

Investigation of deformation mechanisms in magnesium crystals

Konstantin D. Molodov



Investigation of deformation mechanisms in magnesium crystals

Von der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der
Rheinisch -Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

genehmigte Dissertation

vorgelegt von **Dipl.-Ing.**

Konstantin Dmitrievic Molodov

aus Perm, Russland

Berichter: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Dr. h. c. Günter Gottstein
Univ.-Prof. Dr. Sandra Korte-Kerzel
Professor Dr.-Ing. Dierk Raabe

Tag der mündlichen Prüfung: 07. Juli 2017

Berichte aus der Materialwissenschaft

Konstantin D. Molodov

**Investigation of deformation mechanisms
in magnesium crystals**

Shaker Verlag
Aachen 2017

Bibliographic information published by the Deutsche Nationalbibliothek

The Deutsche Nationalbibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data are available in the Internet at <http://dnb.d-nb.de>.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2017)

Copyright Shaker Verlag 2017

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior permission of the publishers.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-5590-0

ISSN 1618-5722

Shaker Verlag GmbH • P.O. BOX 101818 • D-52018 Aachen

Phone: 0049/2407/9596-0 • Telefax: 0049/2407/9596-9

Internet: www.shaker.de • e-mail: info@shaker.de

Meinen Eltern

Danksagung

Die vorliegende Doktorarbeit entstand am Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen University.

Mein besonderer Dank gilt dabei Herrn Prof. Dr. rer. nat. Dr. h. c. G. Gottstein für die Betreuung und die mir gebotene Möglichkeit zur Durchführung dieser Arbeit, das entgegengebrachte Vertrauen sowie nicht zuletzt den gewährten wissenschaftlichen Freiraum und die Gelegenheit zum internationalen fachlichen Austausch.

Darüber hinaus gilt mein tiefster Dank Herrn Dr.-Ing. T. Al Samman sowie Herrn Prof. Dr. rer. nat. D. A. Molodov für die stetige Unterstützung, die wertvollen Anregungen und fachlichen Diskussionen, die im Rahmen einer äußerst angenehmen Zusammenarbeit maßgeblich zum erfolgreichen Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben.

Frau Prof. Dr. S. Korte-Kerzel und Herrn Prof. Dr.-Ing. D. Raabe danke ich herzlichst für das entgegengebrachte Interesse an meiner Arbeit und die Übernahme der Korreferate.

Allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Institutes danke ich für die sehr angenehme Arbeitsatmosphäre und die tatkräftige Unterstützung. Mein Dank gilt unter anderem den Kollegen des technischen Dienstes, ohne die das Gelingen dieser experimentellen Arbeit nicht möglich gewesen wäre. Arndt Ziemons danke ich besonders für die Hilfestellung und Entwicklung der Einkristallzucht, die eine Grundvoraussetzung für die durchzuführenden Experimente darstellte. Thomas Burler hat mit seinem Engagement und seiner unersetzbaren technischen Expertise und Unterstützung im Hinblick auf die Durchführung der mechanischen Prüfversuche und der nicht immer unproblematischen Elektronenmikroskopie ebenfalls entscheidend zum positiven Verlauf der Arbeit beigetragen. Des Weiteren bedanke ich mich bei den Herren Detlef Fuchs, Gerd Schütz, Alexander Teschner, Nico Poschmann, David Beckers, Sergej Laiko und Matthias Loeck für ihre stetige konstruktive Hilfe bei allen Vorhaben.

Einen großen Dank möchte ich ebenfalls an meine Bachelor-, Masterarbeiterinnen und Masterarbeiter und studentischen Hilfskräfte, Marcel Schreiber, Markus Schoof, Marie Bold, Carola Birke, Katharina Eylers und Serge Medwedew richten, die zu einem wesentlichen Teil dieser Arbeit beigetragen haben. Vielen Dank an Euch auch für die aufwendige und nervenraubende Laborarbeit!

