

---

---

# Entstehung und Eigenschaften von ultrafeinkörnigen Gradienten- gefügen in höherfesten Stählen

---



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

Vom Fachbereich Material- und Geowissenschaften  
der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor Ingenieurs  
(Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation  
vorgelegt von

M.Sc. Laura Ahmels  
aus Bonn

Hauptberichterstatter:  
Nebenberichterstatter:

Prof. Dr.-Ing. habil. C. Müller  
Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing. P. Groche

Tag der Einreichung:

03.07.2019

Darmstadt 2019

---

---

Ahmels, Laura: Entstehung und Eigenschaften von ultrafeinkörnigen Gradientengefügen in höherfesten Stählen

Darmstadt, Technische Universität Darmstadt,  
Jahr der Veröffentlichung auf TUpriints: 2020  
URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-97035  
Tag der mündlichen Prüfung: 25.11.2019

Veröffentlicht unter CC BY-SA 4.0 International  
<https://creativecommons.org/licenses>

---

---

---

## Inhaltsverzeichnis

---

1. .... Einleitung .....	1
2. .... Literaturübersicht .....	3
2.1. Nanokristalline und ultrafeinkörnige Werkstoffe .....	3
2.2. Erzeugung von UFG Werkstoffen .....	3
2.2.1. SPD Prozesse .....	4
2.2.2. Spaltprofilieren .....	10
2.3. Mechanische Eigenschaften von UFG Werkstoffen .....	16
2.3.1. Verformungsmechanismen in UFG und nc Werkstoffen .....	16
2.3.2. Festigkeit .....	29
2.3.3. Duktilität .....	32
2.3.4. Dehnratenempfindlichkeit .....	34
2.4. Thermische Stabilität .....	37
2.4.1. Kornwachstum, Rekristallisation und Erholung .....	37
2.4.2. Vergrößerungsmechanismen und Triebkräfte .....	39
2.4.3. Thermische Stabilität von gewalzten Werkstoffen .....	46
2.4.4. Thermische Stabilität von UFG Werkstoffen .....	49
2.5. Methoden zur Bestimmung des Materialflusses .....	51
2.6. Zielstellung der Arbeit .....	53
3. .... Entwicklung der Tracergradientenmethode .....	55
3.1. Konzept der Tracergradientenmethode .....	55
3.2. Auswahl eines geeigneten Tracerelements .....	56
3.3. Auswahl einer geeigneten Wärmebehandlungstemperatur und –dauer .....	57
4. ... Experimentelle Durchführung .....	59
4.1. Verwendete Werkstoffe .....	59
4.2. Metallografische Präparation .....	59
4.3. Mikroskopie .....	60
4.4. Anpassung des Koordinatensystems und Clean-up der EBSD-Messungen .....	60
4.5. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges in Spaltprofilen .....	61
4.5.1. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges - Statistischer Ansatz .....	61
4.5.2. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges – Deterministischer Ansatz .....	62
4.6. Tracergradientenmethode zur Materialflussermittlung .....	63
4.6.1. Validierung der Tracergradientenmethode .....	63
4.6.2. Anwendung der Tracergradientenmethode auf Spaltprofile .....	66

---

---

---

4.7.	Verformungsverhalten des UFG Gefüges in Spaltprofilen unter Druck.....	67
4.8.	Verformungsverhalten des Gefüges in Spaltprofilen bei Indentierung mit verschiedenen Dehnraten .....	72
5.	.....Experimentelle Ergebnisse .....	75
5.1.	Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges in Spaltprofilen.....	75
5.1.1.	Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges - Statistischer Ansatz .....	75
5.1.2.	Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges – Deterministischer Ansatz .....	82
5.2.	Entstehung und Verformung des UFG Gefüges im Spaltprofilierprozess .....	86
5.2.1.	Validierung der Tracergradientenmethode zur Materialflussermittlung.....	86
5.2.2.	Anwendung der Tracergradientenmethode auf Spaltprofile .....	90
5.2.3.	Verformungsverhalten des UFG Gefüges unter Druck.....	94
5.2.4.	Verformungsverhalten des Gefüges in Spaltprofilen bei Indentierung mit verschiedenen Dehnraten .....	113
6.	.....Diskussion.....	123
6.1.	Thermische Stabilität des UFG Gefüges in Spaltprofilen .....	123
6.2.	Verformungsverhalten von durch Spaltprofilieren erzeugten UFG Gefügen	131
6.3.	Materialfluss und Entstehung des UFG Gefüges im Spaltprofilierprozess....	135
7.	.....Zusammenfassung und Fazit.....	143
8.	.....Ausblick .....	145
9.	.....Literaturverzeichnis.....	147
A.	.....Anhang .....	165
A.1	Funktionsweise des Matlab-Scripts zur Auswertung der EBSD-Messungen.	165
A.2	Berechnung theoretische Gradiententiefe .....	166
A.3	Laterale Auflösung von EDX .....	170
A.4	Pillar-Stauchversuche .....	171
A.5	Abschätzung Größenordnung der Triebkraft aus experimentellen Daten....	179
A.6	Aufbau der Simulation des Spaltprofilierprozesses (Monash University) ....	181
	Lebenslauf.....	185
	Eidesstattliche Erklärung.....	187
	Danksagung .....	189

---

---

---

## Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

---

### Lateinische Zeichen und Abkürzungen

$A$	Fläche
AV	Aspektverhältnis
$a$	Gitterparameter
ACOM	Automated Crystal Orientation Mapping
ARB	Accumulative Roll Bonding
$b$	Länge des Burgers-Vektors
$b_0$	Levanov-Koeffizient
$C$	Steifigkeitstensor
$C^*$	Proportionalitätskonstante zwischen Härte und Streckgrenze
CP-FEM	Kristallplastizitäts-Finite-Elemente-Methode (Crystal Plasticity Finite Element Method)
$D'$	Abstand
$D$	Diffusionskoeffizient für Volumendiffusion
$D_{GB}$	Diffusionskoeffizient für Korngrenzdiffusion
$D_{TP}$	Diffusionskoeffizient für Tripelpunktdiffusion
CG	Grobkörnig (Coarse Grained)
$d$	Korndurchmesser
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (Energydispersive X-ray spectroscopy)
$F$	Deformationsgradient
F	Faraday-Konstante
$f$	Reibfaktor
$G$	Schubmodul
$\Delta G$	Aktivierungsenergie
H	Härte
$h$	Probendicke
HAGB	Großwinkelkorngrenze (High Angle Grain Boundary)
HPT	High Pressure Torsion
IPF	Inverse Polfigur
IQ	Pattern-Qualität (Image Quality)
$k$	Boltzmann-Konstante
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
$k_y$	Hall-Petch-Koeffizient
LAGB	Kleinwinkelkorngrenze (Low Angle Grain Boundary)

---

---

LOS	lokale Orientierungsspreizung
<i>M</i>	Mobilität
<i>m</i>	Dehnratenempfindlichkeit
<i>N</i>	Anzahl Umdrehungen
<i>n</i>	Anzahl Tripelpunkte, topologische Klasse eines Korn
$\bar{n}_{NB}$	mittlere topologische Klasse der benachbarten Körner
nc	nanokristallin (Nano Crystalline)
ND	Normalenrichtung (Normal Direction)
ODF	Orientierungsverteilungsfunktion (Orientation Distribution Function)
<i>P</i>	Triebkraft (pro Fläche)
<b><i>P</i></b>	1. Piola-Kirchhoff'scher Spannungstensor (technischer Spannungstensor)
<i>P<sub>ind</sub></i>	Indentierungslast
<i>R</i>	Vergleichsradius eines Korn
<i>R<sub>κ</sub></i>	Krümmungsradius
<i>r</i>	Radius
REM	Rasterelektronenmikroskop
RD	Walzrichtung (Rolling Direction)
<b><i>S</i></b>	zweiter Piola-Kirchhoff'scher Spannungstensor
<i>S<sub>V</sub></i>	Korngrenzdichte
SE	Sekundärelektronen
SIBM	Dehnungsinduzierte Korngrenzmigration (Strain Induced Boundary Migration)
SIMS	Sekundärionenspektrometrie (Secondary Ion Mass Spectrometry)
SPD	Severe Plastic Deformation
<i>T</i>	Temperatur
<i>t</i>	Zeit
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TD	Transversalrichtung (Transverse Direction)
<i>T<sub>m</sub></i>	Schmelzpunkt
UFG	ultrafeinkörnig (Ultrafine Grained)
<i>v<sup>*</sup></i>	Aktivierungsvolumen
<i>w</i>	Tripelpunktdurchmesser

---

---

## Griechische Symbole

$\beta$	Kopplungsfaktor bei gekoppelter Korngrenzmigration
$\gamma$	Scherdehnung
$\gamma'$	Grenzflächenspannung
$\dot{\gamma}$	Scherdehnrage
$\delta$	Korngrenzdicke
$\varepsilon$	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrage
$\varepsilon_{vM}$	von Mises-Vergleichsdehnung
$\dot{\varepsilon}_{ind}$	Indentierungsdehnrage, $\dot{\varepsilon}_{ind} = \frac{\dot{P}_{ind}}{P_{ind}}$
$\theta$	Misorientierungswinkel
$\Theta$	Rotationswinkel
$\kappa$	Korngrenzkrümmung
$\rho$	Versetzungsdichte
$\sigma$	Spannung
$\sigma_f$	Fließspannung
$\sigma_n$	Kontaktnormalspannung
$\sigma_{vM}$	von Mises Vergleichsspannung
$\boldsymbol{\sigma}_w$	wahrer/ Cauchy-Spannungstensor
$\tau$	Schubspannung
$\tau^*$	effektive Schubspannung
$\tau_a$	angelegte Schubspannung
$\tau_f$	Schubfließspannung
$\tau_\mu$	athermische intrinsische Schubspannung
$\tau_{Reib}$	die spezifische Reibkraft
$\Phi$	ECAP Kanalwinkel
$\varphi$	Umformgrad
$\varphi_1, \phi, \varphi_2$	Eulerwinkel
$\Psi$	ECAP Außenkrümmungswinkel
$\Omega$	atomares Volumen

Fett geschriebene Symbole werden verwendet, um Tensoren zu kennzeichnen und sie von skalaren Größen zu unterscheiden.

---





---

## 1. Einleitung

---

Im Zuge der Verknappung von fossilen Brennstoffen gewinnt das Konzept des Leichtbaus besonders im Bereich Mobilität immer mehr Wichtigkeit. Neben konstruktiven Aspekten spielt im Leichtbau die Verwendung von höherfesten Werkstoffen eine große Rolle. Diese müssen jedoch eine genügende Duktilität aufweisen, um eine akzeptable Schadenstoleranz der Bauteile zu gewährleisten. Die Erzeugung von höherfesten Werkstoffen mit ausreichender Duktilität gehört somit zu den aktuellen Herausforderungen der Materialwissenschaft, da die Erhöhung der Festigkeit eines Werkstoffes meist mit einer Verringerung seiner Duktilität einhergeht. Eine Möglichkeit zur Erhöhung der Festigkeit eines Materials unter Erhalt einer genügenden Duktilität ist die Kornfeinung. Die steigende Festigkeit eines Werkstoffes mit sinkender Korngröße wird durch die Hall-Petch-Beziehung beschrieben und für den Leichtbau genutzt. Feinkörnige Werkstoffe mit Korngrößen im Bereich von  $0,1-1\ \mu\text{m}$  (die häufig als UFG-Werkstoffe bezeichnet werden) können mithilfe verschiedener Verfahren hergestellt werden, wobei hier häufig sogenannte Severe Plastic Deformation (SPD) Prozesse zum Einsatz kommen. Aufgrund der hohen Korngrenzichten in mithilfe dieser Verfahren hergestellten Werkstoffen sind viele Prozesse in diesen Werkstoffen (im Gegensatz zu konventionell grobkörnigen Werkstoffen) nicht durch das Verhalten des Volumen im Korninnern, sondern durch das Verhalten der Korngrenzflächen zwischen den einzelnen Körnern dominiert. Dies führt zu Änderungen sowohl im thermischen als auch im plastischen Verhalten dieser Werkstoffe, die jedoch noch nicht vollständig verstanden sind.

Die experimentelle Bestimmung der dem thermischen sowie plastischen Verhalten von UFG Gefügen zugrunde liegenden Mechanismen stellt häufig eine Herausforderung dar, da die bildgebenden Verfahren mit für UFG Gefüge ausreichender Auflösung nur die Abbildung von Oberflächen erlauben und somit Prozesse im Volumen nicht untersucht werden können. Kolumnare Mikrostrukturen bieten hier (aufgrund ihrer in eine Dimension als konstant annäherbare Struktur) Vorteile, die die Untersuchungen sowohl des thermischen als auch des plastischen Verhaltens von UFG Gefügen vereinfachen.

Ein Umformprozess, in dem eine kolumnare UFG Mikrostruktur erzeugt wird, ist der am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt entwickelte innovative Massivumformprozess Spaltprofilieren. Der als Umformprozess zur Erzeugung von integral verzweigten Strukturen aus Blechen entwickelte Prozess führt lokal zur Erzeugung eines stark gestreckten, hochfesten UFG Gefüges. Im Gegensatz zu klassischen SPD-Verfahren handelt es sich bei diesem Prozess um einen kontinuierlichen Prozess, der die Erzeugung großvolumiger Halbzeuge mit lokalem UFG Gefüge im industriellen Maßstab erlaubt. Aus diesem Grund ist dieser Prozess nicht nur als Herstellungsmöglichkeit eines Modellgefüges interessant, sondern auch für die

---

industrielle Herstellung und Nutzung von lokalen UFG Mikrostrukturen von hoher technologischer Relevanz.

Da die mittels Spaltprofilieren hergestellten Profile nur lokal ultrafeinkörnig sind, weisen sie einen starken Gefügegradienten auf. In früheren Arbeiten wurde bereits gezeigt, dass sich dieser Gradient bereits zu Beginn des Prozesses in der Umformzone ausbildet und sich über den weiteren Verlauf des Prozesses nicht weiter ändert. Diese Einstellung eines stationären Zustands, die mit der Entstehung des UFG Gefüges einhergeht, wirft sowohl Fragen zum Materialfluss während des Prozesses als auch zum Umformverhalten des UFG Gefüges auf.

Ziel dieser Arbeit ist es, am Beispiel spaltprofilierter Mikrostrukturen grundlegende Erkenntnisse zum thermischen und mechanischen Verhalten von (mithilfe von SPD-Prozessen hergestellten) UFG Gefügen zu gewinnen. Ein weiterer Fokus dieser Arbeit ist es, mithilfe dieser grundlegenden Erkenntnisse das technologische Verständnis des Spaltprofilierprozesses insbesondere in Bezug auf die Ausbildung des stationären Zustands zu erhöhen.

---

## 2. Literaturübersicht

---

### 2.1. Nanokristalline und ultrafeinkörnige Werkstoffe

Aufgrund ihrer hohen Festigkeiten sind ultrafeinkörnige sowie nanokristalline Werkstoffe seit mehr als zwei Jahrzehnten Gegenstand intensiver Forschung. Die Bezeichnungen nanokristallin (nano crystalline, nc) und ultrafeinkörnig (ultrafine grained, UFG) werden in der Literatur jedoch nicht immer einheitlich verwendet. Generell bezeichnet der Begriff „nanokristallin“ Gefüge mit einer mittleren Korngröße von weniger als 100 nm [KUM03]. Als ultrafeinkörnig werden meist Werkstoffe mit Korngrößen zwischen 100 nm und 1  $\mu\text{m}$  bezeichnet, wobei häufig weitere Kriterien erfüllt werden müssen. Valiev [VAL06b] klassifiziert Gefüge mit einer Korngröße von weniger als 1  $\mu\text{m}$ , die eine homogene und hinreichend gleichachsige Mikrostruktur aufweisen, als ultrafeinkörnig. Eine weitere Forderung ist das Überwiegen von Großwinkelkorn Grenzen (High Angle Grain Boundaries, HAGBs) in der Mikrostruktur. Die Forderung von mind. 70 % Großwinkelkorn Grenzen in einem UFG Gefüge ergibt sich aus der Beobachtung, dass ab diesem Anteil von Großwinkelkorn Grenzen die Mikrostrukturen nicht diskontinuierlich vergrößern [HUM99] und damit eine stabile Kornstruktur darstellen [PRA01].

### 2.2. Erzeugung von UFG Werkstoffen

Bei der Erzeugung von nc und UFG Werkstoffen werden zwei grundsätzliche Herangehensweisen unterschieden: die sogenannten „bottom up“-Methoden sowie die „top down“-Methoden [MEY06, VAL14]. „Bottom up“-Methoden beruhen auf der Verbindung einzelner Atome, Cluster oder nanokristalliner Pulver zu einem nanokristallinen oder ultrafeinkörnigen Werkstoff. Beispiele hierfür sind die elektrolytische Abscheidung [KOC07a, WAN97], die Inertgas-Kondensation [HAN05], sowie mechanisches Mahlen mithilfe von Kugelmøhlen mit nachfolgender Verdichtung [FAR09, LIU15]. Während eine Vielzahl unterschiedlichster nc/UFG Materialien mithilfe dieser „bottom up“ Methoden erzeugt werden können, ist die Herstellung von größeren Probenvolumina mit diesen Methoden meist mit erheblichem Aufwand verbunden.

Zu den sogenannten „top down“-Methoden zählen unter anderem thermomechanische Prozesse. Die Kombination von plastischer Verformung und anschließender Rekristallisation erlaubt eine Reduktion der Korngröße metallischer Werkstoffe bis zu Werten in der Größenordnung von 3-10  $\mu\text{m}$  [LAN13]. Bei Legierungen, die eine Phasenumwandlung als Feststoff durchlaufen, kann auch mittels dieser Transformationen Kornfeinung erreicht werden. Bei Stählen, die während dieser Phasenumwandlung gewalzt werden, können Korngrößen von etwas unter 5  $\mu\text{m}$

---

erzeugt werden [HUM99]. Bei diesen Prozessen lassen sich jedoch meist keine Korngrößen von weniger als  $1\ \mu\text{m}$  erzielen.

Kleinere Korngrößen von unter  $1\ \mu\text{m}$  und je nach Legierungssystem teilweise bis in den nanokristallinen Bereich können jedoch mithilfe von Umformungen zu sehr hohen Umformgraden realisiert werden [VAL14]. Diese hohen Umformgrade werden meist mithilfe von sogenannten Severe Plastic Deformation (SPD) Prozessen in den Werkstoff eingebracht.

### 2.2.1. SPD Prozesse

Severe Plastic Deformation (SPD) Prozesse werden als Massivumformprozesse definiert, bei denen sehr hohe plastische Dehnungen in das Werkstück eingebracht werden, um eine ultra-feinkörnige Mikrostruktur zu erzeugen [AZU08]. Um die dafür nötige Versetzungsdichte von mindestens  $10^{14}\ \text{m}^{-2}$  [VAL00, ISL97] im Werkstoff erreichen zu können, müssen die Prozesse bei niedrigen homologen Temperaturen ( $T \leq 0,4 T_m$  [VAL14]) durchgeführt werden. Hierbei bleiben die Werkstückgeometrien näherungsweise konstant, sodass es keine geometrischen Beschränkungen für die erreichbaren Dehnungen gibt [PRA01]. Außerdem werden hohe hydrostatische Druckspannungen während des Prozesses erzeugt, die die Umformbarkeit des Materials erhöhen [VAL06b] und somit die notwendigen Umformgrade in der Größenordnung von  $\varphi \approx 6 - 8$  ermöglichen [VAL14].

Die der während SPD-Prozessen stattfindenden Kornfeinung zugrunde liegenden Prozesse wurden von Hughes et al. [HUG97] sowie Prangnell et al. [PRA01] beschrieben und beruhen auf der Umordnung neu erzeugter Versetzungen. Die durch die Verformung in das Material eingebrachten Versetzungen liegen im Korninnern nicht ausschließlich regellos verteilt vor, sie ordnen sich ab einer bestimmten Dichte aus Gründen der Energieminimierung in Zellstrukturen an. Die Misorientierung dieser Strukturen erhöht sich durch die Einlagerung weiterer Versetzungen mit steigender Dehnung, während sich ihre Größe verringert. Durch die kontinuierliche Erhöhung der Misorientierung dieser Substrukturen werden diese zuerst zu Kleinwinkelkorn Grenzen bis schließlich aus ihnen neue Großwinkelkorn Grenzen entstehen. Bei weiterer Erhöhung der eingebrachten Dehnung beginnen sich die erzeugten Großwinkelkorn Grenzen durch eine Rotation in Richtung der Scherrichtung neu auszurichten, die Mikrostruktur ändert sich von einer zellularen in eine eher lamellare Struktur [PRA01].

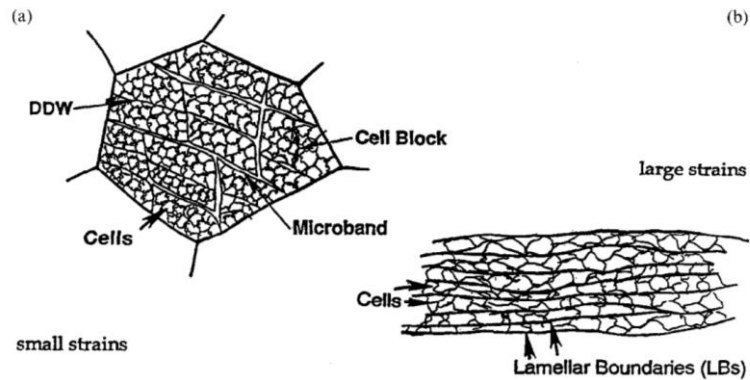


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Substrukturen eines Korns bei Verformung zu geringen Dehnungen (links) und zu hohen Dehnungen (rechts) [HUG97]

Der Anteil von Großwinkelkorngrenzen erhöht sich stetig mit steigender Dehnung, während der mittlere Abstand der lamellaren Korngrenzen sinkt. Ab einer Dehnung von etwa  $\varepsilon_{vM} \approx 5$  schreiten beide Prozesse langsamer voran, bis der mittlere Abstand der lamellaren Korngrenzen die Subkorngröße erreicht hat und nicht weiter sinkt. Hierdurch entstehen dünne, stark gestreckte Körner (siehe Abbildung 1). Weitere Kornfeinung ist ab diesem Punkt nur noch durch das Aufbrechen dieser stark gestreckten Körner in kürzere Segmente möglich, bis bei einer Dehnung von etwa  $\varepsilon_{vM} \approx 10$  eine globulare Mikrostruktur mit einer mittleren Korngröße von unter einem Mikrometer entsteht. Der Segmentierungsprozess der stark gestreckten Körner läuft jedoch sehr langsam ab, sodass diese gestreckten Körner über einen weiten Umformbereich stabil sind.

Die nach dem Segmentieren entstandene globulare Mikrostruktur verfeinert nach dem Erreichen einer minimalen Korngröße auch bei weiterer Verformung nicht weiter. Beim Erreichen dieser Sättigungskorngröße verhindert das Auftreten von Korngrenzmigrationsprozessen eine weitere Verringerung der Korngröße [PIP10].

Die bekanntesten SPD-Prozesse sind High Pressure Torsion (HPT) und Equal Channel Angular Pressing (ECAP) [VAL04]. Aufgrund der eher kleinen Probenvolumina ist HPT eher von akademischem Interesse, während die im ECAP-Verfahren umgeformten Probengrößen skalierbar sind. HPT erlaubt im Vergleich zu ECAP aber eine stärkere Kornfeinung [PRA01]. Beide Prozesse werden im Folgenden vorgestellt.

## High Pressure Torsion

Der Grundaufbau einer HPT-Pressen ist in Abbildung 2 dargestellt. Die zylindrische Probe wird von den beiden Stempeln zusammengepresst und durch die Rotation eines der beiden Stempel in sich tordiert. Die Geometrie der Probenvertiefung in den Stempeln zusammen mit dem aufgeprägten Druck sorgt für die Entstehung von hohen hydrostatischen Druckspannungen, die ein Materialversagen verhindern.

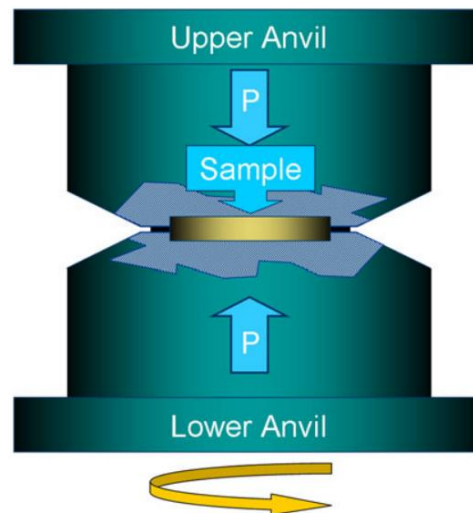


Abbildung 2: Schematische Darstellung einer High Pressure Torsion-Pressen [KAW14]

Die Scherdehnung, der das Material unterworfen wird, ist vom Abstand des Materialvolumens von der Probenmitte abhängig und kann unter der Annahme von einer vom Drehwinkel unabhängigen Probendicke wie folgt berechnet werden [KAW14]:

$$\gamma = \frac{2\pi Nr}{h} \quad \text{Gleichung 2.1}$$

Hierbei bezeichnet  $N$  die Anzahl Umdrehungen,  $r$  den Probenradius und  $h$  die Probendicke. Für die von Mises-Vergleichsdehnung gilt:

$$\varepsilon_{vM} = \frac{2\pi Nr}{\sqrt{3}h} \quad \text{Gleichung 2.2}$$

Die Vergleichsdehnung steigt proportional zur Anzahl Umdrehungen. Außerdem steigen die Vergleichsdehnungen (bei konstanter Umdrehungsanzahl) mit steigendem Abstand zur Probenmitte.

Dies lässt sich auch an den Härteverläufen in einer HPT-Probe (Abbildung 3) ablesen. Alle Härteverläufe zeigen unabhängig von der Anzahl Umdrehungen ein Minimum in der Probenmitte und ihren Maximalwert am äußeren Probenrand. Der mit der Anzahl Umdrehungen steigende Wert der Vergleichsdehnung zeigt sich im steigenden Härteniveau an den Probenrändern.

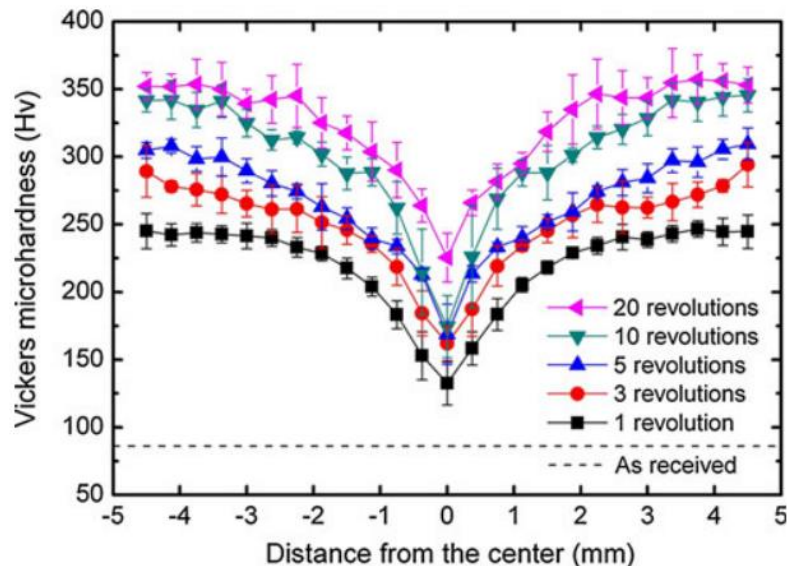


Abbildung 3: Vickershärte über den Radius von HPT-Proben aus Cu 28wt% Ag, die unter 6 GPa zu verschiedenen Umdrehungen umgeformt wurden [KAW14]

In der Mikrostruktur der HPT-Proben spiegelt sich der Dehnungsgradient in einem Korngrößengradienten wider. Während in der Mitte der HPT-Probe über weite Umdrehungsbereiche die nahezu unbeeinflusste, meist grobkörnige Anfangsmikrostruktur vorliegt, findet in den randnäheren Bereichen Kornfeinung statt [VOR04]. Bei sehr hohen Dehnungen verschwindet jedoch der Mikrostrukturgradient und es findet auch bei weiterer Verformung keine weitere Kornfeinung statt, da ein stationärer Zustand erreicht wird. Aufgrund der Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Entstehung des stationären Zustands wird seine Existenz in der Literatur häufig auf das Auftreten von kontinuierlicher (dynamischer) Rekristallisation zurückgeführt [VOR08a].

## Equal Channel Angular Pressing

Im ECAP-Verfahren (teilweise auch als Equal Channel Angular Extrusion, ECAE bezeichnet) wird ein stangenförmiges Werkstück mit rechteckiger oder quadratischer Querschnittsfläche durch eine Matrize mit einem gewinkelten Kanal gepresst (Abbildung 4). Der innere Kanalwinkel  $\Phi$  liegt hierbei üblicherweise zwischen  $90^\circ$  und  $120^\circ$  [KOC07b]. Wenn das Material durch den gewinkelten Teil des Kanals gepresst wird, erfährt es Scherdehnungen, während sich der Querschnitt der Probe nicht ändert.

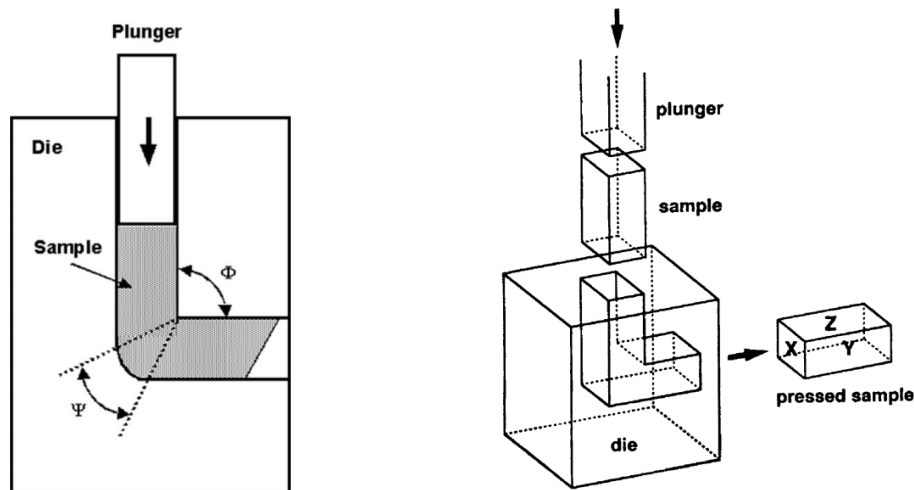


Abbildung 4: Schematische Darstellung des ECAP-Verfahrens in 2D (links) [VAL14] sowie in 3D (rechts) mit Definition der x, y und z-Ebene [BER99]

Die Vergleichsdehnung, die durch  $N$  ECAP-Schritte in das Probenmaterial eingebracht wird, wird durch den Kanalwinkel  $\Phi$  sowie dem äußeren Kanalwinkel  $\Psi$  bestimmt [IWA96]:

$$\varepsilon_{vM} = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad \text{Gleichung 2.3}$$

Für einen Kanalwinkel von  $90^\circ$  ergibt sich relativ unabhängig von  $\Psi$  näherungsweise eine Vergleichsdehnung von  $\varepsilon_{vM} \approx 1$  [LAN00]. Je kleiner der Kanalwinkel gewählt wird, desto größer ist der Einfluss der Außenkrümmung [VAL06a].

Durch mehrfaches Wiederholen des ECAP-Prozesses kann ausreichend Scherdehnung in das Material eingebracht werden, um UFG Gefüge zu erzeugen [SEG95]. Die mehrfache Durchführung von ECAP an einem Werkstück bietet außerdem die Möglichkeit, unterschiedliche Mikrostrukturen durch Rotieren der Werkstücke um ihre Längsachse zwischen den Verformungsschritten herzustellen. Durch die Rotation kann die Lage der Scherebene sowie der Scherrichtung in der Probe variiert werden, es ergeben sich verschiedene Prozessrouten, die in Abbildung 5 links dargestellt sind. Bei



Route A wird das Werkstück zwischen den Schritten nicht rotiert, bei den B-Routen um jeweils 90°, Route C beruht auf Rotationen um 180°. Eine weitere Unterscheidung wird innerhalb der B-Routen getroffen: Bei der Route B<sub>C</sub> wird die Probe zwischen den Durchgängen um 90° in immer die gleiche Richtung gedreht, während die Route B<sub>A</sub> auf 90°-Rotationen in stets wechselnde Richtung beruht.

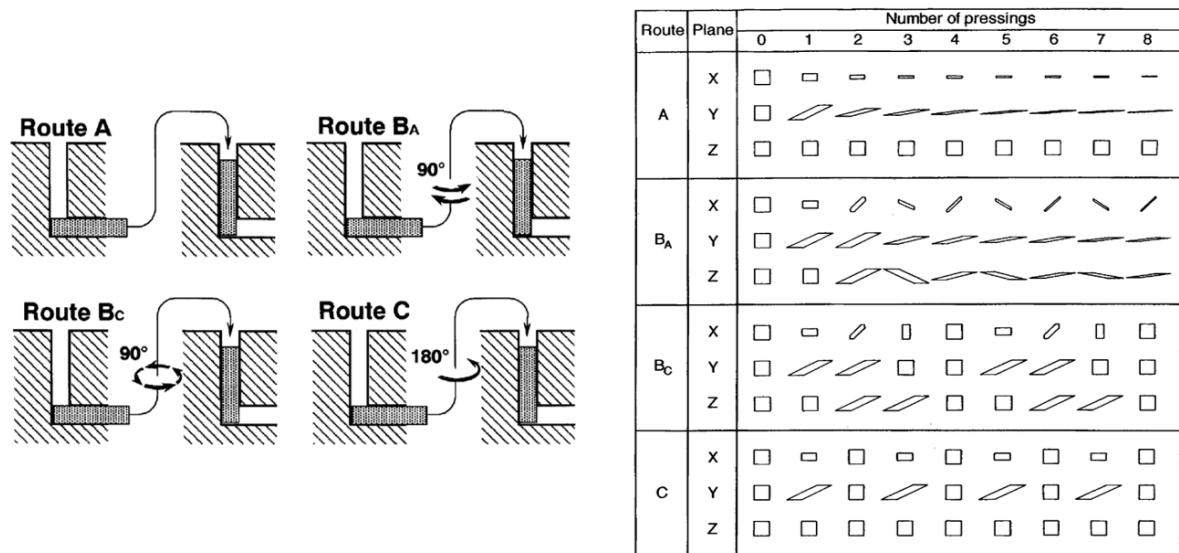


Abbildung 5: Die vier grundlegenden Prozessrouten in ECAP [NAK00] (links), Verzerrungen kubischer Elemente durch ECAP in Abhängigkeit der verwendeten Route [VAL06a] basierend auf [FUR98] (rechts)

In Abbildung 5 rechts ist die Verzerrung kubischer Elemente durch die verschiedenen Routen bezogen auf das Koordinatensystem in Abbildung 4 dargestellt. Route A führt nur in Y-Richtung zu einer mit der Anzahl Durchgängen stetig steigenden Verzerrung des Elements, während die Z-Richtung unbeeinflusst bleibt und eine Kompression in X-Richtung stattfindet. In Route B<sub>A</sub> wird das Volumenelement in allen Ebenen stetig deformiert. Im Gegensatz dazu zeigen die Routen B<sub>C</sub> und C keine kontinuierliche Verzerrung, die Anfangsgeometrie wird nach 4n (Route B<sub>C</sub>) bzw. nach 2n (Route C) wiederhergestellt, wobei n eine beliebige ganze Zahl ist. Wie Route A führt auch Route C zu keiner Verzerrung in der Z-Ebene [FUR98].

Da Reversionen der Scherrichtung die Mikrostrukturentwicklung begünstigen, führen die Routen B<sub>C</sub> und C schneller zu einem homogenen UFG Gefüge als die Routen A und B<sub>A</sub> [IWA97, OH-98]. Aufgrund der fehlenden Verformung in der Z-Ebene bei Route C findet die effizienteste Kornfeinung meist in Route B<sub>C</sub> statt [FUR98].

Im Laufe der Zeit wurden verschiedene weitere SPD- bzw. SPD-nahe Prozesse entwickelt, wie Accumulative Roll Bonding (ARB) [SAI99], Repetitive Corrugation and Straightening (RCS) [HUA04], Multidirectional Forging (MDF) [ZHE04] sowie das Spaltprofilieren, welches im nächsten Abschnitt vorgestellt wird.

## 2.2.2. Spaltprofilieren

Spaltprofilieren bezeichnet einen Massivumformungsprozess zur integralen Erzeugung von verzweigten Blechstrukturen [GRO07], der im Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt entwickelt wurde. Hierbei wird ein Ausgangsblech bei Raumtemperatur mithilfe eines Werkzeugsystems bestehend aus Hilfswalzen und stumpfwinkligen Spaltwalzen umgeformt. In diesem inkrementellen Prozess durchläuft das Blech mehrere Walzgerüste, wobei der Abstand der Spaltwalzen zueinander von Gerüst zu Gerüst, d.h. von Stich zu Stich verringert wird. Wie in Abbildung 6 zu sehen, werden hierdurch an beiden Seiten des Bleches jeweils zwei Flansche erzeugt, deren Länge sich mit jedem Stich weiter erhöht. Aufgrund der charakteristischen Werkzeuganordnung kommt es während der ersten Stiche zur Entstehung eines hydrostatischen Druckspannungszustands innerhalb des Werkstücks, der zur Bildung einer Umformzone führt, sobald die erzeugten Flansche vollständig in Kontakt mit Hilfs- und Spaltwalze stehen. Diese Ausbildung eines hydrostatischen Spannungszustands führt zur Unterdrückung von Rissbildung und somit zu einer Erhöhung des Umformvermögens des Materials [BRU17].

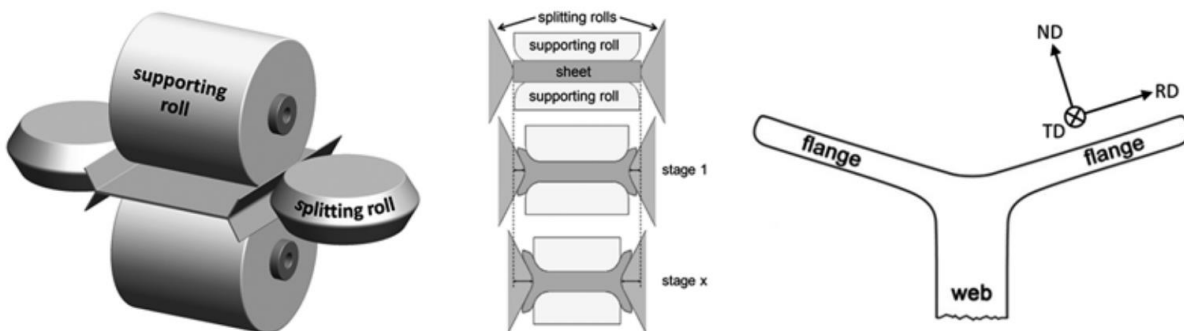


Abbildung 6: Verfahrensprinzip des Spaltprofilierens (links, Mitte) und Querschnitt des Profils (rechts) mit Koordinatensystem [BRU17]

Das so entstehende Profil besteht aus einem sogenannten Steg sowie jeweils zwei Flanschen an den gespaltenen Bandkanten (siehe Abbildung 6), wobei der Bereich des Profils, in dem sich die beiden Flansche trennen, als Spaltgrund bezeichnet wird. Da der Hauptteil des Materialflusses hier nicht in Vorschubrichtung, sondern vom Steg in die Flansche stattfindet, wird aus Gründen der Vergleichbarkeit mit anderen Prozessen bei der Beschreibung dieses Prozesses das in Abbildung 6 dargestellte Koordinatensystem verwendet, bei dem die Richtung von Steg zur Flanschspitze als Walzrichtung und die Vorschubrichtung als Transversalrichtung definiert werden.

Die im Folgenden präsentierten Eigenschaften von Spaltprofilen wurden an verschiedenen überwiegend ferritischen Stählen untersucht: an hochfesten niedriglegierten Stählen wie HC480LA und HC340LA, rostfreiem ferritischem Stahl mit Fe<sub>3</sub>C-Ausscheidungen (1.4016), ferritisch-perlitischem Stahl (DD11) und mikrolegiertem Feinkornstahl (RAWAEL 80s). Sie werden am Beispiel von HC480LA diskutiert, können qualitativ aber auf alle anderen untersuchten Stähle übertragen werden.

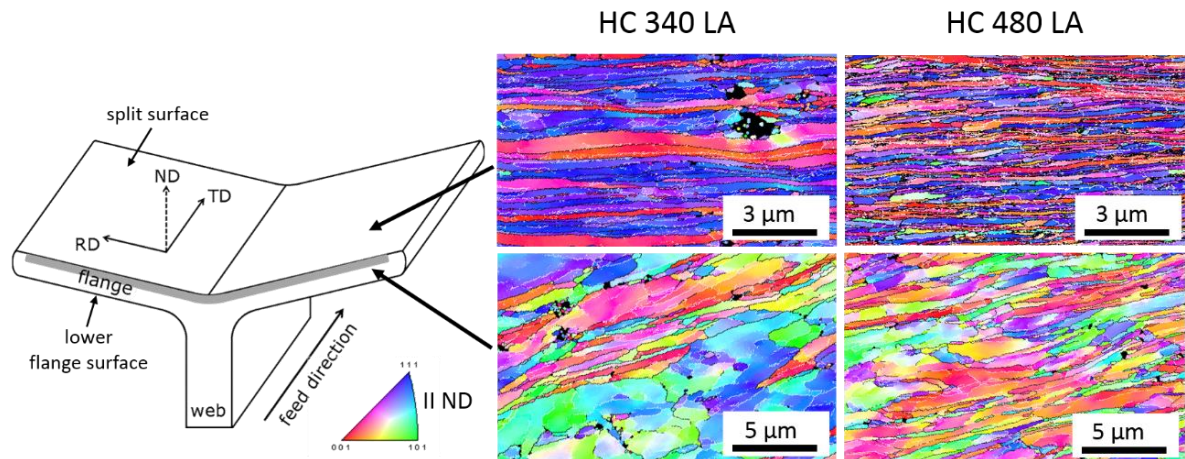


Abbildung 7: Gefüge und Koordinatensystem in einem spaltprofilierten Bauteil für zwei verschiedene mikrolegierte Stähle [AHM17]

Durch die lokal unterschiedlichen Dehnungen im Prozess ist das Gefüge eines Spaltprofils stark gradientenbehaftet. Wie in Abbildung 7 dargestellt, findet sich nahe der Flanschoberseite ein sehr feinkörniges, in Walzrichtung stark gestrecktes ‚Pancake‘-Gefüge mit einem Aspektverhältnis von etwa sieben, welches senkrecht zur Flanschoberseite Abmessungen von unter 100 nm aufweist (siehe Abbildung 8). Um eine Vergleichbarkeit dieses stark gelängten Gefüges mit anderen weniger gestreckten Gefügen zu ermöglichen, kann eine effektive Korngröße  $d_{eff}$  bestimmt werden, die auf der mittleren Gleitlänge von Versetzungen beruht. Diese ist der mittlere Durchmesser der stark gestreckten, als Ellipse angenäherten Körner mit Minimaldurchmesser  $d_{min}$  und Aspektverhältnis  $AV$  und kann wie folgt bestimmt werden [BRU11]:

$$d_{eff} \approx d_{min} \cdot [0,5964 \cdot \ln(AV) + 0,9675] \quad \text{Gleichung 2.4}$$

Nach dieser Formel weist das Gefüge an der Flanschoberseite eine effektive Korngröße von etwa  $0,2 \mu\text{m}$  auf, was im Bereich der ultrafeinkörnigen Materialien liegt. Es weist mit über 80 % außerdem den in der Definition (siehe Abschnitt 2.1) geforderten hohen Anteil an Großwinkelkorngrenzen auf (siehe Abbildung 8 rechts). Trotzdem würde diese Mikrostruktur nach dieser Definition aufgrund ihrer starken Streckung nicht als ultrafeinkörnig bezeichnet werden.

Die Kornfeinungsmechanismen, die während des Spaltprofilierens zur Entstehung dieser Gefüge führen, sind jedoch identisch zu denen in den gängigen SPD-Prozessen. Außerdem ist die Entstehung von stark gestreckten Körnern Teil des Kornfeinungsprozesses, der allen SPD-Verfahren zugrunde liegt. Da diese gestreckten Körner über einen großen Umformbereich stabil sind, treten sie häufig auch in mit gängigen SPD-Verfahren eingestellten Mikrostrukturen auf, wie zum Beispiel in über die ECAP-Route A verformtem Aluminium [IWA98, LAN00]. Aus diesem Grund wird die Mikrostruktur an der Flanschoberseite von Spaltprofilen im Folgenden als UFG Mikrostruktur bezeichnet werden.

Nach der in 2.2.1 dargestellten Definition handelt es sich beim Spaltprofilierprozess aufgrund der Formänderung des Werkstücks nicht um einen SPD-Prozess. Auch ist die Bildung der oben diskutierten UFG Mikrostruktur eher ein Nebeneffekt des Umformverfahrens und nicht Ziel des Prozesses, wie bei SPD-Verfahren üblich. Trotzdem weist der Prozess mit den auftretenden hohen Dehnungen, dem hydrostatischen Spannungszustand und der erzeugten Pancake UFG Mikrostruktur mit hoher Defektdichte auch Charakteristiken von SPD-Prozessen auf. Daher kann der Spaltprofilierprozess als SPD-naher Prozess interpretiert werden [AHM17].

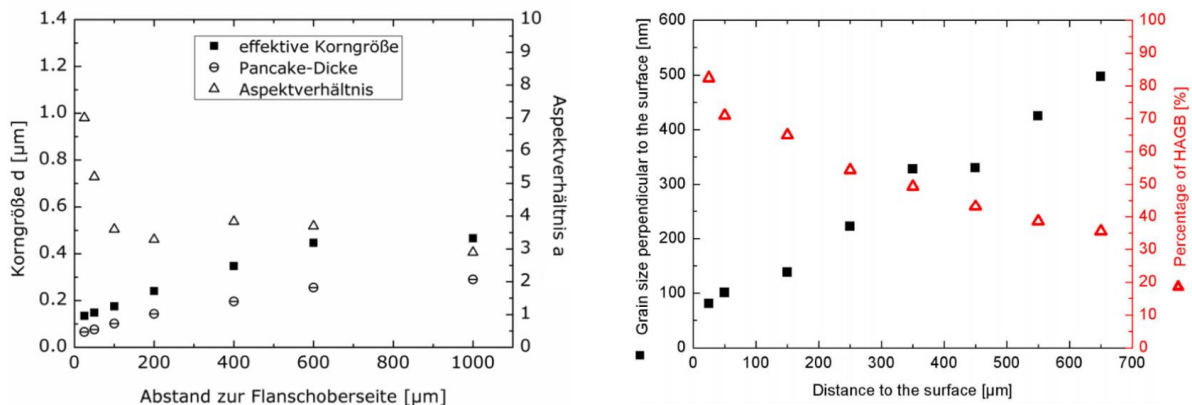


Abbildung 8: Effektive Korngröße, Aspektverhältnis und Korndicke senkrecht zur Flanschoberseite in Abhängigkeit vom Abstand zur Flanschoberseite [KAU13] (links); Korndicke senkrecht zur Flanschoberseite sowie Anteil Großwinkelkorngrenzen in Abhängigkeit vom Abstand zur Flanschoberseite eines HC480LA Spaltprofils [MÜL08] (rechts)

In Spaltprofilen liegt senkrecht zur Flanschoberseite ein starker Gefügegradient vor. Wie in Abbildung 8 zu erkennen ist, steigt die Korngröße mit dem Abstand zur Flanschoberseite, während der Anteil von Großwinkelkorngrenzen im Gefüge sowie das Aspektverhältnis der Körner sinken. Aus diesem Grund beschränkt sich das UFG Gefüge auf den Bereich nahe der Flanschoberseite, während an der Flanschunterseite ein klassisches kaltgewalztes Gefüge vorliegt (Abbildung 7).

Senkrecht zur Flanschoberseite kann zusätzlich ein Texturgradient beobachtet werden (siehe Abbildung 9). Nahe der Flanschoberseite liegt eine für gewalzte Stähle typische Textur mit ausgeprägter  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser vor. Bei allen Orientierungen der  $\alpha$ -Faser, die in Abbildung 9 mit einer roten Linie gekennzeichnet ist, liegt die kristallografische  $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzrichtung, während die  $\gamma$ -Faser (blaue Linie in Abbildung 9) aus Orientierungen besteht, deren die  $\langle 111 \rangle$ -Richtung parallel zur Normalenrichtung liegt. Mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite sinkt die Intensität der beiden Fasern während sich eine Goss-Lage ( $\{110\}\langle 001 \rangle$ ) bildet und an Intensität zunimmt [NIE13].

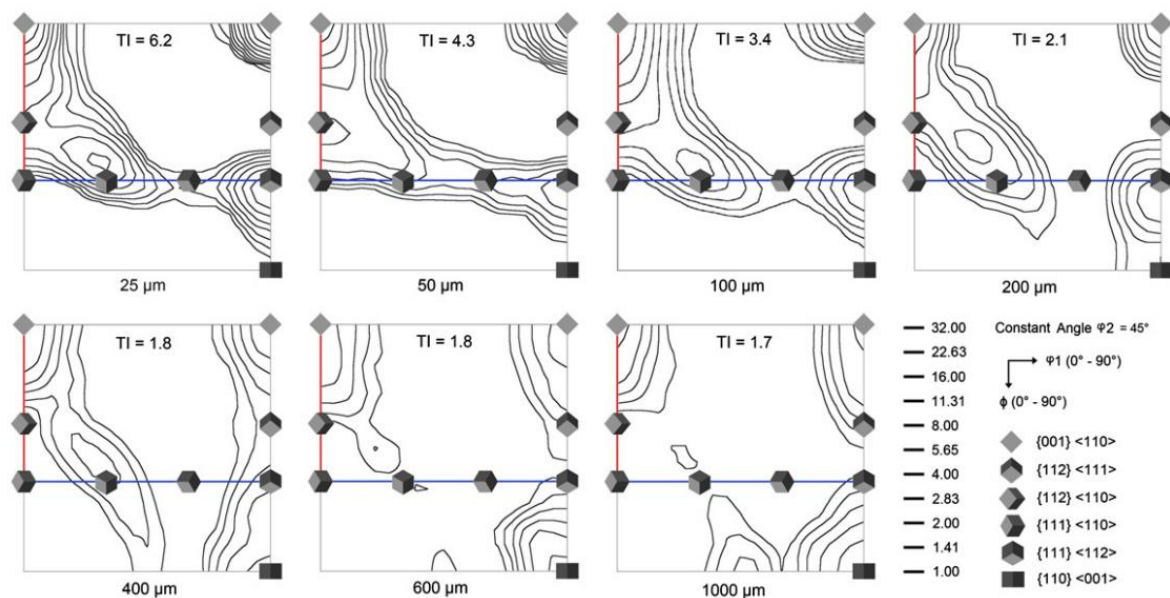


Abbildung 9: Textur in HC480LA Spaltprofilen in Abhängigkeit vom Abstand zur Flanschoberseite [NIE13]

Der Mikrostrukturgradient senkrecht zur Flanschoberseite führt zu einem Gradienten in der Härte. Wie in Abbildung 10 zu sehen, führt das Spaltprofilieren von HC480LA zu einer Erhöhung der Härte um mehr als 80% im Vergleich zum Ausgangszustand. Mit steigendem Abstand zur Flanschoberseite sinkt die Härte zunächst stark und erreicht in etwa 250  $\mu\text{m}$  Abstand ein Plateau, welches über der Härte des Ausgangszustands liegt.

