbH, 1996

[14] Richardson, J. F. ; Zaki, W. N.: The Sedimentation of a Suspension of Uniform Spheres under Conditions of Viscous Flow. In: *Chemical Engineering Science* 3 (1954), Nr. 2, S. 65–73

[15] Barin, Ihsan: *Thermochemical data of pure substances Pt.I+II*. Weinheim : VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1989. – in collab. with Fried Sauert, Ernst Schultze-Rhonhof and Wang Shu Sheng

[16] Chase, Jr. M.W.: *NIST-JANAF Thermochemical Tables, 4th Edition*. AIP Press, 1998 (Journal of Physical and Chemical Reference Data, Monograph No. 9). – 1952 S.

[17] Fries, Suzana G. ; Jantzen, Tatjana: Compilation of 'CALPHAD' formation enthalpy data Binary intermetallic compounds in the COST 507 Gibbsian database. In: *Thermochimica Acta* 314 (1998), S. 23–33

[18] Moll, Florian: *Untersuchungen zu den Eigenschaften SiC-partikelverstärkter Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffe unter dem Einfluß erhöhter Temperatur und Spannung*, Technische Universität Clausthal, Dissertation, 2000. – Clausthal-Zellerfeld: Papierflieger - ISBN 3-89720-399-5

[19] Delannay, F. ; Froyen, L. ; Deruyttere, A.: The Wetting of Solids by Molten Metals and Its Relation to the Preparation of Metal-Matrix Composites. In: *Journal of Materials Science* 22 (1987), Nr. 1, S. 1–16

[20] Bunge, H. J.: *Texture analysis in materials science - Mathematical methods*. Göttingen : Cuvillier Verlag, 1993

[21] Gottstein, Günter: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Auflage. Berlin u.a. : Springer-Verlag, 2007

[22] Dahms, M. ; Bunge, H. J.: The iterative series-expansion method for quantitative texture analysis. I. General outline. In: *Journal of Applied Crystallography* 22 (1989), Nr. 5, S. 439–447

[23] Oxford Instruments HKL (Hrsg.): *CHANNEL 5*. Majsmarken 1, 9500 Hobro, Denmark: Oxford Instruments HKL, June 2007

[24] Nishikawa, S. ; Kikuchi, S.: Diffraction of Cathode Rays by Mica. In: *Nature* 121 (1928), S. 1019–1020

[25] Yoo, M. H.: Slip, Twinning, and Fracture in Hexagonal Close-Packed Metals. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 12A (1981), S. 409–418

[26] Kammer, Catrin: *Magnesium-Taschenbuch*. 1. Auflage. Düsseldorf : Aluminium-Verlag, 2000

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

[28] Reed-Hill, R.E.: A Study of the 10-11 and 10-13 Twinning Modes in Magnesium. In: *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* 218 (1960), S. 554–558

[29] Mises, R. von: Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen. In: *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik* 8 (1928), S. 161–185

[30] Tenckhoff, Erich: *Deformation Mechanisms, Texture, and Anistropy in Zirconium and Zircaloy*. Philadelphia : American Society for Testing and Materials, 1988 (ASTM Special Technical Publication 966)

[31] Humphreys, F. J. ; Hatherly, M.: *Recrystallization and related annealing phenomena*. Second Edition. Amsterdam u.a. : Elsevier, 2004

[32] Gottstein, Günter: *Rekristallisation metallischer Werkstoffe: Grundlagen, Analyse, Anwendung*. Oberursel : Dt. Ges. für Metallkunde, 1984

[33] Brown, L. M.: Transition from Laminar to Rotational Motion in Plasticity. In: *Philosophical Transactions: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 355 (1997), Nr. 1731, S. 1979–1990. – ISSN 1364503X

[34] Humphreys, F.J.: The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium. In: *Acta Metallurgica* 25 (1977), Nr. 11, S. 1323–1344. – ISSN 0001–6160

[35] Günther, R. ; Hartig, Ch. ; Bormann, R.: Grain refinement of AZ31 by $(SiC)_P$: Theoretical calculation and experiment. In: *Acta Materialia* 54 (2006), Nr. 20, S. 5591–5597

[36] Friedrich, Horst E. ; Mordike, Barry L.: *Magnesium Technology*. Springer-Verlag, 2006

[37] *Handuch der Rührtechnik*. Zweite, vollständig überarbeitete Ausgabe. EKATO Rühr- und Mischtechnik GmbH, 2000

