

In-situ Analyse der Auflösungs- und Ausscheidungskinetik von Magnesium-Yttrium-Seltenerdmetall-Legierungen

Lydia Burgschat

Zusammenfassung

In dieser Arbeit ist es gelungen, die Differential Scanning Calorimetry (DSC)-Methodik zur Aufnahme von kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Auflösungs- und Ausscheidungsdiagrammen am Beispiel zweier WE43-Legierungen erstmals auf Magnesium-Legierungen zu übertragen. Um dies realisieren zu können, war es notwendig, den Proben- und Tiegelaufbau anzupassen. Ebenfalls konnte durch die Anpassung der absoluten Wärmekapazität mit Reinaluminium ein geeignetes Referenzmaterial für die DSC-Versuche gefunden werden. Dies ermöglichte es, den Temperaturbereich ($T > 450\text{ °C}$) und die Bandbreite an Erwärm- sowie Abkühlgeschwindigkeiten zu erweitern. Dadurch wurde die Qualität der Basislinienmessung zur Interpretation der stattfindenden Reaktionen verbessert. Obwohl der thermische Widerstand mit dem Verwenden von Graphit- und Aluminiumtiegeln erhöht wurde, war es möglich, Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen mit sehr guter Qualität zu messen. Anhand der Ergebnisse konnten kontinuierliche Zeit-Temperatur-Auflösungs- bzw. Ausscheidungsdiagramme erstellt werden.

Die DSC-Ergebnisse der Erwärmversuche bei 0,01 K/s zeigten eine komplizierte Abfolge von Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen für beide WE43-Legierungen. Die DSC-Messkurven sind dabei stark von dem eingestellten Ausgangszustand abhängig. Die Ausgangszustände *Abgeschreckt* W (WE43_{low}), T1 (WE43_{high}), T4 (WE43_{high} und WE43_{low}) zeigen einen sehr ähnlichen Kurvenverlauf und unterscheiden sich deutlich von dem T6-Zustand (WE43_{high} und WE43_{low}). Im Vergleich der beiden WE43-Legierungen untereinander konnten ähnliche Kurvenverläufe für die gleichen Ausgangszustände T4 und T6 ermittelt werden. Die DSC- und REM-Ergebnisse bestätigen die Ausscheidungssequenz: Übersättigter Mischkristall $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' + \beta_1 \rightarrow \beta\text{-Mg}_{14}\text{Nd}_2$. Die Unterschiede in der Intensität sowie der Temperaturen beim Erreichen der Maxima bzw. Minima der Reaktionen kann auf die Mengenanteile der Legierungselemente zurückgeführt werden. Bei allen DSC-Erwärmversuchen konnte festgestellt werden, dass mit zunehmender Erwärmgeschwindigkeit die Reaktionen zu höheren Temperaturen verschoben werden und die Ausscheidungsreaktionen stärker unterdrückt werden als die Auflösungsreaktionen.

Ab einer Temperatur von 300 °C konnten intragranulare Ausscheidungsteilchen (β_1 und β) identifiziert werden, welche sich nadelförmig und in drei Vorzugsrichtungen vermutlich entlang des hexagonalen Mg-Gitters ausrichten. Nach dem Auflösungsspeak G im DSC-Signal ist in beiden WE43-Legierungen ein Großteil der Teilchen aufgelöst. Die Auflösungsreaktionen sind bei einer Temperatur von ca. 510 bis 520 °C abgeschlossen.

In dieser Arbeit war es erstmalig möglich, das Ausscheidungsverhalten von Mg-Legierungen während einer kontinuierlichen Abkühlung mit vorangegangenen Lösungsglühen im DSC-Gerät in-situ zu untersuchen. Die Ergebnisse der beiden WE43-Legierungen sind sich ähnlich. Bei der langsamsten Abkühlrate mit 0,01 K/s konnten im DSC-Signal zwei überlagerte Reaktionen, Hochtemperaturreaktion (HTR) und Niedertemperaturreaktion (NTR), im Bereich von 480 bis 100 °C festgestellt werden. Mit zunehmenden Abkühlgeschwindigkeiten wird zunächst die HTR stärker unterdrückt als die NTR. Wie bei den Erwärmversuchen konnte im Vergleich beider Legierungen ein Unterschied in der Signalstärke der Ausscheidungsreaktionen, welcher auf die Mengenanteile der Legierungselemente

zurückzuführen ist, festgestellt werden. Anhand der DSC-Ergebnisse war es möglich, für beide WE43-Legierungen ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm zu erstellen. Anhand der spezifischen Ausscheidungsenthalpie der Gesamtreaktion und der Vickershärte nach Warmauslagerung ist darauf zu schließen, dass sich die kritische Abschreckgeschwindigkeit im Bereich von ca. 10 K/s befindet. Die Härteprüfung an der Legierung WE43_{low} deutet eine höhere kritische Abkühlgeschwindigkeit von ca. 30 bis 100 K/s an.

Die mikrostrukturellen Untersuchungen im REM zeigen ausscheidungsinduzierte Teilchen, welche mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit kleiner werden. Bei der Abkühlrate von 0,01 bis 0,03 K/s wurden große nadelförmige Ausscheidungen identifiziert, welche mithilfe der TEM-Analyse und vergleichender Betrachtung der Literatur der β -Phase mit der chemischen Zusammensetzung $Mg_{41}Nd_5$ zugeordnet werden können. Ab der Abkühlrate, bei der die NTR im DSC-Signal dominiert, sind im Gefüge sehr kleine sekundäre Ausscheidungen vorhanden, welche nach einer Abkühlrate von 1 K/s nicht mehr identifizierbar waren. Anhand der TEM-Analyse bei Proben, welche mit 0,1 K/s abgekühlt wurden, konnten drei unterschiedliche Ausscheidungsphasen β , β_1 und β'' erkannt werden.

Anhand der mikrostrukturellen Analyse korreliert die HTR im DSC-Signal mit der β -Phase. Es kann weiter angenommen werden, dass die Ausscheidungsreaktion der β_1 -Phase ($Mg_3(Y,Nd)$) in der NTR enthalten ist.

Anhand der in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse, war es möglich, erstmalig kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramme zu erstellen. Für eine exakte Zuordnung der Ausscheidungsphasen in diesen Diagrammen müssen noch weitere Untersuchungen mit einer erweiterten Bandbreite an Abkühlgeschwindigkeiten im DSC sowie weiterführende mikroskopische Analysen zur Bestimmung der Ausscheidungsphasen während der HTR und NTR durchgeführt werden.

Die hier erzielten Ergebnisse können dazu beitragen, das Ausscheidungsverhalten von Mg-Y-Nd-Legierungen besser zu verstehen und die bisher angewendeten Wärmebehandlungen zur Festigkeitssteigerung zu verbessern.