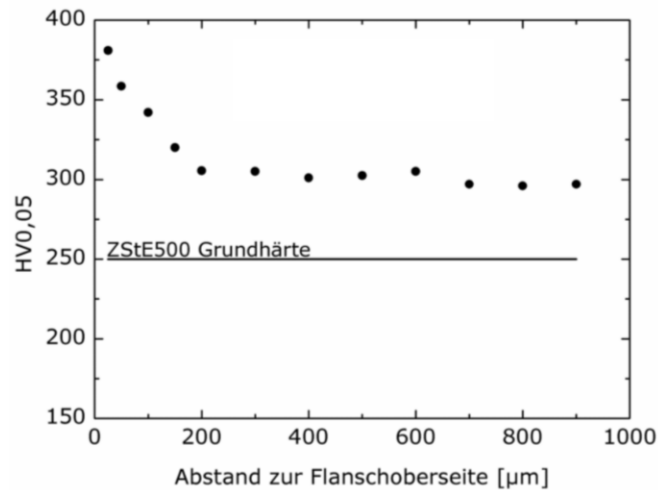


Abbildung 10: Härteverlauf senkrecht zur Flanschoberseite eines HC480LA Spaltprofils im Vergleich zur Grundhärte des Ausgangsbleches [KAU13]

Parallel zur Flanschoberseite findet sich kein Gefügegradient, sondern eine konstante Mikrostruktur und Härte. Abgesehen von den Flanschspitzen, in denen die Härte abfällt, finden sich wie in Abbildung 11 dargestellt parallel zur Flanschoberseite konstante Härtewerte, deren Niveau vom Abstand zur Oberseite abhängt. Weitere Stiche führen zu einer Verbreiterung dieser Plateaus, da sich die Länge der Flansche erhöht, nicht aber zu einer weiteren Härtesteigerung oder Mikrostrukturfeinung. Wie auch im HPT-Prozess beobachtet (siehe 2.2.1), entsteht hier nach einer gewissen Umformung ein stationärer Zustand, bei dem weitere Umformung keinen Einfluss auf die Mikrostruktur hat.

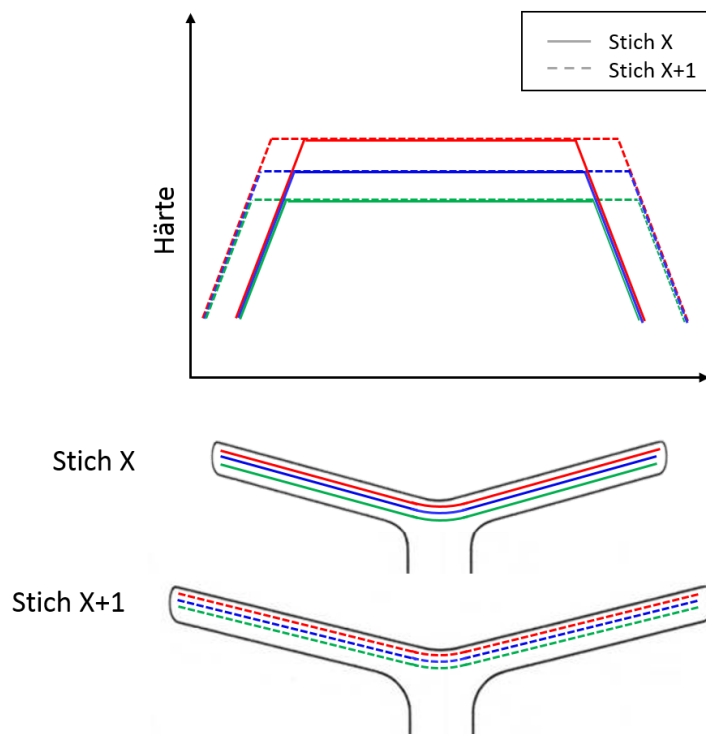


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Entwicklung der Härteplateaus in Spaltprofilen bei weiteren Spaltstichen

---

Im Gegensatz zu den Beobachtungen an HPT-Proben kann die konstante Mikrostruktur während des Spaltprofilierens nicht ausschließlich auf eine minimal erzielbare Korngröße aufgrund von einsetzenden Korngrenzmigrationsprozessen zurückgeführt werden. Die Existenz einer Sättigungskorngröße kann nur Grund für die konstante Mikrostruktur direkt an der Flanschoberseite sein, während die Mikrostruktur in höheren Abständen zur Flanschoberseite bei zusätzlicher Umformung weiterhin Kornfeinung aufweisen müsste. Dies entspricht jedoch nicht den Beobachtungen eines bei weiterer Umformung konstant bleibenden Gefügegradienten über den gesamten Flansch. Daher kann die Bildung des charakteristischen Mikrostrukturgradienten während des Spaltprofilierprozesses nur durch die Ausbildung einer konstanten Dehnungsverteilung in der Prozesszone erklärt werden. Dies passt zum Verhalten der gemessenen Walzkräfte während des Prozesses, die nach einem Anstieg über die ersten Stiche konstant bleiben [GRO07]. Aufgrund der Ausbildung des stationären Zustands ist die Spalttiefe im Spaltprofilierprozess nicht durch steigende Prozesskräfte oder die begrenzte Umformbarkeit des Materials begrenzt, wodurch sich theoretisch eine unendliche Spalttiefe realisieren lassen würde [MÜL07, MÜL08].

Aufgrund der Oberflächenvergrößerung, die durch die Ausformung der Flansche im Prozess stattfindet, muss jedoch in jedem Stich neues Material in die Flanschoberseite integriert werden [BRU14], was auf den ersten Blick der Bildung eines stationären Zustands widerspricht, wobei der Materialfluss während des Spaltprofilierens noch nicht abschließend geklärt ist.

---

## 2.3. Mechanische Eigenschaften von UFG Werkstoffen

Das große wissenschaftliche Interesse an UFG und nc Werkstoffen in den letzten Jahrzehnten ist auf ihre außergewöhnlichen Eigenschaften wie zum Beispiel eine hohe Festigkeit und geringe Verformungsverfestigung [VAL97] zurückzuführen. Aufgrund ihrer geringen Korngröße enthalten UFG und nc Werkstoffe einen sehr hohen Anteil von Korngrenzen, die einen großen Einfluss auf ihre ungewöhnlichen mechanischen Eigenschaften haben [VAL14]. Aufgrund dieses hohen Anteils von Korngrenzen ist die Versetzungsbewegung im Vergleich zu CG Werkstoffen erschwert und es kommen weitere Verformungsmechanismen zum Tragen. Hierauf wird im Folgenden genauer eingegangen.

### 2.3.1. Verformungsmechanismen in UFG und nc Werkstoffen

In Metallen mit konventionellen Korngrößen wird die plastische Verformung über Versetzungsbewegungen im Korninnern getragen. Korngrenzen bilden hier Hindernisse für die Versetzungsbewegung. Je kleiner die Körner sind, d.h. je höher der Anteil von Korngrenzen in der Mikrostruktur ist, desto schwieriger wird eine Verformung über Versetzungsbewegungen und desto mehr Einfluss haben Korngrenzprozesse auf ihr Verformungsverhalten. Aus diesem Grund spielen neben der häufig beobachteten Verformung über Scherbandbildung Korngrenzphänomene wie Korngrenzgleiten, Kornrotationen und Korngrenzmigration [CAH06a, SCH12, MEY06] neben der häufig beobachteten Verformung über Scherbandbildung in UFG und nc Werkstoffen eine große Rolle und werden daher im Folgenden genauer betrachtet.

### Verformung über Scherlokalisierungen

In Werkstoffen mit konventionellen Korngrößen treten Scherlokalisierungen meist nur bei sehr hohen Dehnraten in Form von adiabatischen Scherbändern auf. Diese entstehen aus Gleitbändern, die sich auf einer definierten kristallografischen Ebene innerhalb eines Korns bilden. Diese Verformungslokalisierung führt zur Entstehung von Wärme aufgrund der inneren Reibung. Bei hohen Dehnraten kann diese nicht schnell genug an die Umgebung abgeführt werden und die lokalen Temperaturunterschiede können nicht ausgeglichen werden. Hier werden adiabatische Temperaturerhöhungen von bis zu 700 °C berichtet [DOD12]. Aufgrund dieser erhöhten Temperatur kommt es zu einer lokalen Entfestigung des Materials. Kann diese Entfestigung nicht durch die lokale Kaltverfestigung des Materials sowie die mögliche Festigkeitssteigerung aufgrund der lokal erhöhten Dehnraten kompensiert werden, kommt es zu einer verstärkten Lokalisierung der Verformung und somit zu einem selbstverstärkenden



Prozess, sodass der überwiegende Teil der plastischen Verformung des Werkstoffs über Scherbänder getragen wird [XU96]. Dieser Prozess wird durch ein geringes Verfestigungsvermögen sowie eine niedrige oder gar negative Dehnratenempfindlichkeit begünstigt [STA81, DOD12]. Die lokale Entfestigung kann durch in den Scherbändern auftretende dynamische Rekristallisation verstärkt werden [MAT82]. Innerhalb des Scherbands kann es zu einer Rotation von Korngrenzsegmenten um bis zu  $30^\circ$  kommen und eine ultrafeinkörnige oder nanokristalline gleichachsige Mikrostruktur erzeugt werden. Zur Unterscheidung dieses Prozesses von der auf Korngrenzmigration beruhenden dynamischen Rekristallisation wird dieser Prozess auch als dynamische Rotationsrekristallisation bezeichnet [MEY03, LIN07]. Teilweise wird dynamische Rekristallisation auch als Ursache anstatt als Folge der Scherbandbildung diskutiert [RIT08].

Da ultrafeinkörnige Werkstoffe meist ein geringes Verfestigungsvermögen zeigen, tritt bei ihnen Scherbandbildung bereits bei niedrigen Dehnraten auf. Insbesondere krz Metalle, die im ultrafeinkörnigen und nanokristallinen Zustand zusätzlich zum geringen Verfestigungsvermögen eine stark reduzierte Dehnratenempfindlichkeit aufweisen (siehe Abschnitt 2.3.4), zeigen eine ausgeprägte Neigung zur Scherbandbildung [ZEH09].

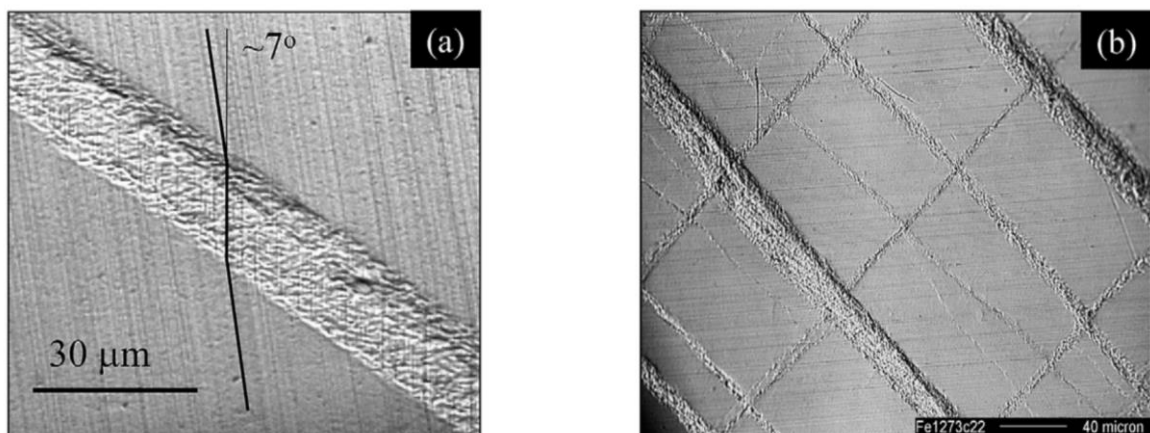


Abbildung 12: Entstehung und Entwicklung von Scherbändern bei der Stauchung von Eisen mit einer Korngröße von 268 nm zu Dehnungen von 0,3% (a) und 7,8% (b) [JIA03]

In Eisen mit Korngrößen von über  $1\ \mu\text{m}$  wurde bei Stauchung mit einer Dehnraten von  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  bei Raumtemperatur homogene plastische Verformung bis zu einer Dehnung von mindestens 15% gefunden. Im Gegensatz dazu wird bei Korngrößen zwischen 80 nm und 300 nm nahezu die gesamte plastische Verformung von Scherbändern getragen (Abbildung 12) [WEI02, JIA03]. Diese Scherbänder weisen jedoch im Gegensatz zu den in Werkstoffen mit konventionellen Korngrößen gefundenen keine gleichachsige, sondern eine gestreckte Mikrostruktur auf, die sich klar von der

---

gleichachsigen Mikrostruktur außerhalb der Scherbänder abhebt (siehe Abbildung 13). Außerdem weist die Mikrostruktur der Scherbänder eine hohe Versetzungsdichte als Anzeichen einer versetzungsgetragenen Verformung statt dynamischer Rekristallisationsprozesse auf. Es handelt sich bei diesen Scherbändern also nicht um adiabatische Scherbänder, die Entfestigung des Materials ist geometrisch und nicht thermisch bedingt. Wei et al. [WEI02] vermuten, dass aufgrund der geringen Korngröße die Rotation von Körnern möglich ist, sodass kooperatives Gleiten mehrerer Körner stattfinden kann, welches zu einer lokalen Entfestigung und somit zur Verstärkung der Verformungslokalisierung führt.

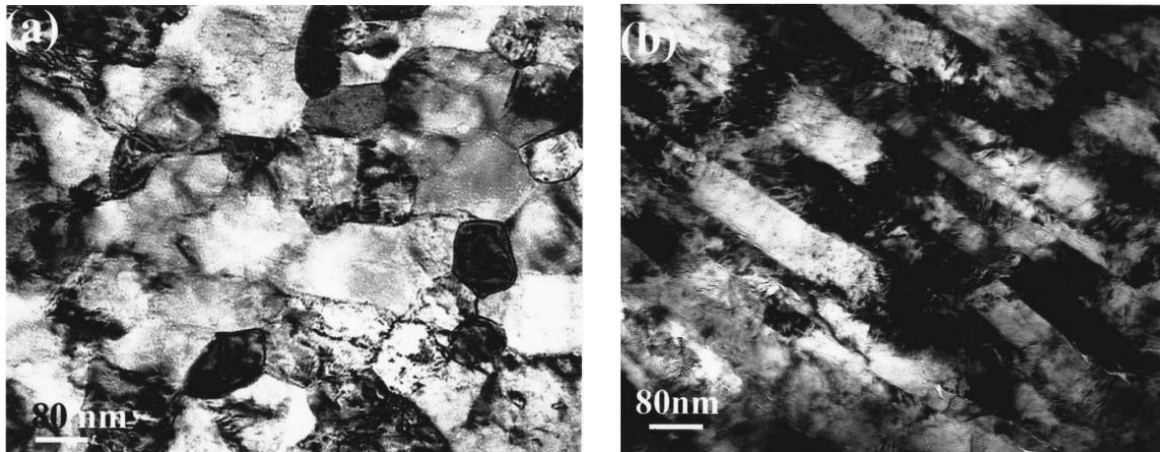


Abbildung 13: Hellfeld-TEM Aufnahmen des gleichachsigen Gefüges außerhalb (a) sowie des gestreckten Gefüges innerhalb eines Scherbands (b) in nc Eisen nach [WEI02]

Bei hohen Dehnraten in der Größenordnung von  $10^3 \text{s}^{-1}$  werden jedoch auch in UFG Werkstoffen adiabatische Scherbänder gefunden [WEI04a]. Diese treten im Vergleich zu grobkörnigen Werkstoffen aufgrund des reduzierten Verfestigungsvermögens von UFG Werkstoffen in diesen früher auf [YUA12].

## Korngrenzmigration

Korngrenzmigration bezeichnet einen Prozess, bei dem sich die Korngrenze unter einer äußeren Spannung in ihre Normalenrichtung bewegt. Analog zur Korngrenzmigration während Wärmebehandlungen wächst ein Korn in sein Nachbarkorn hinein. Dieses Phänomen wurde bei Kleinwinkelkorngrenzen bereits in den 50er Jahren beobachtet [BAI54, LI53]. Für Großwinkel-Kippkorngrenzen wurde es in Aluminium-Bikristallen bei erhöhten Temperaturen unter in ihre Normalenrichtung angelegter Scherdehnung von Winning et al. 2002 experimentell nachgewiesen [WIN02]. Außerdem suggerieren EBSD-Messungen an in die Sättigung HPT-umgeformten und danach kaltgewalzten Kupfer-Proben, dass dieser Mechanismus für die Entstehung einer Sättigungskorngröße im HPT-Prozess verantwortlich ist [REN14]. Die Migration wird auf die Bewegung von Korngrenzversetzungen, aus denen die Korngrenze besteht, zurückgeführt.

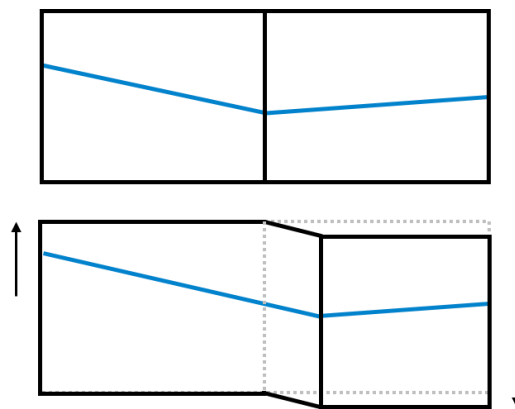


Abbildung 14: Schema Korngrenzmigration mit gekoppelter Translation parallel zur Korngrenze; die Ausgangskonfiguration der Korngrenzen (oben) ist im Zustand nach der Belastung (unten) gestrichelt eingezeichnet (blaue Linien markieren die Lage einer Ebenenspur in den Kristalliten)

Unter externer Last wurde sowohl theoretisch als auch experimentell nachgewiesen, dass die Korngrenzmigration in Normalenrichtung an eine Translation parallel zur Korngrenze gekoppelt ist [CAH04]. Diese Kopplung führt dazu, dass auch eine parallel zur Korngrenze angelegte Schubspannung eine Migration der Korngrenze in Normalenrichtung verursacht [SUZ05]. Dies ist schematisch in Abbildung 14 dargestellt, wobei die blauen Linien hier und den folgenden Bildern die Lage einer Ebenenspur in den Kristalliten markieren. Das Verhältnis von Migrationsgeschwindigkeit in Normalenrichtung  $v_{\perp}$  und der Translationsgeschwindigkeit parallel zur Korngrenze  $v_{\parallel}$  wird hierbei durch den Kopplungsfaktor  $\beta$  beschrieben [CAH06a]:

$$v_{\parallel} = \beta v_{\perp}$$

Gleichung 2.5

Molodov et al. zeigten, dass sich Klein- und Großwinkelkippkorngrenzen in Aluminium-Bikristallen bei erhöhten Temperaturen unter Zugspannung in 45° unter Auftreten von Translation parallel zu ihrer Ebene in ihre Normalenrichtung bewegen [MOL07, MOL11]. Dieses Verhalten wird mit der Bewegung von Stufenversetzungen, aus denen die Korngrenze besteht, erklärt (siehe Abbildung 15). Der Kopplungsfaktor  $\beta$  wird vom Versetzungsgehalt der Korngrenze bestimmt.

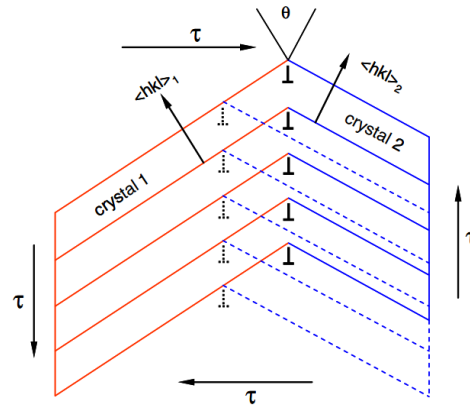


Abbildung 15: Bewegung einer Korngrenze unter angelegter Scherspannung [MOL07]

Der Versetzungsgehalt einer Kleinwinkelkorngrenze mit einer Misorientierung  $\theta$  kann mittels unten stehender Gleichung bestimmt werden, die einen Zusammenhang zwischen dem Abstand  $D'$  zweier Versetzungen innerhalb der Kleinwinkelkorngrenze und ihrer Misorientierung  $\theta$  herstellt [LEJ10]:

$$\sin\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{b}{2D'} \quad \text{Gleichung 2.6}$$

Während die Versetzungsstruktur von Kleinwinkelkorngrenzen auch mittels bildgebender Verfahren bestimmt werden kann, kann der „effektive“ Versetzungsgehalt einer Großwinkelkorngrenze nur kontinuumsmechanisch mittels der Frank-Bilby-Gleichung bestimmt werden. Diese Gleichung bestimmt eine Burgers-Vektor-Dichte mittels eines Frank-Umlaufs [PRI13]:

$$B = (R_1^{-1} - R_2^{-1}) \cdot p \quad \text{Gleichung 2.7}$$

$B$  bezeichnet den Gesamt-Burgers-Vektor aller Versetzungen in der Korngrenze, die vom Vektor  $p$  bekreuzt werden.  $R_1$  und  $R_2$  bezeichnen die Rotationen der Körner 1 und 2 relativ zum Koordinatensystem. Der Vektor  $p$  ist ein beliebiger Vektor in der Mikrostruktur. Diese Gleichung erlaubt mehrere Lösungen, u.a. wenn Rotationssymmetrien der Gitterstruktur mehrere Werte von  $R_1$  und  $R_2$  zulassen [CAH06b]. Dies bedeutet, dass einer Korngrenze mit einem Misorientierungswinkel  $\theta$

je nach Kristallsystem verschiedene Versetzungsdichten zugeordnet werden können. Gorkaya et al. konnten für bestimmte Aluminium-Groß- und Kleinwinkelkippkorngrenzen zeigen, dass beide möglichen Lösungen der Frank-Bilby-Gleichung je das Verhalten der Korngrenze mit dem Misorientierungswinkel  $\theta$  und sowie einer äquivalenten Korngrenze mit dem Misorientierungswinkel  $90^\circ - \theta$  beschreiben [GOR09].

## Korngrenzgleiten

Der Begriff des Korngrenzgleitens wird in verschiedenen Kontexten verwendet. Meistens wird er phänomenologisch für Prozesse verwendet, bei denen es zu einer „Ableitung“ von Korngrenzen aneinander kommt. In dieser Arbeit wird er als Starrkörperbewegung von Körnern entlang ihrer Korngrenze definiert (Abbildung 16). Es kommt zu keiner Bewegung der Korngrenze in ihre Normalenrichtung.

In konventionellen grobkörnigen Werkstoffen tritt Korngrenzgleiten erst ab Temperaturen von  $0,5 T_m$  oder höher auf [SER07]. So wurde es beispielsweise in Aluminium-Bikristallen bei erhöhten Temperaturen im Zugversuch Korngrenzgleiten an einer Korngrenze beobachtet, die unter  $45^\circ$  zur Zugrichtung lag [GOR09].

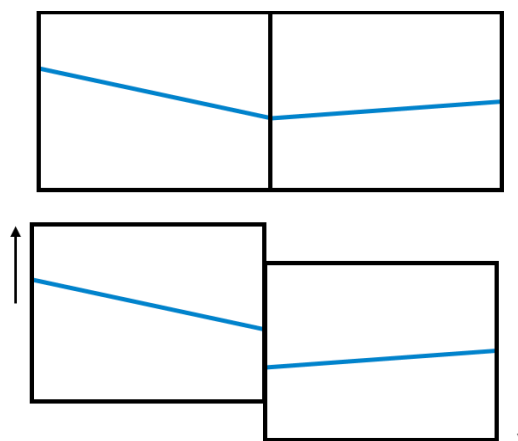


Abbildung 16: Schematische Darstellung von Korngrenzgleiten nach [CAH04]; die blauen Linien markieren sowohl in der Ausgangskonfiguration (oben) als auch im verformten Zustand (unten) die Lage einer Ebenenspur in den Kristalliten

In UFG Gefügen hingegen wurde Korngrenzgleiten bereits bei Raumtemperatur beobachtet. Beispielsweise wurde es in ECAP-prozessiertem Aluminium anhand des Verformungsbilds um Härteeindrücke [CHI06] sowie anhand von Verformungsreliefs im Zugversuch nachgewiesen [SAB08]. Mittels Rasterkraftmikroskop-Aufnahmen konnte Korngrenzgleiten auch in mittels ECAP erzeugten ultrafeinkörnigem Kupfer bei Raumtemperatur unter Zugbelastung gezeigt werden [VIN01]. Im Gegensatz dazu zeigte ein in eine Nickel-HPT-Probe eingebrachtes und in der Sättigung weiterverformtes FIB-Gitter keinerlei Anzeichen für Korngrenzgleiten [HAF07].

Für Korngrenzgleiten werden in der Literatur verschiedene Mechanismen vorgestellt. Am häufigsten werden die Bewegungen von Korngrenzversetzungen sowie diffusionsgetriebene Prozesse diskutiert.

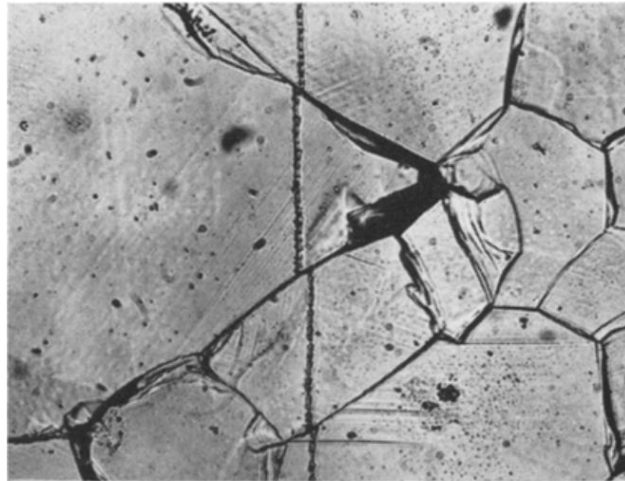


Abbildung 17: Korngrenzgleiten während Kriechens einer Aluminiumlegierung bei 2,5% Dehnung erkennbar anhand eines eingeritzten Markers senkrecht zur horizontalen Belastungsachse [BEL67]

Da das Abgleiten von Korngrenzen aneinander zuerst in Kriechexperimenten beobachtet wurde [BEL67] (siehe Abbildung 17), liegt die Vermutung nahe, dass das bei plastischer Verformung von UFG und nc Werkstoffen auftretende Korngrenzgleiten auf einem ähnlichen Mechanismus beruht.

Chokshi et al. postulierten 1989, dass der Mechanismus des Coble-Kriechens eine tragende Rolle bei der plastischen Verformung von nc Materialien bei Raumtemperatur spielt [CHO89]. Coble-Kriechen beruht auf dem spannungsinduzierten Transport von Leerstellen entlang von Korngrenzen aus Zugspannungsbereichen in Druckspannungsbereiche. Die Kriechrate für Coble-Kriechen lässt sich wie folgt bestimmen [COB63]:

$$\dot{\epsilon}_{Coble} = 150 \frac{\Omega \delta}{\pi k T} \frac{D_{GB} \sigma}{d^3} \quad \text{Gleichung 2.8}$$

Hierbei bezeichnet  $\Omega$  das atomare Volumen,  $\delta$  die Korngrenzdicke,  $D_{GB}$  den Korngrenzdifusionskoeffizienten und  $d$  die Korngröße. Im Bereich nanokristalliner Materialien kann aufgrund des hohen Anteils von Korngrenzen Coble-Kriechen basiertes Korngrenzgleiten bereits bei Raumtemperatur eine Rolle spielen [CHO89].

Neben korngrenzbasiertem Kriechen können Kriechprozesse auch entlang von Tripel“punkts“linien ablaufen. Auch ihr Anteil ist in UFG und nc Werkstoffen sehr viel höher als in CG Werkstoffen. Für die Tripelpunktskriechrate  $\dot{\epsilon}_{TP}$  gilt [FED02]:

$$\dot{\epsilon}_{TP} = 20 \frac{\Omega w l \sigma D_{TP}}{kT d^4} \quad \text{Gleichung 2.9}$$

$w$  bezeichnet den Tripelpunktdurchmesser,  $D_{TP}$  den Diffusionskoeffizienten für Tripelpunktdiffusion,  $l$  bezeichnet die Länge des Korngrenzversetzungsaufstaus in der Nähe des Tripelpunktes. Aufgrund des höheren Defektvolumens ist der Tripelpunktdiffusionskoeffizient  $D_{TP}$  mehrere Größenordnungen größer als der Korngrenzdifusionskoeffizient [KOC07a], experimentelle Werte sind jedoch schwer zugänglich und daher nur für wenige Systeme bekannt. Für das System Al-Zn wurde gezeigt, dass dieser drei Größenordnungen größer ist als der Diffusionskoeffizient für Korngrenzdifusion [BOK01].

Korngrenzversetzunggetriebenes Korngrenzgleiten beruht auf der Bewegung von Korngrenzversetzungen, deren Burgers-Vektor parallel zur Korngrenzebene liegt. Ihre Burgers-Vektoren sind von geringerer Länge als die von Gitterversetzungen und liegen häufig in der Größenordnung von einem Fünftel bis einem Drittel des Gitterparameters [KOC07a]. Eine weitere Beschreibungsart dieser Art des Korngrenzgleitens ist das Auftreten von atomaren Scherevents in der Korngrenze [CON00, CON02]. Diese Events können auch als Bewegung von Korngrenzversetzungen aufgefasst werden, deren Versetzungskern je nach Charakter der Scherevents unterschiedlich stark delokalisiert ist. Conrad [CON07, CON05] postuliert, dass die Bewegung dieser Korngrenzversetzungen durch den Aufstau von Gitterversetzungen an der entsprechenden Korngrenze unterstützt werden kann (siehe Abbildung 18), wenn die Korngröße noch signifikante Bewegungen von Gitterversetzungen erlaubt.

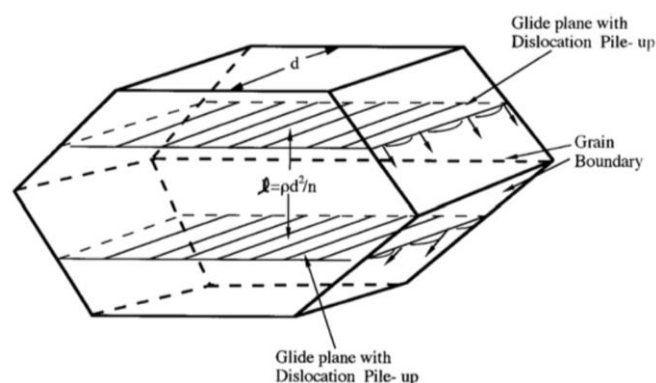


Abbildung 18: Schematische Darstellung von durch Versetzungsaufstau unterstützter Korngrenzscherung [CON07]

Während der Aufstau von Gitterversetzungen die Bewegung von Korngrenzversetzungen vereinfachen kann, behindern Tripelpunkte Korngrenzversetzungen bei ihrer Migration und haben daher einen erheblichen Einfluss auf das Verformungsverhalten des Materials [GUT04b]. Analog zum Aufstau von Gitterversetzungen an Korngrenzen stauen sich Korngrenzversetzungen an Tripelpunkten auf und erzeugen eine Spannung auf die dem Tripelpunkt nächste Versetzung. Zum Abbau dieser Spannungen kann die dem Tripelpunkt nächste Versetzung in zwei Versetzungen aufspalten. Auch die Transformation in eine Gitterpartialversetzung oder die Entstehung einer Gitterversetzung aus mehreren kombinierten Korngrenzversetzungen sind möglich (siehe Abbildung 19), aber nur in wenigen bestimmten Fällen energetisch günstig [FED03]. Ob die Aufspaltung der Korngrenzversetzung ein energetisch günstiger Prozess ist, ist besonders im Fall der Entstehung zweier mobiler Versetzungen, deren Burgers-Vektoren parallel zum jeweiligen Korngrenzsegment stehen, kaum von der Länge des Versetzungsaufstaus abhängig, sondern wird maßgeblich vom Winkel  $\alpha$  (siehe Abbildung 19) beeinflusst. Je kleiner der Winkel ist, desto geringer ist die Energiebarriere, die die Versetzungen überwinden müssen. Im Fall der Aufspaltung in zwei mobile Korngrenzversetzungen geht der Prozess beispielsweise ab einem Winkel von  $\alpha = 96^\circ$  von einem energetisch günstigen in einen energetisch ungünstigen Prozess über, d.h. ab einem Winkel von  $96^\circ$  müssen die Versetzungen eine Energiebarriere am Tripelpunkt überwinden. Aus diesem Grund unterscheiden Fedorov et al. [FED03] je nach Winkel zwischen „harten“ und „weichen“ Tripelpunkten. An „weichen“ Tripelpunkten, die stark vom Gleichgewichtszustand von  $120^\circ$  abweichen und sehr viel geringere Winkel aufweisen, findet Korngrenzgleiten statt. An „harten“, nahe am Gleichgewichtszustand befindlichen Tripelpunkten, ist das Korngrenzgleiten erschwert. Das Verhältnis von weichen zu harten Tripelpunkten ist daher ein Maß für den Beitrag von Korngrenzgleiten zur plastischen Verformung von feinkörnigen Werkstoffen.

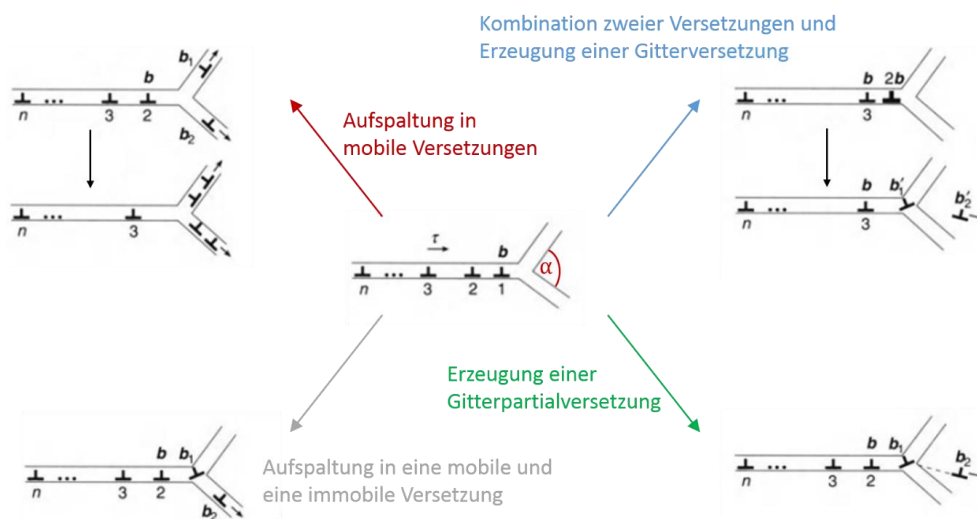


Abbildung 19: Transformation eines Korngrenzversetzungsaufstaus an Tripelpunkten nach [FED03]



---

In der Literatur finden sich sowohl Hinweise für kornrenzversetzungsgetragenes als auch für diffusionsgetragenes Kornrenzgleiten. Nach Gutkin et al. [GUT04a] finden beide Prozesse statt und es hängt von der vorliegenden Mikrostruktur ab, welcher Mechanismus überwiegt. UFG oder nc Werkstoffe, die mithilfe von SPD-Prozessen erzeugt wurden, enthalten eine hohe Anzahl an Kornrenzversetzungen und viele Tripelpunkte, die sich nicht im  $120^\circ$  Gleichgewicht befinden, also in Bezug auf ihre Hinderniswirkung für Kornrenzversetzungen als „weich“ gelten. Hier trägt die Bewegung von Kornrenzversetzungen den überwiegenden Teil des Kornrenzgleitens. Bei wärmebehandelten, nc oder UFG Werkstoffen aus SPD-Verfahren oder durch „bottom up“-Methoden erzeugten Proben befinden sich wenige Versetzungen in den Kornrenzen und die Mehrheit der Tripelpunkte in einem „harten“ Zustand nahe dem Gleichgewichtszustand. Hierdurch ist Kornrenzgleiten erschwert und wird mehrheitlich von diffusionskontrollierten Prozessen getragen [GUT04a].

In der Realität kann jedoch nicht einfach ein Korn an einem anderen abgleiten, da das umgebende Materialvolumen diese Bewegung behindert. Damit Kornrenzgleiten auch innerhalb eines Kornverbundes stattfinden kann, müssen weitere Verformungsprozesse in der Umgebung ablaufen. So müssen sich beispielsweise benachbarte Kornrenzen ausrichten, um Kornrenzgleiten zu ermöglichen [SCH12]. Die hierbei entstehende mesoskopische Scherebene wurde bereits experimentell in nc Palladium nachgewiesen [MAR03]. Diese Ausrichtung sowie weitere nötige Kornrenzbewegungen können wie in Abbildung 20 dargestellt über verschiedene Mechanismen ablaufen. Eine Möglichkeit sind Diffusionsprozesse (Abbildung 20c), wobei beim Kornrenzgleiten entlang der Kornrenzen kleinerer Körner weniger Diffusionsumordnung von Atomen notwendig ist als bei größeren [HAH97]. Dies ist ein weiterer Grund für das verstärkte Auftreten von Kornrenzgleiten in UFG und nc Werkstoffen. Weitere Möglichkeiten sind Bewegung oder Erzeugung von Gitterversetzungen, Kornrenzmigrationsprozesse oder auch Kornrotationen.

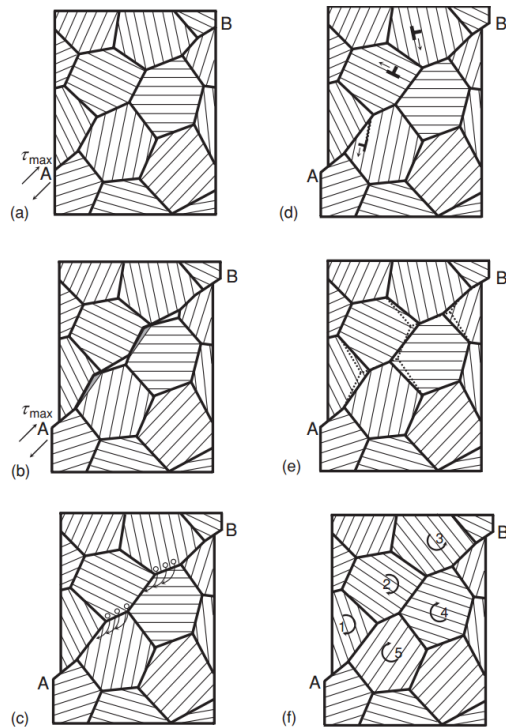


Abbildung 20: Akkomodierungsprozesse für Kornrenzgleiten: Ausgangszustand (a), nicht akkomodiertes Kornrenzgleiten führt zu Überlappungen von Körnern sowie zu Hohlräumen (b), Akkomodierung über Diffusion (c), Akkomodierung über Gitterversetzungen (d), Akkomodierung über Kornrenzmigration (e), Akkomodierung über Kornrotation (f) [KOC07b]

## Kornrotation

Der Begriff Kornrotation beschreibt ein Phänomen, bei dem Verformung dazu führt, dass sich die Orientierung eines gesamten Kornes in Relation zu seinen Nachbarn verändert. Dieser Prozess wurde bereits mittels TEM an nc Nickel sowie nc Platin vor und nach einer Zugbelastung nachgewiesen [WAN14, SHA04].

Ein in der Literatur vorgeschlagener Mechanismus für Kornrotation als Verformungsmechanismus beruht auf Aufspaltungsprozessen von durch Kornrenzgleiten aufgestauten Kornrenzversetzungen an einem Tripelpunkt [GUT03]. Bei den in Abbildung 19 dargestellten Aufspaltungsmöglichkeiten von Kornrenzversetzungen an einem Tripelpunkt wurde ausschließlich zwischen gleitenden Kornrenzversetzungen mit Burgers-Vektor parallel zu Korngrenze sowie immobilisierenden Versetzungen unterschieden. In dieser Unterscheidung wird jedoch die Fähigkeit der Versetzungen, sich mithilfe von Kletterprozessen fortzubewegen, vernachlässigt. Ein Aufstau von Kornrenzversetzungen am Tripelpunkt 0 kann (wie in Abbildung 21 dargestellt) zur Aufspaltung der dem Tripelpunkt nächsten Versetzung in zwei Kornrenzversetzungen, deren Burgers-Vektor nicht parallel zur entsprechenden Korngrenze liegt, führen. Diese können mithilfe von Kletterprozessen entlang ihrer Korngrenzen migrieren (Abbildung 21c).

Läuft dieser Prozess mehrfach hintereinander an Tripelpunkten ab, entstehen Wände von Versetzungen, die entlang Korngrenzen klettern und dabei eine Rotation des Kristallgitters hervorrufen (Abbildung 21d). Wenn die Wände aus Korngrenzversetzungen durch weitere Kletterprozesse den Tripelpunkt  $O'$  erreichen, können sie zu Versetzungen mit Burgers-Vektor parallel zur Korngrenze rekombinieren und sich gleitend weiterbewegen. Kornrotation und korngrenzversetzungsbasiertes Korngrenzgleiten sind daher „verwandte“ Verformungsmechanismen.

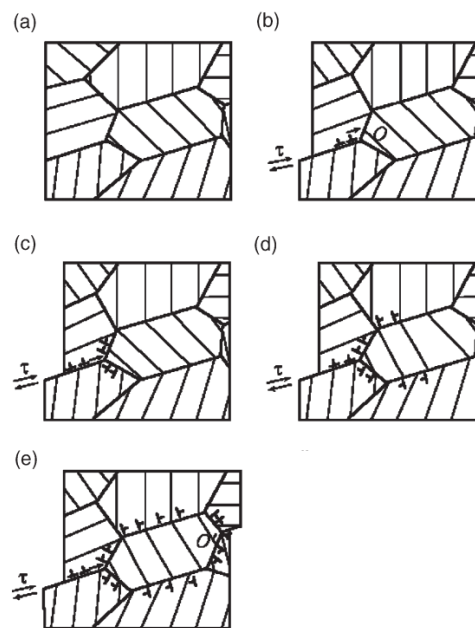


Abbildung 21: Kornrotation durch Bewegung von Korngrenzversetzungen: Ausgangszustand (a), Korngrenzgleiten findet aufgrund der wirkenden Schubspannung mithilfe von Korngrenzversetzungsbewegungen statt (b), gleitende Versetzungen spalten am Tripelpunkt in kletternde Versetzungen auf (c), wiederholte Aufspaltungen führen zur Entstehung von Versetzungswänden, die zu Gitterrotation führen (d), kletternde Versetzungen rekombinieren zu gleitenden Versetzungen an Tripelpunkt  $O'$  [GUT03]

Der Mechanismus der Kornrotation wird häufig nicht über Gruppen von Versetzungen, sondern mithilfe einer anderen Art von Defekten, den Disklinationsdipolen beschrieben [MEY06, OVI02]. Bei Disklinationen handelt es sich wie bei Versetzungen um zweidimensionale Defekte, die jedoch nicht auf translatorischen Verschiebungen, sondern auf Rotationen um ihre Linie beruhen [KLI01]. Ein Disklinationsdipol besteht aus zwei Disklinationen, die eine Gitterrotation zwischen sich einschließen [OVI02]. Die durch mehrfache Aufspaltungsprozesse erzeugten Wände aus Kletterversetzungen können in ihrer Gesamtheit auch als Disklinationsdipol betrachtet werden, da sie zu einer Gitterrotation führen [GUT03]. Daher kann, wie in Abbildung 22 dargestellt, der Übergang von Korngrenzversetzungsgleiten zur Kornrotation auch mithilfe der Entstehung von vier Disklinationsdipolen dargestellt werden. Aus energetischen Gründen kann der Abstand zwischen den beiden Disklinationen, aus denen der Dipol besteht, nicht groß sein. Aus diesem Grund spielt dieser Verformungsmechanismus nur in nanokristallinen Werkstoffen eine Rolle [OVI02].

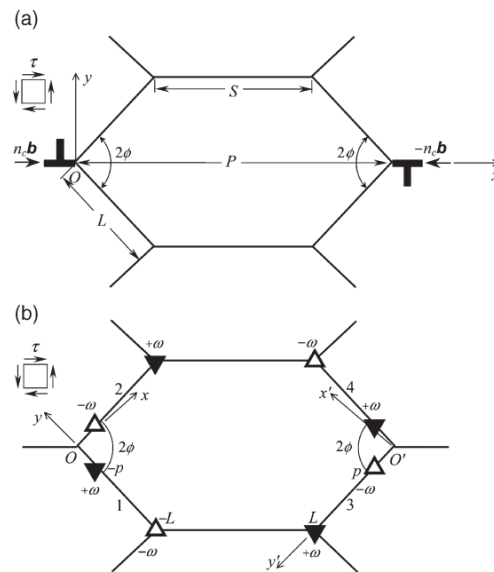


Abbildung 22: Übergang von Korngrenzgleiten zum Rotations-Verformungsmodus (Disklinationen sind durch Dreiecke dargestellt) [GUT03]

Der Kornrotation wird weiterhin eine tragende Rolle bei der Ausbildung von Scherbändern in UFG und nc Werkstoffen zugesprochen. Wie in Abbildung 23 dargestellt führt die auf Kornrotation beruhende Koaleszenz von Körner zur Annihilation von Korngrenzsegmenten und somit zur Ausbildung von größeren, in Scherrichtung gestreckten Körnern. In diesen größeren Körnern ist die Versetzungsbewegung vereinfacht und somit die Festigkeit lokal reduziert. Dies führt zu einer Lokalisation der Verformung und somit zur Bildung von Scherbändern [MEY06].

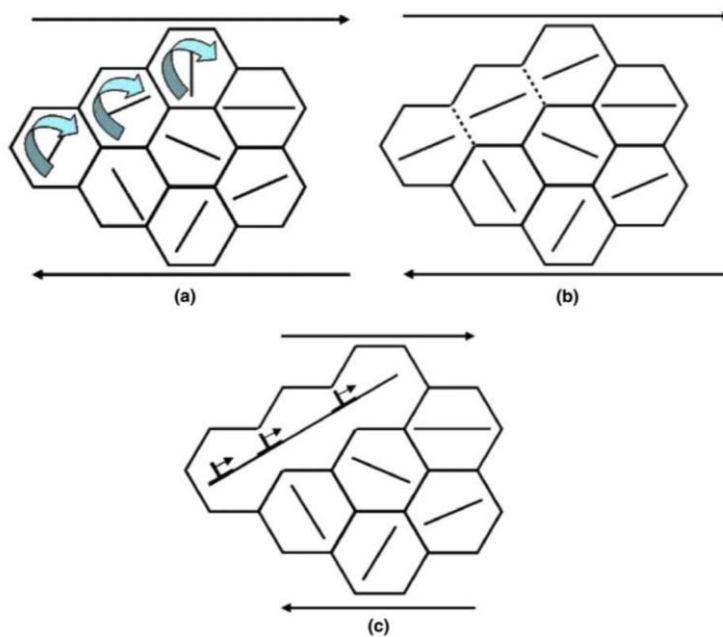


Abbildung 23: Kornrotation als Mechanismus zur Entstehung von Scherbändern in UFG und nc Werkstoffen [MEY06]

### 2.3.2. Festigkeit

Im Bereich konventioneller Korngrößen wird die plastische Verformung von Metallen durch die Bewegung von Gitterversetzungen getragen. Wird ein Gleitsystem eines Korns aktiviert, findet auf der zugehörigen Gleitebene Versetzungsbewegung und –erzeugung statt. Korngrenzen stellen für Versetzungen ein unüberwindbares Hindernis dar, da der Burgers-Vektor der Versetzung ein Translationsvektor des Gitters sein muss, um eine Bewegung dieser zu erlauben, was im Nachbarkorn mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht der Fall ist [GOT07]. Dies führt zu einem Aufstau von Versetzungen an der Korngrenze. Da sich die aufgestauten Versetzungen untereinander abstoßen, führen sie zu einer Erhöhung der Spannung an der Aufstauspitze. Die maximale Anzahl von aufstauenden Versetzungen und damit die maximale Spannung an der Aufstauspitze sind von der Gleitlänge der Versetzungen abhängig, welche durch die Korngröße begrenzt wird. Daher steigt die äußere Spannung, die zu einer Spannungskonzentration an der Korngrenze führt, die hoch genug ist, um Versetzungsbewegung im Nachbarkorn zu induzieren, mit sinkender Korngröße [LU93].

Somit führt eine kleinere Korngröße zu einer Erhöhung des Widerstands gegen plastische Verformung, die Streckgrenze steigt [KUM03]. Aus diesem Grund ist die Härtung eines Werkstoffes durch die Verringerung seiner Korngröße möglich, es gilt die sogenannte Hall-Petch-Beziehung [HAL51]:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Gleichung 2.10}$$

Hierbei bezeichnet  $\sigma_0$  die Reibungsspannung des Gitters,  $d$  die Korngröße und  $k_y$  den materialabhängigen Hall-Petch-Koeffizienten. Für IF-Stahl liegt der Hall-Petch-Koeffizient in der Größenordnung von  $100 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$ , für Stähle mit 60ppm Gehalt Kohlenstoff aufgrund von Korngrenzseigerungen bei  $500 - 600 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$  [TAK08].

Als Beispiel für die Härtung durch Kornfeinung sind in Abbildung 24 die technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven einer Aluminiumlegierung sowie eines IF-Stahls für verschiedene Korngrößen dargestellt. Die unterschiedlichen Korngrößen wurden hier über Wärmebehandlungen der ARB umgeformten Werkstoffe eingestellt. Hierbei ist klar zu erkennen, dass die Festigkeit mit sinkender Korngröße steigt, d.h. eine Verringerung der Korngröße von  $2 \mu\text{m}$  um eine Größenordnung auf etwa  $0,2 \mu\text{m}$  führt zu einer Erhöhung der Streckgrenze um einen Faktor 3-4.

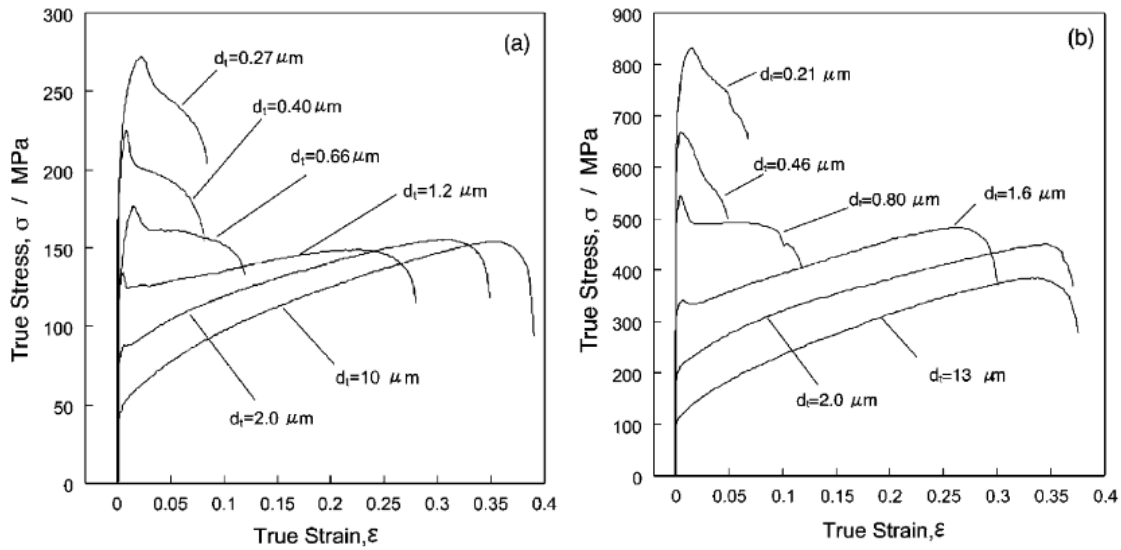


Abbildung 24: Spannungs-Dehnungskurven für verschiedene Korngrößen in 1100-Al (a) und IF-Stahl (b) [TSU02]

Die Hall-Petch-Beziehung von Festigkeit und Korngröße gilt strenggenommen nur für rekristallisierte Werkstoffe, die kaum weitere festigkeitssteigernde Defekte enthalten. Für kaltverfestigte Werkstoffe oder auch über SPD-Verfahren erzeugte UFG Gefüge ist die Hall-Petch-Beziehung in ihrer Grundform aufgrund der nicht vergleichbaren Defektstruktur nicht gültig [VAL97], obwohl viele Autoren auch im UFG Bereich weiterhin über einen linearen Anstieg der Festigkeit über die inverse Wurzel der Korngröße berichten [FUR96, TSU02, SHI02]. Andere Autoren beobachteten einen niedrigeren Hall-Petch-Koeffizient im UFG Bereich im Vergleich zum grobkörnigen Werkstoff [SON06].