[38] Yi, S. B.: *Investigation on the Deformation Behavior and the Texture Evolution in Magnesium Wrought Alloy AZ31*, TU Clausthal, Dissertation, 2005

[39] Kree, V. ; Bohlen, J. ; Letzig, D. ; Kainer, K. U.: Metallographische Gefügeuntersuchungen von Magnesiumlegierungen. In: *Praktische Metallographie* 41 (2004), S. 233–246

[40] Happel, John ; Brenner, Howard: *Low Reynolds number hydrodynamics*. Martinus Nijhoff Publishers, 1983

[41] Schubert, Heinrich: *Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik*. Weinheim : Wiley-VCH Verlag GmbH, 2003

[42] Zuo, Y. B. ; Jiang, B. ; Fan, Z.: Microstructures of DC cast light alloys under the influence of intensive melt shearing. In: *Proceedings of the Fifth International Light Metals Technology Conference*, 2011 (Materials Science Forum Vol. 690), S. 137–140

[43] Fan, Z. ; Zuo, Y. B. ; Jiang, B.: A new technology for treating liquid metals with intensive melt shearing. In: *Proceedings of the Fifth International Light Metals Technology Conference*, 2011 (Materials Science Forum Vol. 690), S. 141–144

[44] Schmid-Fetzer, Rainer ; Gröbner, Joachim ; Chen, Hailin: *Thermodynamische Berechnungen nach dem Scheil-Gulliver-Modell*. 2008-2010. – TU Clausthal, Institut für Metallurgie, Arbeitsgruppe Thermochemie und Mikrokinetik, unveröffentliche Ergebnisse

[45] Shukla, Adarsh ; Pelton, Arthur D.: Thermodynamic Assessment of the Al-Mn and Mg-Al-Mn Systems. In: *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 30 (2009), S. 28–39

[46] Gosslar, D. ; Günther, R. ; Hecht, U. ; Hartig, C. ; Bormann, R.: Grain refinement of TiAl-based alloys: The role of TiB_2 crystallography and growth. In: *Acta Materialia* 58 (2010), Nr. 20, S. 6744–6751

[47] Morawiec, A.: Misorientation-Angle Distribution of Randomly Oriented Symmetric Objects. In: *Journal of Applied Crystallography* 28 (1995), Nr. 3, S. 289–293

[48] Robson, J.D. ; Henry, D.T. ; Davis, B.: Particle effects on recrystallization in magnesium-manganese alloys: Particle pinning. In: *Materials Science and Engineering: A* 528 (2011), Nr. 12, S. 4239–4247. – ISSN 0921–5093

[49] Ebeling, Timo: *Plastic Deformation Modeling of Magnesium Alloys*, TU Hamburg-Harburg, Dissertation, 2010. – Aachen: Shaker Verlag - ISBN 978-3-8322-9055-9

[50] Inem, B.: Dynamic Recrystallization in a Thermomechanically Processed Metal-Matrix Composite. In: *Materials Science and Engineering A* 197 (1995), Nr. 1, S. 91–95

[51] Wang, X. J. ; Wu, K. ; Zhang, H. F. ; Huang, W. X. ; Chang, H. ; Gan, W. M. ; Zheng, M. Y. ; Peng, D. L.: Effect of hot extrusion on the microstructure of a particulate reinforced magnesium matrix composite. In: *Materials Science and Engineering A* 465 (2007), Nr. 1-2, S. 78–84

[52] Nie, Jian-Feng: Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 43 (2012), S. 3891–3939. – ISSN 1073–5623

[53] Martin, J.W.: *Precipitation hardening*. Pergamon Press, 1968 (Commonwealth and international library: Selected readings in metallurgy)

[54] Lorimer, G. W. ; Mackenzie, L. W. F. ; Humphreys, F. J. ; Wilks, T.: The recrystallization behavior of AZ31 and WE43. In: *Proceedings: International Conference on Magnesium - Science, Technology and Applications*, 2005 (Materials Science Forum Vol. 488-489), S. 99–102

[55] Kamaya, Masayuki: Assessment of local deformation using EBSD: Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient. In: *Ultramicroscopy* 111 (2011), Nr. 8, S. 1189–1199. – ISSN 0304–3991