Meinen Mit-Doktoranden Herrn Dr.-Ing. C. Haase, Herrn Dr.-Ing. T. Brüggemann, Herrn Dipl.-Math. C. Mießen, Herrn Dipl.-Ing. M. Kühbach, Herrn Dr.-Ing. I. Basu, Herrn M.Sc. M. Schreiber, und Herrn M.Sc. S. Roggenbuck danke ich nicht nur für die fachliche Unterstützung und enge Zusammenarbeit, sondern auch für den angenehmen freundschaftlichen Umgang. Meinem Vorgänger im röntgenometrischen Sinne, Herrn Dr.-Ing. M. Witte, gilt ebenfalls mein tiefster Dank, nicht zuletzt für die Einführung in die Kunst der Röntgen-Textur-Goniometrie. Für die hervorragende Zusammenarbeit und die zahlreichen

Hilfestellungen in Bezug auf MTEX bedanke ich mich sehr bei Herrn Dr. rer. nat. F. Bachmann.

Meinen Büromitbewohnern Stefan und Larissa sowie ehemaligen HiWis Marcel und Markus gilt ebenso besondere Anerkennung. Nicht nur außerwissenschaftliche Aktivitäten wie das gemeinsame Streichen des Büros und das „Lauern auf den Pizzaboten“ sorgten für Abwechslung, sondern gerade Eure herzliche Art machte die Arbeit um vieles leichter („Auch die härtesten Nüsse sind zu knacken“... das Motto der „LariKon Consulting“). Einen lieben Dank auch für die dauerhafte Verpflegung mit Proviant, Tee und Keksen, die ausschlaggebend für die Erhaltung der guten allgemeinen Laune waren. Auch an die intensiven Gespräche und Teepausen mit Christian erinnere ich mich mit großer Freude.

Letztlich gilt mein größter Dank meiner Familie. Vielen lieben Dank an meine Eltern, die mich stets unterstützt und mir letzten Endes alles ermöglicht haben. Einen lieben Dank auch an meine Schwester Xenia, ihren Mann Christian und die kleinen „Monster“ Paul und Luisa. Diese Arbeit wäre ohne Eure Mithilfe und Förderung sicherlich nicht möglich gewesen.

Table of Contents

List of Acronyms	xiii
1 Introduction	1
2 Background	5
2.1 Crystallographic glide in magnesium.....	5
2.1.1 Slip of $\langle a \rangle$ type dislocations.....	5
2.1.2 Pyramidal slip of $\langle c + a \rangle$ dislocations.....	7
2.2 Deformation twinning	11
2.2.1 Crystallography of deformation twinning.....	11
2.2.2 Atomic shuffling.....	13
2.2.3 Twinning modes in magnesium.....	13
2.2.4 Double twinning	17
2.2.5 Macroscopic deformation associated with mechanical twinning.....	19
2.2.6 Twin variant selection.....	19
2.3 Slip transmission through twin boundaries	20
2.4 Dynamic recrystallization	24
3 Experimental	27
3.1 Single and bi-crystal growth	27
3.2 Channel-die plane strain compression tests	30
3.3 In-situ SEM tests	32
3.4 Sample preparation.....	34
3.5 Characterization techniques	36