Eine von Hansen [HAN04] entwickelte Erweiterung der Hall-Petch-Beziehung erlaubt die Berücksichtigung von in LAGBs gespeicherter Versetzungsdichte und kann daher auch auf kaltverfestigte Gefüge angewandt werden:

$$\sigma_f = \sigma_0 + M\alpha G\sqrt{1,5bS_V\theta_{LAGB}(1-g)} + k_1\sqrt{\frac{S_V}{2}g} \quad \text{Gleichung 2.11}$$

Hierbei bezeichnet  $M$  den Taylor-Faktor,  $\alpha$  eine Konstante,  $G$  den Schubmodul,  $b$  den Burgers-Vektor,  $S_V$  die Korngrenzflächendichte bestehend aus Groß- und Kleinwinkelkorngrenzen,  $\theta_{LAGB}$  dem mittleren Misorientierungswinkel der LAGBs und  $g$  den Anteil der Großwinkelkorngrenzen.

Die experimentell gefundene Festigkeit weicht im Bereich ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe häufig stark von den Vorhersagen der Hall-Petch-Beziehung ab. Neben der Verringerung des Hall-Petch-Koeffizienten im UFG Bereich findet sich im nanokristallinen Bereich ein negativer Hall-Petch-Koeffizient (siehe Abbildung 25). Der Werkstoff verliert in diesem Bereich also mit sinkender Korngröße an Festigkeit, man spricht auch vom „inversen Hall-Petch-Effekt“ [PAD07, CHO89]. Diese Abweichung vom klassischen Hall-Petch-Verhalten ergibt sich aus der Änderung des dominanten Verformungsmechanismus im Material [GUT01]. Während im grobkörnigen Bereich die Bewegung von Gitterversetzungen plastizitätstragend ist und damit ihr Aufstauen an Korngrenzen festigkeitsbestimmend, kann in sehr feinkörnigen Werkstoffen aufgrund der sehr geringen Korndimensionen nahezu kein Versetzungsaufstau und damit kaum Versetzungserzeugung in Nachbarkörnern stattfinden [KUM03],[MEY06]. Somit spielen im ultrafeinkörnigen und nanokristallinen Bereich weitere Verformungsmechanismen wie Korngrenzgleiten und Kornrotation, (siehe Abschnitt 2.3.1) eine tragende Rolle.

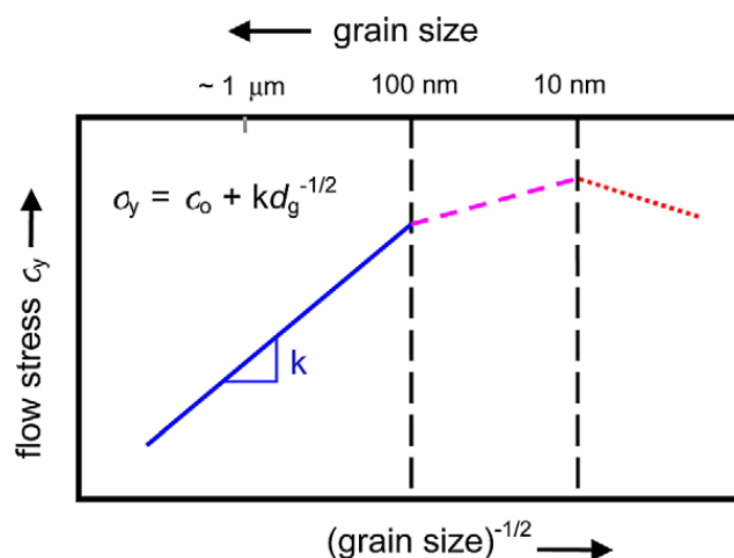


Abbildung 25: Schematische Darstellung der Änderung der Fließspannung über der Korngröße [KUM03]

Aus diesem Grund wird die Abhängigkeit der Fließspannung von der Korngröße in drei Bereiche eingeteilt: Im klassischen Regime I ist Versetzungsaufstau der festigkeitsbestimmende Mechanismus, während in Bereich III Korngrenzprozesse wie Korngrenzgleiten dominieren. Bereich II stellt den Übergangsbereich dar, in dem beide Mechanismen eine Rolle spielen [MEY06].

---

Häufig wird die inverse Hall-Petch-Beziehung mithilfe eines Phasen-Mischungsmodells beschrieben. Hierbei werden die Korngrenze und das Korninnere als zwei verschiedene Phasen mit verschiedenen Eigenschaften und somit der Werkstoff als Komposit aufgefasst, dessen Eigenschaften vom Verhältnis der beiden Phasen abhängt [KIM01a, MEY06]. Je feinkörniger der Werkstoff, desto höher ist der Anteil von Korngrenzphase, desto dominanter werden die korngrenzgetragenen Verformungsmechanismen.

Bei Dominanz von Coble-Kriechen basierenden Korngrenzgleiten als Verformungsmechanismus wird nach Gleichung 2.8 eine Abhängigkeit der Fließspannung von der Korngröße von  $\tau \sim d^3$  erwartet [MAS98]. Für Kupfer und Palladium wurde jedoch experimentell eine Abhängigkeit von der Fließgrenze von der Korngröße in Bereich III von  $\tau \sim -d^{0,5}$  gefunden [CHO89]. Dies liegt darin begründet, dass die Korngröße eines Werkstoffes einer Streuung unterliegt. Berücksichtigt man die als Normalverteilung angenommene Korngrößenverteilung und interpretiert man die Streckgrenze nach dem Phasen-Mischungsmodell als gewichtetes Mittel aus dem Verhalten aller Körner, ergibt sich der experimentell erhaltene Zusammenhang von  $\tau \sim -d^{0,5}$ . Häufig werden jedoch neben Gitterversetzungsgleiten und Coble-Kriechen auch noch weitere Mechanismen wie Tripelpunktskriechprozesse [FED02] oder Volumendiffusion [MAS98] in Modelle zur Beschreibung der Abhängigkeit der Streckgrenze von der Korngröße einbezogen.

### 2.3.3. Duktilität

Die vergleichsweise hohe Festigkeit von ultrafeinkörnigen Werkstoffen ist nicht ihre einzige für potenzielle Anwendungen interessante Eigenschaft. Ihre Festigkeit beruht auf dem einzigen Verfestigungsmechanismus, bei dem mit der Erhöhung der Festigkeit keine Verringerung der Duktilität verbunden ist, sondern diese teilweise sogar erhöht wird [RÖS08]. Somit versprechen UFG Werkstoffe eine einzigartige Kombination von hoher Festigkeit und hoher Duktilität. Dies ist in Abbildung 26 gut zu erkennen, in der die Streckgrenze sowie die Bruchdehnung von unverformten, kaltgewalzten und ultrafeinkörnigen Metallen dargestellt sind. Kaltwalzen führt hier zu einer Erhöhung der Streckgrenze mit einer einhergehenden Verringerung der Duktilität. Im Gegensatz hierzu zeigen mittels SPD umgeformtes Kupfer und Titan sowohl eine stark erhöhte Festigkeit als auch eine höhere Bruchdehnung als ihre unverformten Entsprechungen [VAL02].



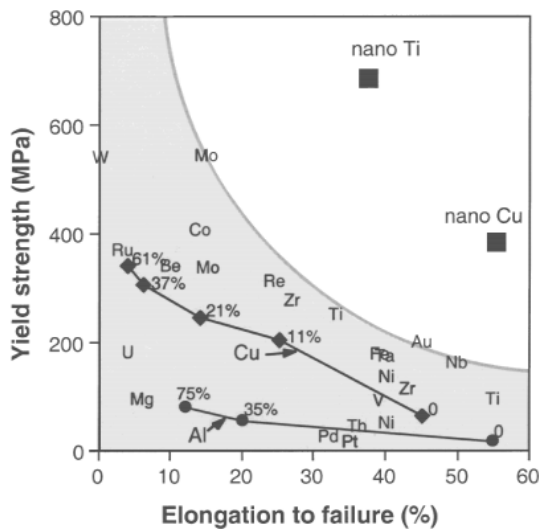


Abbildung 26: Auftragung der Streckgrenze verschiedener Materialien über ihre Bruchdehnung (Prozentzahlen markieren den Abwalzgrad von Al bzw. Cu) [VAL02]

Technologisch relevant ist jedoch meist nicht die Bruchdehnung als Maß für die Duktilität, sondern die Gleichmaßdehnung, bei der die lokalisierte Verformung einsetzt. In den meisten UFG Werkstoffen lokalisiert die Verformung jedoch, wie in Abbildung 27 und in Abbildung 28 rechts zu sehen ist, bereits bei geringen Dehnungen. Grund hierfür ist das geringe Verfestigungsvermögen ultrafeinkörniger Werkstoffe, wodurch das unten stehende Hart-Kriterium [HAR67] für plastische Instabilität schon bei niedrigen Dehnungen erfüllt ist [ZEH09]:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \leq (1 - m)\sigma_f \quad \text{Gleichung 2.12}$$

Hierbei bezeichnet  $m$  die Dehnratenempfindlichkeit des Werkstoffes, und  $\sigma_f$  die Fließspannung, während der Term auf der linken Seite der Ungleichung die Verfestigung des Werkstoffes beschreibt.

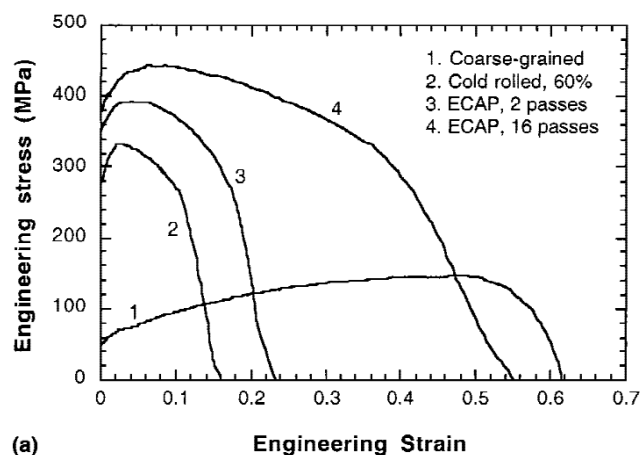


Abbildung 27: Zugversuchskurven von Kupfer in verschiedenen Verformungszuständen bei 22°C [VAL02]

Außerdem beruht ein Teil der in der Literatur gemessenen Erhöhung der Bruchdehnung nicht auf einer realen Erhöhung der wahren Bruchdehnung, sondern auf der Änderung der Probengeometrie. Aufgrund der meist kleinen Volumina der hergestellten Proben aus UFG Werkstoffen wurde häufig die Länge der für den Zugversuch benötigten Proben reduziert, ohne Probenbreite und Dicke im gleichen Maß zu skalieren, was einer „künstlichen“ Erhöhung der Dehnung nach dem Auftreten der Einschnürung führt [ZHA09]. Aus diesem Grund müssen viele Ergebnisse, die eine starke Erhöhung der Duktilität durch Feinkornhärtung berichten, mit Vorsicht betrachtet werden.

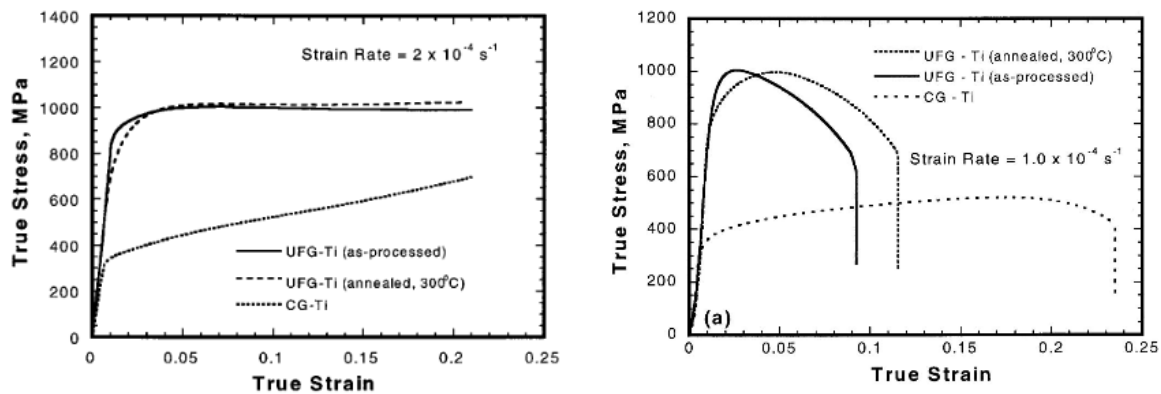


Abbildung 28: Druck- (links) und Zugversuchskurven (rechts) von UFG und CG Titan [JIA01]

### 2.3.4. Dehnratenempfindlichkeit

Die Dehnratenempfindlichkeit des plastischen Verhaltens von Werkstoffen wird durch die die plastische Verformung tragenden Mechanismen bestimmt. In den meisten konventionellen Werkstoffen sind dies versetzungs-basierte Prozesse, von denen einige eine starke Temperaturabhängigkeit zeigen, also thermisch unterstützt werden können. Die Scherdehnrate in thermisch unterstützten Prozessen kann als Arrhenius-Gleichung mit dem Vorfaktor  $\dot{\gamma}_0$  beschrieben werden [WEI07]:

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \cdot e^{-\frac{\Delta G(\tau^*)}{kT}} \quad \text{Gleichung 2.13}$$

Die effektive Scherspannung  $\tau^*$  ergibt sich aus der Differenz der angelegten Scherspannung  $\tau_a$  und den athermischen internen Schubspannungen  $\tau_\mu$ , die von langreichweitigen Hindernissen wie Korngrenzen und Zweitphasen ausgehen:

$$\tau^* = \tau_a - \tau_\mu \quad \text{Gleichung 2.14}$$

Die Aktivierungsenergie  $\Delta G$  setzt sich auch aus zwei Komponenten zusammen:

$$\Delta G = \Delta G_0 - \tau^* \cdot v^* \quad \text{Gleichung 2.15}$$

Hierbei bezeichnet  $\Delta G_0$  die thermische Aktivierungsenergie, die bei Abwesenheit von angelegten äußeren Spannungen aufgebracht werden muss und  $v^*$  das Aktivierungsvolumen, welches durch den dominierenden Verformungsmechanismus bestimmt wird. Eine angelegte äußere Spannung verringert also die für einen thermisch unterstützten Prozess notwendige Aktivierungsenergie in Abhängigkeit des Volumens, auf das sie wirkt. Das Aktivierungsvolumen kann mithilfe von Gleichung 2.13 und Gleichung 2.15 unter der Annahme einer konstanten athermischen Schubspannung wie folgt ausgedrückt werden:

$$v^* = kT \cdot \frac{\partial \ln(\dot{\gamma})}{\partial \tau} = \frac{kT}{\tau} \cdot \frac{\partial \ln(\dot{\gamma})}{\partial \ln(\tau)} \quad \text{Gleichung 2.16}$$

Die Dehnratenempfindlichkeit  $m$  eines Materials wird meist wie folgt definiert [ZEH09, WEI04b]:

$$m = \left\{ \frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \right\}_{\epsilon, T} = \frac{1}{M} \frac{\partial \ln(\tau)}{\partial \ln(\dot{\gamma})} \quad \text{Gleichung 2.17}$$

Mithilfe von Gleichung 2.17 und von  $M \cdot \tau = \sigma$  kann die Dehnratenempfindlichkeit wie folgt ausgedrückt werden:

$$m = M \cdot \frac{kT}{v^* \cdot \sigma} \quad \text{Gleichung 2.18}$$

Ein hohes Aktivierungsvolumen führt also einer geringen Dehnratenempfindlichkeit des Materials, während eine hohe Dehnratenempfindlichkeit auf ein geringes Aktivierungsvolumen des dominierenden Prozesses zurückzuführen ist.

In der Praxis wird die Dehnratenempfindlichkeit von Werkstoffen häufig mithilfe von Nanoindentierungsexperimenten bestimmt. In diesem Fall wird die Dehnratenempfindlichkeit häufig über die Härte  $H$  ausgedrückt [MAI17]:

$$m = \frac{\partial \ln(H)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \quad \text{Gleichung 2.19}$$

Hierbei kann die Proportionalitätskonstante  $C^*$ , die die Korrelation zwischen Härte und Streckgrenze beschreibt, vernachlässigt werden, da für die Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit nur Spannungs- bzw. Härtedifferenzen betrachtet werden.

Für das Aktivierungsvolumen folgt mit der obigen Definition der Dehnratenempfindlichkeit:

$$v^* = M \cdot C^* \cdot kT \cdot \frac{\partial \ln(\dot{\epsilon})}{\partial H} \approx M \cdot C^* \cdot \frac{kT}{m \cdot H} \quad \text{Gleichung 2.20}$$

Bei Raumtemperatur zeigen kubisch raumzentrierte (krz) Metalle mit konventionellen Korngrößen meist eine höhere Dehnratenempfindlichkeit als kubisch flächenzentrierte (kfz) Materialien. Grund hierfür ist die Dissoziation von Schraubenversetzungen auf drei Gleitebenen in krz Metallen [HIR00], während in kfz Gittern sowohl Schrauben- als auch Stufenversetzungen in zwei Partialversetzungen innerhalb einer Gleitebene dissoziieren können. Während die Versetzungen im kfz Gitter aufgrund ihres planaren Versetzungskerns relativ einfach gleiten können, müssen sich Schraubenversetzungen in krz Metallen aufgrund ihres dreidimensionalen Versetzungskerns mittels Kink-Paar-Mechanismus fortbewegen, der eine thermische Aktivierung erfordert [CHE13] und ein Aktivierungsvolumen von etwa  $10b^3$  aufweist [WAN06]. Die verhältnismäßig hohe Peierls-Nabarro-Spannung bzw. Gitterreibung in den weniger dicht gepackten krz Systemen, die bei der Bewegung von Schraubenversetzungen mittels Kink-Paar-Mechanismus überwunden werden muss, führt bei niedrigen homologen Temperaturen zu einer höheren Dehnratenempfindlichkeit von krz Metallen im Vergleich zu kfz Materialien [MAL07, CAH10]. Mit sinkender Korngröße nimmt die Dehnratenempfindlichkeit kubisch raumzentrierter Metalle wie  $\alpha$ -Eisen jedoch stark ab [MAY06], wie in Abbildung 29 zu erkennen ist.

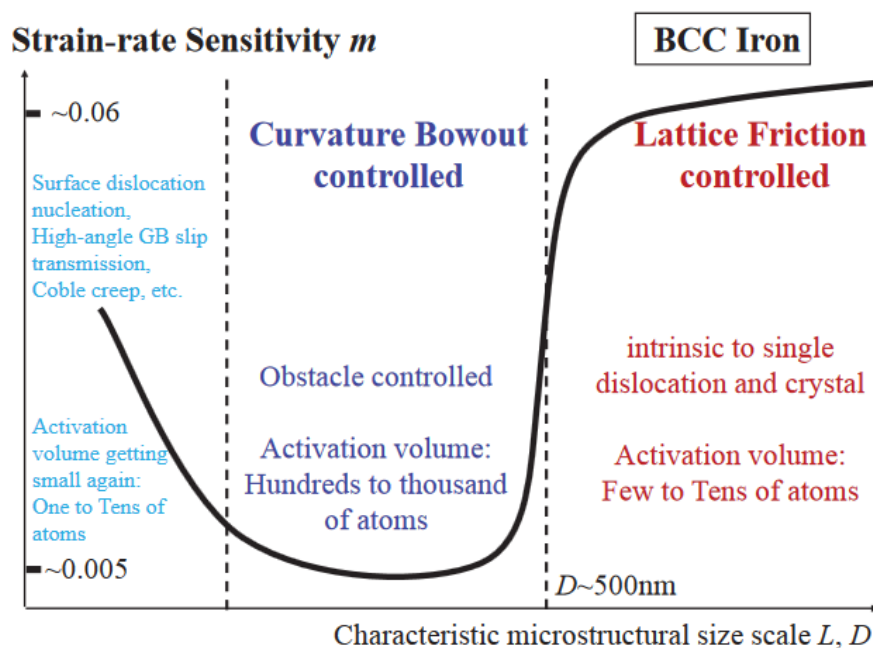


Abbildung 29: Dehnratenempfindlichkeit von Eisen in Abhängigkeit der Korngröße [HUA15]

---

Hier verringert sich der Beitrag des Peierlspotentials zur Fließspannung und die Wechselwirkung von Versetzungen mit Hindernissen spielt eine tragende Rolle. Da diese auf Hinderniswechselwirkungen beruhenden Anteile der Fließspannung meist große Aktivierungsvolumina in der Größenordnung von 100-1000 b<sup>3</sup> besitzen [WAN04b, CON03], zeigen diese eine sehr geringe Dehnratenempfindlichkeit. Im Fall von Eisen konnte gezeigt werden, dass die Dehnratenempfindlichkeit bei einer Korngröße von unter 300 nm vernachlässigbar klein ist [JIA03]. Als weiterer möglicher Grund für die Verringerung der Dehnratenempfindlichkeit mit sinkender Korngröße in krz Metallen wird außerdem die Reduzierung des Anteil von Schraubenversetzungen zugunsten der mobileren Stufenversetzungen mit sinkender Korngröße diskutiert [CHE13].

Bei noch kleineren Korngrößen von weniger als 20-100 nm [HUA15, MAL07], bei denen sich der inverse Hall-Petch-Effekt zeigt, kommt es aufgrund des Wechsels des Verformungsmechanismus weg von der versetzungsbewegungsdominierten Verformung hin zu kornrenzgetragenen Verformung (siehe 2.3.1 und 2.3.2) mit kleineren Aktivierungsvolumina wieder zu einer Erhöhung der Dehnratenempfindlichkeit.

## **2.4. Thermische Stabilität**

Die thermische Stabilität von plastisch verformten metallischen Werkstoffen wird maßgeblich durch die thermodynamischen Prozesse, die in diesen bei erhöhter Temperatur ablaufen, beeinflusst. Die Bezeichnungen für diese Prozesse werden in der Literatur jedoch nicht immer gleichbedeutend verwendet und mit verschiedenen Unterkategorien versehen. Dieses Kapitel gibt daher nicht nur einen Überblick über verschiedene Kornvergrößerungsmechanismen und deren mikrostrukturbasierte Triebkräfte, sondern zeigt auch die verschiedenen Verwendungen der Begriffe auf und definiert ihren Gebrauch in dieser Arbeit.

### **2.4.1. Kornwachstum, Rekristallisation und Erholung**

Meist wird bei Prozessen, die während der Wärmebehandlung von kaltverformten Werkstoffen ablaufen, zwischen Rekristallisation, Erholung und Kornwachstum unterschieden.

Erholung bezeichnet eine teilweise Wiederherstellung der ursprünglichen (unverformten) Mikrostruktur eines verformten Materials durch Umordnung und Annihilation von Versetzungen sowie die Migration von Versetzungsstrukturen wie Subkorn Grenzen (Abbildung 30b). Obwohl es einige Literaturstellen gibt, die trotz Migration von Großwinkelkorn Grenzen von (erweiterter) Erholung sprechen [YU13,

ENG99], wird in dieser Arbeit wie im überwiegenden Teil der Literatur Erholung als Prozess ohne Bewegung von Großwinkelkorngrenzen definiert [SMA07, HUM04]. Im weiteren Sinne bezeichnet der Begriff Rekristallisation Mikrostrukturänderungen unter Wärmeeinfluss, bei denen Großwinkelkorngrenzen migrieren oder erzeugt werden. Der Begriff wird jedoch auch häufig enger gefasst und nur für diskontinuierliche Prozesse verwendet. Bei (diskontinuierlichen) Rekristallisationsprozessen wird zwischen primärer, sekundärer und tertiärer Rekristallisation unterschieden.

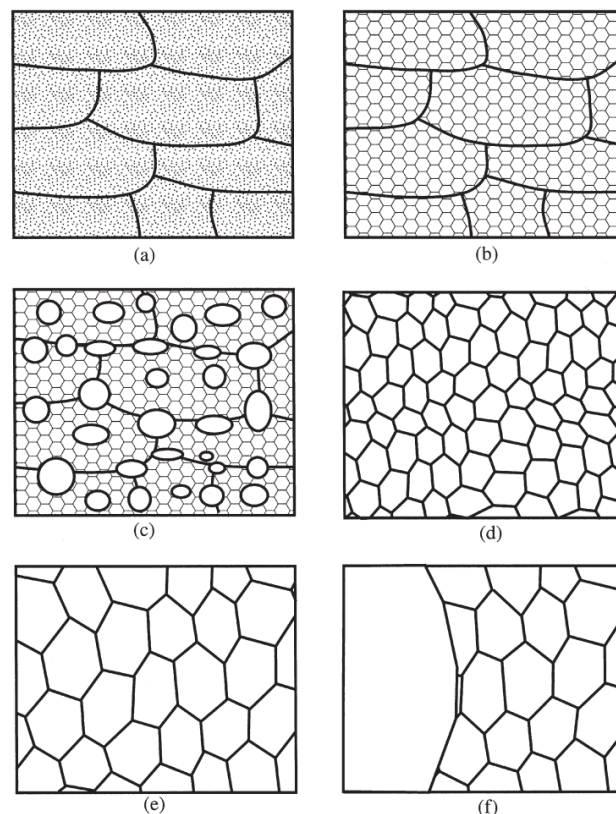


Abbildung 30: Schematische Darstellung der wichtigsten Wärmebehandlungsprozesse in verformten Materialien: verformter Ausgangszustand (a), erholt (b), teilweise rekristallisiert (c), vollständig rekristallisiert (d), normales Kornwachstum (e), anormales Kornwachstum (f) [HUM04]

Bei der primären Rekristallisation kommt es zu einer Bildung von nahezu defektfreien Keimen in einer verformten Mikrostruktur, die dann diskontinuierlich auf Kosten des verformten Gefüges anwachsen (Abbildung 30c) und es letztendlich vollständig aufzehren (Abbildung 30d), sodass eine nahezu verformungsfreie Mikrostruktur entsteht. Nach dem vollständigen Ablauf einer primären Rekristallisation kann weiteres Kornwachstum stattfinden. Wachsen hierbei alle Körner ähnlich schnell, spricht man von normalem Kornwachstum. In einigen Fällen wachsen jedoch einige wenige Körner sehr stark an, während die Mehrheit der Körner kaum wächst oder von den stark wachsenden Körnern aufgezehrt werden, was als sekundäre Rekristallisation oder auch anormales Kornwachstum bezeichnet wird (Abbildung 30e).

Vergroberungsprozesse, die keinen diskontinuierlichen Charakter aufweisen, werden als Kornwachstumsprozesse bezeichnet. Kommt es bei diesen kontinuierlichen Prozessen zu einer Texturänderung, werden diese entweder als kontinuierliche Rekristallisation (wenn der Begriff im weiteren Sinne verwendet wird) oder als selektives Kornwachstum bezeichnet. Da in dieser Arbeit die Verwendung des Begriffs Rekristallisation auf diskontinuierliche Prozesse beschränkt wird, wird dieser Art von Kornvergrößerung im Folgenden selektives Kornwachstum genannt.

#### 2.4.2. Vergrößerungsmechanismen und Triebkräfte

Jede Art von Kornvergrößerung beruht auf der Migration von Korngrenzen. Eine Korngrenze bewegt sich mit einer Geschwindigkeit  $v$ , die von ihrer Mobilität  $M$  sowie der auf sie wirkenden Triebkraft pro Fläche  $P$  abhängt [HUM04]:

$$v = M \cdot P \quad \text{Gleichung 2.21}$$

Bei  $P$  handelt es sich aufgrund der Normierung auf die Korngrenzfläche den Einheiten nach um einen Druck. Da der Begriff Triebdruck, obwohl exakter, in der Literatur nicht gebräuchlich ist, wird hier und im Folgenden der ungenauere, aber geläufigere Begriff Triebkraft für  $P$  verwendet.

Die Mobilität einer Korngrenze ist stark von ihrer Misorientierung abhängig. Wie in Abbildung 31 zu erkennen, ist die Mobilität für Korngrenzen mit hoher Misorientierung (Bereich B,  $\theta > 14-20^\circ$ ) näherungsweise konstant, während Kleinwinkelkorngrenzen eine mit ihrer Misorientierung stark steigende Mobilität aufweisen. Im Bereich A, in dem Korngrenzmisorientierungswinkel von unter  $1^\circ$  vorliegen, ist die Datenlage unsicher.

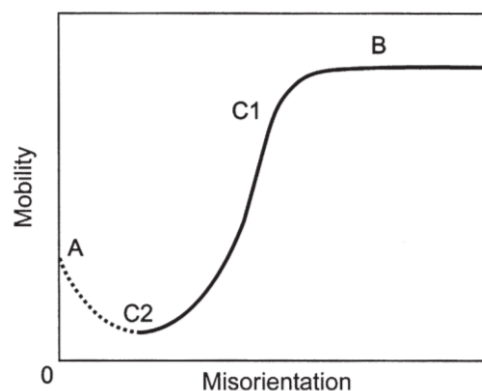


Abbildung 31: Korngrenzmobilität in Abhängigkeit ihrer Misorientierung [HUM04]: Region A:  $\theta < 1^\circ$ , Region B: Mobilität von HAGB unabhängig von  $\theta$ , Region C1&C2: Mobilität erhöht sich stark zwischen  $2-5^\circ$  und  $14-20^\circ$

---

Genauere Werte für die Mobilität von Korngrenzen sind nur mit hohem Aufwand experimentell zugänglich, können aber mithilfe des Korngrenzdifusionskoeffizienten  $D_{GB}$  abgeschätzt werden [MIL96]:

$$M_{GB} = \frac{D_{GB} b^2}{kT} \quad \text{Gleichung 2.22}$$

Während die Mobilität einer Korngrenze nur ihre Migrationsgeschwindigkeit beeinflussen kann, bestimmt die auf sie wirkende Triebkraft neben ihrem Einfluss auf die Migrationsgeschwindigkeit außerdem ihre Migrationsrichtung. Somit sind die im Material vorliegenden Triebkräfte essentiell für das Vergrößerungsverhalten des Materials. In den Mikrostrukturen metallischer Werkstoffe können Triebkräfte verschiedenen Ursprungs vorliegen. Im Folgenden werden die aus Versetzungsdichteunterschieden entstehenden sowie auf Korngrenzkrümmung beruhenden Triebkräfte diskutiert.

### Versetzungsdichteunterschiede als Triebkraft für Kornwachstum

Durch die Verformung eines Werkstoffes wird dessen Versetzungsdichte erhöht, was mit einer Erhöhung der im Werkstoff gespeicherten Energie einhergeht. Die in Versetzungen gespeicherte Energie hängt von der Versetzungsdichte  $\rho$  des Werkstoffes, der Länge seines Burgers-Vektors  $b$  sowie dem Schubmodul  $G$  ab [HUM04]:

$$E_{VS} \approx 0,5\rho G b^2 \quad \text{Gleichung 2.23}$$

Liegen in den an eine Korngrenze angrenzenden Gebieten A und B unterschiedliche Versetzungsdichten vor, wie es zum Beispiel bei einem durch primäre Rekristallisation entstandenen Keim der Fall ist, so kann durch die Migration der Korngrenze in das Gebiet mit höherer Versetzungsdichte die gespeicherte Energie des Gesamtsystems verringert werden. Die Triebkraft pro Fläche  $P$  für diesen Prozess ergibt sich aus dem Unterschied der freien Energien der beiden angrenzenden Gebiete A und B:

$$P_{VS} = \Delta E_{VS} = 0,5\rho_A G b^2 - 0,5\rho_B G b^2 = 0,5\Delta\rho G b^2 \quad \text{Gleichung 2.24}$$

Da diese Triebkraft häufig auf unterschiedliche Dehnungen der einzelnen Körner während der Verformung zurückzuführen ist, spricht man bei diesem Vergrößerungsmechanismus auch von dehnungsinduzierter Korngrenzmigration (Strain Induced Boundary Migration, SIBM).



Im Fall eines Rekristallisationskeims kann eine dieser Triebkraft entgegengesetzte Kraft aus der für die Migration der Korngrenze notwendigen Erhöhung der Korngrenzfläche entstehen. Diese Kraft kann den Migrationsprozess bremsen oder sogar verhindern [BAT97]. Sie wird im Folgenden charakterisiert.

### Korngrenzkrümmung als Triebkraft für Kornwachstum

Eine weitere Triebkraft für Korngrenzmigration ergibt sich aus der in Korngrenzen gespeicherten Energie. Die Reduktion von Korngrenzfläche durch Korngrenzmigration führt zu einer Verringerung der Gesamtenergie des Systems. Daraus ergibt sich das Bestreben einer gekrümmten Korngrenze ihre Krümmung durch Migration zu verringern.

Die Triebkraft  $P_K$  für die Migration einer Korngrenze ergibt sich aus der durch die Migration zu gewinnenden Energie, die von der Grenzflächenspannung  $\gamma'$  der Korngrenze sowie ihrer Krümmung  $\kappa$ , die als Inverse des Krümmungsradius  $R_\kappa$  definiert ist, abhängt:

$$P_K = -\gamma' \kappa = -\gamma' R_\kappa^{-1} \quad \text{Gleichung 2.25}$$

Die Krümmung einer Korngrenze ist häufig topologisch bedingt. Die räumliche Form von Körnern ist stets ein Kompromiss zwischen der notwendigen Raumfüllung und dem Gleichgewicht von Grenzflächenspannungen an Tripel- und Quadrupelpunkten. Da die mathematische Beschreibung dieses Kompromisses in einer dreidimensionalen Mikrostruktur komplex ist und die grundlegenden Konzepte auch in zwei Dimensionen darstellbar sind, werden im Weiteren zweidimensionale Mikrostrukturen diskutiert.

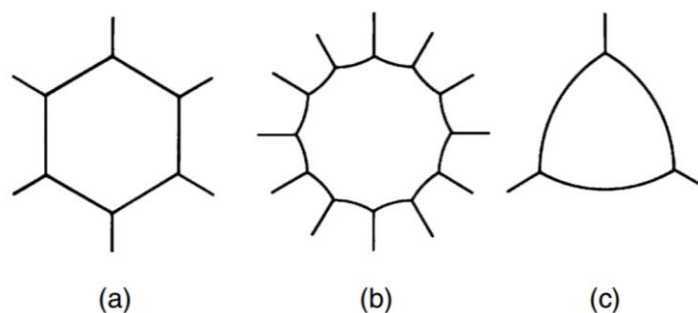


Abbildung 32: Korngrenzkrümmung von regelmäßigen Vielecken bei einem Tripelpunktswinkel von  $120^\circ$  [GOT07]

Aus dem notwendigen Gleichgewicht der wirkenden Oberflächenspannungen an Tripelpunkten ergeben sich die Winkel zwischen den drei angrenzenden Korngrenzen. In einphasigen Materialien sind die Oberflächenspannungen der meisten Korngrenzen ähnlich, wodurch sich drei näherungsweise identische Tripelpunktswinkel von  $120^\circ$

ergeben. Dieser Winkel ist jedoch nur in sechseckigen Körnern ohne Krümmung der Korngrenzen realisierbar (Abbildung 32). Diese „sechseckigen“ Körner weisen in einer Mikrostruktur auch sechs Seiten, sechs Tripelpunkte und sechs Nachbarkörner auf. In dieser Betrachtung sind die Anzahl der Seiten, der Tripelpunkte sowie der Nachbarn eines Korns stets gleich und können als Synonyme verwendet werden. Häufig wird an ihrer Stelle auch der Begriff „topologische Klasse“ verwendet.

Bei Körnern mit mehr als sechs Tripelpunkten weisen die sie umgebenden Korngrenzen eine konkave Krümmung auf, um das Tripelpunktgleichgewicht zu erhalten, während die Korngrenzen bei Körnern mit weniger als sechs Tripelpunkten konvex gekrümmt sind (Abbildung 32).

Die mittlere Korngrenzkrümmung eines Korns mit dem Umfang 1 kann also aus seiner topologischen Klasse, d.h. über die Anzahl seiner Tripelpunkte bestimmt werden. Das Integral über die Krümmung einer beliebigen geschlossenen Kurve, also auch einer Korngrenze, ist stets  $2\pi$ . Allerdings befindet sich ein Teil dieser Krümmung lokalisiert an den Tripelpunkten des Korns und trägt somit nicht zur Krümmung der Korngrenze bei [MAC07]. Unter der Annahme, dass sich alle Tripelpunkte im Gleichgewicht von  $120^\circ \triangleq \frac{2}{3}\pi$  befinden, ergibt sich für die mittlere Korngrenzkrümmung  $\kappa$  eines Korns mit  $n$  Tripelpunkten (d.h. der topologischen Klasse  $n$ ) und einem Umfang von 1:

$$\kappa = 2\pi - n \cdot \frac{2}{3}\pi = -\frac{\pi}{3} \cdot (n - 6) \quad \text{Gleichung 2.26}$$

Für ein Korn mit dem Radius  $R$  (d.h. einem Umfang von  $U \approx 2\pi R$ ) ergibt sich eine mittlere Krümmung von:

$$\kappa = -\frac{\pi}{3} \cdot (n - 6) \cdot \frac{1}{2\pi R} = -\frac{1}{6R} (n - 6) \quad \text{Gleichung 2.27}$$

Hieraus ergibt sich mithilfe von Gleichung 2.25 für die auf Korngrenzkrümmung basierende Triebkraft für Korngrenzmigration:

$$P_K = \frac{1}{6R} \gamma' (n - 6) \quad \text{Gleichung 2.28}$$

Für die Migrationsgeschwindigkeit der Korngrenze  $v$  folgt mit Gleichung 2.21:

$$v = \frac{dr}{dt} = \frac{1}{6R} \gamma' M (n - 6) \quad \text{Gleichung 2.29}$$

Somit hängt die Migrationsgeschwindigkeit einer Korngrenze neben ihrer Mobilität und Grenzflächenspannung sowohl von der topologischen Klasse als auch vom Radius des Kornes ab.

Für die Änderung der Kornfläche  $A = \pi R^2$  eines Korns folgt:

$$\frac{dA}{dt} = \frac{d(\pi \cdot R^2)}{dt} = 2\pi R \frac{dR}{dt} = \frac{\pi}{3} \gamma' M(n - 6) \quad \text{Gleichung 2.30}$$

Gleichung 2.30 wird als „von Neumann-Mullins-Beziehung“ bezeichnet [MUL98] und stellt einen Zusammenhang zwischen der Topologie eines Korns und seiner Wachstumskinetik her [KOC07b], die unabhängig vom Radius des Korns ist. Dieses Modell betrachtet stets ein einzelnes Korn im Verhältnis zur mittleren Mikrostruktur, ohne dessen lokale Umgebung zu berücksichtigen. Dadurch werden einer Korngrenze von den beiden angrenzenden Körnern zwei verschiedene Krümmungen zugeschrieben. Dieser Ansatz setzt somit voraus, dass die lokale Umgebung näherungsweise der mittleren Umgebung entspricht. Nach dem Aboav-Wearie-Gesetz [CHI95], das sich wie die Neumann-Mullins-Beziehung aus topologischen Überlegungen ergibt, ist jedoch die topologische Klasse eines Korns mit der mittleren topologischen Klasse seiner Nachbarn korreliert. Je höher die Anzahl Nachbarn eines Korns ist, desto weniger Nachbarn haben diese Nachbarn im Mittel. Trotzdem zeigen sowohl Simulationsergebnisse [FAN97, KIM06] als auch Messungen an realen Mikrostrukturen [PAL94], dass die Neumann-Mullins-Beziehung die mittlere Wachstumsgeschwindigkeit von Körnern einer topologischen Klasse gut beschreibt. Bei der Betrachtung einzelner Körner ergeben sich jedoch starke Abweichungen von der Neumann-Mullins-Beziehung. Ein Korn mit sieben Tripelpunkten beispielsweise, dessen Nachbarn im Mittel zehn Tripelpunkte aufweisen, wird entgegen den Voraussagen der Neumann-Mullins-Beziehung von im Mittel konvexen Korngrenzen umgeben sein und daher schrumpfen. Mithilfe von Simulationen sowie experimentell an einer Titan-Legierung wurde gezeigt, dass die Wachstumsrate von Körnern, die der gleichen topologischen Klassen angehören wie ihre Nachbarn (und nicht die von Körnern mit 6 Tripelpunkten) gleich null ist [ROW10, WAN11]. Wendet man dies als Stabilitätskriterium an, ergibt sich eine modifizierte Neumann-Mullins-Beziehung für den Flächenzuwachs eines Korns, dessen benachbarte Körner eine mittlere topologische Klasse  $\bar{n}_{NB}$  aufweisen:

$$\frac{dA}{dt} = \frac{\pi}{3} \gamma' M(n - \bar{n}_{NB}) \quad \text{Gleichung 2.31}$$

Die entsprechende Triebkraft ergibt sich analog zu:

$$P_K = \frac{1}{6R} \gamma' (n - \bar{n}_{NB}) \quad \text{Gleichung 2.32}$$

Weiterhin beruht die von Neumann-Mullins-Beziehung auf den Annahmen, dass alle Korngrenzen die gleiche Energie und Mobilität aufweisen, die Mobilität nicht von der

Migrationsgeschwindigkeit abhängt und Tripelpunkte die Migration der Korngrenzen nicht behindern. Sowohl der erste als auch der zweite Punkt können als sinnvolle Näherungen für Polykristalle ohne Vorzugsorientierungen verwendet werden [GOT05]. Für den dritten Punkt muss hingegen die Mobilität der Tripelpunkte höher als die der Korngrenzen sein, damit die Tripelpunkte sich stets in ihrer Gleichgewichtskonfiguration befinden können. Dies ist nicht in allen Mikrostrukturen der Fall. Gottstein et al. entwickelten daher ein Modell, das eine mögliche behindernde Wirkung von Tripelpunkten auf das Kornwachstum aufgrund von niedriger Mobilität miteinbezieht [GOT99, GOT10].

Messungen an Zink- und Aluminium-Trikristallen ergaben einen starken Einfluss der im Verhältnis zur Korngrenzmobilität niedrigeren Tripelpunktmobilität bei niedrigen Temperaturen, während die Tripelpunkte bei hohen Temperaturen eine verhältnismäßig hohe Mobilität und somit keinen Einfluss auf die Korngrenzmigration zeigten [CZU98, PRO01].

Wie ein Korn im Verhältnis zu seiner Umgebung anwächst, d.h. ob es im gleichen Maß wächst wie seine Nachbarn oder erheblich schneller oder langsamer, hängt (unter der Annahme, dass das Vergrößerungsverhalten von der Minimierung von Korngrenzfläche dominiert wird) von der Mobilität seiner Korngrenze sowie deren Grenzflächenspannung im Vergleich zum Rest der Mikrostruktur ab. Das Modell von Humphreys betrachtet eine zelluläre Struktur als Abbild der Korn- und Subkornstruktur einer realen Mikrostruktur. Nach diesem Modell kann die Wachstumsgeschwindigkeit eines Kornes bzw. Subkornes in einer Mikrostruktur mit mittlerer Zellgröße  $\bar{R}$  aus der Mobilität  $M$  seiner Korngrenzen und dem Verhältnis Grenzflächenspannung  $\gamma'$  seiner Korngrenzen zur mittleren Korngrenzflächenspannung  $\bar{\gamma}$  der Mikrostruktur bestimmt werden [HUM97]:

$$\frac{dR}{dt} = M \left( \frac{\bar{\gamma}}{\bar{R}} - \frac{\gamma'}{R} \right) \quad \text{Gleichung 2.33}$$

Mithilfe des Instabilitätskriteriums von Thompson [THO87] für diskontinuierliches Kornwachstum

$$\bar{R} \frac{dR}{dt} - R \frac{d\bar{R}}{dt} > 0 \quad \text{Gleichung 2.34}$$

können die relativen Grenzkorngrößen  $X$ , bei denen der Übergang von diskontinuierlichem zu kontinuierlichem Kornwachstum stattfindet, wie folgt bestimmt werden:

$$X = \frac{R}{\bar{R}} = \frac{2M}{\bar{M}} \pm 2 \sqrt{\left(\frac{M}{\bar{M}}\right)^2 - \left(\frac{M\gamma}{\bar{M}\bar{\gamma}}\right)} \quad \text{Gleichung 2.35}$$

Mithilfe von Gleichung 2.35 kann ein Schaubild für das Wachstumsverhalten eines Kornes in Abhängigkeit von seiner relativen Größe  $\frac{R}{\bar{R}}$  sowie der relativen Mobilität  $\frac{M}{\bar{M}}$  und Grenzflächenspannung  $\frac{\gamma}{\bar{\gamma}}$  seiner Korngrenze erstellt werden (Abbildung 33). Hier lässt sich erkennen, dass insbesondere Körner, die größer als der Mittelwert sind und eine vergleichsweise hohe Mobilität und niedrige Korngrenzenergie aufweisen, zu diskontinuierlichem Wachstum neigen. Die maximale Größe, die dieses Korn im Verhältnis zu seiner Umgebung erreichen kann (d.h. die obere Lösung von Gleichung 2.35) ist umso größer, je höher die relative Mobilität und je niedriger die relative Korngrenzenergie seiner Korngrenze ist. Bei Erreichen dieser Größe wächst das Korn im gleichen Verhältnis wie seine Umgebung weiter an.

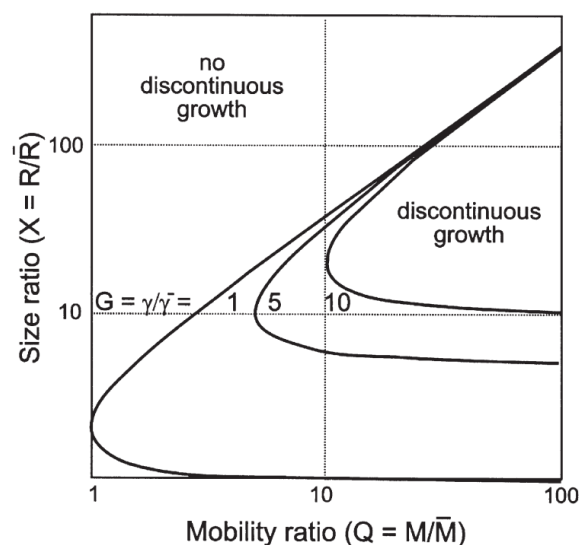


Abbildung 33: Randbedingungen für diskontinuierliches Kornwachstum [HUM04]

Unter der Annahme, dass die Mobilität und Energie von Korngrenzen ausschließlich von ihrer Misorientierung abhängen und für Großwinkelkorngrenzen konstante Werte annehmen, kann abgeschätzt werden, bei welchem Anteil von Großwinkelkorngrenzen es je nach mittlerer Subkornmisorientierung zu diskontinuierlicher bzw. kontinuierlichem Wachstumsverhalten kommt [JAZ04]. In Abbildung 34 wird deutlich, dass das Vergrößerungsverhalten einer Mikrostruktur bei moderater Subkornmisorientierung entscheidend vom Anteil Großwinkelkorngrenzen abhängt und der Übergang von diskontinuierlichem zu kontinuierlichem Wachstum typischerweise bei 60-70% HAGBs liegt. Dies konnte durch experimentelle Untersuchungen von Jazaeri et al. [JAZ04] und Tsuji et al. [TSU04] bestätigt werden.

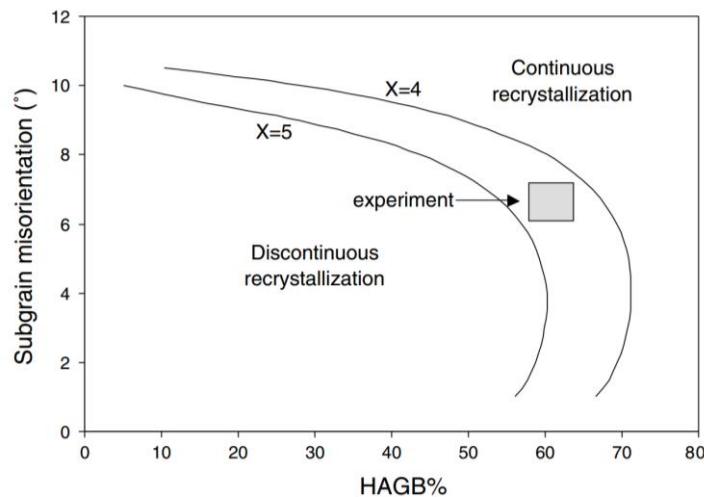


Abbildung 34: Übergang von diskontinuierlichem zu kontinuierlichem Vergrößerungsverhalten in Abhängigkeit vom Anteil Großwinkelkorngrenzen sowie der mittleren Subkornmisorientierung [JAZ04]

### 2.4.3. Thermische Stabilität von gewalzten Werkstoffen

In Abhängigkeit von der eingebrachten Dehnung sowie der gewählten Temperatur und Wärmebehandlungsdauer zeigen gewalzte Werkstoffe unterschiedliches Wärmebehandlungsverhalten. Je nach Ausgangszustand werden sowohl kontinuierliche also auch diskontinuierliche Vergrößerungen beobachtet, die zu einer Texturänderung führen können. Im Folgenden werden sowohl der Übergang von diskontinuierlichem zu kontinuierlichem Wachstum als auch die damit einhergehenden Texturänderungen diskutiert.

#### Übergang zwischen diskontinuierlichem und kontinuierlichem Vergrößerungsverhalten

Die mikrostrukturellen Änderungen während einer Wärmebehandlung in gewalzten Werkstoffen hängen entscheidend von dem erreichten Walzgrad ab. Während in kaltgewalztem Aluminium nach einer Dickenreduktion von weniger als 95% diskontinuierliches Kornwachstum beobachtet wird, tritt nach etwa 95% Dickenabnahme kontinuierliches Vergrößerungsverhalten auf [HUM99, JAZ04, OSC93]. Dieses Verhalten stimmt gut mit der Vorhersage des zellularen Modells von Humphrey überein, da kaltgewalzte Werkstoffe bis zu einer Dickenreduktion von etwa 95% ( $\varphi \approx -3$ ) einen hohen Anteil von Substrukturen enthalten, die erst bei noch höheren Dickenreduktionen zu Großwinkelkorngrenzen werden. Die Umwandlung von Substrukturen in Großwinkelkorngrenzen führt zu einer geringen Dichte an Substrukturen in der Mikrostruktur, welche sich in den TEM-Aufnahmen von zu einem Umformgrad von  $\varphi \approx -5,5$  kaltgewalztem Aluminium (Abbildung 35) anhand des

kontrastarmen Korninneren zeigt. Durch diese niedrige Dichte an Substrukturen wird ein kontinuierliches Vergrößerungsverhalten hervorgerufen.

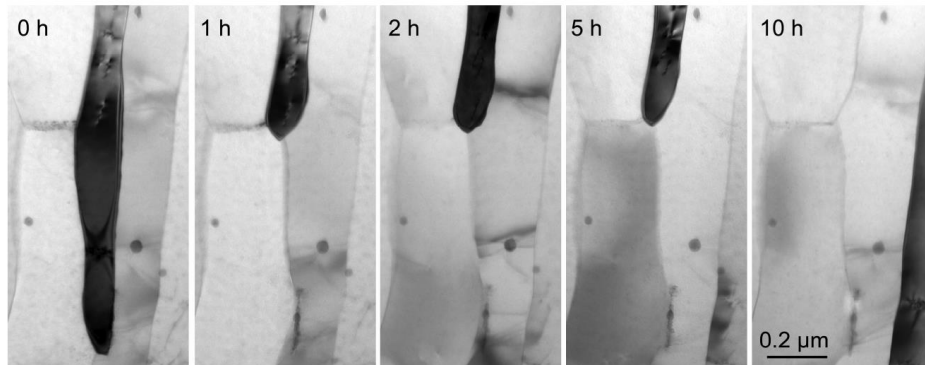


Abbildung 35: TEM-Abbildung während der Wärmebehandlung von stark gewalztem Aluminium bei 120 °C mit erkennbarer Tripelpunktmigration [YU13]

Aufgrund der für das Walzen charakteristischen stark gestreckten Körner konnte an der in Abbildung 35 dargestellten Mikrostruktur bei 120 °C ein charakteristisches Vergrößerungsverhalten beobachtet werden. Wie in Abbildung 36 schematisch dargestellt, kommt es in diesem Gefüge zu einer selektiven Tripelpunktmigration [YU13]. Tripelpunkte, an denen drei in Gefügestreckungsrichtung ausgerichtete Korngrenzen aufeinanderstoßen, migrieren in Gefügestreckungsrichtung, wodurch es zum Verschwinden von kleineren Körnern sowie zur Vergrößerung der Mikrostruktur kommt. Als Grund für die Migration dieser Tripelpunkte, die an einem Beispiel in Abbildung 35 dargestellt ist, wird die starke Krümmung der Korngrenzen an diesen Punkten angeführt.