[56] Hasslinger, U. ; Fuskova, L. ; Hartig, Ch. ; Günther, R. ; Letzig, D. ; Kainer, K.U. ; Bormann, R.: Effects of ceramic inoculants and rare earth phases on microstructure and related mechanical properties of magnesium alloys. In: Kainer, K.U. (Hrsg.): *Magnesium: Proceedings of the 8th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications*. Weimar : Wiley-VCH, 2009, S. 1260–1267

[57] Hasslinger, U. ; Hartig, C. ; Günther, R. ; Letzig, D. ; Kainer, K. U. ; Bormann, R.: Effects of Ceramic Inoculants and Intermetallic Phases on Hot Rolled AZ Magnesium Wrought Alloys. In: *Proceedings of the Fifth International Light Metals Technology Conference*, 2011 (Materials Science Forum Vol. 690), S. 306–310

[58] In: Poirier, D. R. ; Geiger, G. H.: *Transport Phenomena in Materials Processing*. Warrendale, PA : The Minerals, Metals and Materials Society, 1994, S. 68–71

Danksagung

Prof. Dr. R. Bormann, der tragischerweise im Frühjahr 2013 verstarb, hat diese Arbeit bis kurz vor deren Fertigstellung betreut. Dafür möchte ich mich in aller Form bedanken. Bei Prof. Dr. K. U. Kainer bedanke ich mich für die kurzfristige Übernahme der weiteren Betreuung der Arbeit und für deren Begutachtung. Prof. Dr. J. Albrecht danke ich ebenfalls für die Begutachtung der Arbeit und Prof. Dr. W. Hintze für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.
Prof. Dr. J. Weißmüller danke ich für die Möglichkeit, meine Arbeit am Institut für Werkstoffphysik und Werkstofftechnologie der Technischen Universität Hamburg-Harburg zu vollenden. Dr. R. Günther möchte ich für seine konstruktiven Verbesserungsvorschläge danken, die mir beim Schreiben dieser Arbeit sehr geholfen haben. Dr. Ch. Hartig danke ich vor allem für seine Unterstützung bei der wissenschaftlichen Auswertung der umfangreichen experimentellen Daten, die dieser Arbeit zugrunde liegen. Meinen Kollegen Dr. T. Ebeling, Dr. D. Gosslar und Dr. A. Stark danke ich für fruchtbare Diskussionen, die mir bei der Bewältigung von materialwissenschaftlichen Problemstellungen geholfen haben. Dr. T. Laser möchte ich für die auf dem Gebiet der partikelstimulierten Keimbildung in Magnesiumknetlegierungen geleistete Pionierarbeit danken, auf der ich in meiner Arbeit aufbauen konnte. Frau U. Granz-Schnibbe danke ich für ihre Hilfe bei der metallographischen Präparation des Probenmaterials. R. Behn, C. Plaumann und U. Heidenreich danke ich für ihre technische Unterstützung bei unterschiedlichen Experimenten, wie der Herstellung der Vorlegierung oder den Warmwalzversuchen. Im Rahmen der Arbeit an dieser Dissertation habe ich mehrere studentische Hilfskräfte in wissenschaftliche Arbeitsabläufe eingeführt, bei denen sie mir so behilflich sein konnten. Für ihre Arbeit möchte ich mich daher bei H. David, C. Druga, M. Mira, N. Pashkov, A. Tchouanka sowie im Besonderen bei M. Gohs bedanken. Bei den Mitarbeiten der Betriebseinheit Elektronenmikroskopie der TUHH, Dr. M. Ritter, F. Riazi und J. Timmermann, bedanke ich mich für die technische Unterstützung bei den in dieser Arbeit präsentierten umfangreichen elektronenmikroskopischen Untersuchungen.
Diese Arbeit entstand in enger Kooperation mit dem Magnesium Innovations Center des Helmholtz-Zentrums Geesthacht. Für die gute Zusammenarbeit danke ich Dr. D. Letzig, Dr. J. Bohlen, Dr. L. Fuskova, Dr. J. Wendt und G. Wiese. Mein besonderer Dank für die Unterstützung bei den Gießexperimenten gilt Dr. N. Hort, G. Meister sowie W. Punessen.
Prof. Dr. R. Schmid-Fetzer und seinen Mitarbeitern Dr. J. Gröbner und H. Chen von der Technischen Universität Clausthal danke ich für die thermodynamischen Berechnungen zur chemischen Stabilität der keramischen Partikel in Magnesiumschmelzen.
Meiner Familie und meiner Freundin Nicole danke ich für die Unterstützung während meines Studiums und der Dissertation.