

Kontinuierliche Zeit-Temperatur- Ausscheidungs-Diagramme von Al-Mg-Si-Legierungen

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.) der Fakultät für Maschinenbau
und Schiffstechnik der Universität Rostock.

*vorgelegt von Benjamin Milkereit
geboren am 16.08.1980 in Teterow*

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler

Universität Rostock
Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik
Lehrstuhl für Werkstofftechnik

Prof. Dr. rer. nat. habil. Christoph Schick

Universität Rostock
Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät
Institut für Physik | Arbeitsgruppe Polymerphysik

Prof. Dr.-Ing. habil. Franz Hoffmann

Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen
Werkstofftechnik I Wärmebehandlung

Abgabe: 01.12.2010, Verteidigung: 01.03.2011

Forschungsberichte des Lehrstuhls für Werkstofftechnik der
Universität Rostock

Band 1

Benjamin Milkereit

**Kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-
Diagramme von Al-Mg-Si-Legierungen**

Dissertation Universität Rostock

Shaker Verlag
Aachen 2011

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Rostock, Univ., Diss., 2011

Copyright Shaker Verlag 2011

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8322-9993-4

ISSN 2192-0729

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Was wir wissen, ist ein Tropfen,
was wir nicht wissen – ein Ozean.

Isaac Newton

Kurzfassung

Der Einfluss der Abschreckgeschwindigkeit auf das Ausscheidungsverhalten von Aluminiumlegierungen wird, in Anlehnung an ZTU-Diagramme von Stählen, in kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagrammen dargestellt. Solche Diagramme sind bisher für Aluminiumlegierungen kaum verfügbar. Daher wurde in dieser Arbeit ein Verfahren zur Aufnahme von kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagrammen für Aluminiumlegierungen mittels Differential Scanning Calorimetry (DSC) entwickelt. Werden Al-Mg-Si-Legierungen in legierungsspezifisch langsamen Kühlgeschwindigkeitsbereichen von Lösungsglühbedingungen in einem DSC abgekühlt, sind in den Abkühlkurven mindestens zwei exotherme Ausscheidungsreaktionsbereiche zu erkennen, die Hoch- sowie die Niedertemperaturreaktionen. Die Zeitabhängigkeit der Ausscheidungsprozesse ist signifikant vom Legierungsgehalt abhängig (obere kritische Abschreckgeschwindigkeiten der Chargen: EN AW-6060 Massenanteile: Mg: 0,44 %, Si: 0,4 %: 30 K/min; EN AW-6082_{high}: Massenanteile Mg: 1,05 %, Si: 1,23 %: 8000 K/min). Um Aufschluss darüber zu erhalten, welche Phasen dabei ausgeschieden werden, wurden umfangreiche Gefügeanalysen mittels Licht- und Raster- sowie Transmissionselektronenmikroskopie, energiedispersiver Röntgen-Mikroanalyse (EDX), Röntgendiffraktometrie (XRD) und Elektronen-Rückstreubeugung (EBSD), sowie Härteprüfungen an unterschiedlich abgekühlten Proben durchgeführt. Es konnte gezeigt werden, dass bei den Hochtemperaturreaktionen Mg_2Si ausgeschieden wird. Die Keimbildung der Mg_2Si -Partikel erfolgt überwiegend an Primärausscheidungen. Bei den Niedertemperaturreaktionen werden die Phasen β' bzw. B' ausgeschieden, die Keimbildung erfolgt überwiegend gleichmäßig verteilt im Korninneren.

Abstract

The cooling rate dependence of the precipitation behaviour of aluminium alloys is described by continuous cooling precipitation diagrams in analogy to continuous cooling transformation diagrams of steels. Such diagrams are hardly available for aluminium alloys. Hence in this work methods were developed to record continuous cooling precipitation diagrams for aluminium alloys by differential scanning calorimetry (DSC). If Al-Mg-Si-alloys are cooled from solution annealing conditions in an alloy specific slow cooling rate range at least two exothermal reaction regions are detectable, the high-temperature- but also the low-temperature-reactions.