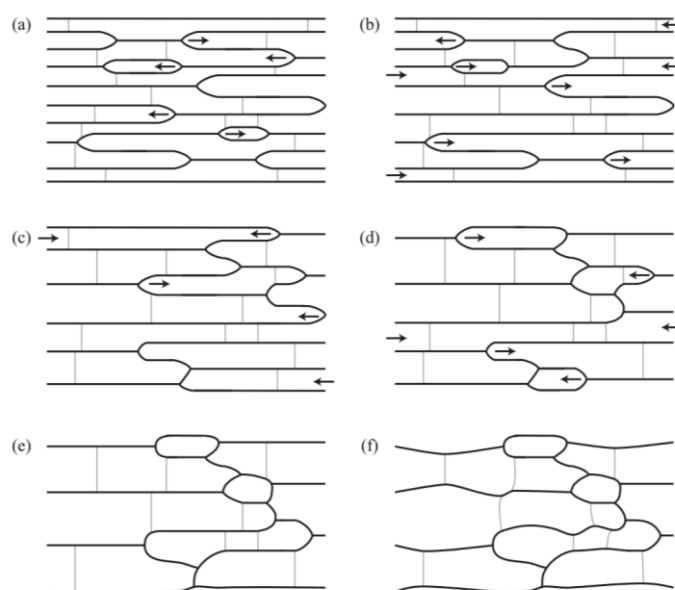


Abbildung 36: Schematische Darstellung des Vergrößerungsprozesses in lamellaren Gefügen über Tripelpunktmigration [YU13]

## Texturänderung

In kubisch raumzentrierten Metallen bildet sich beim Walzen eine charakteristische Walztextur bestehend aus einer (unvollständigen)  $\alpha$ -Faser, bei der die kristallografische  $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzrichtung des Blechs liegt, sowie einer  $\gamma$ -Faser, die aus Orientierungen besteht, bei denen die kristallografische  $\langle 111 \rangle$ -Richtung parallel zur Normalenrichtung liegt (siehe Abbildung 37) [RAA94]. Mit steigendem Walzgrad steigt neben dem Anteil von Großwinkelkorngrenzen auch die Texturschärfe [QUA04].

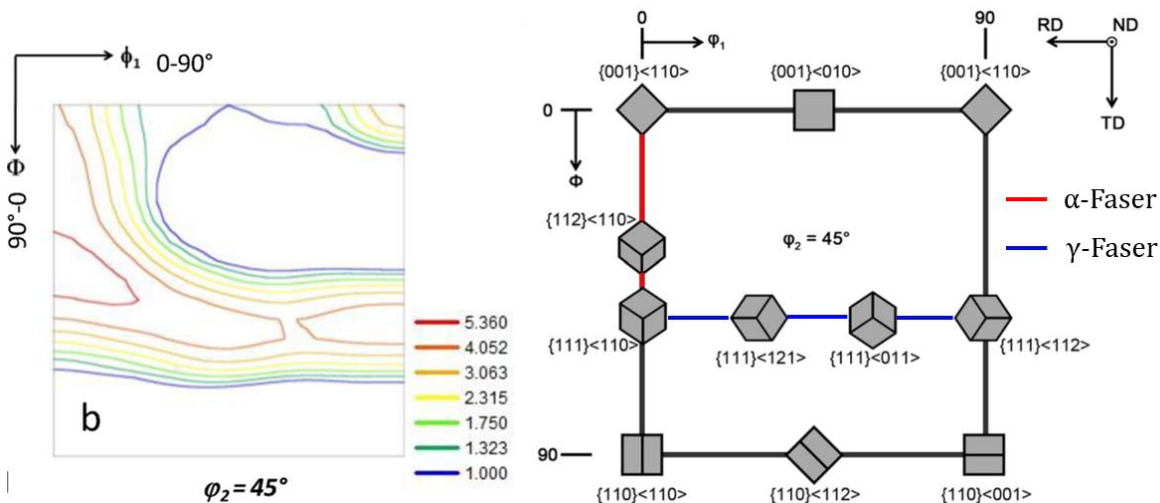


Abbildung 37: ODF-Schnitt ( $\phi_2=45^\circ$ ) eines zu einer Dickenreduzierung von 70% kaltgewalzten IF-Stahls (links) [CAS16], Darstellung der relevanten Orientierungen und Fasern im  $\phi_2=45^\circ$ -Schnitt (rechts)

Die bei niedrigen Walzgraden unter erhöhter Temperatur stattfindende primäre Rekristallisation führt bei Dickenreduzierungen von über 50% zu einer Verstärkung der  $\gamma$ -Faser-Intensität, während sich bei unter 50% der Anteil der  $\alpha$ -Faser erhöht. Als Grund für diese Änderung wird ein Wechsel von Korngrenznukleation zur Verformungsbandnukleation in der primären Rekristallisation angeführt [QUA04].

Die sich während der Wärmebehandlung ändernde Textur eines Werkstoffes kann zu einem weiteren Phänomen führen, dem sogenannten „Orientation pinning“. Dieses Pinning wurde zuerst von Juul-Jensen beobachtet und beruht auf der Änderung des Charakters von Korngrenzen während des Kornwachstums. Durch das Wachsen von einzelnen Körnern auf Kosten anderer kann es dazu kommen, dass zwei Körner ähnlicher Orientierung im Verlauf der Wärmebehandlung zu Nachbarn werden. Diese werden dann aufgrund ihres verhältnismäßig geringen Orientierungsunterschieds durch eine Kleinwinkelkorngrenze voneinander getrennt [JUU97, JUU95, ENG98]. Da Kleinwinkelkorngrenzen meist eine sehr viel niedrigere Mobilität aufweisen als Großwinkelkorngrenzen (siehe Abbildung 31), wird das Wachstum dieser beiden Körner verlangsamt, sie werden „gepinnt“. Dieser Prozess wird mit steigender Texturschärfe der wachsenden Körner immer wahrscheinlicher [JUU97].



---

#### 2.4.4. Thermische Stabilität von UFG Werkstoffen

Aufgrund ihrer hohen intrinsischen Defektdichte zeigen UFG und nc Werkstoffe meist eine geringere thermische Stabilität als grobkörnige Werkstoffe. Besonders in durch SPD-Verfahren hergestellten UFG Mikrostrukturen laufen schon bei niedrigen Temperaturen Vergrößerungsprozesse ab, da diese Gefüge neben einer hohen Korngrenzdichte zusätzlich eine Versetzungsdichte in der Größenordnung von  $\rho = 10^{14} - 10^{15} \text{m}^{-2}$  aufweisen [ISL97, ČÍŽ11, MAY07, ZHA04, HAZ09]. So zeigt beispielsweise mittels HPT erzeugtes UFG Kupfer bereits bei 50 °C eine Reduktion seiner Härte durch Erholungsprozesse [JIA00].

Aufgrund fehlender Subkornstrukturen im Korninnern sind Abweichungen vom Vergrößerungsverhalten ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe von ihren konventionell verformten Entsprechungen, die über die bloße Änderung der für Vergrößerungsprozesse notwendigen Temperatur hinausgehen, sehr wahrscheinlich.

In konventionell kaltverformten Werkstoffen treten häufig aufgrund des unterschiedlichen Taylor-Faktors von Körnern verschiedener Orientierungen Unterschiede in deren Versetzungsdichte auf. Da in den meisten SPD-Prozessen Kornfeinung über Scherverformung erreicht wird, kommt es während dieser Prozesse häufig zu signifikanten und stetigen Änderungen der Kornorientierung im Vergleich zur Verformungsrichtung. Aus diesem Grund findet hier eher kein Aufbau von hohen Differenzen in der Versetzungsdichte einzelner Körner statt. Außerdem können bei geringen Korngrößen sehr hohe Versetzungsdichten im Korninnern durch den Einbau von Versetzungen in Korngrenzen abgebaut werden. Aus diesen Gründen spielen Versetzungsdichteunterschiede als Triebkraft zur Kornvergrößerung in UFG und nc Werkstoffen (trotz der hohen Versetzungsdichte) in der Literatur eine eher untergeordnete Rolle. Es gibt jedoch Untersuchungen, die auf einen signifikanten Einfluss von Versetzungsdichteunterschieden auf das Vergrößerungsverhalten von UFG Stoffen hinweisen. So wurde in HPT-verformten Kupfer trotz eines HAGB-Anteils von 80% im gesamten untersuchten Temperaturbereich stets diskontinuierliches Vergrößerungsverhalten gefunden. Dieses der zellularen Theorie widersprechende Ergebnis führen die Autoren unter anderem auf lokale Variationen der gespeicherten Energie zurück [VOR08b].

Im Gegensatz zum verringerten Einfluss der auf gespeicherter Energie beruhenden Triebkraft weisen UFG und nc Werkstoffe meist eine höhere Triebkraft für krümmungsgetriebenes Kornwachstum auf als Werkstoffe mit konventionellen Korngrößen, da die Korngrenzkrümmung mit sinkendem Kornradius wächst. Auch aus diesem Grund ist die Vergrößerung von UFG Werkstoffen meist auf eine korngrenzkrümmungsbasierte Triebkraft zurückzuführen. Da die Abwesenheit von Subkornstrukturen wie Kleinwinkelkorngrenzen in UFG und nc Werkstoffen für einen hohen Anteil von Großwinkelkorngrenzen im Material sprechen, ist nach Humphreys

---

Modell (siehe 2.4.2) in UFG Werkstoffen mit kontinuierlichen Vergrößerungsprozessen zu rechnen. Dies wurde experimentell sowohl für ECAP als auch mit HPT umgeformte metallische Werkstoffe bestätigt, die während Wärmebehandlungen bei verschiedenen Temperaturen keine Anzeichen für diskontinuierliche Prozesse zeigten [PRA04, ZAH09, SCH04]. Bei einer nach der ECAP Umformung cryo-gewalzten Aluminium-Legierung mit hohem Anteil Großwinkelkorngrenzen wurde bei Temperaturen unter 200 °C eine kontinuierliche Kornvergrößerung in Form von selektivem Kornwachstum beobachtet. Aufgrund der hierbei auftretenden Texturänderung kommt es zum bereits in 2.4.3 erwähnten „Orientation pinning“, bei dem das Kornwachstum mit einer Reduktion des Großwinkelkorngrenzanteils einhergeht. Aufgrund des niedrigen Anteils von Großwinkelkorngrenzen kommt es bei höheren Temperaturen (und gleichen Zeiten) im Einklang mit Humphreys Theorie zu diskontinuierlichen Wachstumsprozessen [ZAH09].

In Spaltprofilen aus HSLA-Stählen wurde aufgrund des starken Gefügegradienten in verschiedenen Abständen zur Flanschoberseite (d.h. bei verschiedenen Korngrößen) unterschiedliches Vergrößerungsverhalten beobachtet. So wurde in 50  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite nach Wärmebehandlungen bei 550 °C und 600 °C für 1 h eine kontinuierliche Kornvergrößerung beobachtet, die mit einer Erhöhung der  $\alpha$ -Faser-Intensität und hierbei insbesondere der Intensität der gedrehten Würfellage einhergeht, während der Anteil der  $\gamma$ -Faser sinkt. Im Abstand von 200  $\mu\text{m}$  zu Flanschoberseite lässt sich jedoch ein ganz anderes Verhalten beobachten: Hier sinkt der Anteil der  $\alpha$ -Faser während einer diskontinuierlichen Vergrößerung, die Texturschärfe sinkt [BRU11]. Das selektive Kornwachstum nahe der Flanschoberseite gehört zu den wenigen Vergrößerungsprozessen in UFG Gefügen, die möglicherweise auf SIBM zurückzuführen sind, da hier die Intensität der Texturkomponente mit niedrigstem Taylorfaktor und somit der niedrigsten Energie (gedrehte Würfellage) während der Wärmebehandlung steigt [SAM97]. Allerdings wird selektives Kornwachstum auch in anderen UFG Mikrostrukturen wie einer cryo-umgeformten UFG Aluminiumlegierung beobachtet, ohne dass dies direkt mit gespeicherter Energie in Verbindung gebracht werden konnte. Hier erhöhte sich sowohl der Anteil von Texturkomponenten mit hoher gespeicherter Energie ( $\{112\}\langle 111\rangle$ ) als auch der Anteil von Komponenten mit niedriger gespeicherter Energie ( $\{100\}\langle 001\rangle$ ,  $\{011\}\langle 100\rangle$ ) [SAM98].

---

## 2.5. Methoden zur Bestimmung des Materialflusses

Der Materialfluss innerhalb eines Werkstücks während eines Umformprozesses ist aufgrund seines Einflusses auf die Eigenschaftsverteilung des umgeformten Werkstücks besonders als Grundlage von Simulationen von großem Interesse. Da die lokale Dehnungsverteilung und damit der resultierende Materialfluss bei komplexeren Umformprozessen häufig nicht offensichtlich sind, wurden verschiedene Methoden entwickelt, um diesen experimentell zu bestimmen. Häufig werden Muster in Form von Punkten oder Linien vor der Umformung auf die Werkstückoberfläche aufgebracht und ihre Positionsänderung während der Umformung verfolgt. Dies geschieht bei Oberflächen ohne Werkzeugkontakt häufig mittels Kameras und digitaler Bildkorrelation, was eine Erfassung der Dehnungsänderungen im Prozess erlaubt. Bei Oberflächen mit Werkzeugkontakt kann die Position der Musterpunkte vor und nach der Umformung verglichen werden und somit Informationen über die durch den Prozess an der Oberfläche auftretenden Gesamtdehnungen gewonnen werden. Dies ist allerdings nur möglich, wenn die Reibung zwischen Werkzeug und bemusterter Oberfläche nicht zu groß wird, da das Muster ansonsten im Prozess zerstört wird. Mittels mehrerer Kameras ist auch die Bestimmung von 3D-Dehnungszuständen in der Blechumformung, wie z.B. bei Stanzprozessen möglich [GAR02].

Es ist auch möglich, ein Werkstück vor der Umformung aufzutrennen, ein Muster auf die Schnittfläche aufzubringen und das Werkstück nach dem Zusammensetzen umzuformen [BRU10]. Dies setzt allerdings voraus, dass weder Zugkräfte senkrecht zur Schnittebene noch große Verschiebungen der beiden Werkstückhälften gegeneinander stattfinden, da dies zu einem Auseinanderfallen des Werkstücks bzw. auch zu einer Zerstörung des aufgetragenen Musters führen würde.

Darüber hinaus gibt es Verfahren, die auf dem Einbringen von Fremdmaterial in das Probenmaterial beruhen. Hierbei wird beispielsweise ein Draht oder eine Folie vor der Umformung in das Material eingebracht. Diese Verfahren werden häufig zur Bestimmung des Materialflusses während des Reibrührschweißens verwendet. Hierbei kann, im Gegensatz zu vielen anderen potenziellen zu untersuchenden Verfahren, das Fremdmaterial in die Umformzone eingebracht werden, ohne das Werkstück aufzutrennen und somit den Materialfluss zu beeinflussen. Nach dem Verschweißen beider Werkstückhälften kann die Verteilung des Marker-Materials durch Ätzung (Abbildung 38) [ZHA06] oder Röntgenaufnahmen [SCH06, COL99] sichtbar gemacht werden und somit Rückschlüsse auf den Materialfluss während des Prozesses gezogen werden.

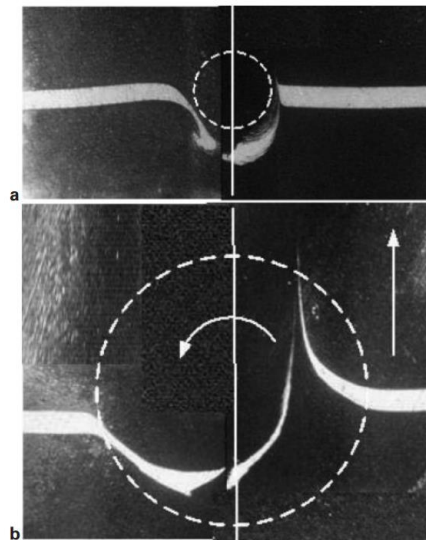


Abbildung 38: Kupferhaltiges 5456-Al als Marker in einer Reibrührschweißnaht aus kupferfreiem 2014-Al: unterer Teil der Schweißnaht (a), oberer Teil der Schweißnaht (b) [ZHA06]

Wie das Anwendungsbeispiel Reibrührschweißen zeigt, kann dieses Verfahren auch bei sehr hohen Dehnungen und bei Oberflächen mit Werkzeugkontakt angewandt werden. Zusätzlich kann mit dieser Methode der Materialfluss auch im Werkstückinnern detektiert werden. Das Einbringen des Markers in Form von Drähten oder Folien ist jedoch in vielen Anwendungsfällen sehr aufwändig und ein signifikanter Einfluss des Markers auf den Materialfluss kann aufgrund der großen Menge eingebrachter Fremdatome nicht ausgeschlossen werden.

---

## 2.6. Zielstellung der Arbeit

In den letzten Jahren wurde umfangreiche Forschung auf dem Gebiet der ultrafeinkörnigen Werkstoffe allgemein sowie im Bereich der spaltprofilierten Mikrostrukturen im Speziellen betrieben. Aus diesem Grund sind die meisten ultrafeinkörnigen Werkstoffe sowohl in ihrer Entstehung über unterschiedliche SPD-Prozesse als auch bezüglich ihrer Festigkeit sowie ihrer thermischen Stabilität sehr gut charakterisiert. Teilweise sind diese Erkenntnisse jedoch eher phänomenologischer Natur; die dem beobachteten Verhalten zugrunde liegenden Mechanismen sind noch nicht geklärt. An diesem Punkt setzt diese Arbeit am Beispiel von durch Spaltprofilieren erzeugten UFG Mikrostrukturen an.

Die kolumnare Mikrostruktur in Spaltprofilen kann als quasi-2D Gefüge betrachtet werden und bietet daher experimentelle Vorteile, die die meist herausfordernde Untersuchung des mechanischen sowie thermischen Verhaltens von UFG Gefügen vereinfachen. Abbildungsverfahren mit für UFG Gefüge ausreichender Auflösung erlauben meist nur die Abbildung von Oberflächen, weshalb Prozesse im Volumen nicht untersucht werden können. Mithilfe von kolumnaren Mikrostrukturen kann diese Limitierung aufgehoben werden, da sie die Herstellung von Proben mit einer näherungsweise konstanten Mikrostruktur senkrecht zur Belastungsrichtung erlauben. Die kolumnare spaltprofilierter Mikrostruktur ist somit ein geeignetes Modellmaterial für Grundlagenuntersuchungen an UFG Gefügen.

Aus diesem Grund wird das thermische Verhalten der Mikrostrukturen von Spaltprofilen in dieser Arbeit in Bezug auf die dominierenden Triebkräfte zur Kornvergrößerung untersucht. Frühere Untersuchungen zeigen, dass bei Wärmehandlungen bei 600 °C eine Kornvergrößerung sowie eine deutliche Texturänderung auftreten, ohne dass Anzeichen für eine primäre Rekristallisation oder andere diskontinuierliche Vergrößerungsprozesse gefunden wurden. Für diese Vergrößerungsprozesse, die in vielen UFG Werkstoffen auftreten und als selektives Kornwachstum bezeichnet werden, kommen sowohl Unterschiede in der mittleren Versetzungsdichte von Körnern verschiedener Orientierungen als auch unterschiedliche Korngrenzkrümmung als Triebkräfte in Frage. Ein Ziel dieser Arbeit ist, den dem selektiven Kornwachstum in Spaltprofilen zugrunde liegenden Mechanismus zu identifizieren. Dies wird sowohl mithilfe eines statistischen Ansatzes anhand verschieden wärmebehandelter Proben als auch deterministisch mittels in-situ Beobachtungen untersucht. Die gewonnenen Erkenntnisse führen zu einem vertieften Verständnis der Vergrößerungsmechanismen in UFG Gefügen im Allgemeinen.

Das Verformungsverhalten eines UFG Gefüges in Spaltprofilen wird mithilfe von nachträglichen Stauchversuchen an Mikrodruckproben untersucht. Diese Experimente dienen der Identifizierung der ablaufenden Verformungsmechanismen. Sie sind nicht nur aus Sicht der Grundlagenforschung interessant; sie spielen auch eine tragende Rolle

---

in der Ausbildung eines stationären Zustands während des Spaltprofilierprozesses. Die Ausbildung des stationären Zustands beruht auf der Entstehung eines charakteristischen Gefügegradienten mit einer UFG Mikrostruktur im Bereich der Flanschoberseite innerhalb der ersten Stiche, der bei weiterem Spalten konstant bleibt. Das Verständnis und die einhergehende Vorhersagbarkeit der Entstehung dieses charakteristischen Gefügegradienten in den damit verbundenen technologieinduzierten Eigenschaften der Profile ist von hoher technologischer Relevanz, da sich hieraus sowohl Möglichkeiten zur Prozessoptimierung als auch zur Ausnutzung der technologieinduzierten Eigenschaften in der Produktentwicklung ergeben.

Für dieses Verständnis stellt sich neben dem Verformungsverhalten des UFG Gefüges nahe der Flanschoberseite außerdem die Frage wie der Materialfluss im Prozess zur Ausbildung einer konstanten Dehnungsverteilung in der Umformzone führt. Der Materialfluss im Spaltprofilierprozess kann aufgrund der auftretenden hohen Dehnungen nicht mithilfe gängiger Methoden zur Materialflussbestimmung bestimmt werden. Aus diesem Grund wird in dieser Arbeit eine neue Methode zur Materialflussanalyse entwickelt, die auf dem Einbringen von Konzentrationsgradienten eines Tracerelements über Diffusion beruht und in Kapitel 3 dargestellt ist. Diese neue „Tracer-Gradienten-Methode“ wird in dieser Arbeit zuerst anhand eines Umformverfahrens mit bekanntem Materialfluss, dem Kaltwalzen, validiert bevor sie zur Untersuchung des Spaltprofilierens genutzt wird. Die Methode erlaubt jedoch nur die Analyse von Dehnungen in oberflächennahen Bereichen des Profils und kann somit nur einen Teil des Materialflusses abbilden. Aus diesem Grund sind die experimentellen Ergebnisse dieser Methode allein nicht ausreichend, um die Dehnungsverteilung in der Umformzone während des Spaltprofilierens zu charakterisieren. Sie sind jedoch essenziell zur experimentellen Validierung und Parameterbestimmung von Simulationen des Spaltprofilierprozesses, die zur Bestimmung des Materialflusses im Prozess verwendet werden können. Somit gilt es in dieser Arbeit, mithilfe der validierten Simulation sowie den Ergebnissen des Umformverhaltens des oberflächennahen UFG Gefüges ein Verständnis für die Ausbildung des stationären Zustands während des Spaltprofilierens zu erarbeiten.

---

### 3. Entwicklung der Tracergradientenmethode

---

#### 3.1. Konzept der Tracergradientenmethode

Im Zuge dieser Arbeit wurde ein neues Verfahren zur Materialflussbestimmung entwickelt, da keine der in 2.5 beschriebenen Methoden aufgrund der auftretenden hohen Dehnungen auf den Spaltprofilierprozess angewendet werden können. Es beruht auf der Verwendung eines Tracerelements, welches als Schicht auf das Werkstück aufgebracht wird. Anschließend wird das beschichtete Werkstück einer Wärmebehandlung unterzogen.

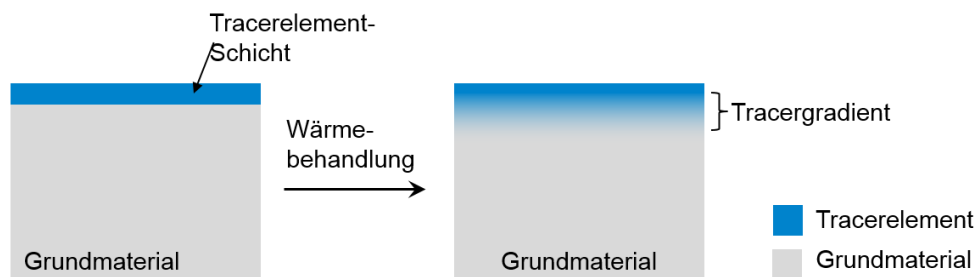


Abbildung 39: Schema der Erzeugung des Tracergradienten

Durch die bei höheren Temperaturen stattfindende Diffusion entsteht ein Gradient an Gehalt des Tracerelements innerhalb des Werkstücks (siehe Abbildung 39), die Konzentration des Tracerelements sinkt mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche. Wenn nach der Umformung die Tracerkonzentration im umgeformten Werkstück gemessen wird, kann darauf geschlossen werden, aus welchem Abstand zur Oberfläche dieses Material stammt. Mit dieser Methode können Dehnungen senkrecht zur Oberfläche bestimmt werden, da sie zu einer Streckung oder Stauchung des Gradienten im Vergleich zum Ursprungszustand führen (siehe Abbildung 40). Tritt allerdings eine homogene Verformung in Form von einfacher Scherung parallel zur Oberfläche auf, führt dies im Gradienten zu keiner Änderung, diese Verformungsart ist mithilfe der Tracergradientenmethode nicht detektierbar. Findet die Scherung nicht homogen, sondern mithilfe von Scherbandbildung statt, kann diese den Gradienten beeinflussen, wenn die Scherbandbreite in der Größenordnung der Gradiententiefe liegt (siehe Abbildung 40).

Die Tracergradientenmethode liefert nur Informationen über den Materialfluss in den Bereichen des Werkstücks, in dem ein Tracerkonzentrationsgradient vorliegt und somit (genau wie die meisten anderen Methoden zur Materialflussbestimmung) nur oberflächennahe Ergebnisse. Bis in welche Tiefe die Methode Informationen liefern kann, ist stark von der Diffusionstiefe des Tracerelements und somit von der Wahl des Tracerelements für das entsprechende Grundmaterial abhängig.

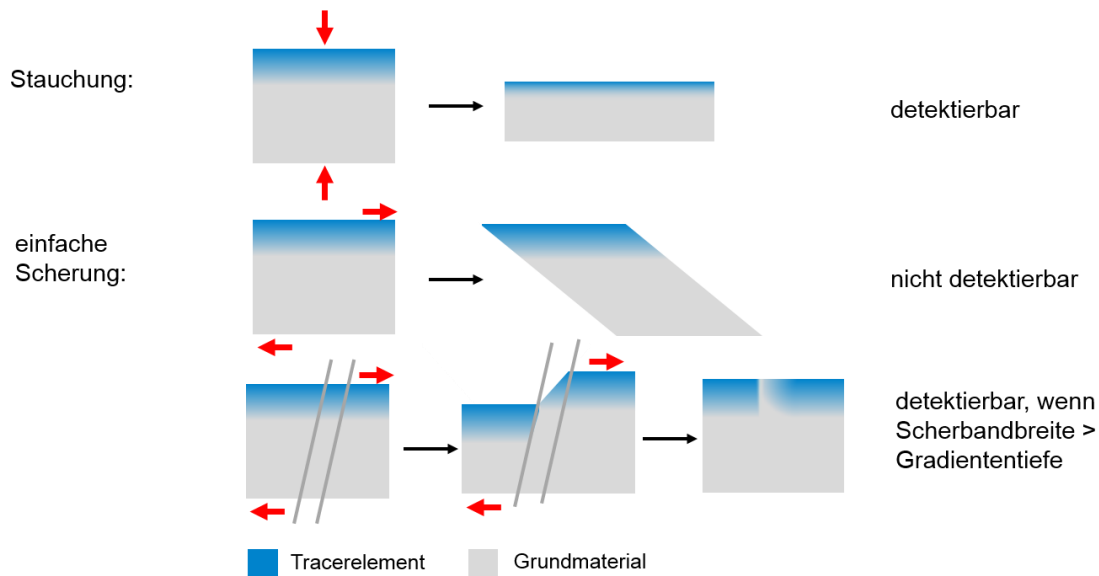


Abbildung 40: Detektion von Verformung durch die Tracergradientenmethode

### 3.2. Auswahl eines geeigneten Tracerelements

Aufgrund der begrenzten Diffusionstiefe des Tracerelements im Grundmaterial des Werkstücks kann der Materialfluss nur in oberflächennahen Bereichen bestimmt werden. Die Diffusionstiefe des Tracerelements in der Matrix sollte so hoch wie möglich sein, d.h. ein Element mit hohem Diffusionskoeffizienten in der Matrix ist von Vorteil. Allerdings sollte das Einbringen des Tracerelements keinen zu großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Ausgangsmaterials haben, weshalb die Löslichkeit des Tracerelements in der Matrix so hoch sein sollte, dass die maximale im Gradienten auftretende Konzentration von Traceratomen nicht zur Bildung von Zweitphasen führt. Außerdem muss die durch das Einbringen des Tracerelements entstehende Mischkristallverfestigung in einem akzeptablen Bereich liegen, daher sind Elemente mit geringem Mischkristallverfestigungsvermögen in der Matrix sinnvoll. Weiterhin sollte keine weitere Diffusion der Tracerelemente während der Umformung stattfinden; Elemente, die interstitielle Gitterplätze in der Ausgangsmatrix besetzen, sind daher ungeeignet.

Da ein geringer Unterschied im Atomradius sowohl ein Indikator für eine hohe Löslichkeit der Stoffe in einander [RÖS08] als auch für eine geringe Mischkristallverfestigung ist, ist Nickel (Ni) mit einem Atomradius von  $1,25 \text{ \AA}$  nach diesem Kriterium ein geeignetes Tracerelement in Stahl bzw. Eisen mit einem Atomradius von  $1,24 \text{ \AA}$  [SCH74]. Auch weist Nickel eine geeignete Löslichkeit in Eisen auf, bei  $700 \text{ °C}$  sind bis zu  $4,5 \text{ wt\%}$  Nickel in Ferrit löslich [ROM80], bei Temperaturen über  $300 \text{ °C}$  sind es noch etwa  $4 \text{ wt\%}$  [REU89].



---

### 3.3. Auswahl einer geeigneten Wärmebehandlungstemperatur und -dauer

Um den Einfluss des Tracerelements auf die mechanischen Eigenschaften des Matrixmaterials möglichst gering zu halten, ist eine kurze Wärmebehandlung bei niedrigen Temperaturen sinnvoll, da so nur wenig Fremdatome in das Ausgangsmaterial diffundieren. Allerdings resultiert dies in einer geringen Gradiententiefe, wodurch nur der Materialfluss von sehr oberflächennahem Material betrachtet werden kann. Da jedoch im Fall von zwei Elementen mit ähnlichen Atomradien wie bereits oben diskutiert ein eher geringer Einfluss der Traceratome auf die mechanische Eigenschaften zu erwarten sind, ist es zielführender, einen möglichst tiefen Gradienten zu erzeugen, um auch Informationen aus etwas höheren Abständen zur Oberfläche erhalten zu können. Da ähnliche Atomradien außerdem einen eher niedrigen Diffusionskoeffizienten implizieren, sollte die Wärmebehandlungstemperatur so hoch wie möglich gewählt werden, um in akzeptabler Zeit einen Gradienten mit möglichst hoher räumlicher Ausdehnung zu erzeugen. Da im Fall von Stahl als Ausgangsmaterial eine Phasenumwandlung während der Wärmebehandlung und die damit verbundene thermische Verspannung des Materials vermieden werden sollte, wird eine Wärmebehandlungstemperatur von 700 °C gewählt. Eine lange Wärmebehandlungsdauer von 10 h soll die Bildung eines tiefen Konzentrationsgradienten sicherstellen.



---

## 4. Experimentelle Durchführung

---

### 4.1. Verwendete Werkstoffe

In dieser Arbeit wurden drei verschiedene High Strength Low Alloy (HSLA) Stähle verwendet: HC320LA (ZStE340), HC480LA (ZStE500), sowie HC800LA. Die chemische Zusammensetzung dieser vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt zur Verfügung gestellten Stähle kann Tabelle 1 entnommen werden. Die Zusammensetzung des Werkstoffs HC800LA wurde dem Datenblatt des Herstellers entnommen, die Zusammensetzungen von HC320LA und HC480LA beruhen auf Funkenspektrometeranalysen der Materialprüfanstalt Darmstadt.

Tabelle 1: chemische Zusammensetzung der verwendeten Werkstoffe in Gew.-%

Stahl	C	Si	Mn	P	S	Al	Ni	Cu	Nb	Ti	Cr	Fe
HC320LA	0,064	<0,01	1,26	0,012	<0,01	0,038	0,024	0,01	0,034	<0,01	0,02	Bal.
HC480LA	0,055	0,011	0,761	<0,01	<0,01	0,028	0,026	0,024	0,014	<0,01	0,024	Bal.
HC800LA	0,06	0,225	0,840	0,014	0,001	0,045	k.A.	k.A.	0,035	0,100	0,139	Bal.

### 4.2. Metallografische Präparation

Für die metallografische Präparation wurden die Proben mit WEM REM (Cloeren Technology GmbH), einem leitfähigen Warmeinbettmittel mit Grafitzusatz, in einer Predopress (Struers) bei 180 °C warm eingebettet. Die zylindrische Einbettgeometrie wies hierbei einen Durchmesser von 25 mm auf.

Die Proben wurden mit SiC-Schleifpapier mit feiner werdender Körnung (80, 220, 320, 500, 800, 1000, 2500) nass geschliffen. Anschließend erfolgte eine Politur auf einem Tuch der Härte Dur mit einer Diamantsuspension mit 3  $\mu\text{m}$  Partikeldurchmesser und Schmiermittel auf Ethanol-Basis. Zwei weitere Polierschritte wurden auf einem Tuch der Nap-Härte und Diamantsuspensionen der Körnungen 1  $\mu\text{m}$  und 0,25  $\mu\text{m}$  durchgeführt, wobei zwischen den Polierschritten stets eine Probenreinigung mit Wasser und Seife sowie mit Ethanol erfolgte. Die finale Feinpolitur wurde mit UPS-NonDry Suspension durchgeführt, die neben mechanischem auch zu chemischem Materialabtrag führt.

---

### 4.3. Mikroskopie

Zur Erzeugung von lichtmikroskopischen Aufnahmen diente ein Axiophot Auflichtmikroskop (Zeiss) mit angeschlossener Digitalkamera.

SE-, BSE-, EDX- und EBSD-Messungen erfolgten an einem Rasterelektronenmikroskop des Typs MIRA3-XM der Firma Tescan. Alle SE-Aufnahmen wurden mithilfe des integrierten Everhart-Thornley-Detektors realisiert, während für alle BSE-Aufnahmen ein Deben Gen5- 4-Quadranten-Detektor verwendet wurde.

Für EDX-Messungen wurde ein EDAX Octane Plus SDD EDX-Detektor verwendet und die Daten mithilfe der Team V4.4 -Software erfasst.

EBSD-Messungen wurden mithilfe eines EDAX TSL DigiView EBSD- Systems durchgeführt, die Datenerfassung erfolgte über die TSL OIM Collection 7 Software. Für die Datenauswertung wurde die OIM Analysis 8 Software verwendet.

### 4.4. Anpassung des Koordinatensystems und Clean-up der EBSD-Messungen

Um Vergleichbarkeit zwischen den mittels EBSD-Messungen gewonnenen Texturen und anderen Verformungstexturen ferritischer Stähle herzustellen, muss die Ausrichtung des Bezugskordinatensystems an der Fließrichtung des Materials erfolgen. Aufgrund des in erster Näherung vergleichbaren Dehnungszustands (Stauchung unter ebener Dehnung) wird üblicherweise ein für Walzprozesse typisches Koordinatensystem zur Darstellung von Texturen in Spaltprofilen verwendet. Die Achsen eines Walz-Koordinatensystems RD (Walzrichtung), TD (Transversalrichtung) und ND (Normalenrichtung) werden also auf den Spaltprofilierprozess übertragen. Da ND die Stauchrichtung beim Walzen darstellt, entspricht sie der Normalen der Flanschoberseite (siehe Abbildung 7). Folglich liegen RD und TD in der Flanschebene, wobei RD parallel zur Fließrichtung des Materials liegt. In früheren Arbeiten [BOH10, BRU11] wurde bereits gezeigt, dass die Fließrichtung des Materials in vergleichbaren Profilen nicht parallel zur kürzesten Verbindung zwischen Spaltgrund und Flanschspitze liegt, sondern mit dieser einen Winkel von etwa  $25^\circ$  einschließt. Das Koordinatensystem der EBSD-Messungen wurde so ausgerichtet, dass RD parallel zur Fließrichtung im  $25^\circ$ -Winkel zur kürzesten Spaltgrund-Flanschspitzen-Verbindung liegt und ND senkrecht zur Flanschoberseite steht.

Die EBSD-Messungen wurden in der OIM-Software einer nachträglichen zweistufigen Clean-up Prozedur unterzogen, die die Menge fehlerhaft indizierter Punkte reduziert. Hierbei besteht der erste Schritt aus der Anhebung des Confidence Index aller zu einem Korn gehörenden Punkte auf den Maximalwert dieser Punkte. Im zweiten Schritt wurde eine Iteration der Kornvergrößerungsroutine (grain dilation) durchgeführt.

---

## 4.5. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges in Spaltprofilen

Die Untersuchung des Vergrößerungsverhaltens der Mikrostruktur in Spaltprofilen beruht auf zwei Ansätzen. Mittels des Vergleichs verschieden lang wärmebehandelter Proben wurden die Einflüsse der erhöhten Temperatur auf die Mikrostruktur statistisch analysiert. Komplementär wurde das Vergrößerungsverhalten auch deterministisch untersucht, indem der lokale Ablauf der Vergrößerung in einer TEM-Lamelle in-situ beobachtet wurde.

Grundlage aller Untersuchungen waren Spaltprofile aus HC480LA, die aus 2 mm dicken Platinen im Reversierbetrieb am PtU erzeugt wurden. Der Spaltprofilierprozess wurde hierbei mit einer inkrementellen Spalttiefe von  $y=1$  mm, einem Flankenwinkel der Spaltwalze von  $10^\circ$  sowie einer eingestellten Flanschdicke von 1 mm durchgeführt.

### 4.5.1. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges - Statistischer Ansatz

Aus einem Spaltprofil wurden Y-förmige Proben mit 8 mm Dicke in TD getrennt. Die Hälfte der Proben wurde einer Erholungswärmebehandlung in einem Rohrofen RTRH100-600/1600/3 der Firma Gero unter Argon-Atmosphäre unterzogen. Eine Temperatur von  $375^\circ\text{C}$  wurde für 9h gehalten, Aufheiz- und Abkühlrate betragen  $300\text{ K/h}$ . Abgesehen von einer vorerholten und einer nicht-erholten Referenzprobe wurden die Proben in einem Salzbad bei  $600^\circ\text{C}$  wärmebehandelt, welches das Hochtemperatur-Wärmebehandlungssalz GS430 der Firma Durferrit GmbH enthielt. Je eine vorerholte und eine nicht-erholte Probe wurden nach 10 s, 20 s, 30 s, 60 s, 120 s, 180 s, 300 s, 420 s, 600 s, 720 s sowie 900 s dem Salzbad entnommen und in Wasser abgeschreckt. Alle Proben wurden als Querschliff (RD-ND-Ebene) eingebettet und metallografisch präpariert. Härtemessungen nach Vickers erfolgten an einem ZHV $\mu$ -Härteprüfer der Firma ZwickRoell mit einer Last von 50 g (HV0,05). Hierbei wurden jeweils 10 Messungen pro Probe in einem Abstand von in  $50\ \mu\text{m}$  von der Flanschoberseite und einer Distanz von etwa 7 mm von der Flanschspitze durchgeführt. Für EBSD-Messungen an den Proben wurde eine Beschleunigungsspannung von 15 kV gewählt, die Erfassungsrate der Kikuchi-Pattern betrug für alle Messungen 33,3 fps. Die Messungen erfolgten mit einer Schrittweite von 20 nm auf einer Fläche von mindestens  $600\ \mu\text{m}$ , wobei der Mittelpunkt der Messungen in  $50\ \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite lag. Die erste Auswertung der Messungen erfolgte durch die OIM- Analysis Software. Hierbei wurde das Koordinatensystem der Messung wie in 4.4 beschrieben angepasst sowie dort beschriebene Clean-up Prozedur durchgeführt. Als Korndefinition wurde eine Misorientierung von  $<10^\circ$  sowie eine Mindestgröße von 10 Pixeln auf mindestens 2 Reihen verwendet. Die maximale Abweichung der rekonstruierten Korngrenzen von den entsprechenden Korngrenzsegmenten wurde auf die einfache Schrittweite, d.h. auf 20 nm festgelegt. Korngrenzen mit einer Fehlorientierung von  $2-10^\circ$  wurden als

---

Kleinwinkelkorngrenzen definiert, Großwinkelkorngrenzen wiesen eine Fehlorientierung von mehr als  $10^\circ$  auf.

Zur Texturdarstellung wurde die Orientierungsverteilungsfunktion ODF mithilfe einer harmonischen Reihenentwicklung mit einem Entwicklungsgrad von 30 und einer Gauss'schen Halbwertsbreite von  $5^\circ$  unter der Annahme orthogonaler Symmetrie berechnet.

Für eine über die Möglichkeiten der OIM-Software hinausgehende Auswertung der Daten bezüglich Nachbarschafts- und Tripelpunktverhältnissen wurde ein MATLAB-Script entwickelt. Dieses Skript beruht auf aus der OIM-Software exportierten Rohdaten, seine Funktionsweise ist in Anhang A.1 dargestellt. Es gab die mittlere Anzahl Tripelpunkte und Nachbarn der Körner sowie den mittleren Unterschied der Nachbarn/Tripelpunkte von Körnern im Vergleich zu ihren Nachbarn aus. Hierbei wurde in  $\alpha$ -Faser-Körner ( $\langle 110 \rangle \parallel \text{RD} \pm 10^\circ$ ),  $\gamma$ -Faser-Körner ( $\langle 111 \rangle \parallel \text{ND} \pm 10^\circ$ ) sowie andere Orientierungen, die keiner der beiden Fasern angehören, unterschieden.

#### **4.5.2. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges – Deterministischer Ansatz**

Ein Stück Flansch wurde wie in Abbildung 45 dargestellt aus einem Spaltprofil getrennt. Die Probe wurde von der Flanschunterseite her planparallel geschliffen und liegend eingebettet. Anschließend wurde je ein HV20-Härteeindruck in die vier Ecken der Probe gesetzt und beide Diagonalen lichtmikroskopisch vermessen. Danach wurde die Probe geschliffen, wobei mithilfe der wiederholten Überprüfung der verbleibenden Tiefe der HV20-Härteeindrücke dafür gesorgt wurde, dass hierbei etwa  $50 \mu\text{m}$  von der Flanschoberseite entfernt wurden. Nach der mechanischen Entfernung der Probe aus der Einbettmasse erfolgte eine Politur mit Diamantsuspension.

Aus der Probe wurde in 7 mm Abstand zur Flanschspitze an der Karlsruher Micro Nano Facility (KNMF) eine TEM-Lamelle mit RD-ND-Orientierung mittels FIB (Strata 400 S, FEI) entnommen. Diese wurde auf einen Aduro MEMS basierten Heizhalter (ProtoChips Inc.) transferiert und ihre Mikrostruktur mittels Automated Crystallographic Orientation Mapping (ACOM) mithilfe eines in einem FEI Tecnai F20 ST TEM installierten ASTAR-Systems (NanoMegas) abgebildet. Anschließend wurde die Lamelle im TEM auf  $300^\circ\text{C}$  erhitzt und die Temperatur im 10-Minuten-Takt um  $50^\circ\text{C}$  erhöht. Nach dem Erreichen von  $500^\circ\text{C}$  (d.h. nach 40 min) wurde die Lamelle wieder auf Raumtemperatur abgekühlt und eine weitere ACOM Messung durchgeführt. Die Wärmebehandlung wurde bei  $500^\circ\text{C}$  weitergeführt und die Temperatur nun im 10-Minuten-Takt um  $25^\circ\text{C}$  erhöht. Bei Erreichen von  $625^\circ\text{C}$  (nach 100 min) erfolgte eine Abkühlung der Lamelle auf  $400^\circ\text{C}$ , wodurch weiteres Kornwachstum verlangsamt wurde und thermische Verzerrungen, die bei einer Abkühlung auf Raumtemperatur aufträten, vermieden wurden.

---

Alle ACOM Messungen erfolgten mit einer TEM Beschleunigungsspannung von 200 kV im microprobe STEM Modus sowie einer Kondensorblende von  $30\ \mu\text{m}$  und einer Extraktionspannung von 4,5 kV. Es wurden eine Schrittweite von 5 nm und ein Präzessionswinkel von  $0,4^\circ$  gewählt. Die Verarbeitung der Rohdaten wurde mithilfe des ASTAR Software-Pakets mittels einer Prozedur für das schnelle Indizieren von Punktbeugungsmustern nach [RAU10] durchgeführt. Nach dem Indizieren erfolgte die Korrektur der resultierenden Messungen hinsichtlich der  $180^\circ$ -Rotationsambiguität, die auf die Beschränkung des Beugungssignal auf niedrige Bragg-Winkel zurückzuführen ist [KOB17, RAU13]. Die Auswertung der ACOM Messungen wurde mithilfe der OIM-Software vorgenommen. Zur Gewährleistung der Vergleichbarkeit der in situ-Messungen mit den ex-situ EBSD-Messungen wurde das Koordinatensystem dieser Messungen zunächst um  $70^\circ$  um ND gedreht und danach wie in 4.4 beschrieben dem Materialfluss im Spaltprofilierprozess angepasst. Eine weitere Auswertung der Messungen erfolgte mithilfe des in Anhang A.1 beschriebenen Matlab-Scripts, wofür das kubische Grid der Messung mithilfe der OIM-Software in ein hexagonales überführt wurde.

## **4.6. Tracergradientenmethode zur Materialflussermittlung**

### **4.6.1. Validierung der Tracergradientenmethode**

Als Ausgangsmaterial dienten Bleche aus HC320LA und HC480LA mit einer Dicke von 2 mm. Aus diesen Blechen wurden Streifen mit einer Länge von 125 mm und einer Breite von 20 mm getrennt, die auf Metallzylinder mit einer Höhe von 15 mm und einem Durchmesser von 20 mm geklebt wurden. Das Schleifen und Polieren der Proben erfolgte mit dieser Halterung.

Vor dem Vernickeln wurden die Proben mit Paketklebeband versehen und dabei ein Teil der polierten Oberfläche mit einer Fläche von etwa  $20 \times 30\ \text{mm}^2$  ausgespart, welcher mit 10 %iger Salpetersäure für 10 s gebeizt wurde. Die Proben wurden dann in einem Galvanikbad vernickelt, das 204 ml Nickelsulfamatlösung, 31 g Nickelchlorid, 31 g Borsäure und 1,5 g/l Sacharin enthielt. Zur Erzeugung einer konstanten Schichtdicke erfolgte die Schichtabscheidung in diesem Bad gepulst, es wurde eine Stromdichte von  $30\ \text{mA}/\text{cm}^2$  und eine Pulsdauer von 5 ms in einem Abstand von 5 ms gewählt. Die Proben blieben für 90 min im Galvanikbad, was einer Stromflussdauer von 45 min entspricht. Nach dem Vernickeln wurde das Klebeband von den Proben entfernt und diese gereinigt.

Die folgende Wärmebehandlung der Proben erfolgte in einem Rohofen der Firma Gero unter Argon-Atmosphäre. Der Ofen wurde mit einer Aufheizrate von  $300\ ^\circ\text{C}/\text{h}$  auf  $700\ ^\circ\text{C}$  geheizt und diese Temperatur für 9 h gehalten. Die Abkühlung erfolgte mit einer Rate von  $300\ ^\circ\text{C}/\text{h}$ .

Einige Proben wurden mithilfe einer Bühler AG Laborwalze mit einer Zustellung von 0,5 mm pro Stich auf unterschiedliche Enddicken gewalzt, welche mit einem Messschieber bestimmt wurden.

Um bei hohen Dickenreduktionen eine zu starke Aufrauung der vernickelten Oberseite der Blechstreifen zu vermeiden, wurden vor dem Walzen jeweils zwei Streifen mit ihren vernickelten Seiten aufeinander gelegt und mittels vier Schweißpunkten aufeinander fixiert (siehe Abbildung 41).

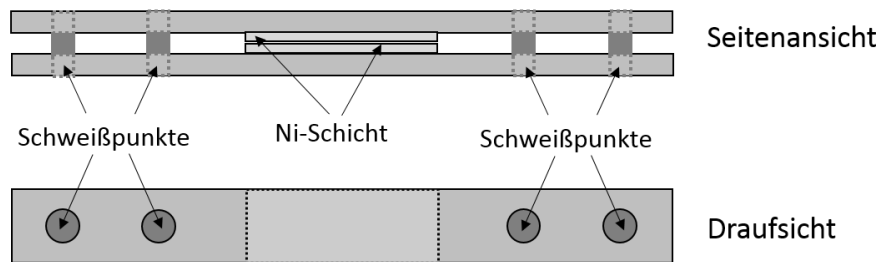


Abbildung 41: Schematische Darstellung der aufeinander geschweißten Stahlstreifen zur Rauheitsreduktion

Der Nickel-Konzentrationsgradient zwischen der Nickel-Schicht und dem Blechstreifen wurde an allen gewalzten sowie den Referenzproben an einem metallografisch präparierten Querschliff mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) analysiert. Hierfür erfolgten jeweils fünf EDX Linienscans mit einer Schrittweite von  $0,1 \mu\text{m}$  bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV senkrecht zur Nickel-Stahl-Grenzfläche.

Durch ihre Funktionsweise ist die EDX-Methode in ihrer lateralen Auflösung begrenzt, die Größe der Anregungsbirne kann für die vorliegenden Parameter zu  $0,85 \mu\text{m}$  abgeschätzt werden (siehe Anhang A.3). Um die auf diese limitierte laterale Auflösung zurückzuführende Verbreiterung des Signals von der physikalischen Breite des Gradienten zu trennen, erfolgten Referenzmessungen an Querschliffen vernickelter Proben ohne Wärmebehandlung. Aus der Dekonvolution dieses Messsignals mit einer idealen Stufenfunktion wurde eine Signalverbreiterungskurve bestimmt. Die erhaltene Signalverbreiterungskurve wurde zur Entfaltung der gemessenen EDX-Gradienten verwendet. Für die Regularisierung der Entfaltungen erfolgte nach der in [CHA11] beschriebenen Total Variation L2-Methode.

Die durch die Entfaltung des Messsignals mit der Signalverbreiterungskurve erhaltenen entfalteten Gradientenkurven wurden verwendet, um die Gradiententiefe zu bestimmen. Als Gradiententiefe wird hier und im Folgenden die Distanz zwischen den beiden im Ni-Signalverlauf erkennbaren Intensitätsplateaus bezeichnet, die bei Signalintensität in der reinen Ni-Schicht bei der Intensität des im Stahl zulegierten Nickels entsprechen (siehe Abbildung 42).



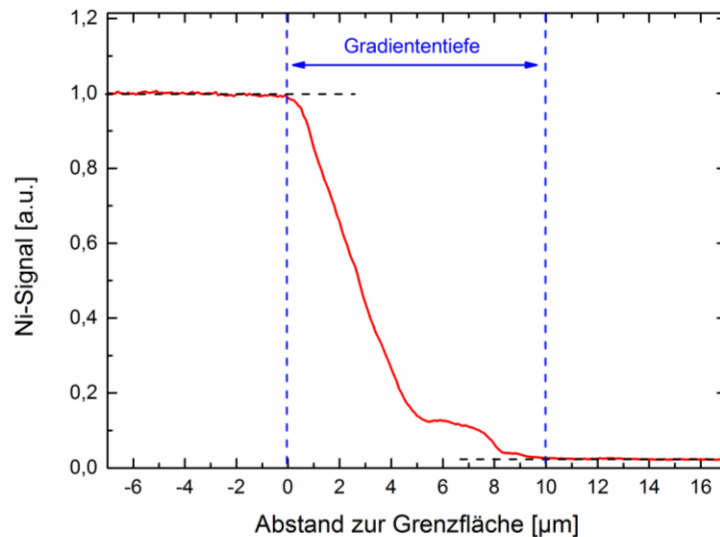


Abbildung 42: Definition der Gradiententiefe anhand eines Ni-Tiefenprofils senkrecht zur Ni-Stahl-Grenzfläche

An einigen Proben erfolgten zusätzlich Sekundärionen-Massenspektrometer (SIMS)-Messungen mithilfe eines Flugzeitdetektors am Physikalisch-Chemischen Institut der Justus-Liebig-Universität Gießen, die ein geringeres Detektionslimit besitzen. Die Messlänge des Gradienten auf der Oberfläche wurde durch die Verwendung von Böschungs- statt Querschliffen erhöht (siehe Abbildung 43). Hierfür wurden die Proben auf einem azentrisch platzierten Stück Draht liegend eingebettet, welches zu einer Verkippung der Probe zur Einbettmassenoberfläche von etwa 5° führte. Die Probe wurde metallografisch präpariert und mechanisch aus der Einbettmasse gelöst.