4	Diversity of the plastic response of pure magnesium in plane strain compression at room temperature	39
4.1	Results.....	39
4.1.1	Flow behavior of pure Mg single crystals at room temperature	39
4.1.2	Contraction along the <i>c</i> -axis (orientations A and B).....	40
4.1.3	Extension along the <i>c</i> -axis (orientations C and D).....	44
4.1.4	Constrained <i>c</i> -axis (orientations E and F).....	47
4.1.5	Compression at 45° to the <i>c</i> -axis (orientations G and H).....	50
4.2	Discussion	51
4.2.1	Deformation behavior and failure of crystals with ‘hard’ orientations.....	51
4.2.2	Effect of {10 $\bar{1}$ 2} extension twinning on the ductility of differently oriented Mg single crystals subjected to compression perpendicular to the <i>c</i> -axis.....	54
4.2.3	Mechanical response of crystals with soft orientations.....	59
4.3	Summary	61
5	Cooperative twinning and prismatic slip at room and elevated temperatures	63
5.1	Results.....	63
5.2	Discussion	67
5.2.1	Cooperative twinning and shear localization	67
5.2.2	Prismatic slip.....	69
5.3	Summary	70
6	Multiple twinning and dynamic recrystallization at room temperature	73
6.1	Results.....	73
6.1.1	Mechanical behavior of C-oriented crystals	73
6.1.2	Macrotexture evolution during deformation	74
6.1.3	Microstructure evolution as obtained by EBSD measurements.....	76
6.1.4	Size and orientation distribution of recrystallized grains at the final strain.....	81
6.2	Discussion	82
6.2.1	Texture evolution during multiple twinning	82
6.2.2	Texture evolution during continuous dynamic recrystallization.....	86
6.2.3	Shear localization in deformation twins.....	90

6.2.4	Twin fragmentation and dynamic recrystallization	91
6.2.5	Origin of grain boundaries with a misorientation angle of 30°.....	93
6.3	Summary	95
7	Origin and role of anomalous twinning in the plasticity and microstructure evolution of magnesium	97
7.1	Results	98
7.1.1	Mechanical behavior of G-oriented crystals	98
7.1.2	Microstructure evolution during deformation.....	99
7.2	Discussion	102
7.2.1	Lattice rotation due to slip	102
7.2.2	Serrated plastic flow	103
7.2.3	Anomalous twinning.....	104
7.2.4	Deformation heterogeneity	110
7.3	Summary	112
8	Effect of gadolinium addition on the deformation and recrystallization behavior of Mg single crystals	115
8.1	Results	115
8.1.1	Mechanical behavior of selected Mg-0.8 Gd single crystals	115
8.1.2	Effect of Gd on the microstructure evolution of selected Mg single crystals.....	117
8.2	Discussion	120
8.3	Summary	124
9	Profuse slip transmission across twin boundaries in magnesium	125
9.1	Results	126
9.1.1	In-situ observations of {10 $\bar{1}$ 2} extension twinning	126
9.1.2	Basal slip transmission across {10 $\bar{1}$ 2} twin boundaries at room temperature.....	128
9.1.3	Non-basal slip traces at elevated temperature in {10 $\bar{1}$ 2} extension twins.....	129
9.1.4	Slip transmission through contraction and double twins	130
9.2	Discussion	131
9.2.1	Shear-coupled twin boundary migration.....	131
9.2.2	Slip traces through {10 $\bar{1}$ 2} extension twins	134

9.2.3	Direct and indirect slip transfer (specimen I).....	136
9.2.4	Direct and indirect slip transfer (specimen II)	139
9.2.5	Activation of non-basal slip (specimen III)	140
9.2.6	Contraction and double twins (specimen IV).....	142
9.3	Summary	143
10	General conclusions	145
10.1	Pure Mg single crystal deformation.....	145
10.2	Mg-Gd single crystal deformation	147
10.3	Slip transmission through twin boundaries.....	148
	Appendix A - Supplementary stress-strain curves	149
A.1	Pure Mg single crystals in channel-die plane strain compression at room and elevated temperature	149
A.2	Mg-0.8 wt.% Gd single crystals in channel-die plane strain compression at room and elevated temperature	150
	Appendix B - Supplementary optical micrographs	151
	Appendix C	155
C.1	Calculation of the Schmid factor (SF) for slip and twinning in channel-die PSC.....	155
C.2	Displacement gradient tensor for $\{10\bar{1}2\}$ extension twinning.....	156
C.3	Slip transfer.....	157
C.4	Experimental determination of the twinning shear for $\{10\bar{1}2\}$ twins.....	158
	Bibliography	161
	List of publications	179
	Abstract	181
	Kurzzusammenfassung	183