The time dependence of the precipitation processes is significantly depending on the alloy content (alloy specific upper critical cooling rates: EN AW-6060: mass fractions Mg: 0.44 %, Si: 0.4 %: 30 K/min; EN AW-6082_{high}: mass fractions Mg: 1.05 %, Si: 1.23 %: 8000 K/min). To understand which phases are precipitated during these reaction regions extensive microstructure analyses were done by light, scanning and transmission electron microscopy, energy dispersive X-ray microanalyses (EDX), X-ray diffraction (XRD) and electron backscatter diffraction (EBSD), but also hardness testing on samples which were cooled under several conditions. It could be shown that Mg₂Si is precipitated during the high-temperature-reactions. Nucleation of Mg₂Si mainly takes place on primary precipitates. During the low-temperature reactions the phases β' resp. B' are precipitated, the nucleation mainly takes place evenly distributed inside the grains.

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Stand der Technik..... | 5 |
| 2.1 | Aushärtbare Aluminium-Knetlegierungen | 5 |
| 2.1.1 | Möglichkeiten der Festigkeitssteigerung..... | 5 |
| 2.1.2 | Ausscheidungshärten | 6 |
| 2.1.3 | Legierungssystem Al-Mg-Si (6xxx)..... | 9 |
| 2.2 | Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramme für Aluminiumlegierungen . | 13 |
| 2.2.1 | Arten von Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagrammen | 15 |
| 2.2.2 | Kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramme von Aluminiumlegierungen | 16 |
| 2.3 | Grundlagen der Differential Scanning Calorimetry | 27 |
| 3 | Werkstoffe und Methoden | 35 |
| 3.1 | Untersuchte Aluminiumlegierungen..... | 35 |
| 3.2 | Übersicht über Untersuchungsumfang und Methodik..... | 42 |
| 3.3 | Differential Scanning Calorimetry (DSC) | 44 |
| 3.3.1 | Versuchsdurchführung | 44 |
| 3.3.2 | Auswertung der DSC-Messungen: Rohdatenaufbereitung..... | 51 |
| 3.3.3 | Auswertung der DSC-Messungen: Bestimmung charakteristischer Größen und Trennung von überlappenden Reaktionsanteilen | 58 |
| 3.3.4 | Abschätzung des Volumenanteils von Ausscheidungen anhand der spezifischen Ausscheidungswärme..... | 79 |
| 3.3.5 | Fehlerbetrachtung und Grenzen des DSC-Verfahrens..... | 82 |
| 3.4 | Gefüge- und Kristallstrukturuntersuchungen | 84 |
| 3.4.1 | Probenpräparation für Metallographie | 84 |
| 3.4.2 | Licht- und Rasterelektronenmikroskopie | 84 |
| 3.4.3 | Röntgendiffraktometrie | 86 |
| 3.4.4 | Elektronenrückstreubeugung..... | 87 |
| 3.4.5 | Transmissionselektronenmikroskopie..... | 88 |
| 3.5 | Härteprüfung | 90 |

| | | |
|-------|--|------|
| 4 | Ergebnisse | 93 |
| 4.1 | Ergebnisdarstellung | 93 |
| 4.2 | Ergebnisse einer Charge der Legierung EN AW-6005A | 97 |
| 4.3 | Ergebnisse einer Charge der Legierung EN AW-6060 | 113 |
| 4.4 | Ergebnisse einer Charge der Legierung EN AW-6063 | 119 |
| 4.5 | Ergebnisse einer Charge der Legierung EN AW-6082 _{low} | 127 |
| 4.6 | Ergebnisse einer Charge der Legierung EN AW-6082 _{high} | 137 |
| 4.7 | Vergleich der Legierungen | 145 |
| 5 | Diskussion | 149 |
| 5.1 | Vergleichende Diskussion der Ergebnisse | 149 |
| 5.1.1 | Diskussion der DSC-Ergebnisse und Härteverläufe | 149 |
| 5.1.2 | Diskussion der metallographischen Analysen | 163 |
| 5.2 | Diskussion der Ergebnisse im Vergleich zum Stand der Technik | 169 |
| 5.3 | Ausblick | 173 |
| 6 | Zusammenfassung | 175 |
| | Selbständigkeitserklärung | I |
| | Literaturverzeichnis | II |
| | Anhang | VIII |
| | A. Abkürzungsverzeichnis | VIII |
| | B. Abbildungsverzeichnis | VIII |
| | C. Tabellenverzeichnis | XV |
| | Danksagung | XVII |
| | Lebenslauf | XIX |
| | Falttasche | XXI |