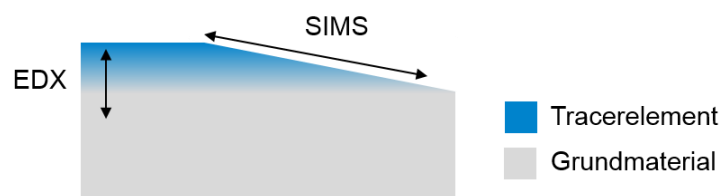


Abbildung 43: Skizze der EDX- und SIMS-Messpositionen auf den Proben

Auf der Böschungsfläche wurde ein SIMS-Mapping mit einer Schrittweite von  $2\ \mu\text{m}$  auf einer Fläche von  $0,1\ \text{mm}^2$  durchgeführt. Für die Auswertung erfolgte eine Mittelung über Linien senkrecht zum Gradienten, um einen Zusammenhang zwischen dem Abstand zur Ni-Schicht auf der Böschungsfläche und der Ni-Signal-Intensität zu erhalten. Der Böschungswinkel der Proben wurde nach dem Ausbetten der Proben mithilfe eines 3D-Laser-Scanning-Mikroskops LEXT OLS4000 der Firma Olympus bestimmt und verwendet, um aus der Position auf der Böschungsfläche den minimalen Abstand zur Probenoberfläche zu bestimmen. Aufgrund der höheren Ortsauflösung der SIMS-Methode wurde auf eine mathematische Entfaltung des Signals verzichtet. Die Gradiententiefe wurde an den gemessenen Gradienten analog zu den EDX-Messungen

(siehe Abbildung 42) bestimmt. Mithilfe der Gradiententiefe  $t_0$  der wärmebehandelten, unverformten Referenzproben kann der Abwalzgrad  $Z$  einer Probe mit der Gradiententiefe  $t$  berechnet werden:

$$Z = \frac{t_0 - t}{t_0} \quad \text{Gleichung 4.1}$$

#### 4.6.2. Anwendung der Tracergradientenmethode auf Spaltprofile

Aus einem Coil des Werkstoffes HC800LA mit einer Blechdicke von 1,5 mm und einer Breite von 88 mm wurden Stücke mit einer Länge von 250 mm getrennt. Die langen Bandkanten der Bleche wurden mit den in 4.6.1 beschriebenen Parametern wie in Abbildung 44 dargestellt vernickelt.

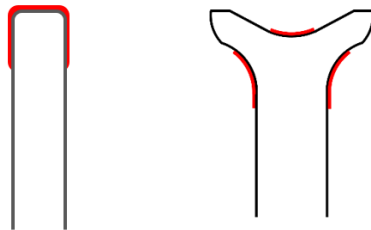


Abbildung 44: Schematische Darstellung der vernickelten Bereiche der Bandkanten (links) bzw. der Profile (rechts); die vernickelten Stellen sind rot markiert

Die Bleche wurden einer Wärmebehandlung unter Schutzgasatmosphäre bei 700 °C mit einer Haltezeit von 10 h unterzogen, die von der Firma Härtetechnik Roßdorf durchgeführt wurde. Die Bleche wurden wieder in das Coil eingeschweißt, welches mit sieben Stichen und einer Zustellung von 1 mm pro Stich spaltprofiliert wurde. Nach jedem Stich erfolgte die Entnahme eines vernickelten Blechstücks aus dem Prozess. Aus den spaltprofilierten Blechstücken wurden Querschliffe (RD-ND-Ebene) für EDX-Messungen metallografisch präpariert. Ein weiterer Querschliff wurde aus dem nicht spaltprofilierten, gradientenbehafteten Referenzzustand hergestellt.

Weitere Versuche wurden an Spaltprofilen aus demselben Coil durchgeführt, die bereits mit drei Stichen umgeformt wurden. Die Spaltprofile wurden in Teile mit einer Länge von 250 mm getrennt, so mit Klebeband versehen, dass nur die in Abbildung 44 markierten Stellen frei blieben und mit den in 4.6.1 beschriebenen Parametern im Galvanikbad vernickelt. Es folgte die bereits vorher beschriebene Wärmebehandlung unter Schutzgas bei 700 °C bei der Firma Härtetechnik Roßdorf. Die Profile wurden weiteren Spaltprofilierstichen mit einer Zustellung von 1 mm unterzogen. Auch hier erfolgte die Entnahme von Profilen nach jedem Stich für die Analyse, wobei maximal vier zusätzliche Stiche durchgeführt wurden. Von diesen Proben sowie eines nach der

Wärmebehandlung nicht weiter spaltprofilierten Referenzzustands wurden ebenfalls Querschliffe für die EDX-Analyse angefertigt.

Auf allen erzeugten Querschliffen erfolgten EDX-Messungen im Spaltgrund bzw. an der Bandkante und soweit geometrisch möglich in 0,5 mm und 1 mm Abstand von Spaltgrund. Hierbei wurden jeweils mindestens drei Linienscans mit einer Schrittweite von  $0,1 \mu\text{m}$  senkrecht zur Grenzfläche gemessen. Die Beschleunigungsspannung für Proben, die mit weniger als vier Stichen umgeformt wurden, betrug 20 kV. Die stärker umgeformten Proben wurden mit 8 kV Beschleunigungsspannung gemessen. Weiterhin wurden an allen Proben EDX-Messungen mit 20 kV Beschleunigungsspannung am Hilfswalzenradius durchgeführt.

An vernickelten, nicht wärmebehandelten Proben wurden EDX-Referenzmessungen mit 20 kV sowie mit 8 kV Beschleunigungsspannung durchgeführt und nach der in 4.6.1 beschriebenen Vorgehensweise zur Bestimmung der Signalverbreiterungsfunktion verwendet, welche dann zur Signalentfaltung nach [CHA11] genutzt wurde. Die entfaltenen Profile dienten der Bestimmung der Gradiententiefe.

#### 4.7. Verformungsverhalten des UFG Gefüges in Spaltprofilen unter Druck

Aus einem HC480LA-Spaltprofil wurden drei rechteckige Proben wie in Abbildung 45 dargestellt aus einem Flansch entnommen.

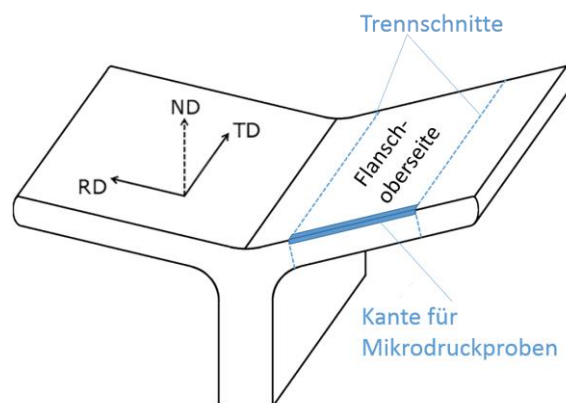


Abbildung 45: Probenentnahme aus Spaltprofilen für die Herstellung der Mikrodruckproben und TEM-Lamelle

Eine dieser Proben wurde einer Erholungswärmebehandlung bei  $375 \text{ }^\circ\text{C}$  für 10 h unter Schutzgasatmosphäre unterzogen. Zur Einstellung einer bestimmten Mikrostruktur an der Oberseite der präparierten Proben muss der Abstand zur Flanschoberseite bekannt sein, in dem sich die Oberfläche der präparierten Proben befand. Hierfür muss bestimmt werden, wie viel Material von der Flanschoberseite durch die Präparation entfernt wurde. Zur Ermittlung des Materialabtrags durch die nachfolgenden Schleif- und Polierschritte wurden Vickers-Eindrücke mit Lasten von 20 kg und 60 kg auf der

Oberseite der Proben verwendet. Die Oberseiten der Proben wurden vorsichtig geschliffen, wobei bei der vorerholten sowie einer weiteren Probe, die im Folgenden als oberflächennahe Probe bezeichnet wird, so wenig Material wie möglich entfernt wurde. Bei der verbliebenen Probe wurden durch wiederholte Bestimmung der verbleibenden Tiefe eines HV60-Eindrucks etwa  $100\ \mu\text{m}$  der Oberfläche abgetragen, wobei bei allen Proben die Bestimmung des endgültigen Abtrags der Oberfläche mithilfe der Härteeindrücke erfolgte.

Die Proben wurden hiernach mithilfe von Metallklammern so eingebettet, dass der Probenquerschnitt (RD-ND-Ebene) präpariert werden konnte. Die Querschnittsflächen wurden geschliffen und poliert und die Proben mechanisch aus der Einbettmasse entfernt. Es folgte die Politur der Oberseiten der Proben bei abgeklebter Querschnittfläche, wodurch Proben mit einer bestmöglich definierten Kante senkrecht zu TD entstanden.

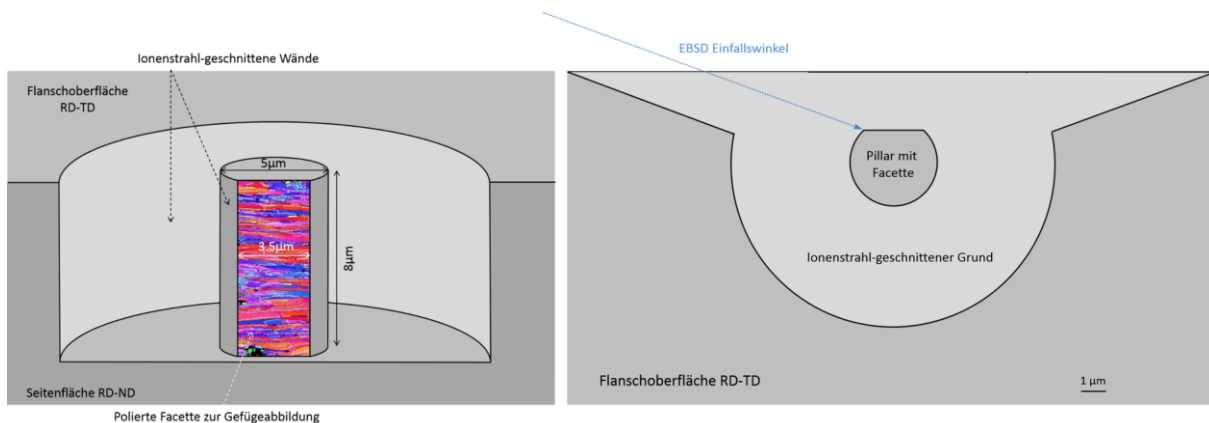


Abbildung 46: Geometrie der Mikrodruckproben: Seitenansicht (links), Ansicht von oben (rechts)

In die so präparierten Kanten wurden an der Karlsruhe Nano Micro Facility (KNMF) mithilfe einer Zeiss Auriga 60 Focus Ion Beam (FIB) System sowie in Darmstadt an einem Jeol JIB-4600F mit eingebauten Mehrstrahlssystem Mikrodruckproben geschnitten. In die oberflächennahe Probe wurden 19 Pillars geschnitten, die im Folgenden die Bezeichnungen #1 bis #19 tragen, die Probe, von deren Oberfläche etwa  $100\ \mu\text{m}$  abgetragen wurden, wurde mit fünf Pillars mit den Bezeichnungen #T1 bis #T5 versehen und in die vorerholte Probe wurden elf Pillars mit den Namen #E1 bis #E11 geschnitten. Bei einigen Pillars wurde vor dem Schneiden eine  $0,5\ \mu\text{m}$  dicke Platinschicht auf der Probenoberfläche abgeschieden, welches der Verringerung des auf der polierten Facette auftretenden „Curtaining“ diene.

Wie in Abbildung 46 zu erkennen, wurden in die zylindrischen Proben Facetten eingebracht. Diese wurde mithilfe des Ionenstrahls poliert, um Abbildungen mit dem Elektronenstrahl zu ermöglichen. Die Entfernung von weiterem Material in der direkten Umgebung der Proben (siehe Abbildung 46) ermöglichte die Durchführung von EBSD Messungen mit geeigneter Ausrichtung.

---

Die Facetten der Pillars wurden mithilfe von EBSD-Messungen mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV und einer Schrittweite von 10 nm abgebildet. Die Pattern-Erfassungsrage lag bei 80 fps, um die Erwärmung des Pillar und somit den thermischen Drift so gering wie möglich zu halten. Die durch die schnelle Aufnahmezeit verringerte Indizierungsrate der Pattern konnte durch das Speichern der Pattern und ein nachträgliches Durchführen des NPAR Algorithmus [WRI15] kompensiert werden. Das Koordinatensystem der Messungen wurde wie in 4.4 beschrieben gedreht und die dort erläuterte Clean-Up-Prozedur durchgeführt. Für die Korndefinition in der OIM-Software wurde eine maximale Misorientierung von  $10^\circ$  gewählt und die Korndicke mithilfe des Linienschnittverfahrens in Software bestimmt. Zur Texturdarstellung wurde die Orientierungsverteilungsfunktion ODF mithilfe einer harmonischen Reihenentwicklung mit einem Entwicklungsgrad von 30 und einer Gauss'schen Halbwertsbreite von  $5^\circ$  unter der Annahme von orthogonaler Symmetrie berechnet. Zur Abschätzung der relativen Versetzungsaktivität in den einzelnen Körnern wurden Taylor-Faktor-Darstellungen erstellt. Diese beruhten auf einem Spannungszustand einer einachsigen Stauchung in ND-Richtung und der Annahme von Versetzungsaktivität auf den  $\{110\}\langle 111 \rangle$  sowie  $\{211\}\langle 111 \rangle$ -Gleitsystemen. Zur Betrachtung der Orientierungsvariation innerhalb eines Kornes wurde die Abweichung der lokalen Orientierung von der mittleren Kornorientierung bestimmt. Hierfür wurde die maximale Misorientierung innerhalb eines Kornes auf  $2^\circ$  festgelegt.

Mikrodruckversuche an den Pillars wurden mithilfe eines InSEM-Nanoindenters der Firma Nanomechanics, Inc. mit Flat-Punch-Spitze durchgeführt. Die Steuerung des in ein Tescan MIRA 3 REM eingebauten Indenters erfolgte mithilfe der InView Software. Die Proben wurden mithilfe des 4Q-BSE-Detektors abgebildet und anschließend mit einer konstanten Verschiebungsrate von 10 nm/s in Verschiebungsschritten von 300 nm gestaucht. Weitere BSE-Aufnahmen zwischen den einzelnen Verformungsschritten dienten der Dokumentation der Änderungen in der Mikrostruktur der Facette.

Einige weniger stark verformte Pillars wurden nach der Verformung einer erneuten FIB-Politur zur Wiederherstellung einer für EBSD geeigneten Fläche unterzogen. Die Facette wurde erneut mit EBSD abgebildet und im Anschluss weitere 200 nm der Facette abgetragen und eine weitere EBSD-Messung durchgeführt.

Die Dehnungsverteilung innerhalb der Pillars während der Verformung wurde außerdem basierend auf ihrer Mikrostruktur mithilfe des „Düsseldorf Advanced Material Simulation Kits“ (DAMASK) simuliert. Hierbei handelt es sich um eine Kristallplastizität-Finite-Elemente-Methode (Crystal Plasticity Finite Element Method, CP-FEM) [ROT12] bestehend aus einem Mikrostruktur-Modell, einem Materialgesetz sowie einem numerischen Solver zur Bestimmung des mechanischen Gleichgewichts unter gegebenen Randbedingungen. In dieser Arbeit wurde der implementierte

Spektral-Solver [SHA15] verwendet, der mit einem regelmäßigem Gitter arbeitet und damit eine direkte punktweise Übernahme von (auf ein quadratisches Grid konvertierte) EBSD-Messungen erlaubt. Bei dieser Übernahme wurden eine kubische Symmetrie sowie ein Toleranzwinkel von  $2^\circ$  zugrunde gelegt.

DAMASK wiederholt die EBSD-Daten periodisch in alle Raumrichtungen, um einen unendlich ausgedehnten Körper zu erhalten. Dies stellt aufgrund der kolumnaren Mikrostruktur in Spaltprofilen mit hohen Kornabmessungen in TD eine gute Näherung der realen Mikrostruktur dar. Aus diesem Grund sind die definierten Randbedingungen Volumenmittelwerte, die sich in einander ausschließenden Komponenten des Deformationsgradienten  $\mathbf{F}$  sowie der ersten Piola-Kirchhoff'schen-Spannungstensor  $\mathbf{P}$  äußern. Hier wurden die Pillars einachsrig in Normalenrichtung mit einer Dehnrage von  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  in 200 Inkrementen bis zu einer finalen Dehnung von 10% gestaucht, es wurden die folgenden Tensoren vorgeben:

$$\dot{\mathbf{F}} = \begin{pmatrix} -10^{-3} & 0 & 0 \\ 0 & * & 0 \\ 0 & 0 & * \end{pmatrix} \text{s}^{-1}$$

$$\mathbf{P} = \begin{pmatrix} * & * & * \\ * & 0 & * \\ * & * & 0 \end{pmatrix}$$

Die mit Asterisken gekennzeichneten Einträge werden nicht vorgegeben und müssen als Antwort des Systems auf die vorgegebene Deformation bestimmt werden. Diese Antwort wird vom Solver mithilfe des Materialmodells für jeden Integrationspunkt ermittelt. Hierfür wird (in dieser Arbeit ohne weiteren Homogenisierungsschritt) der Deformationstensor  $\mathbf{F}$  in jedem Punkt in einen elastischen ( $\mathbf{F}_e$ ) sowie einen plastischen Anteil ( $\mathbf{F}_p$ ) zerlegt:  $\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \mathbf{F}_p$ .

Der (zweite Piola-Kirchhoff'sche) Spannungstensor  $\mathbf{S}$  hängt vom elastischen Steifigkeitstensor  $\mathbf{C}$  ab [EIS13]:

$$\mathbf{S} = \mathbf{P} \cdot \mathbf{F}^{-1} = \frac{1}{2} \mathbf{C} (\mathbf{F}_e^T \mathbf{F}_e - \mathbf{I}) \quad \text{Gleichung 4.2}$$

Wobei  $\mathbf{I}$  den Einheitstensor bezeichnet. Für die Simulation der Pillars wurden die elastische Konstanten von Reineisen angenommen:  $C_{11} = 230,37$  GPa,  $C_{12} = 134,07$  GPa und  $C_{44} = 115,87$  GPa [ADA06].

Die Änderung der plastischen Dehnrage, die durch den Spannungstensor  $\mathbf{S}$  bewirkt wird, ergibt sich aus dem plastischen Verformungsgradienten  $\mathbf{L}_p = \dot{\mathbf{F}}_p \mathbf{F}_p^{-1}$ . Dieser kann mithilfe verschiedener Beschreibungen des orientierungsabhängigen plastischen Verformungsverhaltens des Materials bestimmt werden [ROT10]. In diesem Fall wurde eine phänomenologische Beschreibung unter Vernachlässigung von Zwillingsbildung

verwendet. Diese phänomenologische Beschreibung beruht auf der Annahme, dass in einem Gleitsystem  $\alpha$  Gleiten auftritt, sobald die Schubspannung  $\tau^\alpha$  einen kritischen Wert  $S^\alpha$  erreicht, der auch als Gleitwiderstand bezeichnet wird. Im hier vorliegenden Fall einer kubisch-raumzentrierten Kristallstruktur werden die 12  $\{110\}\langle 111 \rangle$  sowie die 12  $\{112\}\langle 111 \rangle$  Gleitsysteme berücksichtigt. Die kritische Schubspannung auf jedem der 24 Gleitsysteme  $\alpha = \{1, 2, \dots, 24\}$  erhöht sich ausgehend vom Ausgangswert  $S_0^\alpha$  aufgrund von Gleitaktivitäten  $\gamma^\beta$  auf den 24 Gleitsystemen  $\beta = \{1, 2, \dots, 24\}$  bis zu einem Sättigungswert  $S_\infty^\alpha$  nach der Gleichung [TAS14]:

$$\dot{S}^\alpha = \sum_{\beta=1}^{24} \dot{\gamma}^\beta \cdot h_0 \cdot \left| 1 - \frac{S^\beta}{S_\infty^\alpha} \right|^w \cdot \operatorname{sgn} \left( 1 - \frac{S^\beta}{S_\infty^\alpha} \right) \cdot h_{\alpha\beta} \quad \text{Gleichung 4.3}$$

Wobei  $h_{\alpha\beta}$  einen Interaktionsparameter und  $h_0$  die anfängliche Verfestigung beschreibt und  $w$  ein Fit-Parameter ist. Somit mit folgt für die Scherrate im Gleitsystem  $\alpha$  mit dem Spannungsexponenten  $n$ :

$$\dot{\gamma}^\alpha = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^\alpha}{S^\alpha} \right|^n \cdot \operatorname{sgn}(\tau^\alpha) \quad \text{Gleichung 4.4}$$

Die Summe der Scherraten auf allen Gleitsystemen ergibt dann den plastischen Geschwindigkeitsgradienten, der wie oben beschrieben zur Bestimmung der Spannungsantwort des Systems auf die aufgebrachte Verformung benötigt wird. Die gewählten Werte der oben erwähnten Simulationsparameter wurden der Literatur entnommen [TAS14] und sind in Tabelle 2 zu finden. Die Werte für  $S_0$  und  $S_\infty$  wurden an die experimentell gemessene Streckgrenze angepasst [NIE18].

Tabelle 2: In den DAMASK-Simulationen verwendeten Parameter

Parameter	Wert	Einheit
$\dot{\gamma}_0$	0,01	ms <sup>-1</sup>
$S_{0,\{110\}}$	354	MPa
$S_{\infty,\{110\}}$	837	MPa
$S_{0,\{112\}}$	361	MPa
$S_{\infty,\{112\}}$	1538	MPa
$h_0$	1	GPa
$h_{\alpha\beta}$ (koplanare Gleitsysteme)	1,0	
$h_{\alpha\beta}$ (nicht koplanare Gleitsysteme)	1,4	
$n$	20	
$w$	2	

---

Die kristallplastische Simulation mittels DAMASK diente der Bestimmung der in der Mikrostruktur lokal vorliegenden von Mises-Vergleichspannung  $\sigma_{vM}$ . Diese wurde aus den wahren (Cauchy-) Spannungstensors berechnet. Weiterhin wurde als Maß für die „Kraft“, die auf Korngrenzen ausgeübt wird, der Betrag der Divergenz des Cauchy-Spannungstensors in der RD-TD-Ebene  $|Div_{yz}(\sigma_w)|$  bestimmt. Zusätzlich wurde die vorhergesagte Rotation der Kornorientierung betrachtet.

#### 4.8. Verformungsverhalten des Gefüges in Spaltprofilen bei Indentierung mit verschiedenen Dehnraten

Das Verformungsverhalten des Gefüges in Spaltprofilen wurde in Abständen von 30  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  sowie 600  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite untersucht. Hierzu erfolgte zunächst die Charakterisierung der Ausgangsmikrostruktur der Spaltprofile in diesen Abständen zur Flanschoberseite mithilfe von EBSD-Messungen. Die Messungen in 30  $\mu\text{m}$  und 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV, einer Pattern-Erfassungsrate von 33 fps sowie einer Schrittweite von 20 nm auf einer Fläche von mindestens 700  $\mu\text{m}^2$  durchgeführt. Die gröbere Mikrostruktur in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite wurde mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV, einer Pattern-Erfassungsrate von 80 fps und einer Schrittweite von 30 nm abgebildet. Die so vermessene Fläche wies eine Größe von 1700  $\mu\text{m}^2$  auf. Das Koordinatensystem der erhaltenen Daten wurde zunächst wie in 4.4 beschrieben angepasst und die beschriebene Clean-Up Prozedur durchgeführt. Zur Charakterisierung der vorliegenden Texturen wurde die Orientierungsverteilungsfunktion ODF mithilfe einer harmonischen Reihenentwicklung mit einem Entwicklungsgrad von 30 und einer Gauss'schen Halbwertsbreite von 5° unter der Annahme von orthogonaler Symmetrie berechnet.

In das zu untersuchende Gefüge wurden in Abständen von 30  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  und 600  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite Härteeindrücke mithilfe eines G200-Nanoindenters (KLA Tencor) mit einem Konus mit 60° Öffnungswinkel und einer kugelförmigen Spitze mit 5  $\mu\text{m}$  Radius eingebracht. Die verwendete Indenterspitze ist in Abbildung 47 dargestellt und wies einige Abweichungen von der Soll-Geometrie auf. Gut zu erkennen sind die abgeflachte Spitze sowie eine Kante im eigentlich konischen Teil.

Die Indentierungsexperimente wurden an einem metallografisch präparierten Querschliff (RD-ND-Ebene) eines HC480LA-Spaltprofils mit einer vorgegebenen Eindringtiefe von 2  $\mu\text{m}$  durchgeführt. Es wurden drei Indentierungsdehnraten  $\dot{\epsilon}_{ind} = \frac{P_{ind}}{F_{ind}} = 10^{-1}, 10^{-2}$  sowie  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  verwendet, wobei  $P_{ind}$  die Indentierungslast bezeichnet. Pro Abstand zur Flanschoberseite und Dehnrates wurden je sieben Eindrücke im Abstand von 60  $\mu\text{m}$  gesetzt.



Die aufgrund der Anisotropie des betrachteten Werkstoffs sowie der nicht-idealen Spitzengeometrie (siehe Abbildung 47) herausfordernde Kalibrierung der Spitze wurde über den E-Modul des Werkstoffs vorgenommen, welcher vorher mithilfe einer kalibrierten Berkovich-Spitze am Werkstoff bestimmt wurde.

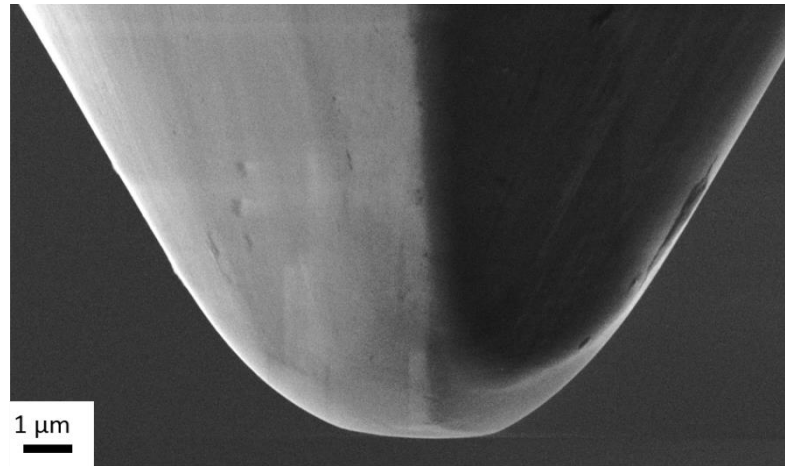


Abbildung 47: SE-Abbildung der verwendeten Indenterspitze

Die aus den Eindrücken bestimmten Härtewerte wurden gemittelt und zur Bestimmung des Dehnratenempfindlichkeit sowie des Aktivierungsvolumens nach Gleichung 2.19 und Gleichung 2.20 genutzt. Hierfür wurde der mittlere Taylorfaktor von untexturierten krz Polykristallen von  $M = 2,9$  [KOC70] als Näherung sowie eine Proportionalitätskonstante zwischen Härte und Streckgrenze von  $C^* = 2,8$  für einen sphärischen Indenter [TAB70] verwendet.

Die Charakterisierung des Verformungsverhaltens des Materials um die Eindrücke erfolgte im REM mithilfe von SE-Aufnahmen bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV. Außerdem wurden nach einer kurzen Nachpolitur mit  $0,25\mu\text{m}$  Diamantsuspension sowie dem Feinpoliturmittel Masterprep (Buehler) in jedem betrachteten Abstand zur Flanschoberseite an einem der Eindrücke mit  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$  EBSD-Messungen durchgeführt. Die hierbei verwendeten Parameter entsprachen den bereits oben für die Gefügecharakterisierung im entsprechenden Abstand zur Flanschoberseite verwendeten Parameter genutzten.

Zur Betrachtung von Verformungsanzeichen innerhalb der Mikrostruktur wurde neben der IPF-Darstellung auch die lokale Orientierungspreizung (LOS) um jeden Eindruck analysiert. Diese wurde stets aus den zweitnächsten Nachbarn eines Punkts bestimmt, die eine Misorientierung von  $5^\circ$  oder weniger zu ihm aufweisen.



## 5. Experimentelle Ergebnisse

### 5.1. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges in Spaltprofilen

#### 5.1.1. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges - Statistischer Ansatz

Die Mikrostruktur der (nicht wärmebehandelten) Referenzprobe in Abbildung 48a besteht aus stark gestreckten ultrafeinen Körnern, die charakteristisch für die oberflächennahen Regionen in Spaltprofilen sind [BRU12, BRU08]. Die Textur der Referenzprobe ist mithilfe des  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnittes der Orientierungsverteilungsfunktion ODF dargestellt und zeigt eine für Walztexturen von raumzentrierten Materialien charakteristische Fasertextur. Sie setzt sich zusammen aus der  $\alpha$ -Faser (rote Linie in Abbildung 48 oben rechts), bei deren Orientierungen die Kristallrichtung  $\langle 110 \rangle$  parallel zur Walzrichtung liegt, und der  $\gamma$ -Faser (blaue Linie in Abbildung 48 oben rechts), deren  $\langle 111 \rangle$ -Kristallrichtungen in Normalenrichtung orientiert sind. Die Orientierung mit der höchsten Intensität ist die gedrehte Würfellage  $\{001\}\langle 110 \rangle$ , die Teil der  $\alpha$ -Faser ist. Die schwarzen Bereiche in den mit der Pattern-Qualität IQ unterlegten IPF-Darstellungen stammen von Karbiden, die sich häufig im verwendeten HC480LA-Stahl finden.

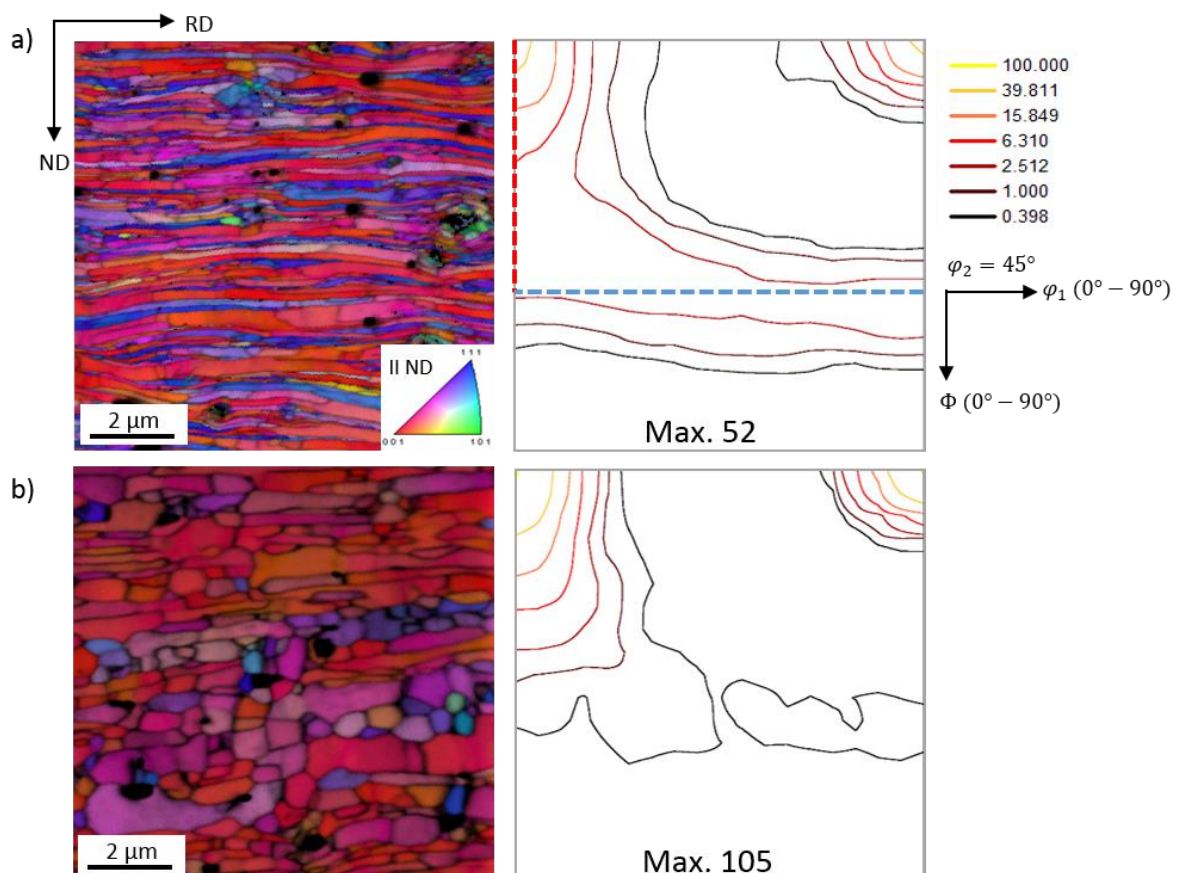


Abbildung 48: IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (links) und ODF-Schnitt bei  $\phi_2 = 45^\circ$  (rechts) des Gefüges in 50 µm zur Flanschoberseite ohne Wärmebehandlung (a), nach 900 s bei 600 °C (b) (rote Linie markiert die Lage der  $\alpha$ -Faser, blaue Linie markiert die  $\gamma$ -Faser)

Nach 900 s Wärmebehandlung bei 600 °C liegt eine gröbere, weniger gestreckte Mikrostruktur mit unimodaler Korngrößenverteilung vor, die keine Zeichen von diskontinuierlichem Wachstum aufweist (Abbildung 48b). Der zugehörige  $\varphi_2 = 45^\circ$  Schnitt des Eulerraums zeigt eine Erhöhung der  $\alpha$ -Faser-Intensität, die für die gedrehte Würfellage besonders stark ausfällt. Diese Änderung der Textur ohne einhergehende diskontinuierliche Wachstumsprozesse lässt auf selektives Kornwachstum schließen.

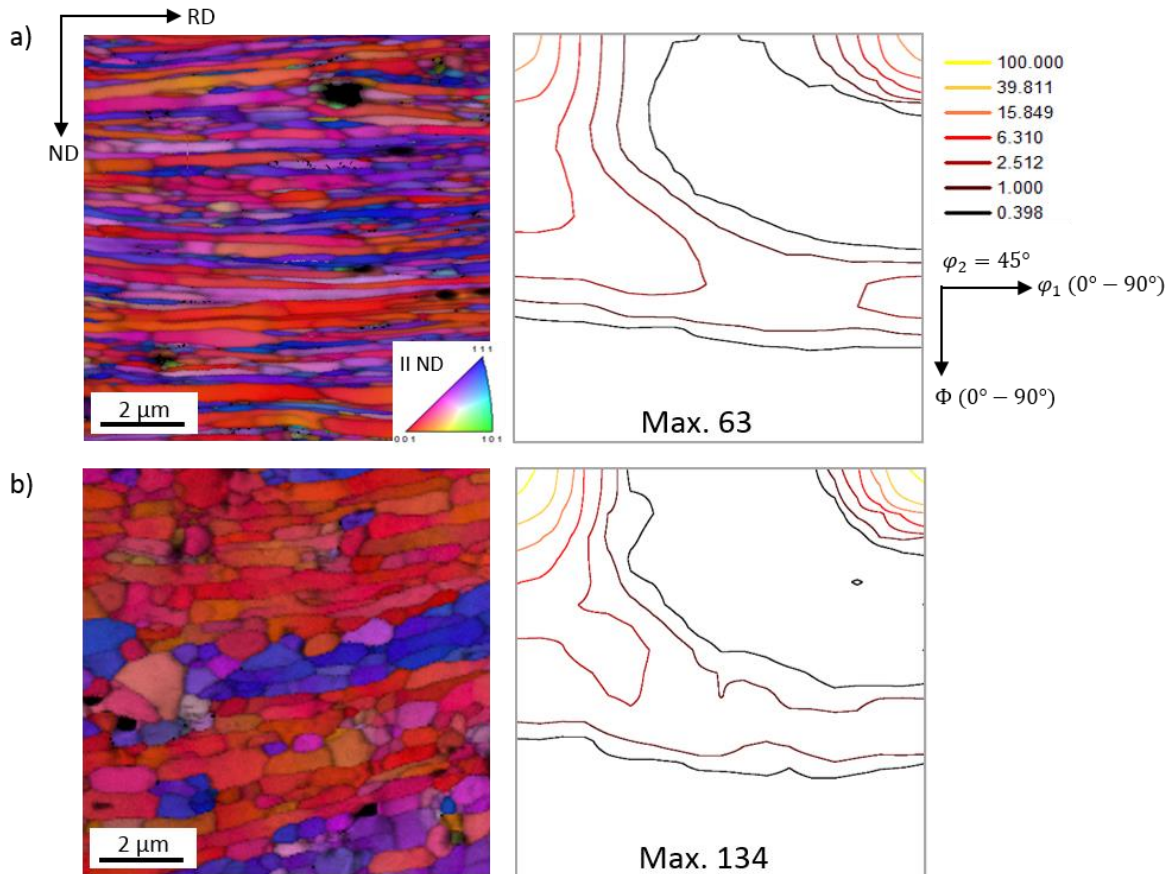


Abbildung 49: IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (links) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) des Gefüges in 50  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite nach Vorerholung bei 375 °C (a), nach Vorerholung bei 375 °C und 900 s bei 600 °C (b)

Die Mikrostruktur und Textur der vorerholten Probe ohne weitere Wärmebehandlung in Abbildung 49a weist große Ähnlichkeiten mit der nicht vorerholten Probe in Abbildung 48a auf. Die stark gestreckte Mikrostruktur weist die gleiche Walztextur auf, wobei die Intensität entlang der  $\gamma$ -Faser etwas niedriger ist als in der Probe ohne Vorerholung. Nach 900 s Wärmebehandlung weist die vorerholte Probe die gleichen mikrostrukturellen Charakteristika auf wie die nicht-vorerholte Probe. Die IPF-Darstellung zeigt eine kontinuierlich vergrößerte Mikrostruktur, während der  $\varphi_2 = 45^\circ$  Schnitt der ODF eine erhöhte  $\alpha$ -Faser Intensität und eine Verringerung der Intensität der  $\gamma$ -Faser erkennen lässt. Im Vergleich zur nicht-vorerholten Probe ist die Verringerung der  $\gamma$ -Faser Intensität geringer, während das Maximum der Intensitätsverteilung bei der gedrehten Würfellage etwas höher ist.

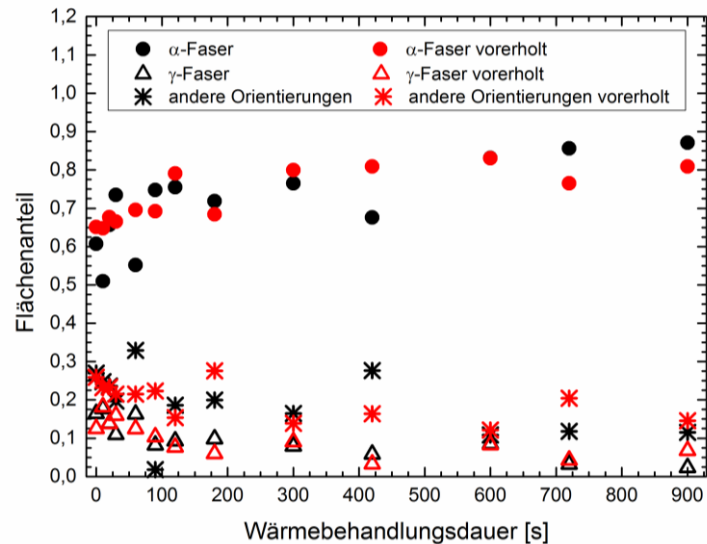


Abbildung 50: Flächenanteil der Fasern über Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C

Der Verlauf der Flächenanteile von  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser über der Wärmebehandlungsdauer in Abbildung 50 erlaubt die Quantifizierung des bereits in der Mikrostruktur und Textur gefundenen selektiven Kornwachstums. Der Flächenanteil der  $\alpha$ -Faser steigt über eine Wärmebehandlungsdauer von 900 s von 53% auf 79% in den nicht-vorerholten Proben, während der Anteil der  $\gamma$ -Faser von 17% auf 3% fällt. Die vorerholten Proben weisen einen Anstieg des  $\alpha$ -Faser-Anteiles von 58% auf 74% und eine Verringerung des  $\gamma$ -Faser-Anteils von 13% auf 6%. Die Körner anderer Orientierungen (d.h. Orientierungen, die weder zur  $\gamma$ - noch zur  $\alpha$ -Faser gehören) zeigen in beiden Fällen ein mit der  $\gamma$ -Faser vergleichbares Verhalten. Da die beiden betrachteten Fasern bei  $\{111\}\langle 110\rangle$  überlappen, ergibt die Summe der Flächenanteile von  $\alpha$ -Faser,  $\gamma$ -Faser und allen anderen Orientierungen nicht 100%.

Das selektive Kornwachstum zeigt sich nicht nur in der Änderung der Faser-Flächenanteile, sondern auch in der Entwicklung der Korngrößen der Fasern über die Wärmebehandlungsdauer. Aufgrund der starken Streckung der Körner sowie der ausgeprägten Textur (siehe Abbildung 48) führt die aus Korngrenzmobilitätsgründen (siehe 4.4.2) gewählte maximale Misorientierung von  $10^\circ$  zu sehr irregulären Kornformen. Besonders in der  $\alpha$ -Faser werden große Kornnetzwerke durch kleine Verbindungsstellen, die eine Misorientierung weniger als  $10^\circ$  aufweisen, als einziges Korn aufgefasst. Aus diesem Grund ist die Kornfläche oder der mittlere Kornradius kein geeignetes Maß zur Beschreibung des Kornwachstumsprozesses.

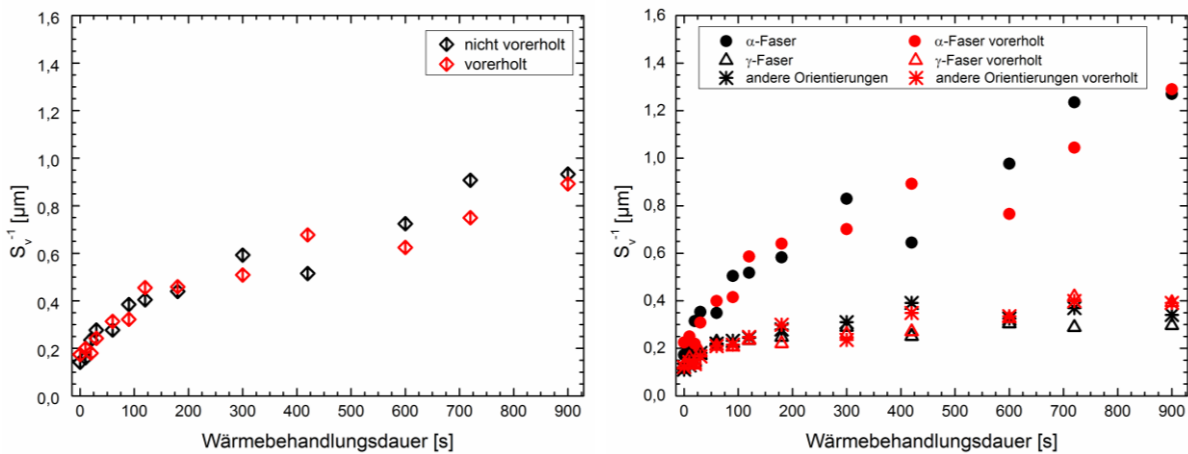


Abbildung 51: Inverse Grenzflächendichte über die gesamte Mikrostruktur gemittelt (links) und nach Fasern aufgeschlüsselt (rechts) über die Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C

Daher wird hier die inverse Korngrenzdicke  $S_V^{-1}$  als Mittel zur Quantifizierung von Änderungen der Korngröße verwendet. Die mittlere inverse Korngrenzdicke steigt, wie in Abbildung 51 zu sehen ist, in den nicht voreholten Proben über die gesamte Wärmebehandlungsdauer von  $0,14 \mu\text{m}$  auf  $0,93 \mu\text{m}$ . Die voreholten Proben weisen zu Beginn der Wärmebehandlung eine etwas höhere inverse Korngrenzdicke von  $0,17 \mu\text{m}$  auf. Die Änderung innerhalb der voreholten Proben unterscheidet sich mit einer Steigerung von  $0,17 \mu\text{m}$  auf  $0,89 \mu\text{m}$  kaum vom Verhalten der nicht voreholten Proben. Die Änderung der mittleren inversen Korngrenzdicke wird primär durch das Wachstum von  $\alpha$ -Faser-Körnern getragen, die im nicht-voreholten Fall von  $S_V^{-1} = 0,17 \mu\text{m}$  auf  $S_V^{-1} = 1,27 \mu\text{m}$  und im voreholten Fall von  $0,22 \mu\text{m}$  auf  $1,29 \mu\text{m}$  anwachsen. Im gleichen Zeitraum zeigen die  $\gamma$ -Faser-Körner nur geringfügiges Wachstum von  $S_V^{-1} = 0,1 \mu\text{m}$  auf  $S_V^{-1} = 0,3 \mu\text{m}$  (nicht voreholte Proben) beziehungsweise von  $0,13 \mu\text{m}$  auf  $0,39 \mu\text{m}$  (voreholte Proben). In beiden Fällen entspricht das Verhalten der Körner, die weder zur  $\alpha$ -noch zur  $\gamma$ -Faser gehören, dem Verhalten der  $\gamma$ -Faser-Körner. Da dies bei allen untersuchten Parametern der Fall ist, wird im Folgenden darauf verzichtet, das Verhalten dieser Körner gesondert aufzutragen.

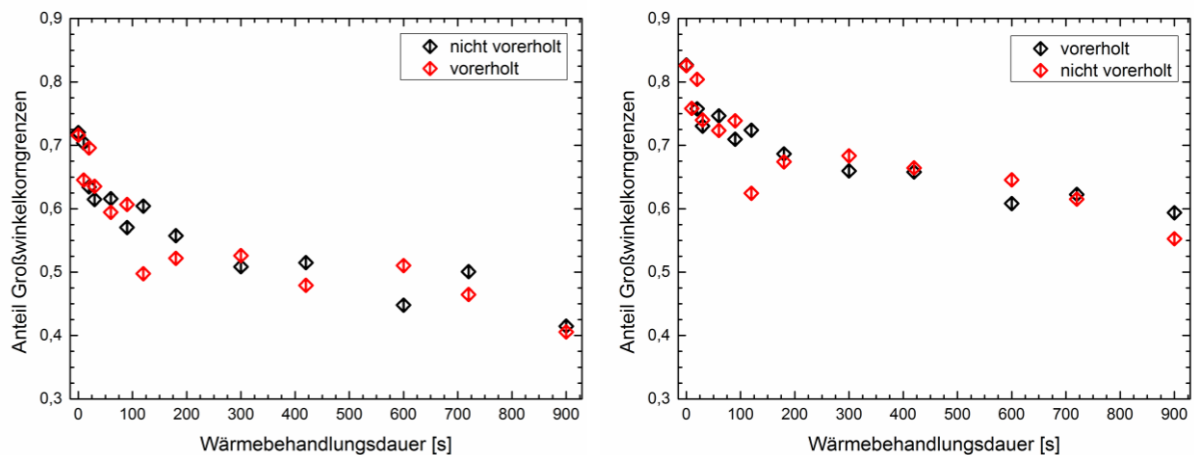


Abbildung 52: Anteil von Großwinkelkorngrenzen (Misorientierung  $\theta > 15^\circ$  links, Misorientierung  $\theta > 10^\circ$  rechts) über die Wärmebehandlungsdauer bei  $600\text{ °C}$

Die Erhöhung der Korngröße sowie des Flächenanteils der  $\alpha$ -Faser über die Wärmebehandlungsdauer beeinflusst den Anteil von Großwinkelkorngrenzen, der wiederum einen signifikanten Einfluss auf das erwartete Vergrößerungsverhalten hat. Wie bereits erwähnt, wird in dieser Arbeit aus Gründen der Korngrenzmobilität  $10^\circ$  als maximale Misorientierung innerhalb eines Kornes gewählt. Um die Kriterien für Korn/Subkorn-Unterscheidung und die LAGB/HAGB-Unterscheidung konsistent zu halten, wurde  $10^\circ$  auch als minimaler Winkel für Großwinkelkorngrenzen gewählt. Da jedoch in der Literatur meist  $15^\circ$  angenommen werden, sind die Anteile der Großwinkelkorngrenzen für beide Unterscheidungen in Abbildung 52 dargestellt. Der anfängliche Anteil von Großwinkelkorngrenzen der nicht vorerholteten Proben liegt bei 72%, wenn Korngrenzen mit einer Misorientierung von  $15^\circ$  oder höher als HAGBs gewertet werden bzw. 83%, wenn bereits ab  $10^\circ$  Großwinkelkorngrenzen angenommen werden. Dieser Wert sinkt über den Verlauf der Wärmebehandlung auf 41% ( $\theta > 15^\circ$  für HAGBs) bzw. 59% ( $\theta > 10^\circ$  für HAGBs). Der Verlauf der vorerholteten Proben zeigt den gleichen Trend, der anfänglich mit 83% bzw. 72% hohe Anteil an Großwinkelkorngrenzen reduziert sich nach 900 s Wärmebehandlung auf 55% bzw. 41%.

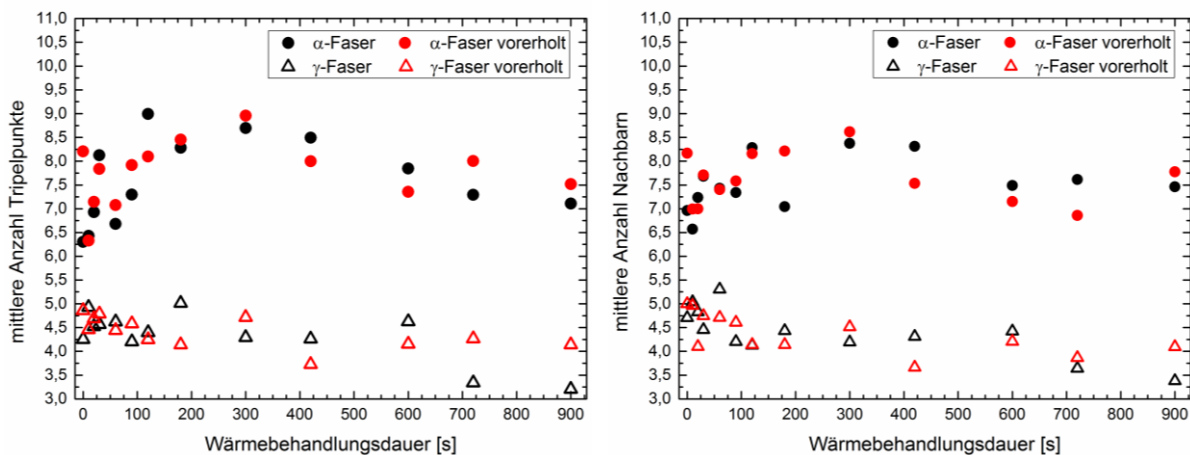


Abbildung 53: Mittlere Anzahl Tripelpunkte (links) und mittlere Anzahl Nachbarn (rechts) der beiden Fasern über die Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C

Als Maß für die aus der Korngrenzkürmung resultierende globale Triebkraft sind in Abbildung 53 die mittlere Anzahl Tripelpunkte sowie Nachbarn der Körner beider Fasern dargestellt. Die Kurven zeigen einen sehr ähnlichen Verlauf über der Wärmebehandlungsdauer. Sowohl im Fall der vorerholten als auch der nicht-vorerholten Proben weist die  $\alpha$ -Faser im Vergleich zur  $\gamma$ -Faser über den gesamten Verlauf der Wärmbehandlung eine höhere Anzahl Tripelpunkte als auch eine höhere Anzahl Nachbarn auf. Die mittlere Anzahl Tripelpunkte sowie die mittlere Anzahl Nachbarn der  $\gamma$ -Faser-Körner weisen über die Wärmebehandlungsdauer eine leicht fallende Tendenz auf, während bei der Körnern der  $\alpha$ -Faser aufgrund der signifikanten Streuung der Werte kein klarer Trend ausgemacht werden kann.

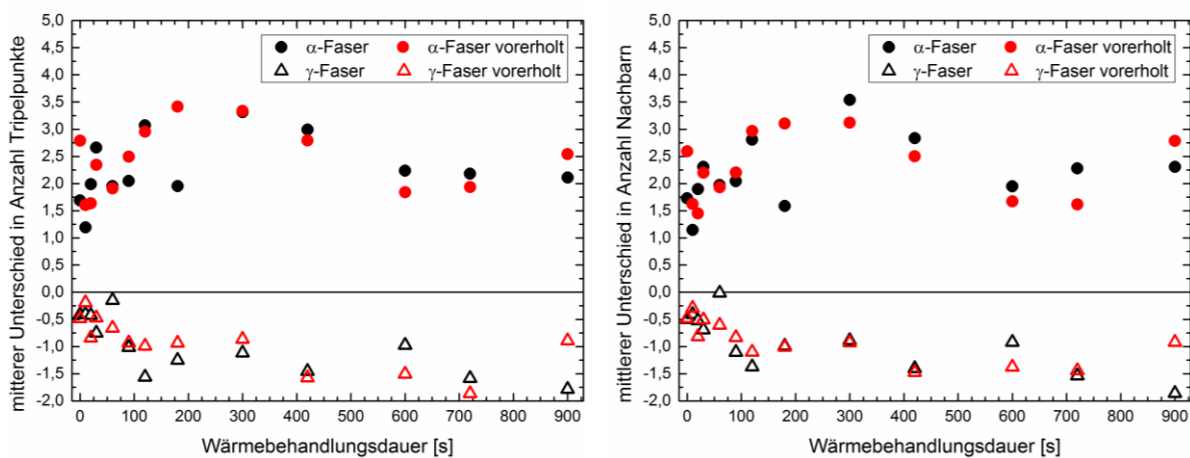


Abbildung 54: Mittlerer Unterschied in Anzahl Tripelpunkte (links) und mittlerer Unterschied in Anzahl Nachbarn (rechts) der beiden Fasern über die Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C



Um lokale Triebkräfte aus der Korngrenzkrümmung besser abschätzen zu können, sind in Abbildung 54 die Mittelwerte der Unterschiede in der Anzahl Tripelpunkte bzw. Nachbarn im Vergleich zu den direkten Nachbarn des jeweiligen Korns dargestellt. Wie in der globalen Betrachtung liegen hier die Werte der  $\alpha$ -Faser sowohl für die vorerholten als auch für die nicht-vorerholten über denen der  $\gamma$ -Faser. Sie sind außerdem stets positiv, folgen aber keinem erkennbaren Trend. Die Werte der  $\gamma$ -Faser sind im Gegensatz dazu stets negativ und zeigen einen leichten Abfall über die Wärmebehandlungsdauer.

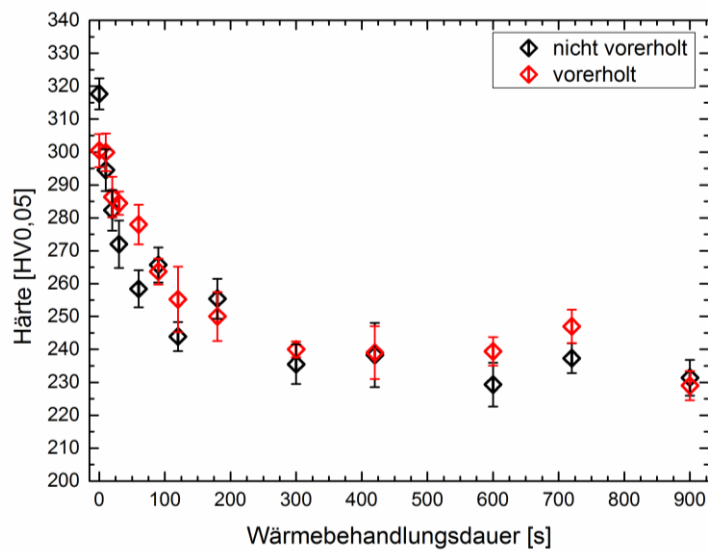


Abbildung 55: Härte der wärmebehandelten Proben über die Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C; Fehlerbalken stellen die Standardabweichung dar

Änderungen in der Mikrostruktur, wie beispielsweise in der Defektdichte, resultieren häufig auch in Änderungen der Probenhärte. Wie in Abbildung 55 zu erkennen, sinkt die Härte der nicht-vorerholten Proben von 318 HV auf 230 HV nach 900 s bei 600 °C, wobei die stärkste Abnahme in den ersten 100 s der Wärmebehandlung stattfindet. Die Erholungs-Wärmebehandlung reduziert die anfängliche Härte um etwa 15% von 318 HV auf 300 HV. Dieser Unterschied in der Härte verschwindet jedoch bereits innerhalb der ersten 30 s der Wärmebehandlung. Danach weisen sowohl die vorerholten als auch die nicht-erholten Proben den gleichen sinkenden Härteverlauf auf, wobei sich die Härte nach etwa 300 s nur noch geringfügig ändert.

---

### 5.1.2. Vergrößerungsverhalten des UFG Gefüges – Deterministischer Ansatz

Die in Abbildung 56 bzw. Abbildung 57 dargestellten IPF- bzw. IQ- Darstellungen einer TEM-Lamelle bei verschiedenen Wärmebehandlungszeiten erlauben eine qualitative Diskussion der auftretenden lokalen Vergrößerungsmechanismen. Als Orientierungs- und Interpretationshilfe sind in diesen Bildern einige stationäre Körner mit schwarzen Nummern markiert. Weiß beschriftete Körner durchlaufen signifikante Größenänderungen während der Wärmebehandlung, wobei die Migrationsrichtung einiger ihrer Tripelpunkte mit weißen Pfeilen eingezeichnet ist. Anhand dieser Pfeile ist gut zu erkennen, dass der überwiegende Anteil der Tripelpunktmigration parallel zur Kornstreckungsrichtung abläuft. Die Länge von meist sehr dünnen Körnern wird hier durch die Migration der Tripelpunkte in Richtung ihres kleinsten Winkels verringert, wie am Beispiel der Körner #5, #7, #8 und #11 nachvollzogen werden kann. Die Mehrheit dieser Körner gehört der  $\gamma$ -Faser an und ist aufgrund der starken Textur von (größeren)  $\alpha$ -Faser-Körnern umgeben. Dadurch führt die abnehmende Länge dieser Körner häufig zu neuen  $\alpha$ - $\alpha$ -Nachbarschaften. Das nebeneinander Vorliegen von Körnern mit ähnlicher Orientierung führt zur Entstehung von Kleinwinkelkorngrenzen zwischen ihnen. Dies kann zum Beispiel bei den Körnern #1 und #2 beobachtet werden, die zu Anfang der Wärmebehandlung durch Großwinkelkorngrenzen von ihrem gemeinsamen Nachbarn abgegrenzt werden. Nachdem ihr schmales, gemeinsames Nachbarkorn verschwindet, werden die beiden Körner zu durch eine Kleinwinkelkorngrenze getrennte Nachbarn. Das gleiche gilt für die Körner #2 und #10, die zu Beginn noch durch das Korn #7 und Großwinkelkorngrenzen voneinander getrennt werden und am Ende der Wärmebehandlung nur noch von einer Kleinwinkelkorngrenze separiert werden.

Die Farbcodierung der Korngrenze in Abhängigkeit ihrer Misorientierung in den IQ-Darstellungen der TEM-Lamelle in Abbildung 57 zeigt, dass es sich bei der Mehrheit der migrierenden Korngrenzen um HAGBs mit einer Misorientierung von mehr als  $10^\circ$  handelt. Die Korngrenze #B beispielsweise weist eine Misorientierung von  $12,5^\circ$  oder mehr auf und bewegt sich signifikant. Es gibt jedoch einige Ausnahmen wie beispielsweise die Teile von Korn #1 umgebende Korngrenze #A, die sowohl eine hohe Misorientierung von  $12,5^\circ$ - $15^\circ$  gepaart mit einer starken Krümmung aufweist, jedoch nicht migriert. Im Gegensatz dazu ist beispielsweise Korn #11 von Korngrenzen mit geringer Misorientierung von teilweise weniger als  $7,5^\circ$  umgeben, die jedoch während der Wärmebehandlung signifikante Strecken zurücklegen. Dennoch erscheint die Misorientierung von  $10^\circ$  ein Wendepunkt im Korngrenzverhalten darzustellen: Die Mehrheit der Korngrenzen mit weniger als  $10^\circ$  Misorientierung sind immobil, während der Großteil der Korngrenzen mit einer Fehlorientierung von über  $10^\circ$  migriert.

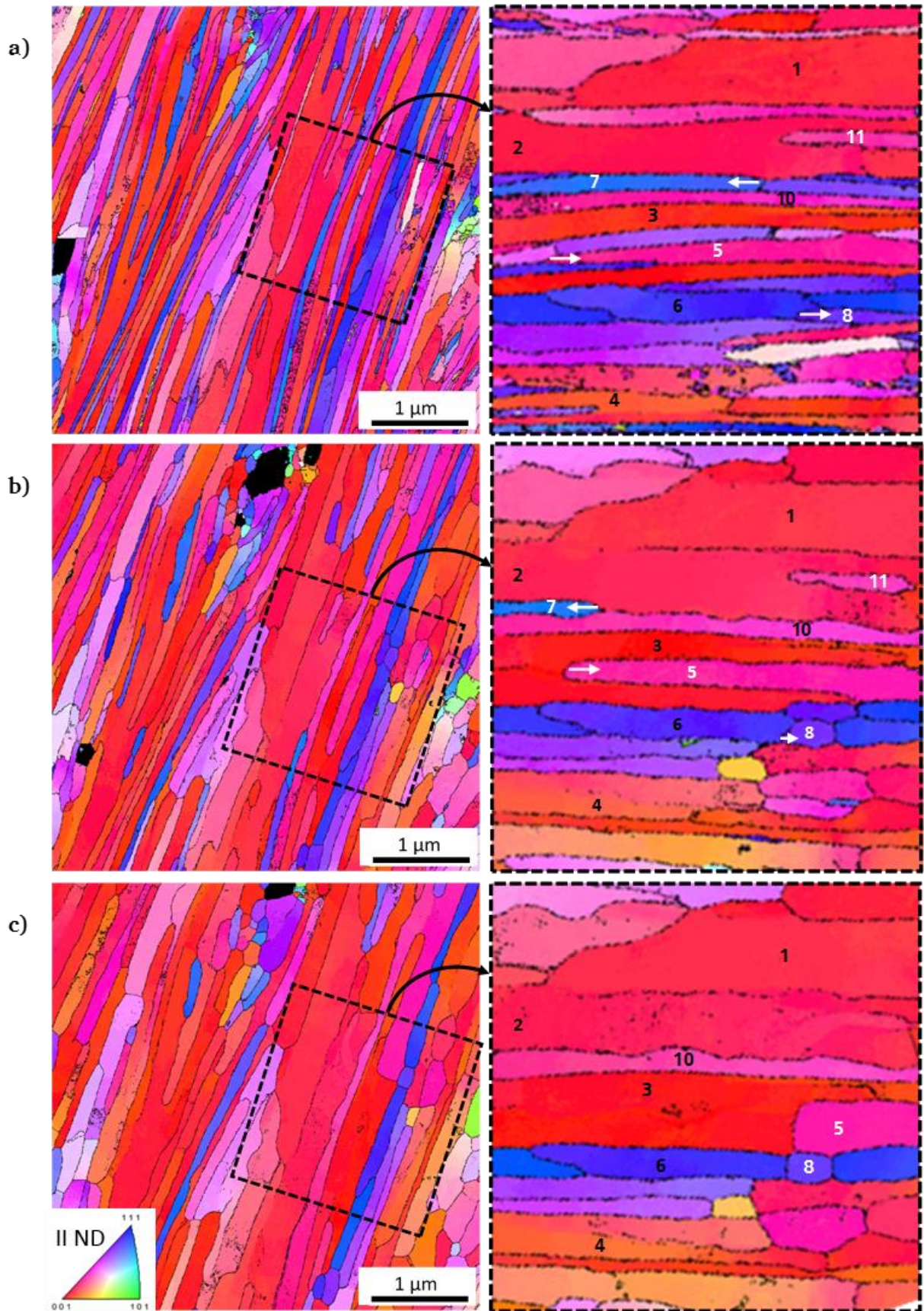
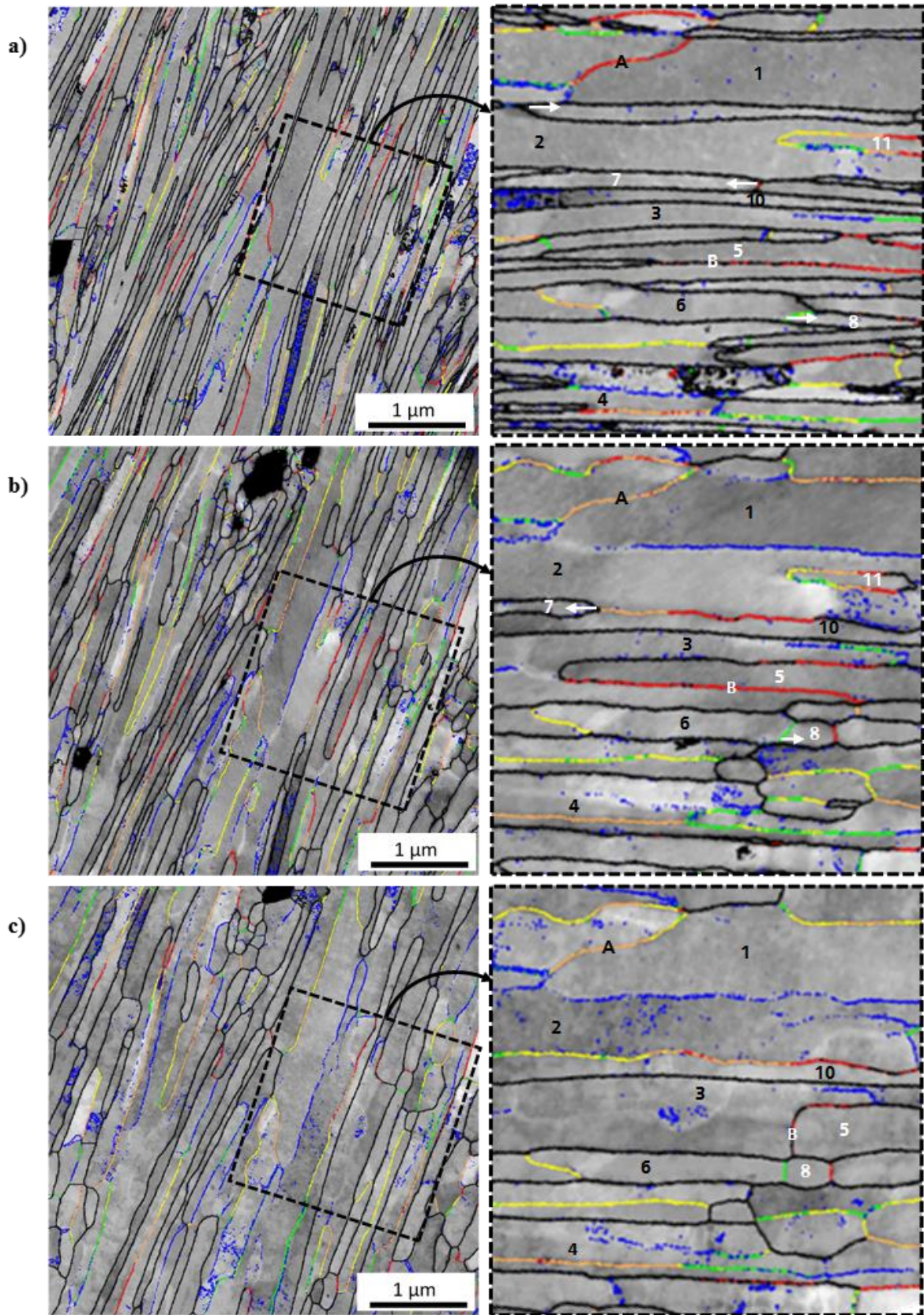


Abbildung 56: IPF-Darstellung der TEM-Lamelle mit Ausschnittsvergrößerung im Ausgangszustand (a), nach 40 min Wärmebehandlung (b), nach 120 min Wärmebehandlung (c)



Farbcode Korngrenzmisorientierung:

— 2°-5° — 5°-7,5° — 7,5°-10° — 10°-12,5° — 12,5°-15° — 15°-65°

Abbildung 57: IQ-Darstellungen mit eingezeichneter Korngrenzmisorientierung der TEM-Lamelle mit Ausschnittsvergrößerung im Ausgangszustand (a), nach 40 min Wärmebehandlung (b), nach 120 min Wärmebehandlung (c)

Die Migration der Korngrenzen über den Wärmebehandlungszeitraum zeigt einen Einfluss auf die Tripelpunktswinkel, deren Abweichung vom theoretischen Idealwert von  $120^\circ$  in Abbildung 58 dargestellt sind. Zu Beginn der Wärmebehandlung weichen die Tripelpunkte noch im Mittel  $34^\circ$  vom theoretischen Gleichgewichtszustand ab, während nach 120 min nur noch etwa  $26^\circ$  Abweichung zu finden sind. Dies geht mit einer Verringerung des Aspektverhältnisses der Körner einher.

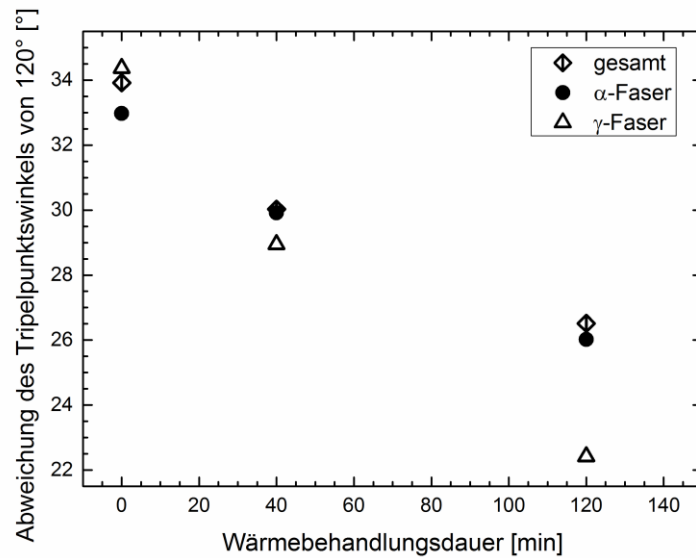


Abbildung 58: Abweichung der Tripelpunktswinkel in der TEM-Lamelle vom  $120^\circ$  Gleichgewichtszustand über die Wärmebehandlungsdauer

Um einen Vergleich mit den ex-situ-Experimenten zu ermöglichen, wurden die in der Lamelle stattfindenden mikrostrukturellen Veränderungen quantifiziert. Der Flächenanteil der  $\alpha$ -Faser erhöht sich während der Wärmebehandlung von 70% über 78% nach 40 min auf 81% nach 100 min, während der Anteil der  $\gamma$ -Faser von 9% über 7% auf 5% sinkt. Der Anteil Großwinkelkorngrenzen sinkt während der ersten 40 min der Wärmebehandlung von 79% auf 68% und danach im weiteren Verlauf der Wärmebehandlung auf 59%.

## 5.2. Entstehung und Verformung des UFG Gefüges im Spaltprofilierprozess

### 5.2.1. Validierung der Tracergradientenmethode zur Materialflussermittlung

Die Funktion der Tracergradientenmethode als Methode zur Materialflussermittlung wurde sowohl an Blechstreifen aus HC480LA als auch HC320LA untersucht. Da beide Stähle vergleichbare Ergebnisse lieferten, sind die folgenden Voruntersuchungen zu den Walzexperimenten nur am Beispiel von HC480LA dargestellt.

Der geätzte Querschliff eines vernickelten Bleches aus HC480LA in Abbildung 59 zeigt eine Nickelschicht mit einer mittleren Dicke von  $30\ \mu\text{m}$ , die sich als helle Schicht von der darunter zu erkennenden ferritischen Mikrostruktur des Ausgangsblechs abhebt. Die gemessene Schichtdicke stimmt gut mit der nach [BAC06] berechneten theoretischen Schichtdicke von  $27\ \mu\text{m}$  überein.



Abbildung 59: Mit Nital geätzter Querschliff eines vernickelten H480LA-Blech

Die nach der Wärmebehandlung ( $700\ \text{°C}$  9 h) vor Umformung vorliegende Ausgangs-Gradiententiefe sowie die Gradiententiefe nach der Umformung zu einem Abwalzgrad von 15% wurden sowohl mithilfe einer SIMS-Messung an einem Böschungsschliff als auch an einem Querschliff mittels EDX bestimmt und ist für HC480LA in Abbildung 60 dargestellt. Hierbei zeigt der Gradient nach der Umformung in beiden Fällen eine geringere Tiefe als der Ausgangsgradient ohne Umformung.

Die Absolutwerte der Gradiententiefen unterscheiden sich jedoch stark zwischen den beiden Detektionsmethoden. Aufgrund des niedrigeren Detektionslimits weist der mithilfe von SIMS bestimmte Gradient eine höhere Ausdehnung auf, die Ausgangsgradiententiefe wurde für den SIMS gemessenen Gradienten zu  $25,5\ \mu\text{m}$  bestimmt und ergab sich für die EDX-Methode zu  $13\ \mu\text{m}$ . Außerdem fällt auf, dass der

EDX-Gradient einen unstetigeren Verlauf zeigt als der mittels SIMS gemessene Gradient. Grund hierfür ist der über die Mikrostruktur nicht konstante Diffusionskoeffizient, Korngrenzen bilden beispielsweise „fast diffusion“-Kanäle. Dieser Effekt zeigt sich in der SIMS-Messung aufgrund der Mittelung des Gradientenverlaufs über eine breite Fläche nicht.

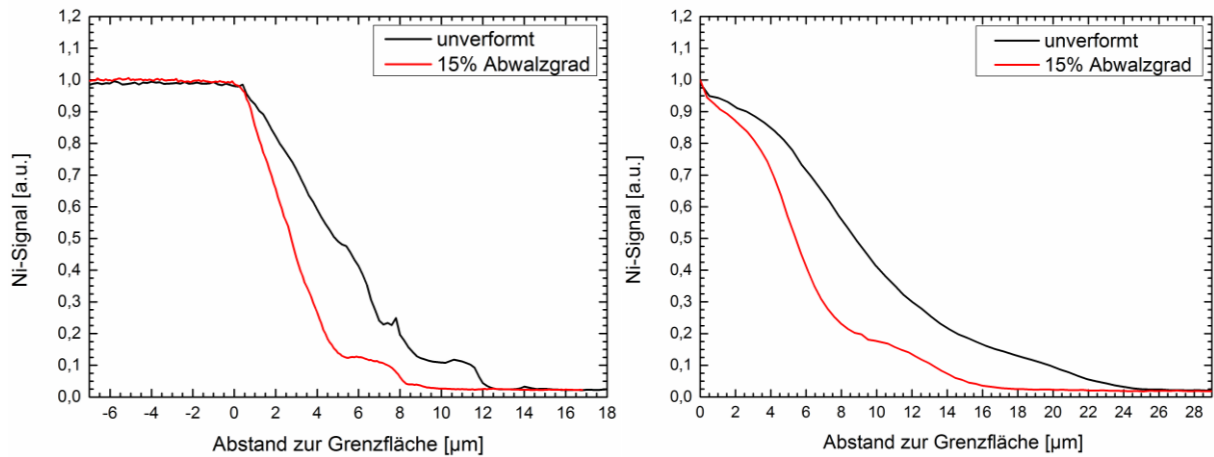


Abbildung 60: Ni-Gradientenverlauf in HC480LA vor der Umformung und nach 15% Dickenreduzierung mit EDX gemessen (links), mithilfe von SIMS bestimmt (rechts)

Der Einfluss des eingebrachten Ni-Gradienten auf die Härte des Ausgangsmaterials in Abbildung 61 zeigt, dass sich die Härte im Ausgangsmaterial in der Nähe der Grenzfläche von etwa 165 HV auf 174 HV erhöht. Dieser eher geringe Anstieg spricht für einen vernachlässigbaren Einfluss des Gradienten auf die mechanischen Eigenschaften des Ausgangsmaterials. Auffällig ist jedoch der starke Anstieg der Härtewerte direkt an der Grenzfläche zwischen Nickel und Stahl. Grund hierfür könnte die Bildung von feinen intermetallischen Phasen, aber auch die erhöhte Welligkeit der Schrägschliffoberfläche an dieser Stelle sein.

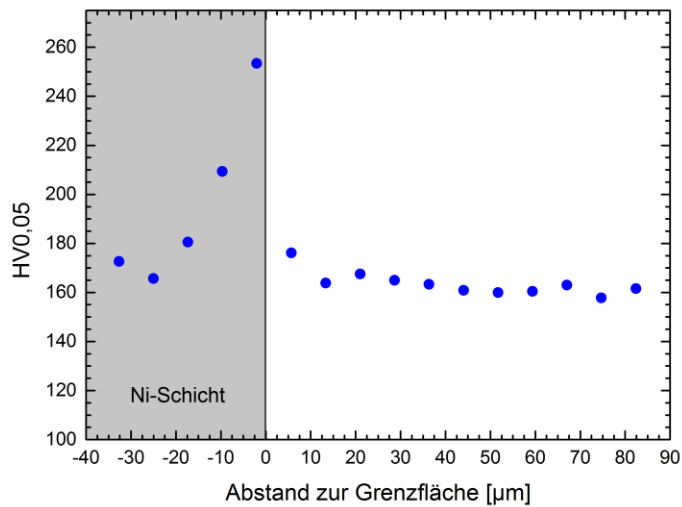


Abbildung 61: Am Böschungsschliff gemessener Härteverlauf über die Nickel-Stahl-Grenzfläche eines bei 700 °C für 9 h wärmebehandelten HC480LA Stahlstreifens

Die Walz-Umformung der vernickelten und wärmebehandelten Blechstreifen führt sowohl bei der Auswertung mithilfe von SIMS-Messungen als auch bei Verwendung von EDX als Analysemethode zu einer Reduktion der Gradiententiefe, wie bereits in Abbildung 60 gezeigt ist. Mithilfe der Gleichung 4.1 kann aus der nach der Umformung gemessenen Gradiententiefe sowie der jeweiligen Ausgangsgradiententiefe der Abwalzgrad des Gradienten bestimmt werden. Dieser ist für alle Proben über dem aus der Blechdickenänderung bestimmten Abwalzgrad in Abbildung 62 für HC480LA sowie für HC320LA in Abbildung 63 dargestellt.

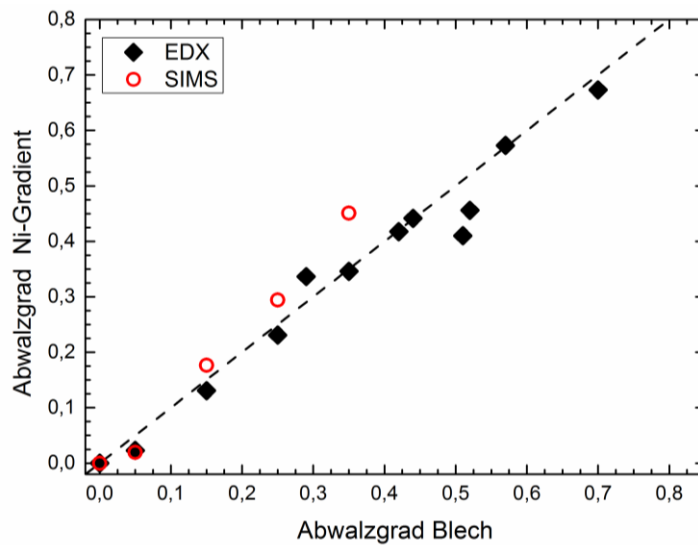


Abbildung 62: Abwalzgrad des Ni-Gradienten über dem Abwalzgrad der Blechstreifen aus HC480LA



Mittels einer gestrichelten Linie ist der zu erwartende Verlauf dargestellt, bei dem die beiden Abwalzgrade übereinstimmen. In beiden Abbildungen ist zu erkennen, dass die Ergebnisse der EDX-Untersuchungen zwar etwas streuen, aber der gestrichelten Linie ansonsten gut folgen. Die Ergebnisse der SIMS-Untersuchungen hingegen weisen in beiden Fällen eine etwas höhere Steigung auf. Dies kann verschiedene Ursachen haben: Es ist möglich, dass die Umformung nicht homogen über die gesamte Probendicke stattfindet und somit an der Probenoberfläche höhere Dehnungen vorliegen als über die Dickenreduktion vorhergesagt. Dieser Effekt ist bei den EDX-Untersuchungen bei hohen Dehnungen aufgrund des Aufeinanderschweißens von je zwei Streifen unterdrückt. Es ist jedoch auch möglich, dass es bei der mechanischen Präparation des Flachschliffs für die SIMS-Untersuchungen zu Materialübertragungen an der Oberfläche gekommen ist, weswegen möglicherweise der Ausgangswert als zu hoch bestimmt wurde.

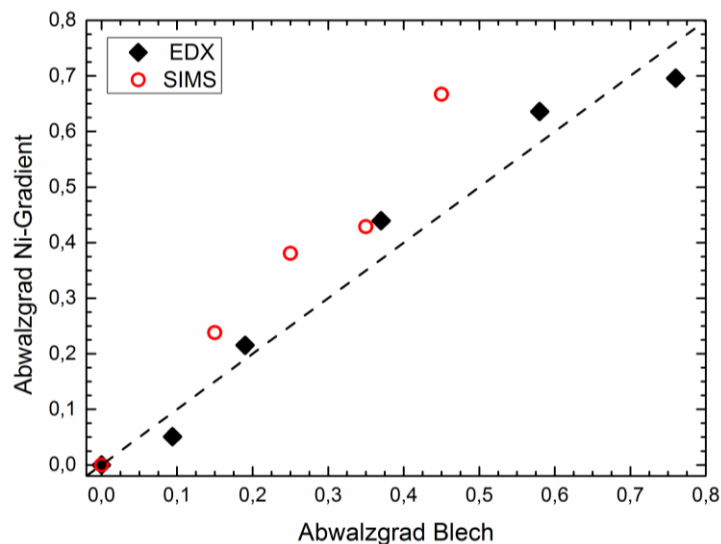


Abbildung 63: Abwalzgrad des Ni-Gradienten über den Abwalzgrad der Blechstreifen aus HC320LA

Allgemein kann jedoch gefolgert werden, dass die Tracergradientenmethode mit EDX-Auswertung am Probenquerschliff den Materialfluss bis zu hohen Abwalzgraden von etwa 75% korrekt nachzeichnet. Aus diesem Grund wird die Methode im Folgenden mit EDX-Auswertung auf Spaltprofile angewendet.

## 5.2.2. Anwendung der Tracergradientenmethode auf Spaltprofile

Die Bestimmung der EDX-Referenzgradiententiefe im unverformten Zustand des Materials ergab mit  $25,6\ \mu\text{m}$  einen Wert etwa 60% unterhalb der theoretischen Abschätzung in A.2 von  $43,7\ \mu\text{m}$ . Der Verlauf des Referenzgradienten ist zusammen mit weiteren exemplarischen Gradientenverläufen, die in einem Abstand von  $0,5\ \text{mm}$  zum Spaltgrund gemessen wurden, in Abbildung 64 dargestellt. Die gemessenen Ni-Intensitätsverläufe zeigen stets eine Abnahme des Nickel-Signals von der Nickel-Schicht an der Flanschoberseite hin zur Flanschunterseite. Die Breite dieser Gradienten sinkt hierbei mit steigender Anzahl Stichen, was auf die steigende Stauchung des Materials senkrecht zur Flanschoberseite mit jedem Umformschritt zurückzuführen ist. Besonders beim Referenzgradienten sowie dem Gradienten nach zwei Stichen fällt die inhomogene Steigung der Kurven auf. Diese ist auf den Einfluss von Mikrostrukturbestandteilen wie beispielsweise Korngrenzen auf den lokalen Diffusionskoeffizienten zurückzuführen. Bei höheren Stichzahlen wird der Gradientenverlauf durch die limitierte laterale Auflösung der EDX-Methode geglättet.

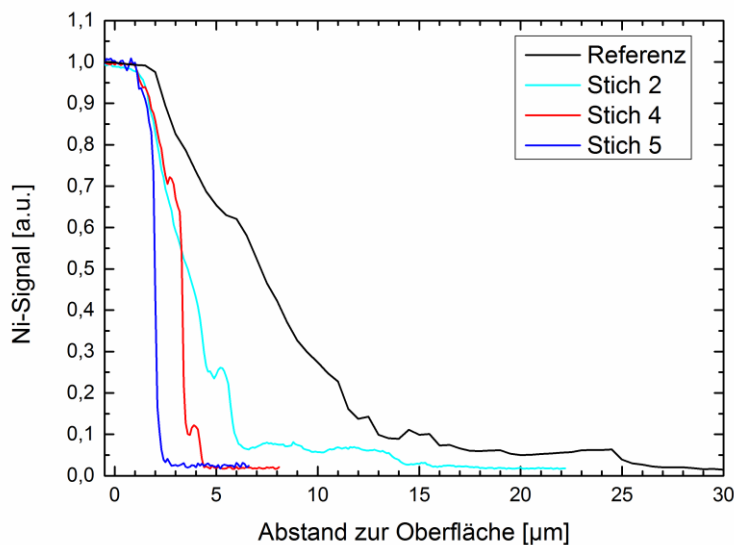


Abbildung 64: Exemplarische, im Abstand von  $0,5\ \text{mm}$  zum Spaltgrund gemessene Ni-Signal-Kurven sowie die Referenzkurve

Die aus den entfalteten Ni-Signal-Kurven bestimmten Gradiententiefen im Spaltgrund sowie in 0,5 mm und 1 mm Abstand hierzu an der Flanschoberseite der aus vernickelten Blechen erzeugten Spaltprofile erlauben Rückschlüsse auf die im Spaltprofilierprozess vorliegende Dehnungsverteilung und sind in Abbildung 65 dargestellt. Gefüllte Symbole weisen hier mit 20 kV Beschleunigungsspannung durchgeführte EDX-Analysen aus, während offene Symbole auf Messungen mit 8 kV beruhen. Die in 0,5 mm Abstand zum Spaltgrund ermittelten Tiefen der entfalteten Gradienten zeigen eine Abnahme über die Anzahl Stiche. Bei Stich 5 flacht die Kurve bei einer Gradiententiefe von etwa  $0,7 \mu\text{m}$  ab, was einem Umformgrad von etwa  $\varphi \approx 3,5$  entspricht. Die im Spaltgrund gemessenen Gradiententiefen zeigen einen sehr ähnlichen Verlauf, während die in 1 mm Abstand hierzu gefundenen Gradienten über die ersten fünf Stiche höhere Werte aufweisen. Nach Stich 5 gleicht sich der in 1 mm Distanz zum Spaltgrund gemessene Verlauf den im Spaltgrund sowie in 0,5 mm Abstand hierzu bestimmten Kurven an. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass bei Stich 1 keine Gradiententiefe im Abstand von 1 mm zum Spaltgrund ausgewiesen ist; dies liegt in der Flanschlänge begründet, die bei diesem Stich weniger als 1 mm beträgt.

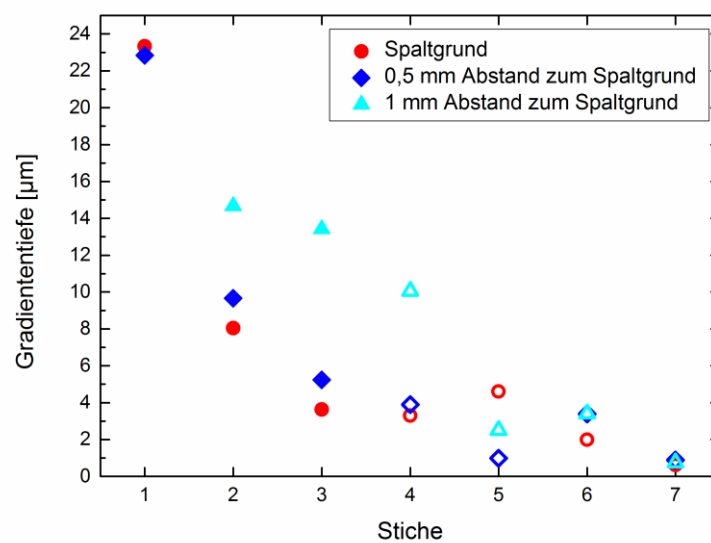


Abbildung 65: Gradiententiefe an verschiedenen Stellen der aus vernickelten Blechen erzeugten Spaltprofile über der Anzahl Stiche (gefüllte Symbole zeigen Messungen mit 20 kV Beschleunigungsspannung, offene Symbole Messungen mit 8 kV)

In Abbildung 66 werden die in aus vernickelten, wärmebehandelten Blechen erzeugten Spaltprofilen im Spaltgrund gemessenen Gradiententiefen mit denen in Profilen verglichen, die mit drei Stichen gespalten, dann vernickelt sowie wärmebehandelt und anschließend weiter gespalten wurden. Die gemessenen Gradiententiefen sind einmal über die Anzahl Stiche nach dem Vernickeln und Wärmebehandeln (Abbildung 66 links) sowie über die Gesamtzahl Stiche (Abbildung 66 rechts) aufgetragen. Es zeigt sich, dass die beiden Kurven bei einer Auftragung über die Anzahl Stiche nach der Wärmebehandlung einen vergleichbaren Verlauf zeigen. Beide Kurven zeigen einen starken Abfall über die ersten vier Stiche, wonach die auf vernickelten Blechen beruhende Kurve abflacht. Die Werte der vernickelten Profile enden nach Stich 4 nach Wärmbehandlung, der einer Gesamtzahl von 7 Stichen, d.h. der Maximalzahl Stichen entspricht. Der Verlauf der Kurven über die Gesamtanzahl der Stiche ist hingegen nicht vergleichbar. Dies lässt darauf schließen, dass das Verformungsverhalten an der Flanschoberseite nicht von der Geometrie des Profils bestimmt wird, sondern durch das von der vorliegenden Mikrostruktur vorgegebene Verformungsverhalten des Materials definiert wird. Da durch die Wärmebehandlung der vernickelten Profile näherungsweise wieder die Ausgangsmikrostruktur hergestellt und die durch die Verformung in der Mikrostruktur gespeicherte Energie abgebaut wird, ist das Verformungsverhalten im nach der Vernickelung folgenden vierten Stich vergleichbar mit dem ersten Stich in ein vernickeltes Blech. Weitere Stiche führen in beiden Fällen zu den gleichen Mikrostrukturänderungen und somit zu einer vergleichbaren Veränderung des Verformungsverhaltens, die Gradiententiefen sinken also um ähnliche Werte.

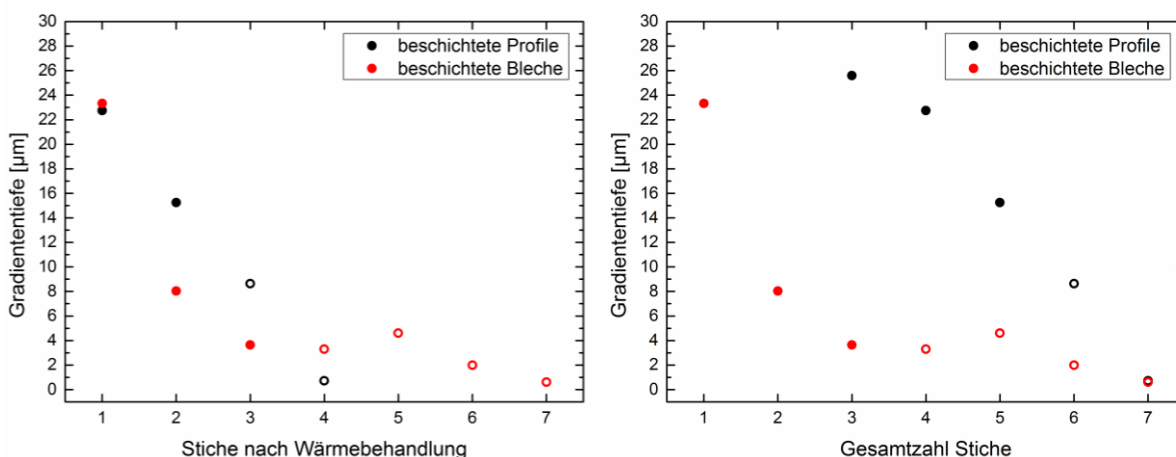


Abbildung 66: Gradiententiefe im Spaltgrund der vorgespaltene Profile sowie vernickelten Bleche über Stiche nach Wärmebehandlung (links) und über die Gesamtzahl Stiche (rechts) (gefüllte Symbole zeigen Messungen mit 20 kV Beschleunigungsspannung, offene Symbole Messungen mit 8 kV)

Die Auftragung der Gradiententiefenverläufe am Hilfswalzenradius über die Anzahl Stiche nach der Wärmebehandlung sowie über die Gesamtanzahl Stiche in Abbildung 67 hingegen zeigt ein anderes Verhalten: Der Verlauf der aus beschichteten Blechen erzeugten Profile fällt bei der Auftragung über die Gesamtanzahl Stiche mit der Kurve der vor dem Vernickeln bereits gespaltenen Profile zusammen und nicht bei einer Auftragung der Stiche nach der Wärmebehandlung. Dies lässt darauf schließen, dass der Spannungszustand an dieser Stelle des Profils von der Profilgeometrie vorgegeben wird und wenig von der Mikrostruktur des dort vorliegenden Materials beeinflusst wird. Im Vergleich zum Spaltgrund sind die auftretenden Tiefenänderungen d.h. Dehnungen hier wesentlich geringer, weshalb der Einfluss der Verformung auf die Mikrostruktur und damit auf das weitere Verfestigungsverhalten hier wesentlich geringer ist als im Spaltgrund.

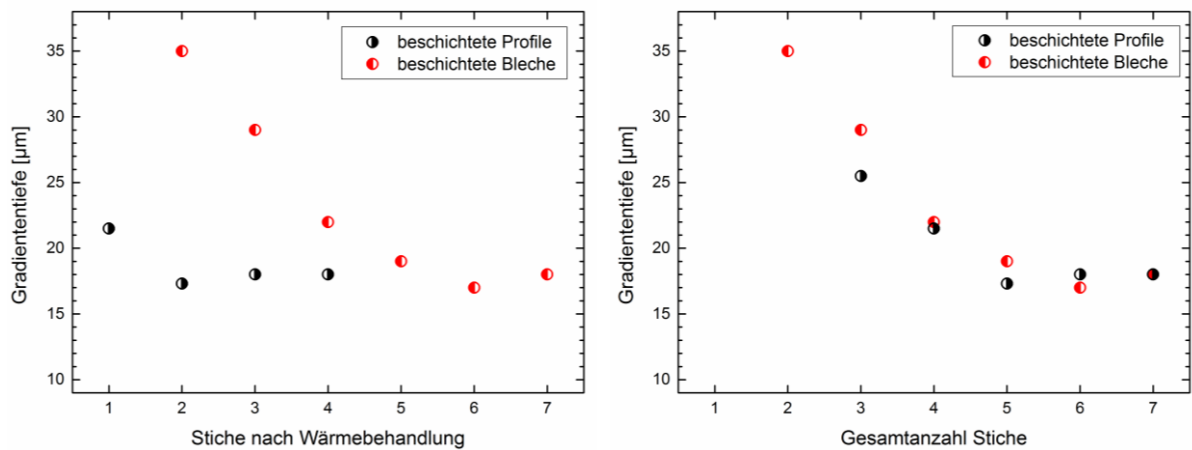


Abbildung 67: Gradiententiefe am Hilfswalzenradius über Stiche nach Wärmebehandlung (links) und über die Gesamtanzahl Stiche (rechts)

---

### 5.2.3. Verformungsverhalten des UFG Gefüges unter Druck

#### Ausgangsmikrostruktur der Pillars

Die Ausgangsmikrostruktur des oberflächennahen Pillar #1 in Abbildung 68 weist das für Spaltprofile typische, stark gestreckte UFG Gefüge mit Walztextur und einem hohen Anteil von Großwinkelkorngrenzen auf. Die Mikrostruktur eines weiteren oberflächennahen Pillar, Pillar #11, ist in Abbildung 69 dargestellt, um die Unterschiede der Mikrostrukturen verschiedener Pillars aus dem gleichen Abstand zur Flanschoberseite zu illustrieren. Auch dieser Pillar zeigt die charakteristische gestreckte UFG Mikrostruktur mit Walztextur. Die Gefüge beider Pillars enthalten Karbide, die sich als schwarze Flecken in den IPF-Darstellungen erkennen lassen. Die mittlere Korndicke der beiden Pillars weist leichte Unterschiede auf, sie beträgt im Fall des Pillar #11 103 nm und im Fall des Pillar #1 99 nm. Aus allen oberflächennahen Pillars ergibt sich eine durchschnittliche Korndicke von 117 nm mit einer signifikanten Standardabweichung von 13 nm (siehe Anhang A.4). Auch die Textur der beiden Pillars weist leichte Unterschiede auf, Pillar #11 weist einen Flächenanteil der  $\alpha$ -Faser von 72% auf, während nur 59% des Gefüges von Pillar #1 dieser Faser zuzuordnen ist. Die Anteile der  $\gamma$ -Faser betragen 7% (Pillar #11) bzw. 10% (Pillar #1). Der mittlere Flächenanteil der  $\alpha$ -Faser aller oberflächennahen Pillar liegt bei 54%, der der  $\gamma$ -Faser bei 13%, wobei die Standardabweichungen mit 14% und 8% in der Größenordnung von einem Viertel bzw. mehr als der Hälfte des Wertes liegen. Dies liegt in der geringen Anzahl Körnern (im Mittel 405 Körner) begründet, die sich aufgrund ihrer für die Betrachtung des lokalen Verformungsverhaltens notwendigen geringen Größe in den Pillars befindet. Aufgrund dieser statistischen Schwankungen in der Mikrostruktur werden im Folgenden stets ausschließlich qualitative, phänomenologische und mechanistische Beobachtungen dargestellt und auf Quantifizierungen verzichtet. Auch von der Betrachtung mechanischer Kennwerte aus den Stauchversuchen wird aufgrund ihrer geringen Aussagekraft abgesehen.

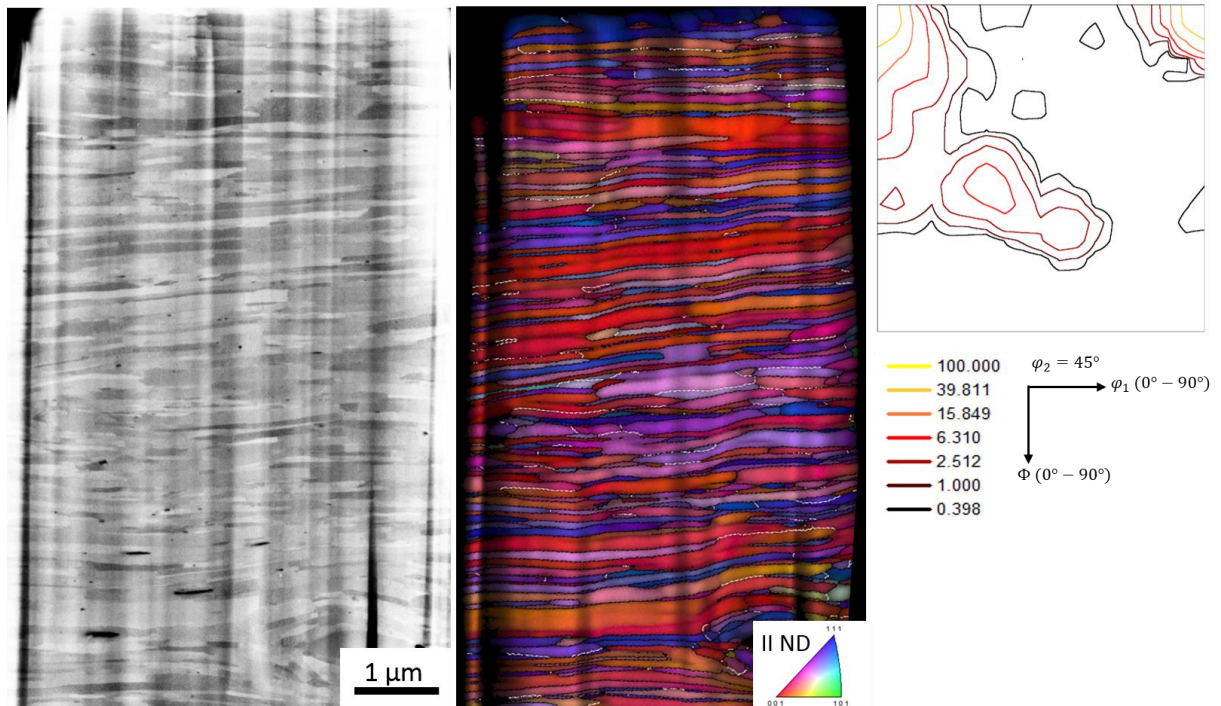


Abbildung 68: Ausgangsgefüge des oberflächennahen Pillar #1: BSE-Abbildung (links), IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (Mitte) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) (Korngrenzen mit einer Misorientierung  $\theta < 10^\circ$  sind in der IPF-Darstellung weiß, Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  sind schwarz dargestellt)

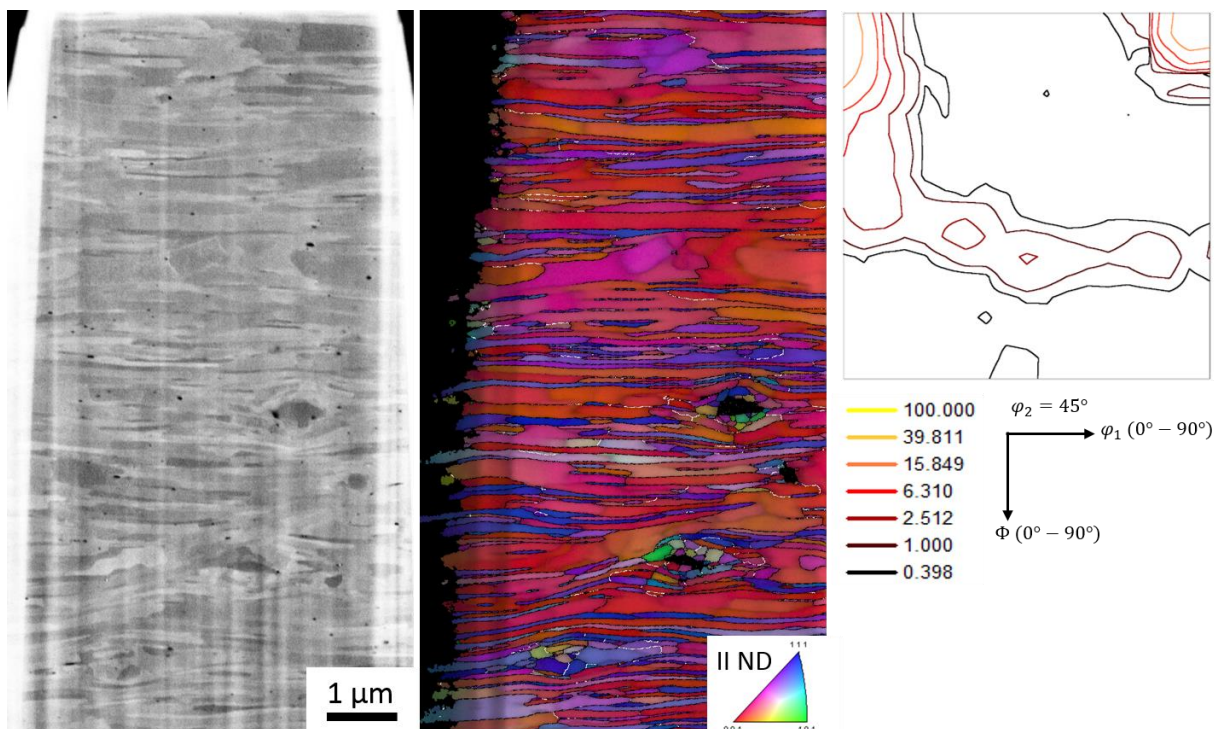


Abbildung 69: Ausgangsgefüge des oberflächennahen Pillar #11: BSE-Abbildung (links), IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (Mitte) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) (Korngrenzen mit einer Misorientierung  $\theta < 10^\circ$  sind in der IPF-Darstellung weiß, Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  sind schwarz dargestellt)

Die Mikrostruktur eines Pillar, der in  $100\ \mu\text{m}$  Abstand zur Oberfläche geschnitten wurde, ist in Abbildung 70 dargestellt. Wie die Mikrostrukturen der oberflächennahen Pillars weist auch diese eine starke Gefügestreckung sowie eine Walztextur auf. Die mittlere Korndicke dieser Pillars liegt mit  $134\ \text{nm}$  höher als die der oberflächennahen Pillars. Mit 49% bzw. 27% weist dieser Pillar einen relativ geringen Anteil an  $\alpha$ -Faser bzw. einen relativ hohen Anteil an  $\gamma$ -Faser auf, wobei auch diese Werte stark streuen (siehe Anhang A.4).

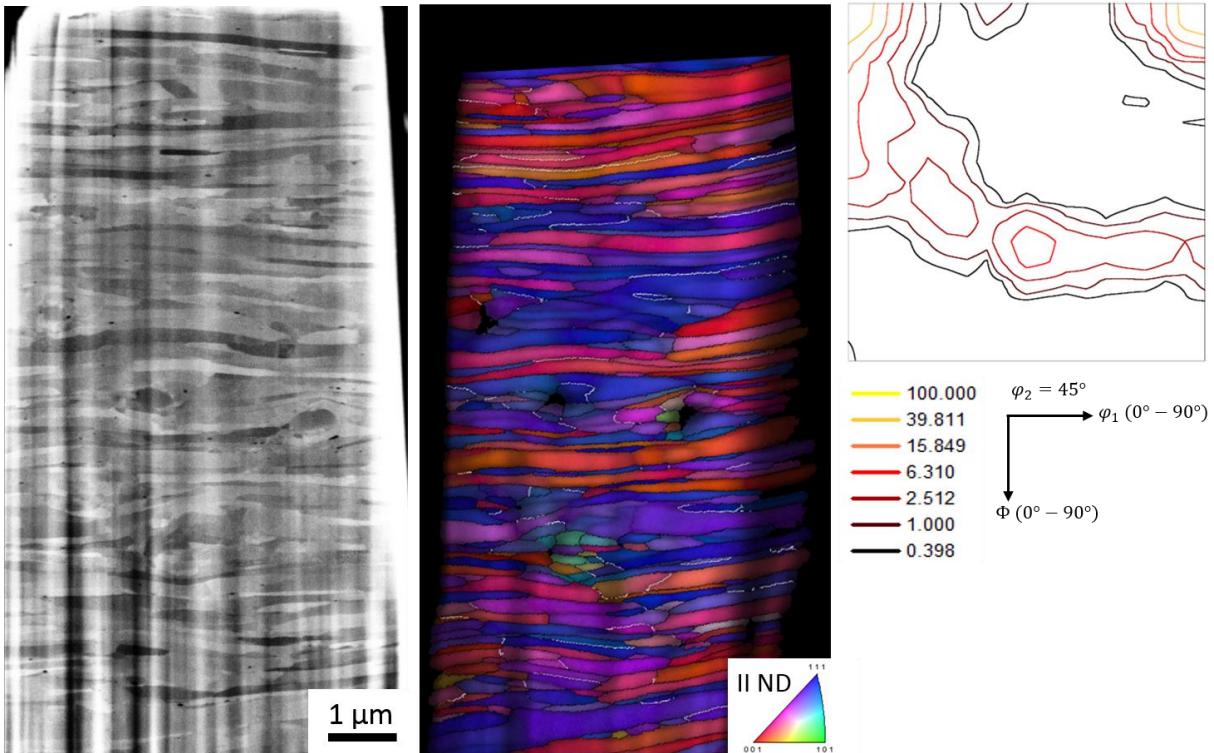


Abbildung 70: Ausgangsgefüge des Pillar #T1 aus  $100\ \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite: BSE-Abbildung (links), IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (Mitte) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) (Korngrenzen mit einer Misorientierung  $\theta < 10^\circ$  sind in der IPF-Darstellung weiß, Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  sind schwarz dargestellt)



Die Ausgangsmikrostruktur der erhaltenen oberflächennahen Pillars, beispielhaft in Abbildung 71 dargestellt, weist die gleichen Charakteristika auf wie die oberflächennahen sowie die in  $100\ \mu\text{m}$  Abstand zur Oberfläche geschnittenen Pillars, ein stark gestrecktes Gefüge mit Walztextur. Die Mikrostruktur ist jedoch etwas gröber als in den oberflächennahen sowie in den  $100\ \mu\text{m}$ -Pillars, die mittlere Pancake-Dicke beträgt hier  $146\ \text{nm}$ . Es ist jedoch nicht eindeutig festzustellen, ob diese höhere Korngröße auf die Wärmebehandlung oder lokale Inhomogenitäten im Material zurückzuführen ist. Der Anteil  $\alpha$ -Faser ist hier mit  $63\%$  etwas höher als in den oberflächennahen Pillars, der Anteil der  $\gamma$ -Faser ist mit  $10\%$  etwas geringer. Auch hier lässt die hohe Standardabweichung (siehe Anhang A.4) keine quantitativen Aussagen zu.

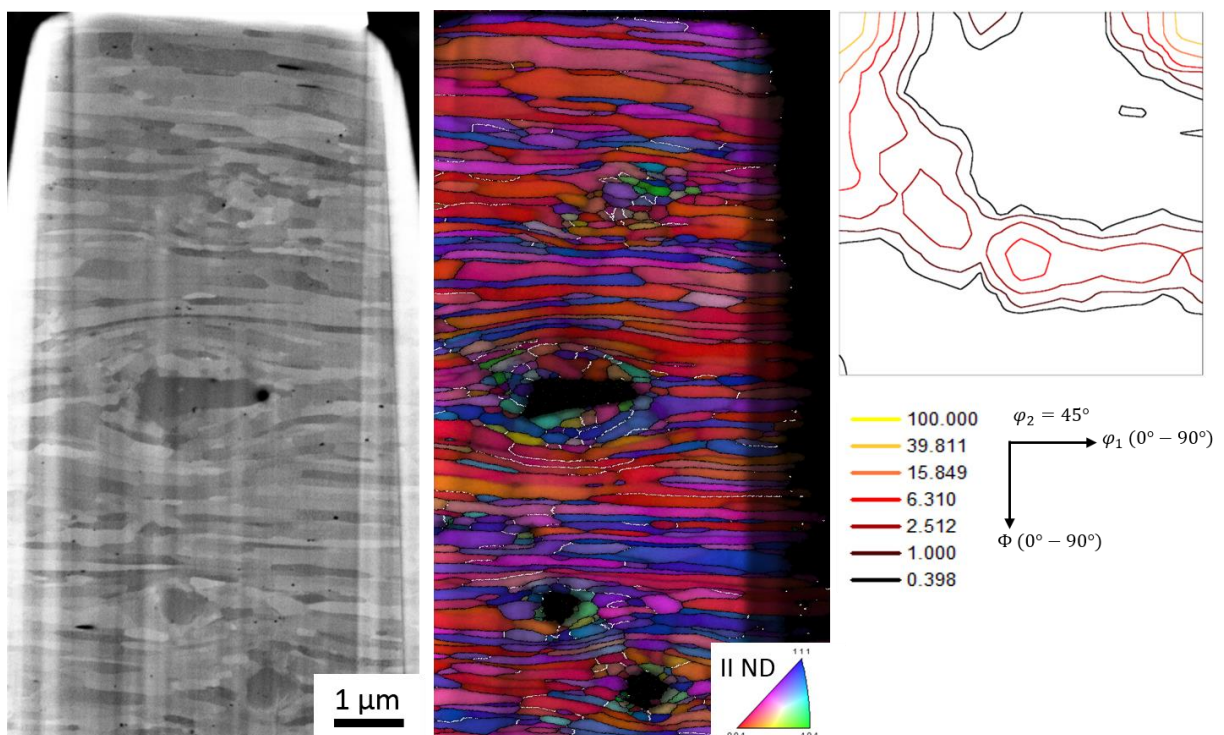


Abbildung 71: Ausgangsgefüge des oberflächennahen, erhaltenen Pillar #E9: BSE-Abbildung (links), IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (Mitte) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) (Korngrenzen mit einer Misorientierung  $\theta < 10^\circ$  sind in der IPF-Darstellung weiß, Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  sind schwarz dargestellt)

## Verformungsverhalten

Im Folgenden wird das Verformungsverhalten der Pillars dargestellt. Abbildung 72 zeigt die schrittweise Verformung des oberflächennahen Pillar #11 anhand von zwischen den einzelnen Verformungsschritten aufgenommenen BSE-Bildern, wobei die Ausgangsmikrostruktur dieses Pillar in Abbildung 69 dargestellt ist.

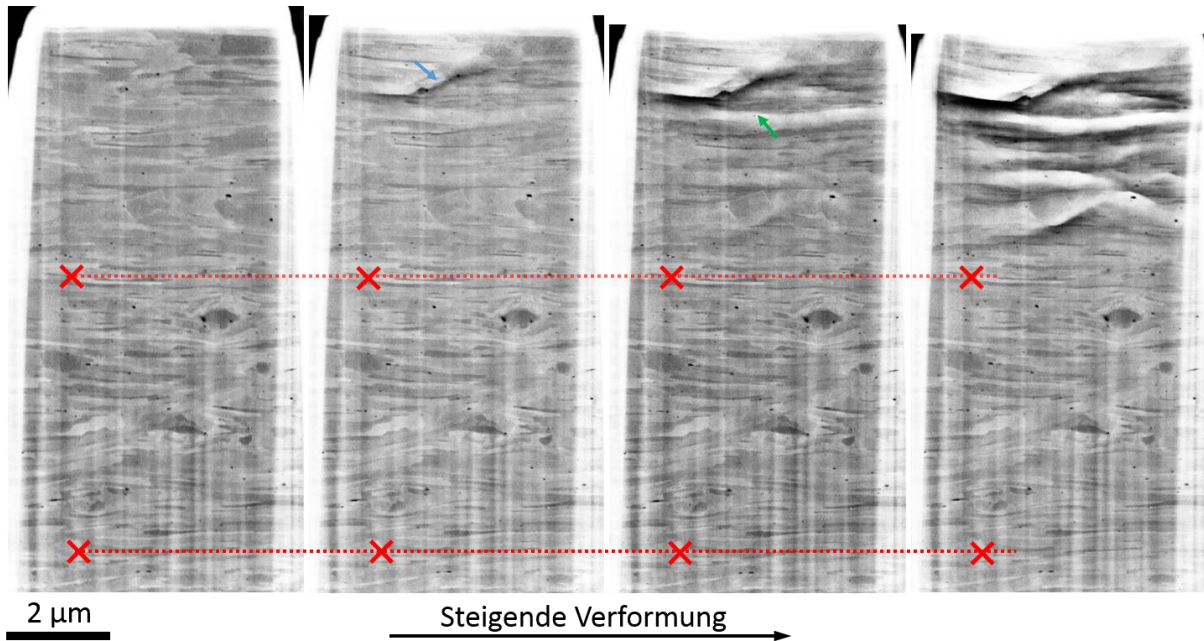


Abbildung 72: Verformungsverhalten des oberflächennahen Pillar #11: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild, Pfeile im Text diskutierte Stellen)

Die roten Kreuze in dieser und weiteren Abbildungen markieren über die verschiedenen Verformungsinckremente hinweg stets das gleiche mikrostrukturelle Merkmal, meist eine Pore. Die roten Linien übertragen die Ausgangsposition dieser Merkmale in die weiteren Bilder. Anhand dieser Linien und Kreuze ist zu erkennen, dass, während sich die Höhe des Pillar verringert, der untere Teil des Pillar nahezu keine Stauchung erfährt. Der überwiegende Teil der Verformung findet im oberen Bereich des Pillar statt, wobei diese lokalisiert an einer etwa  $45^\circ$  zu Belastungsrichtung orientierten Korngrenze beginnt. Dies lässt sich anhand des im zweiten Bild auftretenden dunkel-hell-Kontrasts an dieser Korngrenze erkennen, der mit einem blauen Pfeil markiert und auf die Verschiebung des heller erscheinenden Bereichs auf den Betrachter zu zurückzuführen ist. Diese Verschiebung entlang der Korngrenze verstärkt sich zunächst und betrifft im dritten Bild auch eine in der Facettenebene senkrecht zur Druckrichtung stehende Korngrenze, die mit einem grünen Pfeil markiert ist. Außerdem treten weitere Kontrastveränderungen auf, die auf weitere Verschiebungen von Teilen der

Mikrostruktur in Bildnormalenrichtung rückschließen lassen. Weitere Verformungsinkremente führen neben dem Auftreten von immer mehr Verformungslokalisierungen auch zu einer immer stärkeren Verschiebung entlang der Lokalisierungslinien, was zu einer starken Aufrauhung der Oberfläche führt. Die Lokalisierungen gehen trotz ihrer signifikanten Anzahl nicht von auf der Facettenoberfläche sichtbaren Poren aus.

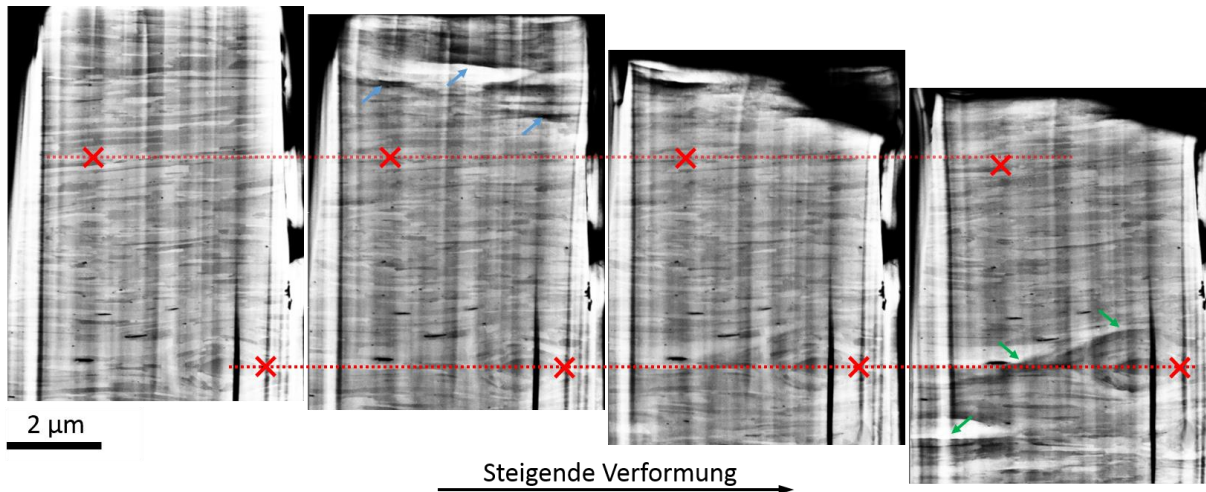


Abbildung 73: Verformungsverhalten des oberflächennahen Pillar #1: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild, Pfeile im Text diskutierte Stellen)

Der stärker verformte, oberflächennahe Pillar #1 (entsprechende Ausgangsmikrostruktur findet sich in Abbildung 68) ist in Abbildung 73 dargestellt. Auch hier markieren die roten Kreuze stets das gleiche mikrostrukturelle Merkmal, wobei die roten Linien den Ausgangsort der mikrostrukturellen Merkmale als Referenz in alle Bilder übertragen. Die gegeneinander verschobenen Bilder ergeben sich durch ihre Ausrichtung anhand der unteren markierten Pore. In diesem Pillar treten die ersten Lokalisierungen entlang von in der Facettenebene nahezu senkrecht zur Belastungsrichtung stehenden Korngrenzen auf (blaue Pfeile in Abbildung 73). Weitere Belastung führt zu einem starken Abscheren des oberen Bereichs des Pillar, sodass dieser im BSE-Kontrast nahezu nicht mehr sichtbar ist. Die nächsten Verformungsschritte führen jedoch nicht zu einem vollständigen Abscheren des oberen Bereichs, sondern zur Bildung neuer Verformungslokalisierungen im unteren Bereich des Pillar (grüne Pfeile in Abbildung 73). Diese neuen Lokalisierungen treten zuerst rund um ein Karbid entlang von Korngrenzen auf, die in der Facettenebene einen Winkel von weniger als  $90^\circ$  mit der Belastungsrichtung einschließen. Auch hier zeigt sich kein Zusammenhang von auf der Facette sichtbaren Poren und dem Auftreten der Lokalisierungen.

Die schrittweise Verformung aller weiteren oberflächennahen Pillars führte zu vergleichbaren Ergebnissen, stets wurde die Höhenänderung der Pillars nahezu ausschließlich durch lokalisiert entlang von Korngrenzen auftretende Verschiebungen getragen (siehe Anhang A.4).

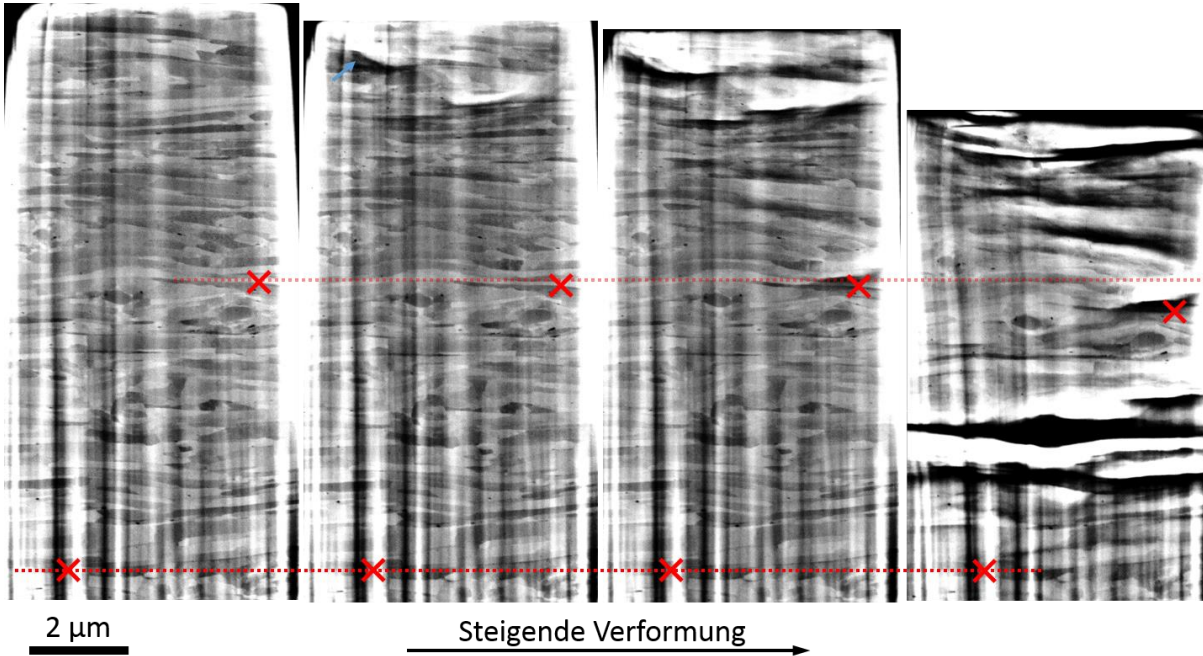


Abbildung 74: Verformungsverhalten des Pillar #T1 aus 100 μm Abstand zur Flanschoberseite: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild, Pfeile im Text diskutierte Stellen)

Das in Abbildung 74 am repräsentativen Beispiel von Pillar #T1 dargestellte Verformungsverhalten der 100 μm zur Flanschoberseite geschnittenen Pillars zeigt die gleichen Charakteristika wie die oberflächennahen Pillars. (Die Ausgangsmikrostruktur von Pillar #T1 ist in Abbildung 70 zu finden.) Die erste Lokalisierung tritt hier entlang von Korngrenzen auf, die in der Facettenebene einen Winkel von weniger als 90° mit der Belastungsrichtung einschließen (blauer Pfeil in Abbildung 74). Weitere Verformung führt zu einer Verstärkung der Verschiebung entlang dieser Lokalisierungslinien sowie zur Entstehung weiterer Verformungslinien. Anhand der mit roten Kreuzen markierten mikrostrukturellen Merkmale ist erkennbar, dass ein kleiner Teil der Verformung homogen auftritt, während erst beim Auftreten von Lokalisierungen im betrachteten Gebiet eine starke Verschiebung der Merkmale zueinander stattfindet.

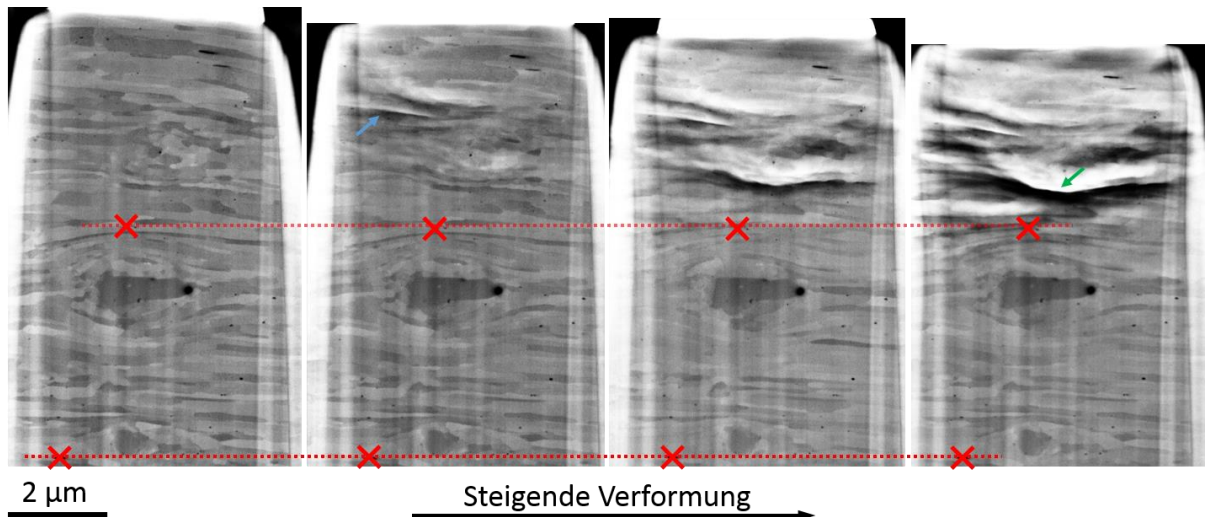


Abbildung 75: Verformungsverhalten des oberflächennahen erhaltenen Pillar #E9: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild, Pfeile im Text diskutierte Stellen)

Wie in Abbildung 75 zu erkennen ist, weisen die erhaltenen Pillars ein mit den oberflächennahen sowie in  $100\ \mu\text{m}$  zur Flanschoberseite geschnittenen Pillars vergleichbares Verformungsverhalten auf. Die Reduktion der (besonders in der Nähe der Korngrenzen gespeicherten) Versetzungsdichte scheint also keinen Einfluss auf das Verformungsverhalten zu haben. Während die erste Lokalisierung entlang von (in der Facettenebene) nahezu senkrecht stehenden Korngrenzen auftritt (blauer Pfeil in Abbildung 76), weist beim letzten Verformungsschritt die Lokalisierung entlang von nicht senkrecht zur Belastungsrichtung stehenden Korngrenzen den stärksten Kontrast, d.h. die stärkste Verschiebung auf (grüner Pfeil in Abbildung 76). Dieses Beispiel ist repräsentativ für das Verformungsverhalten erholter Pillars; weitere Beispiele sind im Anhang A.4 zu finden.

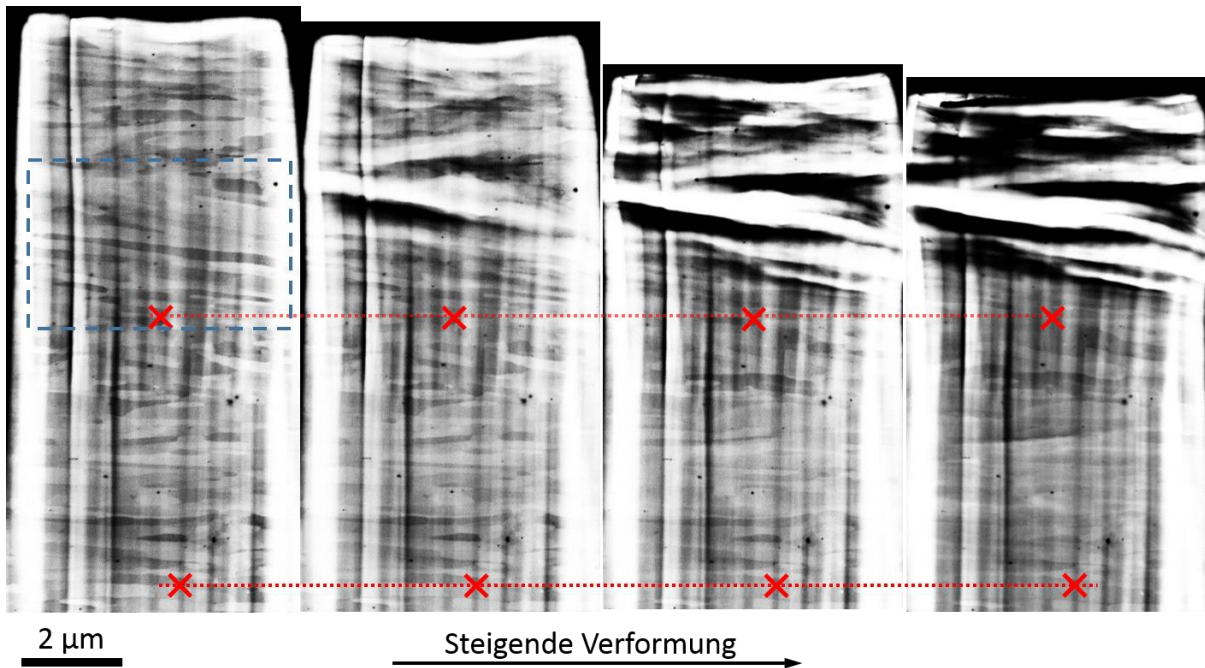


Abbildung 76: Verformungsverhalten erholter Pillar #E4; von links nach rechts erhöht sich die Druckverformung (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild, der Kasten eine im Text diskutierte Stelle)

Ein besonderer Fall eines erholten Pillar ist in Abbildung 76 dargestellt. Im unverformten Zustand (Abbildung 76 ganz links) fällt auf, dass der mittlere Bereich dieses Pillar (innerhalb des blauen Rechtecks) eine „verkippte“ Mikrostruktur aufweist, die einen Winkel von etwa  $75^\circ$  mit der Belastungsachse einschließt. Im Rest des Pillar weist die Mikrostruktur den üblichen Winkel von  $90^\circ$  zur Belastungsrichtung auf. Bei der Verformung dieser Mikrostruktur fällt auf, dass die Verformungslokalisierung in diesem Bereich beginnt und sich weitere Lokalisierungen oberhalb bilden. Unterhalb dieses Bereichs treten, obwohl dieser Pillar wie die in Abbildung 73 und Abbildung 74 bezigten Pillars zu den stärker verformten gehört, keinerlei Lokalisierungen auf.

Um den dem nichtkonventionellen Verformungsverhalten zugrunde liegenden Mechanismus bestimmen zu können, wird im Folgenden überprüft, ob es typische Orientierungen der benachbarten Körner, bestimmte Taylorfaktoren oder Misorientierungswinkel der Korngrenze für die auftretenden Verformungslokalisierungen gibt. Auch der mögliche Einfluss des Taylorfaktors auf die homogene Verformung wurde mittels DIC untersucht, es ergab sich kein signifikanter Zusammenhang. (Beispiele für die mittels DIC bestimmten Verschiebungen sind im Anhang A.4 zu finden.) Aufgrund des geringen Anteils der homogenen Verformung zur Gesamtverformung wird sich im Folgenden auf die lokalisierte Verformung konzentriert.

Abbildung 77 und Abbildung 78 zeigen die lokalen Orientierungen, Taylorfaktoren sowie die Misorientierungen aller Korngrenzsegmente mit Misorientierungen von mehr als  $2^\circ$  der oberflächennahen Pillars #11 und #1 sowie die Orte der Verformungslokalisierungen. Es zeigt sich keine signifikante Korrelation zwischen den Lokalisierungen und dem Taylorfaktor oder der Orientierung der angrenzenden Körner. Es finden sich zwar teilweise Lokalisierungen an Korngrenzen zwischen Orientierungen mit hohen Unterschieden im Taylorfaktor, vor dem Hintergrund der Textur der Pillars ist dies jedoch zu erwarten. Da die beiden in der Mikrostruktur dominanten Fasern sehr hohe Unterschiede zwischen ihren Taylorfaktoren aufweisen, treten Korngrenzen zwischen Körnern mit erheblichen Differenzen im Taylorfaktor sehr häufig auf. Auch die Korngrenzmisorientierung in den Bereichen der Verformungslokalisierungen zeigt keine Auffälligkeiten.

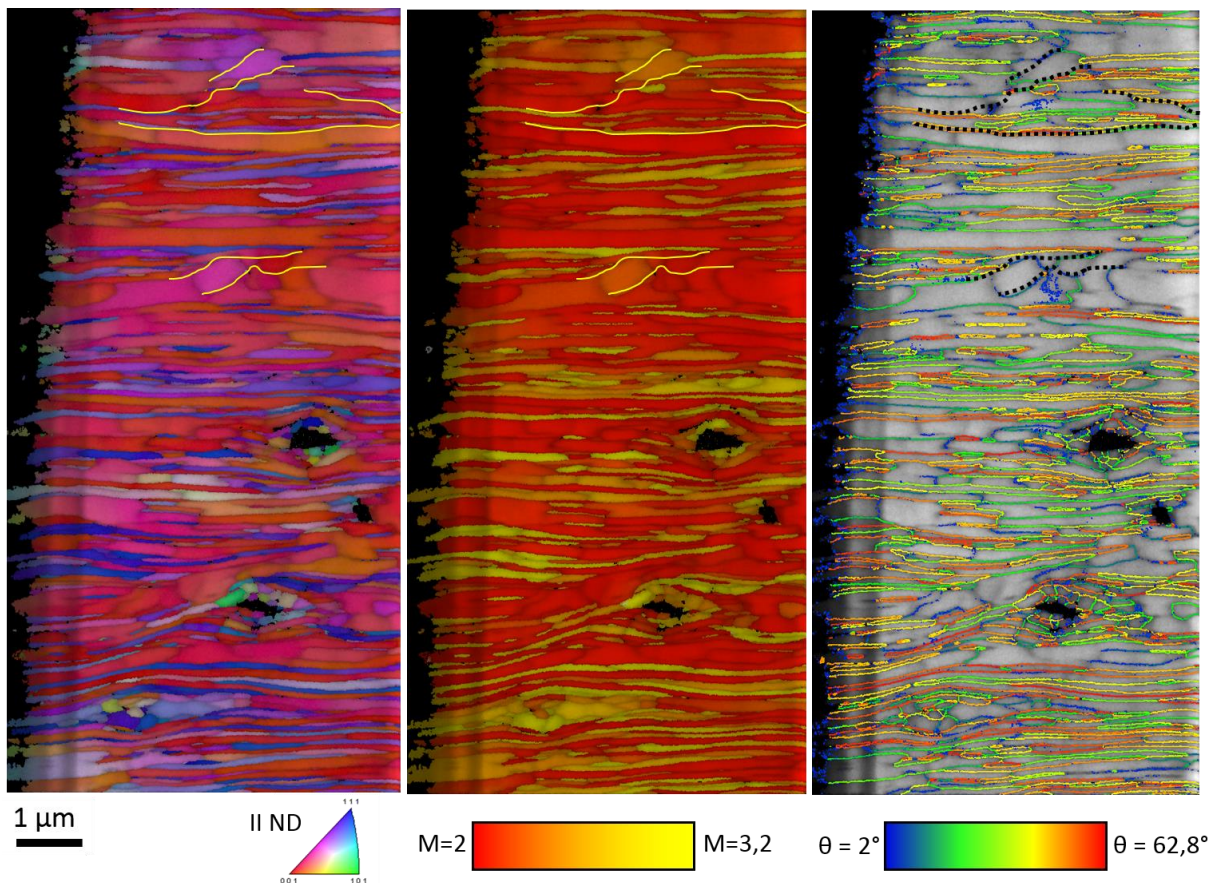


Abbildung 77: IPF-Darstellung (links), Taylorfaktor-Darstellung (Mitte) und Korngrenzmisorientierung (rechts) mit hinterlegter Pattern-Qualität des oberflächennahen Pillar #11 (Verformungslokalisierungen sind in Gelb (links, Mitte) bzw. in schwarz gestrichelt (rechts) eingezeichnet)

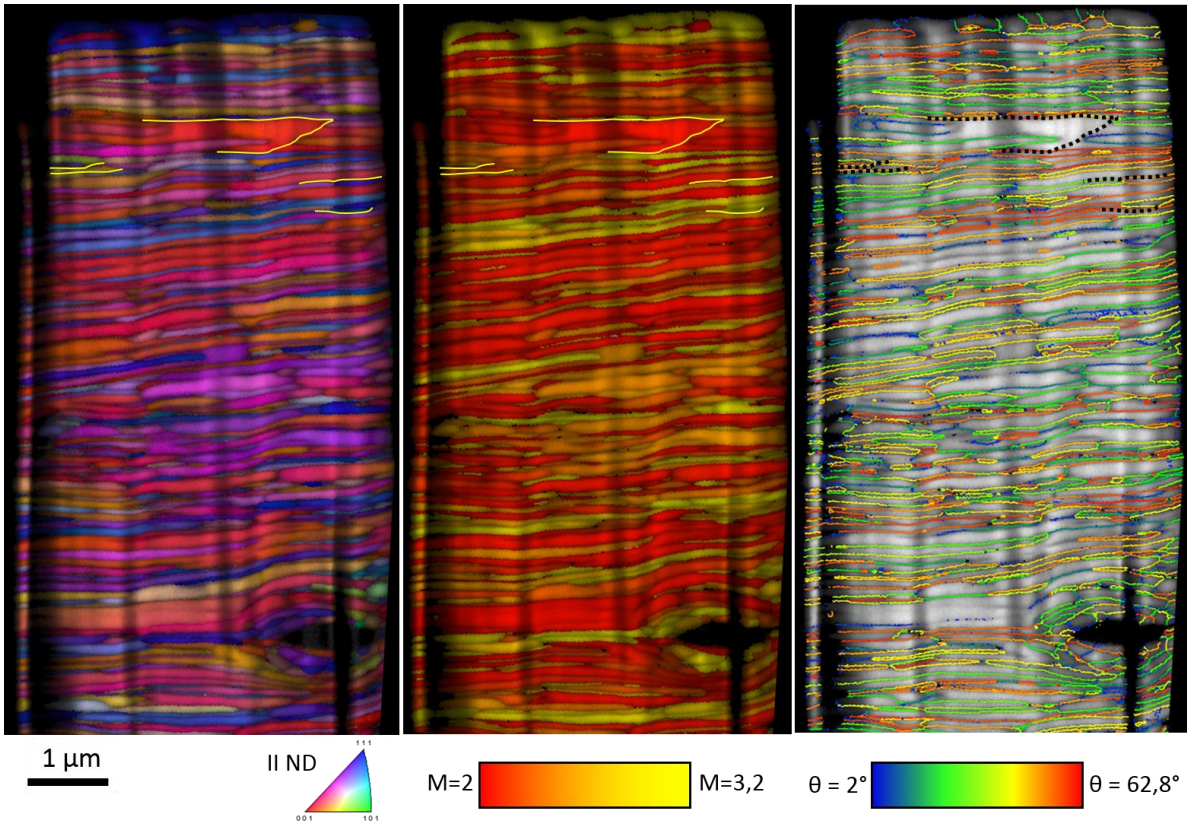


Abbildung 78: IPF-Darstellung (links), Taylorfaktor-Darstellung (Mitte) und Korngrenzmisorientierung (rechts) mit hinterlegter Pattern-Qualität des oberflächennahen Pillar #1 (Verformungslokalisierungen sind in Gelb (links, Mitte) bzw. in schwarz gestrichelt (rechts) eingezeichnet)

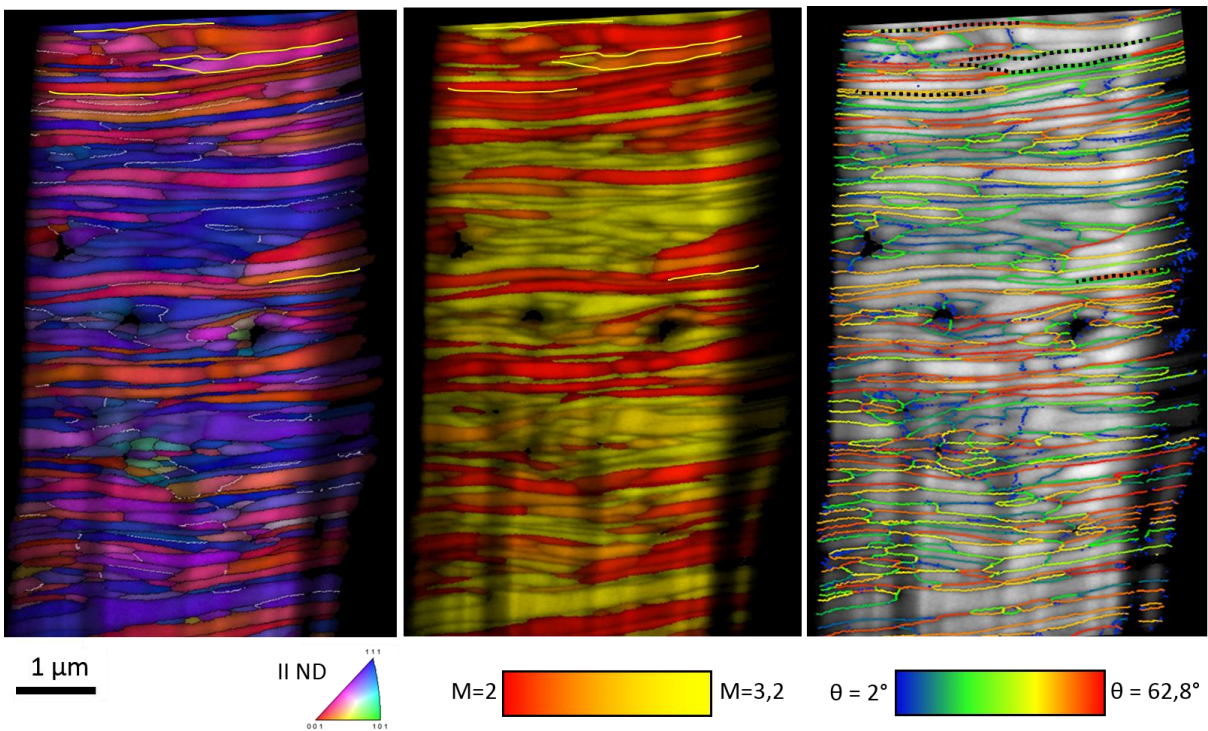


Abbildung 79: IPF-Darstellung (links), Taylorfaktor-Darstellung (Mitte) und Korngrenzmisorientierung (links) mit hinterlegter Pattern-Qualität des Pillar #1 aus 100 μm Abstand zur Flanschoberseite (Verformungslokalisierungen sind in Gelb (links, Mitte) bzw. in schwarz gestrichelt (rechts) eingezeichnet)



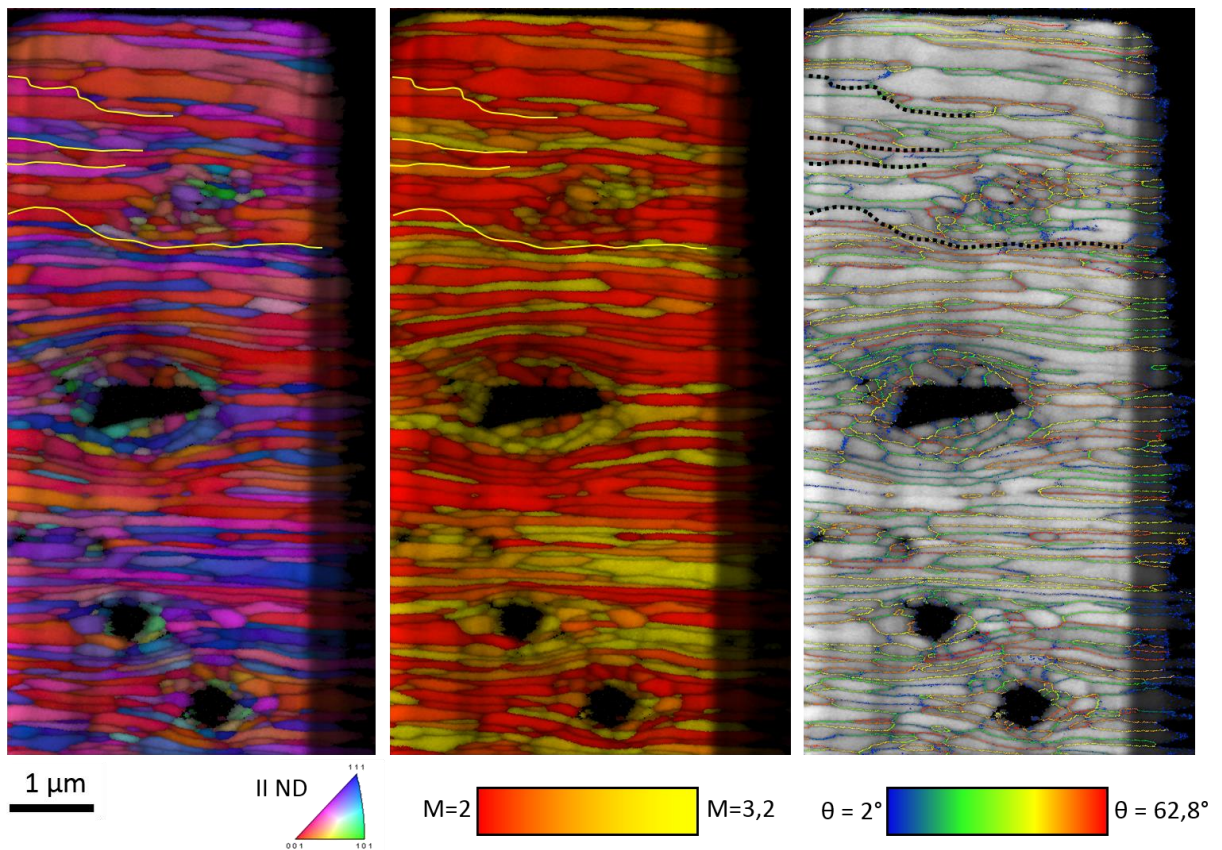


Abbildung 80: IPF-Darstellung (links), Taylorfaktor-Darstellung (Mitte) und Korngrenzmisorientierung (rechts) mit hinterlegter Pattern-Qualität des erhaltenen Pillar #E9 (Verformungslokalisierungen sind in Gelb (links, Mitte) bzw. in schwarz gestrichelt (rechts) eingezeichnet)

Auch die Pillars in  $100\ \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite sowie die erhaltenen Pillars zeigen keine signifikante Korrelation zwischen den Auftrittsorten der Verformungslokalisierungen und der dort vorliegenden Korngrenzmisorientierung oder dem Taylorfaktor der benachbarten Körner, wie in Abbildung 79 bzw. Abbildung 80 zu erkennen ist.

Die Mikrostruktur des oberflächennahen Pillar #11 nach der Verformung und nach dem Abtrag von weiteren 200 nm der Facettenoberfläche nach der Verformung in Abbildung 81 zeigt im Vergleich zur Ausgangsmikrostruktur nur geringe Abweichungen in der Nähe der Verformungslokalisierungen. Zwar ändert sich die Korngeometrie im Bereich der obersten Lokalisierungen zwischen Ausgangsmikrostruktur und den FIB-Schnitten, da jedoch im Bereich der anderen Lokalisierungen keine Änderungen auftreten und dieser Bereich sehr feine Körner aufweist, ist es hier wahrscheinlicher, dass es sich bei dieser Beobachtung um bereits vor der Verformung vorhandene laterale Schwankungen in der Korndicke handelt.

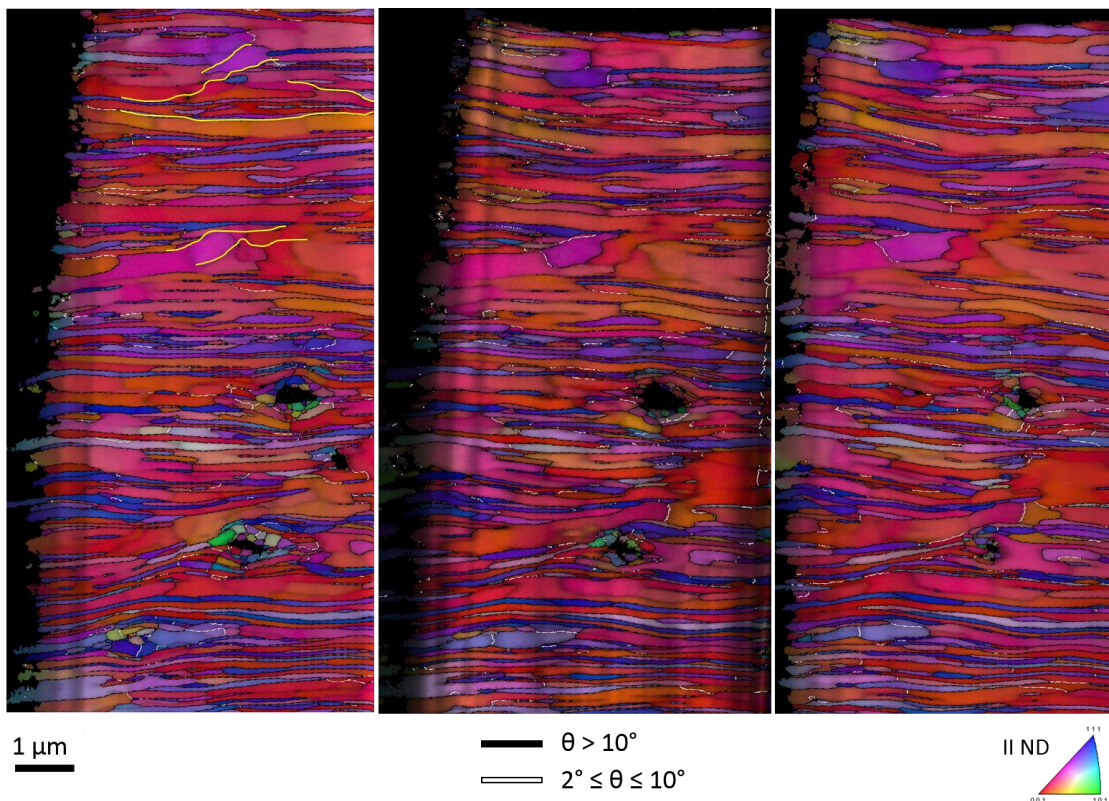


Abbildung 81: IPF-Darstellungen mit hinterlegter Pattern-Qualität des oberflächennahen Pillar #11 vor der Verformung (links), nach Verformung und FIB-Politur (Mitte), nach weiterem Abtrag von 200 nm (rechts) (Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

Abbildung 82 zeigt die Abweichung der lokalen Orientierung von der mittleren Kornorientierung (die hierfür mit einer maximalen Misorientierung von  $2^\circ$  definiert wurden) in den bereits in Abbildung 81 dargestellten EBSD-Messungen an FIB-Schnitten von Pillar #11. Da jedoch die Bereiche, die als ein Korn definiert werden, aufgrund von leichten Orientierungsschwankungen zwischen den Schnitten, nicht konstant sind, kann hier nicht allein die Farbe als Indikator für verformungsinduzierte Orientierungsrotationen gewertet werden, jedoch aber Farbverläufe. Im Fall von Pillar #11 zeigt sich keine auffällige Erhöhung der Rotation der lokalen Orientierung innerhalb der Körner. Auch beim Vergleich der an die (in der Ausgangsmikrostruktur gelb markierten) Verformungslokalisierungen grenzenden Körner vor und nach der Verformung fallen keine erhöhten Schwankungen der Kornorientierung auf.

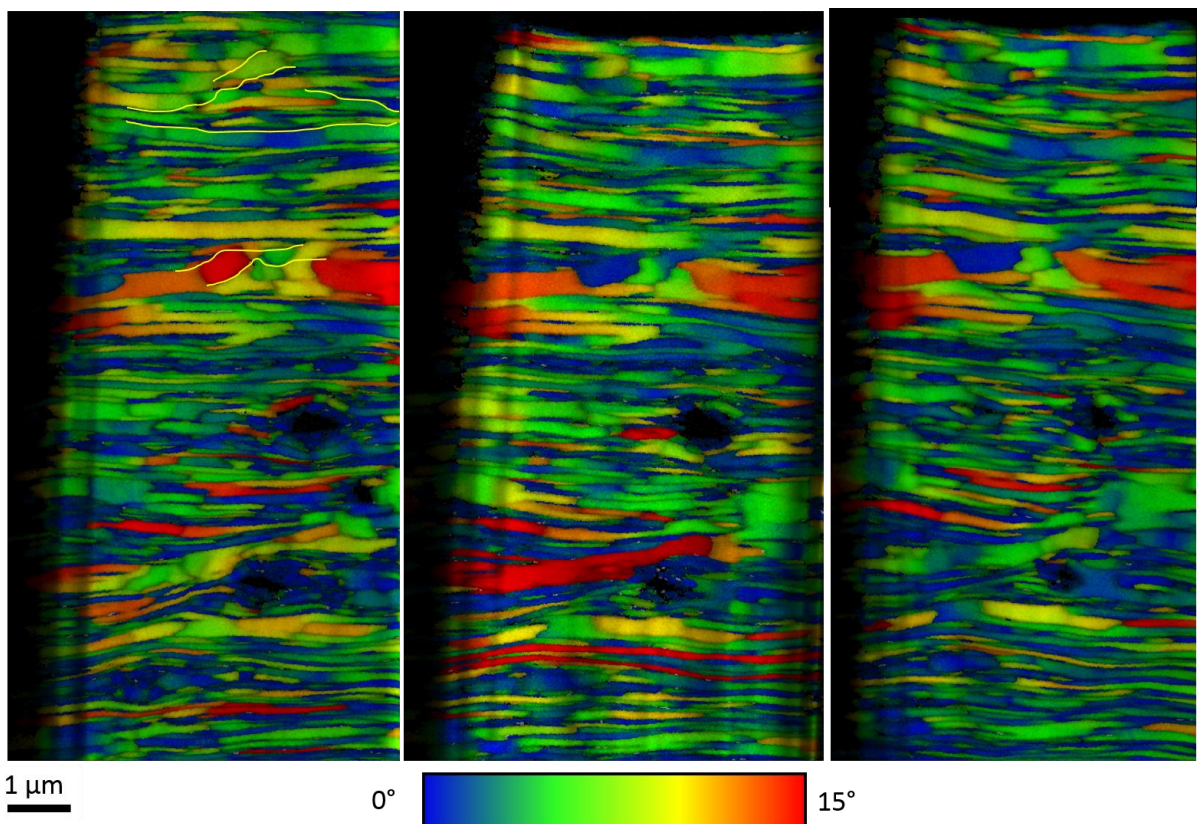


Abbildung 82: Abweichung der lokalen Orientierung von der mittleren Kornorientierung oberflächennahen Pillar #11 mit hinterlegter Pattern-Qualität vor der Verformung (links), nach Verformung und nachfolgender FIB-Politur (Mitte), nach weiterem Abtrag von 200 nm (rechts) (Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

Analog zu Pillar #11 sind in Abbildung 83 und Abbildung 84 die IPF-Darstellung bzw. die lokalen Orientierungsabweichungen von der mittleren Kornorientierung der FIB-Schnitte des oberflächennahen Pillar #12 dargestellt. Während sich wieder keine durchgehende Änderungen der Kornabmessungen an den Lokalisierungen zeigen, weist die nach der Verformung polierte Facette im oberen, mit weißer Umrandung markierten Bereich eine erhebliche Erhöhung der Orientierungsabweichungen auf, die jedoch keine Korrelation mit den Lokalisierungsorten aufweist. Grund hierfür könnte der Einfluss eines Karbids auf das Verformungsverhalten sein, welches in einigen Hundert Nanometern Abstand zur ursprünglichen Facette liegt.

Es kann somit keine signifikante Korrelation zwischen Mikrostrukturparametern und Orten der Verformungslokalisierung in den oberflächennahen Pillars hergestellt werden.

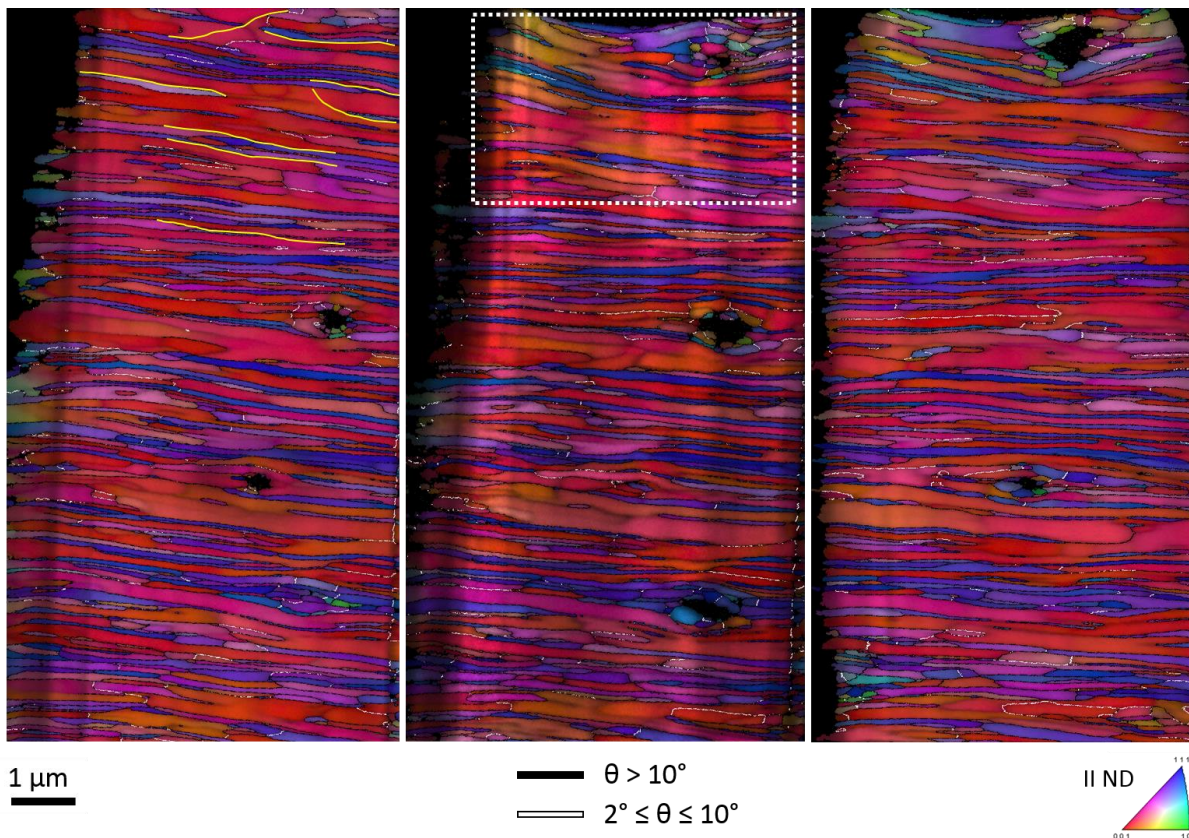


Abbildung 83: IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität des oberflächennahen Pillar #12 vor der Verformung (links), nach Verformung und FIB-Politur (Mitte), nach weiterem Abtrag von 200 nm (rechts) (Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

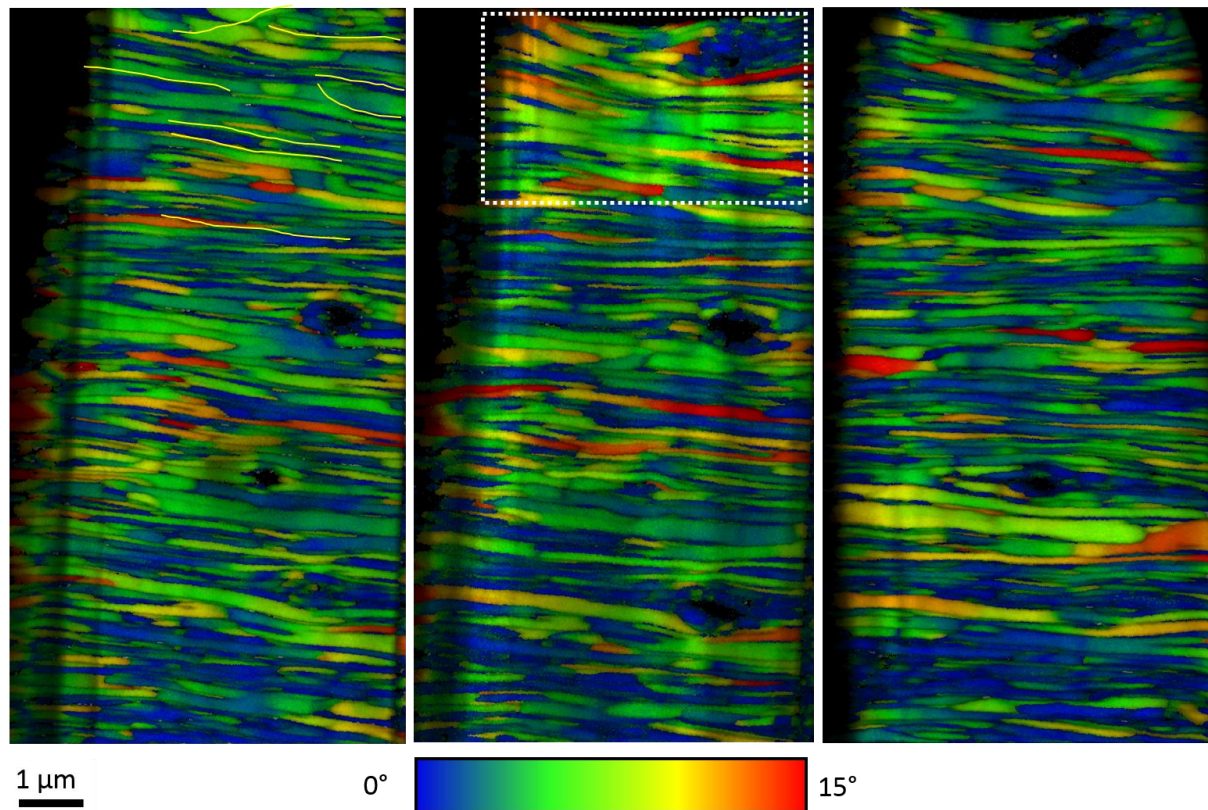


Abbildung 84: Abweichung der lokalen Orientierung von der mittleren Kornorientierung des oberflächennahen Pillar #12 mit hinterlegter Pattern-Qualität vor der Verformung (links), nach Verformung und nachfolgender FIB-Politur (Mitte), nach weiterem Abtrag von 200 nm (rechts) (Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

Ähnlich zu Pillar #12 zeigt der Vergleich der Mikrostruktur von Pillar #E9 vor und nach der Verformung in Abbildung 85 und Abbildung 86 im oberen (beispielhaft in der zweiten BSE-Abbildung mit weißem Kasten markierten) Bereich des Pillar nach der Verformung eine erhebliche Erhöhung der Misorientierung innerhalb der Körner, was sich anhand eines Farbverlaufs in diesem erkennen lässt. Diese auftretenden Rotationen der Orientierungen sind jedoch auch hier in diesem Bereich weit verteilt und zeigen keine Korrelation zu den in Gelb eingezeichneten Lokalisierungskorngrenzen. Somit zeigen auch die vorerholten Pillars keinen Zusammenhang zwischen mikrostrukturellen Parametern und den Verformungslokalisierungen.

Die anhand der Misorientierungserhöhung erkennbare signifikante Versetzungsbewegung in diesem Pillar, die parallel zur lokalisierten Verformung stattfindet, kann auch in den zwischen den Verformungsschritten erstellten BSE-Abbildungen in Abbildung 75 erahnt werden. Grund für das Auftreten von Versetzungsbewegungen könnte der Einfluss eines Karbids auf das Verformungsverhalten sein, welches wie in Abbildung 75 ganz rechts zu erkennen, in einigen Hundert Nanometern Abstand zur ursprünglichen Facette liegt.

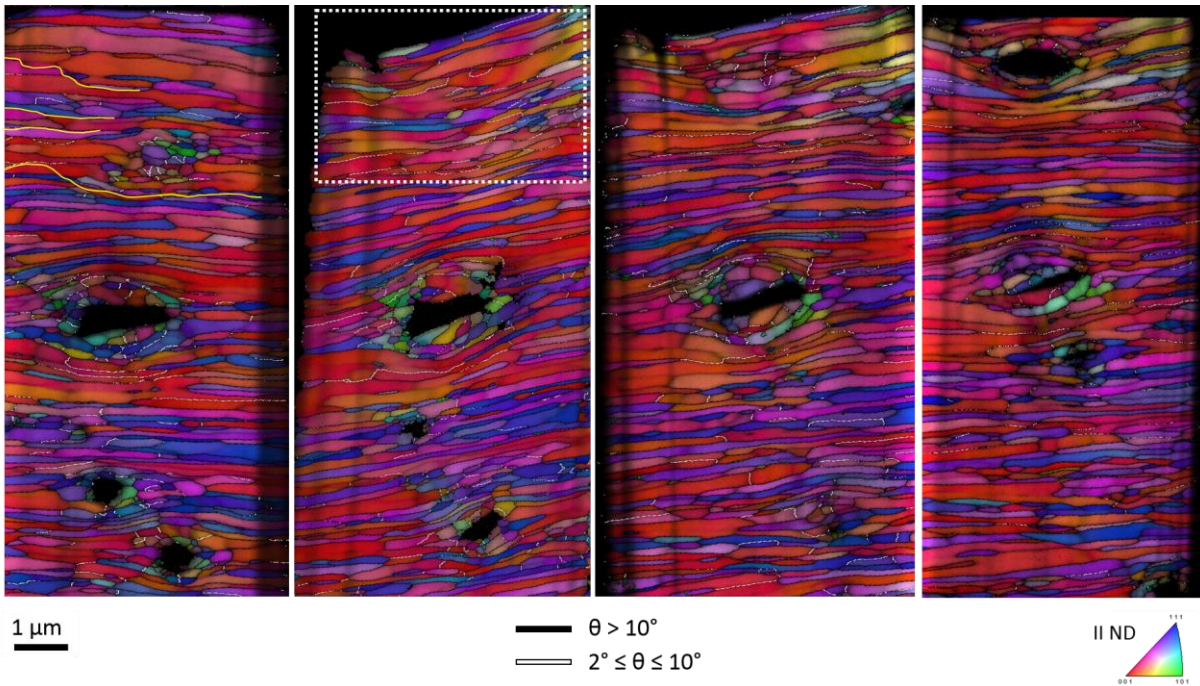


Abbildung 85: IPF-Darstellungen mit hinterlegter Pattern-Qualität des erhaltenen Pillar #E9 vor der Verformung (links), nach Verformung und FIB-Politur (2.v.l), nach Abtrag von 200 nm (2.v.r), nach Abtrag von 400 nm (rechts) (Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

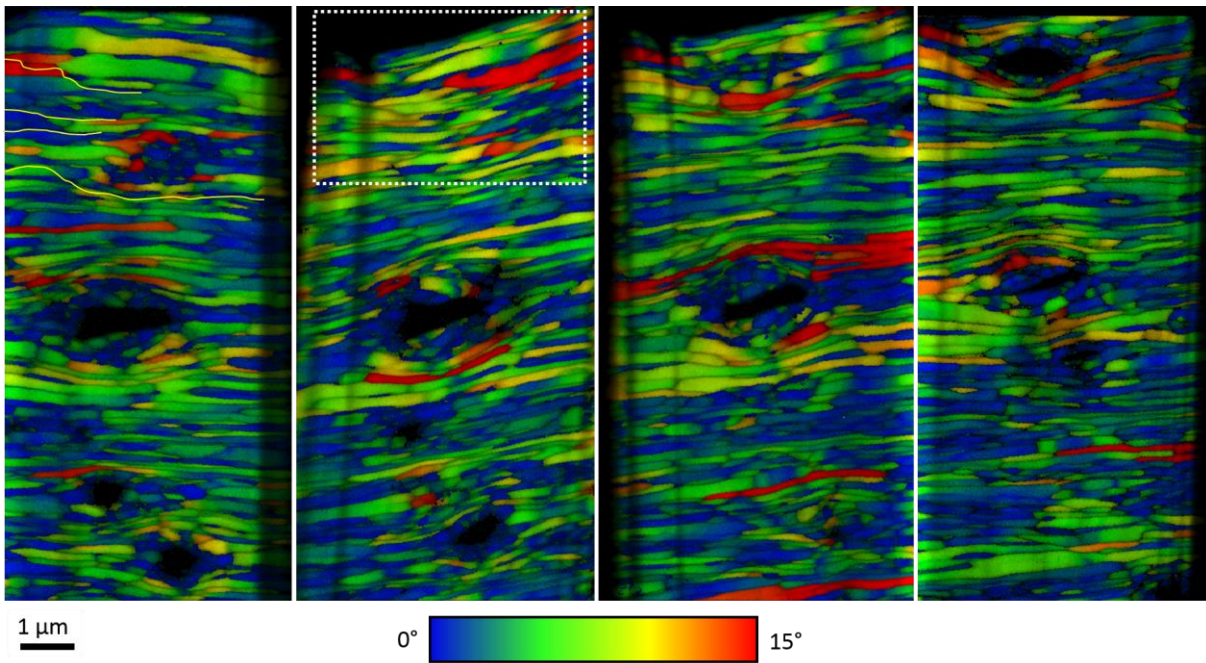


Abbildung 86: Abweichung der lokalen Orientierung von der mittleren Kornorientierung des erhaltenen Pillar #E9 mit hinterlegter Pattern-Qualität vor der Verformung (links), nach Verformung und nachfolgender FIB-Politur (2.v.l), nach Abtrag von 200 nm (2.v.r), nach Abtrag von 400 nm (rechts) (die Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

Dieses Beispiel illustriert ein Problem für die folgenden DAMASK-Simulationen der Mikrostruktur, die zur Identifizierung von Indikatoren in der Mikrostruktur für das spätere Auftreten von Verformungslokalisierungen genutzt werden, die bei dem Rückschluss auf mögliche mechanistische Ursachen hilfreich sein können. Aufgrund ihrer starken Streckung des realen Gefüges ist hier generell die in alle Dimensionen periodische Fortsetzung der Mikrostruktur aus den 2D-EBSD-Messungen für die Simulation eine gute Näherung der realen Mikrostruktur. Befinden sich jedoch Karbide im Bereich der Lokalisierungen und beeinflussen das Verformungsverhalten, ist diese Näherung nicht anwendbar. Somit sind Pillars, die im Lokalisierungsbereich Karbide mit unbekanntem Eigenschaften aufweisen, nicht geeignet für die Simulation. Im Folgenden wird sich daher auf die Simulation von oberflächennahen Pillars beschränkt, deren FIB-Schnitte keine Karbide in den Bereichen der Verformungslokalisierungen aufweisen.

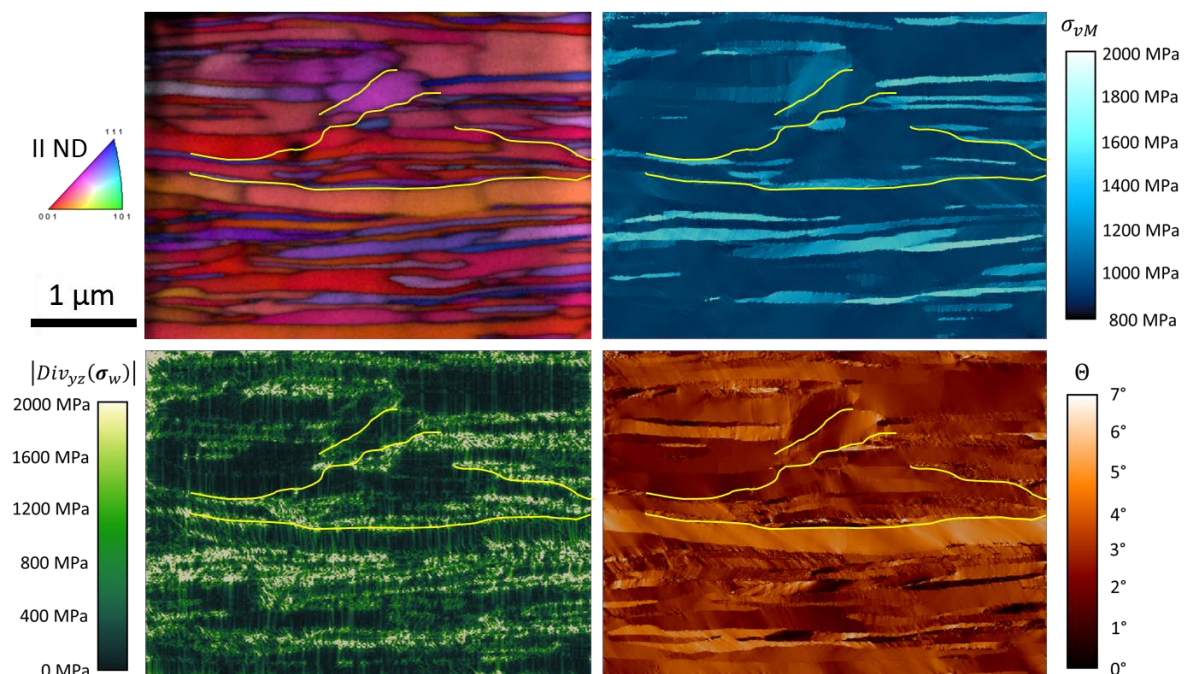


Abbildung 87: DAMASK Simulation für den oberflächennahen Pillar #11: Simulations-Input: Ausschnitt aus der EBSD-Messung (oben links); Simulationsergebnisse: von Mises-Vergleichsspannung (oben rechts), Divergenz des Cauchy-Spannungstensors in der RD-TD-Ebene (unten links), Rotation der Orientierung in Bezug auf die Anfangsorientierung (unten rechts) (die Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

In Abbildung 87 und Abbildung 88 sind die Simulationsergebnisse der oberflächennahen Pillars #11 und #12 dargestellt. Als Simulationsinput dienten die in den Abbildungen oben links dargestellten Bereiche der EBSD-Messungen an den Ausgangsmikrostrukturen, in denen sich der Großteil der in Gelb eingezeichneten Lokalisierungen befindet. Wie in Abbildung 81 bzw. Abbildung 83 zu erkennen ist, weisen diese Bereiche in den mittels FIB-Schnitt untersuchten Abständen zur Facettenebene keine Karbide auf. Die Darstellung der aus dem Cauchy-

Spannungstensor bestimmten von Mises-Vergleichsspannung  $\sigma_{vM}$  in Abbildung 87 rechts oben zeigt, dass alle nahezu horizontal verlaufenden Lokalisierungen an Korngrenzen entlang laufen, die zwischen zwei Körnern liegen, von denen eines eine sehr hohe Vergleichsspannung und das andere eine verhältnismäßig niedrige Vergleichsspannung aufweist. Diese Stellen weisen außerdem, wie in der gleichen Abbildung unten links zu sehen ist, eine hohe Divergenz  $|Div_{yz}(\sigma_w)|$  des Cauchy-Spannungstensors in der zur Belastungsachse senkrecht stehenden yz-Ebene auf. Im Gegensatz hierzu zeigt die von der Simulation vorhergesagte Orientierungsrotation in Abbildung 87 unten rechts keine Korrelation zur Lage der Lokalisierungen.

Die Simulationsergebnisse für Pillar #12 in Abbildung 88 zeigen eine Korrelation von Vergleichsspannung und Lokalisierungen, die bereits im obigen Beispiel gefunden wurde. Hier weist nur die mit einem weißen Pfeil markierte Lokalisierung kein angrenzendes Korn mit hoher Vergleichsspannung auf. An dieser Stelle zeigt sich jedoch auch wie an allen anderen, horizontal zur Mikrostruktur verlaufenden Lokalisierungen eine erhöhte Divergenz des Cauchy-Spannungstensors, d.h. der wahren Spannung. Wie bereits zuvor zeigt sich auch in diesem Beispiel kein Zusammenhang zwischen vorhergesagter Orientierungsrotation und dem Auftreten von Lokalisierungen.

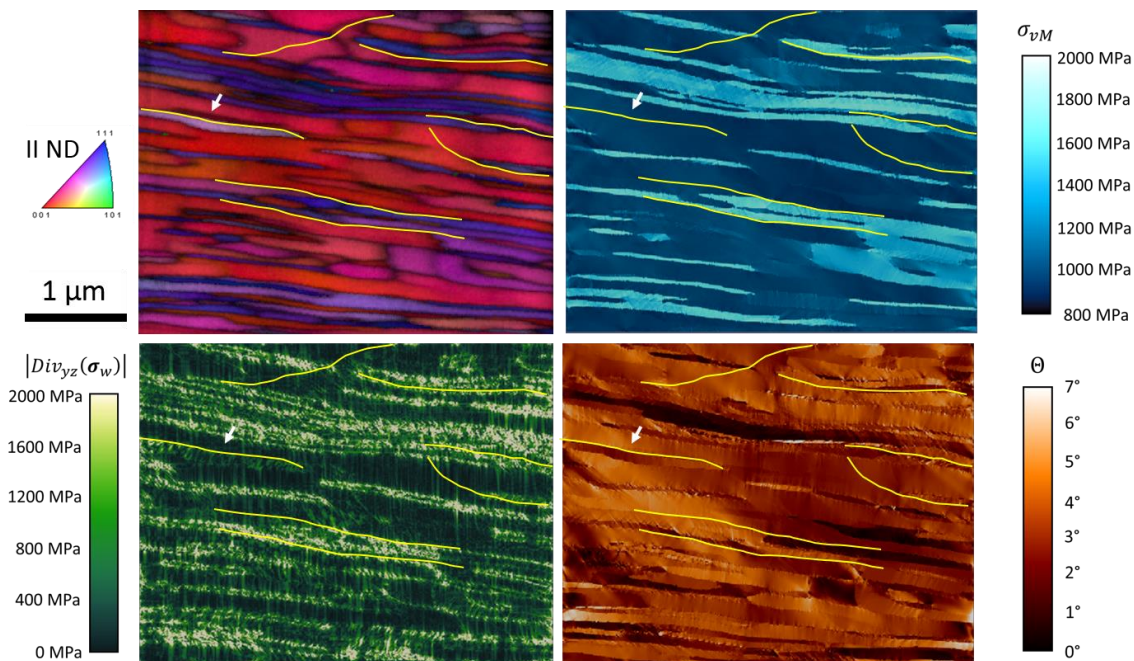


Abbildung 88: DAMASK Simulation für den oberflächennahen Pillar #12: Simulations-Input: Ausschnitt aus der EBSD-Messung (oben links); Simulationsergebnisse: von Mises-Vergleichsspannung (oben rechts), Divergenz des Cauchy-Spannungstensors in der RD-TD-Ebene (unten links), Rotation der Orientierung in Bezug auf die Anfangsorientierung (unten rechts) (Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet)

Die Simulation eines weiteren Pillar (siehe Anhang A.4) zeigte die gleichen Tendenzen.



---

#### 5.2.4. Verformungsverhalten des Gefüges in Spaltprofilen bei Indentierung mit verschiedenen Dehnraten

Um mehr über das Verformungsverhalten des UFG Gefüges und seine bereits im vorhergehenden Kapitel gezeigten Abweichungen vom Verhalten konventioneller Mikrostrukturen zu erfahren, wird im Folgenden das Verformungsmuster um Härteeindrücke in verschiedenen Abständen zur Flanschoberseite für verschiedene Dehnraten betrachtet. Hierbei werden analog zu den Pillar-Experimenten die Mikrostrukturen in 30  $\mu\text{m}$  und 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite untersucht. Als Vergleich wird zusätzlich das Gefüge in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite betrachtet.

Während die Mikrostrukturen in 30  $\mu\text{m}$  bzw. 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite das charakteristische langgestreckte UFG Gefüge mit ausgeprägter Walztextur aufweisen, zeigt sich in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite ein gröberes Gefüge mit sehr viel geringerer Texturausprägung, die außerdem, anders als nahe der Flanschoberseite, keine ausgeprägte  $\alpha$ -Faser aufweist (siehe Abbildung 89). Der Flächenanteil der  $\alpha$ -Faser sinkt von 72% bzw. 49% in 30  $\mu\text{m}$  bzw. 100  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite auf 30% in 600  $\mu\text{m}$  Abstand. Der Flächenanteil der  $\gamma$ -Faser steigt mit dem Abstand zur Flanschoberseite, er beträgt statt 13% bzw. 21% in den Abständen von 30  $\mu\text{m}$  und 100  $\mu\text{m}$  etwa 30% im Abstand von 600  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite. Neben der sehr viel höheren inversen Grenzflächendichte von  $S_V^{-1} = 0,41 \mu\text{m}$  (im Abstand von 30  $\mu\text{m}$  bzw. 100  $\mu\text{m}$  wurden Werte von 0,11  $\mu\text{m}$  bzw. 0,13  $\mu\text{m}$  bestimmt), zeigt sich im Abstand von 600  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite außerdem eine andere Streckungsrichtung des Gefüges. Während das Gefüge in der Nähe der Flanschoberseite parallel zu dieser gestreckt ist, zeigt sich in 600  $\mu\text{m}$  Abstand eine Orientierung der Streckungsrichtung von etwa 45° zur Flanschoberseite.

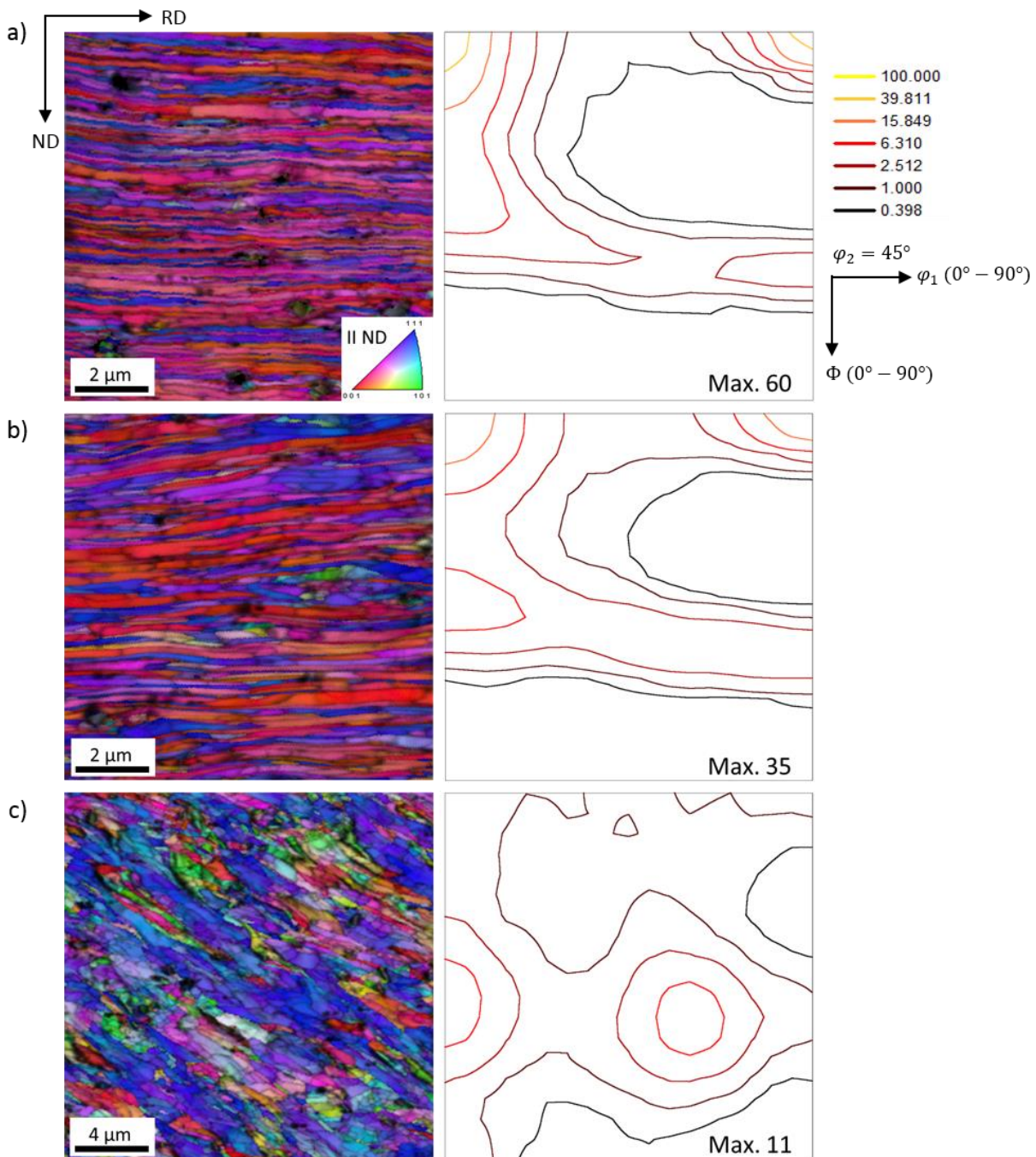


Abbildung 89: IPF Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (links) und ODF-Schnitt für  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) des Gefüges im Abstand von 30 μm (a), 100 μm (b) und 600 μm zur Flanschoberseite (c)

Alle Härteeindrücke in den oben dargestellten Gefügen weisen eine asymmetrische Form auf und zeigen außerdem leichte Andeutungen von Kanten an den Wänden des Eindrucks. Dies liegt in der Spitzegeometrie begründet, die in Abbildung 47 dargestellt ist und signifikante Abweichungen von der sphärischen bzw. konischen Soll-Geometrie aufweist.

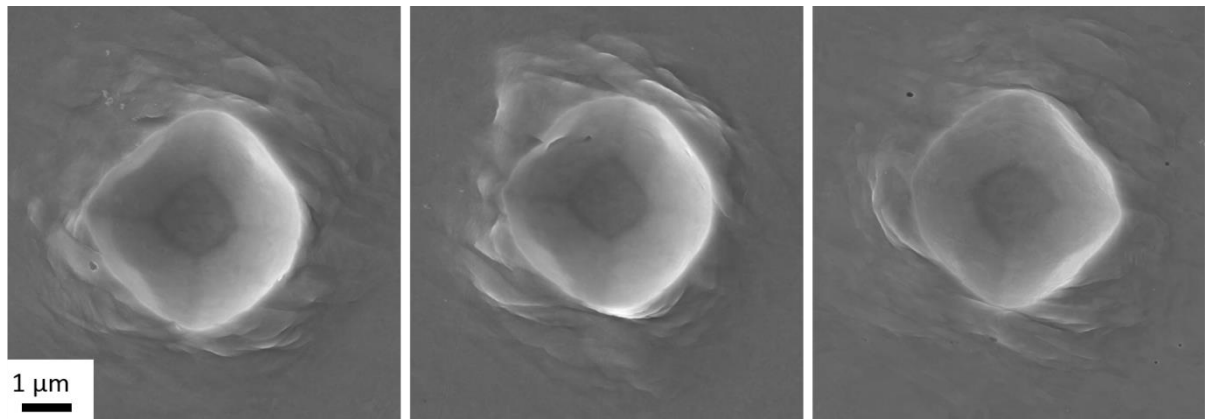


Abbildung 90: Verformungsmuster um Härteeindrücke in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite bei verschiedenen Dehnraten:  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$  (links),  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$  (Mitte) und  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$  (rechts)

Die Verformungsmuster um die bei den verschiedenen Dehnraten erzeugten Härteeindrücke in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite sind exemplarisch in Abbildung 90 dargestellt. Um die Eindrücke ist eine Aufrauung der Oberfläche zu erkennen, die auf die plastische Verformung der Mikrostruktur um die Eindrücke zurückzuführen ist und teilweise den Charakter von Stufen aufweist. Die am stärksten ausgeprägten Stufen weisen eine leichte Vorzugsorientierung in Gefügestreckungsrichtung auf, die hier etwa unter  $45^\circ$  verläuft (siehe Abbildung 93), es finden sich aber auch viele in Radialrichtung orientierte Stufen. Der Vergleich zwischen den bei verschiedenen Dehnraten in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite auftretenden Verformungsmustern zeigt keine signifikanten Unterschiede, es gibt keine Hinweise auf eine Änderung der Verformungsmechanismen mit der Dehnrates.

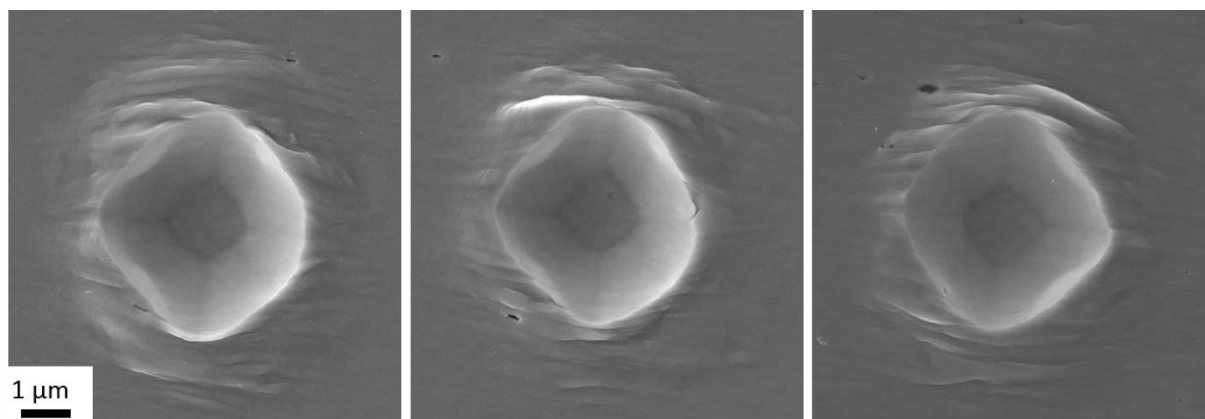


Abbildung 91: Verformungsmuster um Härteeindrücke in 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite bei verschiedenen Dehnraten:  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$  (links),  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$  (Mitte) und  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$  (rechts)

Die Verformungsmuster der in 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite befindlichen Härteeindrücke zeigen Unterschiede zu dem in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite beobachteten Verhalten. Die Ausdehnung der verformungsinduzierten Aufrauung der Oberfläche ist senkrecht zur Gefügestreckungsrichtung größer als parallel dazu.

---

Besonders in diesen Bereichen senkrecht zur Gefügestreckung finden sich ausgeprägte Stufen, die parallel zur Gefügestreckungsrichtung verlaufen. Es finden sich jedoch auch eher radial orientierte Stufen. Wie bereits zuvor zeigt sich auch hier über alle betrachteten Eindrücke keine signifikante Änderung dieses Verformungsmusters über die verschiedenen Dehnraten.

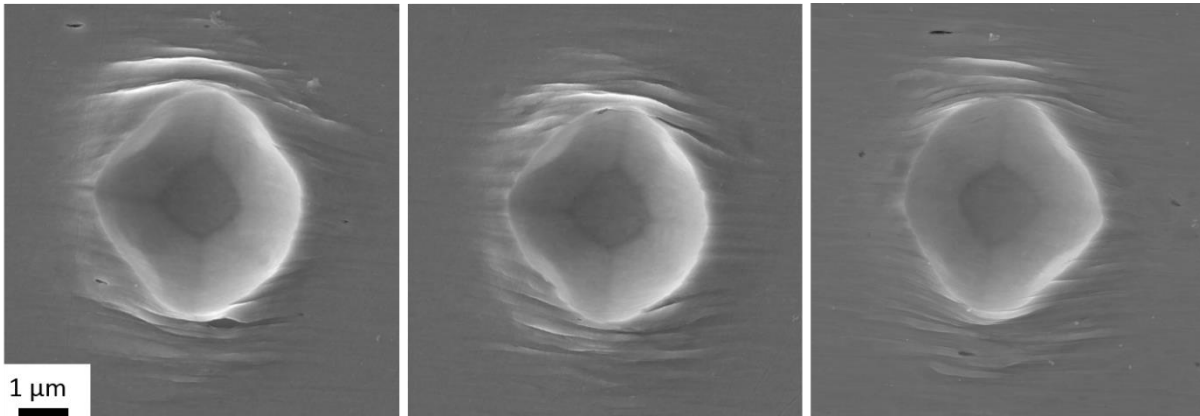


Abbildung 92: Verformungsmuster um Härteeindrücke in 30  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite bei verschiedenen Dehnraten:  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-1}\text{s}^{-1}$  (links),  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$  (Mitte) und  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$  (rechts)

Die Verformungsmuster um die bei den verschiedenen Dehnraten erzeugten Eindrücke in 30  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite sind exemplarisch in Abbildung 92 dargestellt. Sie zeigen Ähnlichkeiten mit den Verformungsmustern in 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite: Die Ausdehnung der sichtbaren Aufrauhung der Oberfläche ist senkrecht zur Gefügestreckung am größten. Die Aufrauhung beruht hier auch auf der Ausbildung ausgeprägter Stufen mit einer Ausrichtung parallel zur Gefügestreckungsrichtung. Die Stufen sind hier jedoch gerader und ausgeprägter als in 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite. Auch zeigt sich in 30  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite im Gegensatz zu 100  $\mu\text{m}$  Abstand kaum homogene Materialaufhäufung in den Bereichen der Stufen, sondern nahezu ausschließlich in den Bereichen seitlich der Eindrücke. Auch in diesem Abstand zur Flanschoberseite zeigt sich keine signifikante Änderung des Verformungsmusters mit wechselnder Dehnrates.

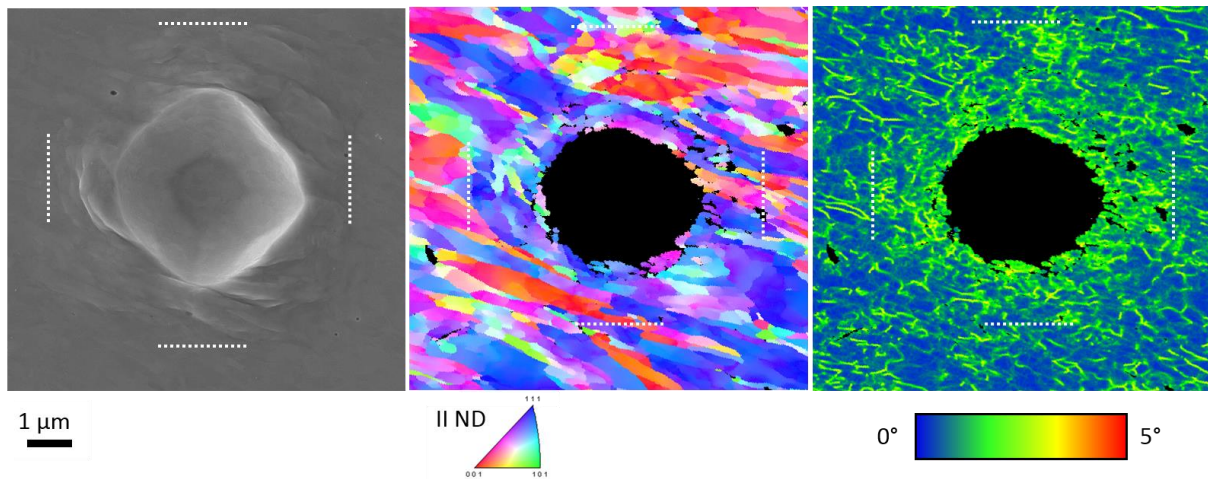


Abbildung 93: SE-Aufnahme (links), IPF-Darstellung (Mitte) und lokale Orientierungsverteilung (rechts) um einen mit einer Dehnrate von  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3} s^{-1}$  erzeugten Eindruck in  $600 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite

Um die Änderung der Mikrostruktur durch die durch die Indentierung eingebrachte Verformung genauer zu untersuchen, wurde an ausgewählten Härteeindrücken der Dehnrate  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3} s^{-1}$  nach vorsichtigem Polieren der Oberflächenaufräuhung EBSD-Messungen durchgeführt. Der Vergleich dieser EBSD Messung mit der zuvor erstellten SE-Aufnahme des Verformungsmusters eines Härteeindrucks in  $600 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite findet sich in Abbildung 93. Sowohl in der IPF-Darstellung als auch in der Darstellung der lokalen Orientierungsspreizung (LOS) sind in den Bereichen nahe dem Eindruck vermehrt Kornsubstrukturen sowie Orientierungsrotationen zu erkennen. Die Ausdehnung dieser Bereiche mit erhöhter Dichte von Kornsubstrukturen ist in diesen Darstellungen mit weißen Linien markiert, während die weißen Linien in den SE-Aufnahmen die Ausdehnung der Oberflächendeformation um den Eindruck markieren. Die von weißen Linien eingeschlossenen Bereiche der EBSD-basierten Darstellungen weisen eine mit dem in der SE-Aufnahme markierten Bereich vergleichbare Größe auf. Aufgrund der ähnlichen Ausdehnung dieser Bereiche, d.h. der guten Übereinstimmung von oberflächlich erkennbarer Verformung und erhöhter Kaltverfestigung im Material kann angenommen werden, dass die durch den Härteeindruck eingebrachte plastische Verformung in diesem Abstand zur Flanschoberseite über Versetzungsbewegung getragen wird.

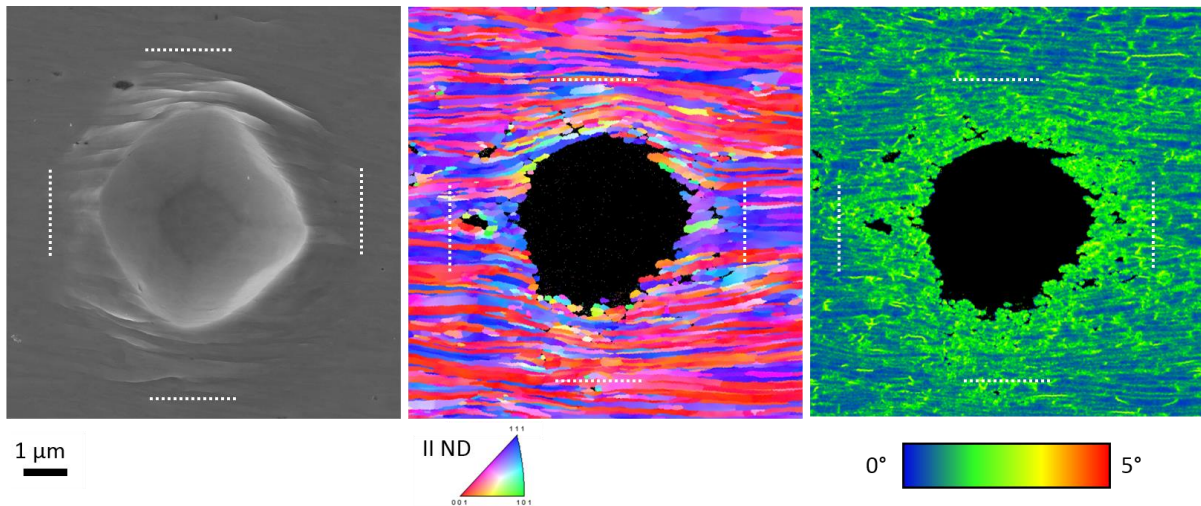


Abbildung 94: SE-Aufnahme (links), IPF-Darstellung (Mitte) und lokale Orientierungsverteilung (rechts) um einen mit einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3} s^{-1}$  erzeugten Härteeindruck in  $100 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite

Die Eindrücke in  $100 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite weisen beim Vergleich von Oberflächenverformung und Erhöhung der lokalen Orientierungsrotationen ein vom Material in  $600 \mu m$  abweichendes Verhalten auf. Die IPF-Darstellung zeigt die Entstehung von kleinen, eher gleichachsigen (Sub)-Körnern um die Eindrücke in der stark gestreckten und texturierten Mikrostruktur, deren Orientierungen von der im übrigen Gefüge vorherrschenden Walztextur abweichen. Außerdem treten Orientierungsrotationen in den gestreckten Körnern sowie eine „Biegung“ dieser nahe den Eindrücken auf. Die kleineren Körner sowie die Orientierungsrotationen finden sich jedoch genau wie die Erhöhung der LOS nur innerhalb eines Bereiches um den Eindruck, der kleiner ist als die Ausdehnung des Verformungsmusters an der Oberfläche.

Aus den voneinander abweichenden Ausdehnungen von erhöhter Kaltverfestigung (in Form von Subkornbildung sowie Orientierungsänderung) und Oberflächen-Verformungsmuster kann geschlossen werden, dass in diesem Abstand zur Flanschoberseite die plastische Verformung nicht ausschließlich über Versetzungsbewegungen getragen wird. Hier muss ein weiterer Verformungsmechanismus mit Korngrenzbeteiligung, der zur Entstehung der Stufen auf der Oberfläche führt, zur Gesamtverformung beitragen.

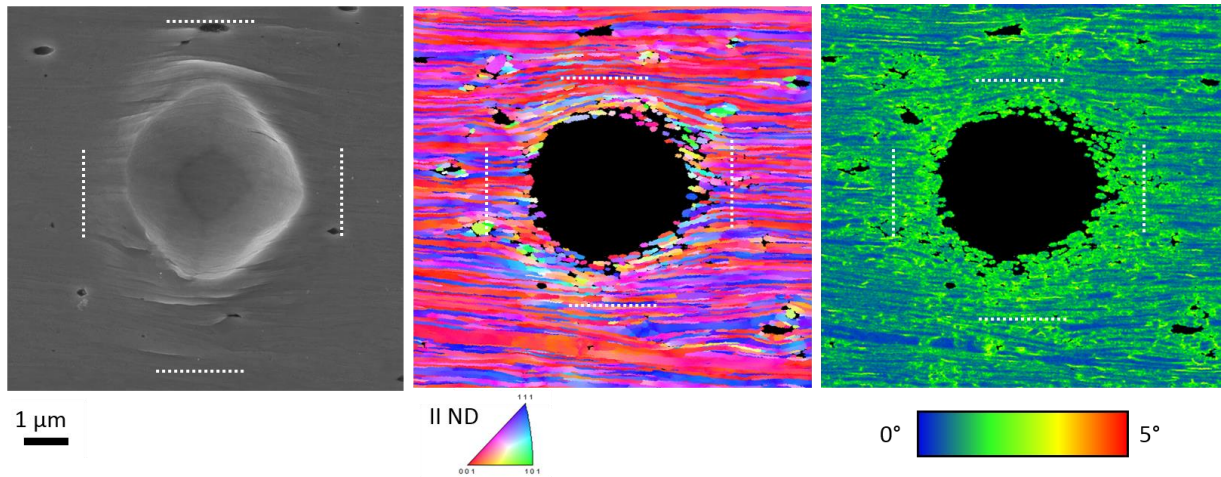


Abbildung 95: SE-Aufnahme (links), IPF-Darstellung (Mitte) und lokale Orientierungsverteilung (rechts) um einen mit einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3} s^{-1}$  erzeugten Härteeindruck in  $30 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite

In  $30 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite zeigt sich ein noch größerer Unterschied zwischen der oberflächlich sichtbaren Verformung in der SE-Abbildung und den in der EBSD-Messung sichtbaren Anzeichen von Kaltverfestigung. Die bereits in  $100 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite beobachteten kleineren Körner finden sich genau wie die Erhöhung der LOS nur innerhalb eines Radius von etwa  $1 \mu m$  um die Härteeindrücke, während sich das Oberflächen-Verformungsmuster senkrecht zur Gefügestreckungsrichtung zwei- bis dreimal so weit ausdehnt. Parallel zur Kornstreckungsrichtung zeigen sich hingegen nur geringe Abweichungen zwischen oberflächlich sichtbarer Verformung und Orientierungsrotation. Daraus kann geschlossen werden, dass auch in diesem Abstand zur Flanschoberseite die plastische Verformung nicht ausschließlich über Versetzungsbewegungen getragen wird, sondern der bereits in  $100 \mu m$  Abstand zur Flanschoberseite gefundene zusätzliche Verformungsmechanismus mit Korngrenzbeteiligung eine erhebliche Rolle spielt.

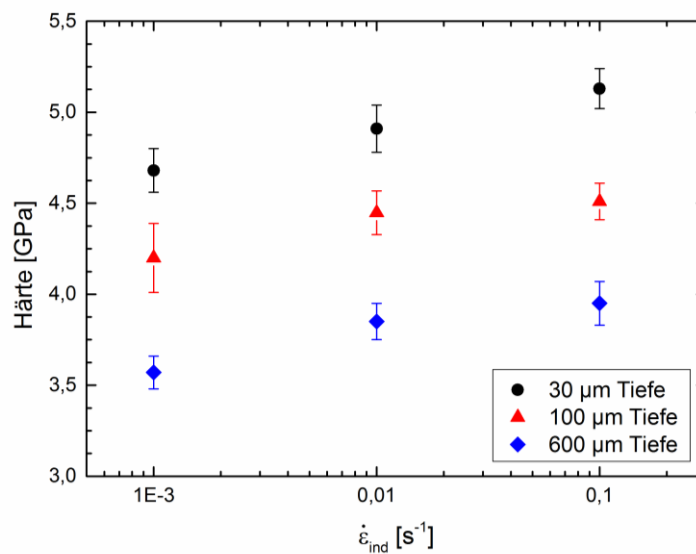


Abbildung 96: Gemessene Härte für verschiedene Dehnraten und Abstände zur Flanschoberseite

Die in den verschiedenen Abständen zur Flanschoberseite durchgeführten Eindrücke erlauben außerdem eine mechanische Charakterisierung der Mikrostrukturen. Die Härte der oben beschriebenen Gefüge sind für verschiedene Dehnraten in Abbildung 96 dargestellt. Für jede Dehnratesymbol zeigt sich, wie bereits in der Literatur berichtet [BRU17, BOH10, KAU13], eine mit steigendem Abstand zur Flanschoberseite sinkende Härte, die bei einer Dehnratesymbol von  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$  in 30  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite zwischen 4,9 GPa beträgt, während im Abstand von etwa 600  $\mu\text{m}$  nur noch eine Härte von 3,9 GPa gemessen wird.

Auch zeigt sich eine Dehnratesymbolabhängigkeit der Härte in allen Abständen zur Flanschoberseite, die Härte in 30  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite steigt von 4,7 GPa bei einer Dehnratesymbol  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$  auf 5,1 GPa bei einer Dehnratesymbol von  $\dot{\epsilon}_{ind} = 10^{-1} \text{s}^{-1}$ . Über den gleichen Dehnratesymbolbereich steigt die Härte in 600  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite von 3,6 GPa auf 4 GPa.



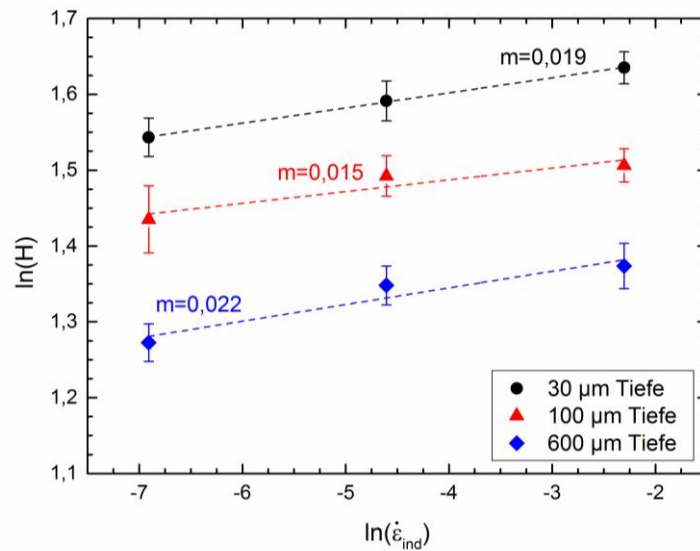


Abbildung 97: Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit  $m$  für verschiedene Abstände zur Flanschoberseite

Die in Abbildung 97 gezeigte Darstellung der logarithmischen Härte über der logarithmischen Dehnrate erlaubt nach Gleichung 2.19 die Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit aus dem Verlauf der Kurven. Die näherungsweise linear verlaufenden Kurven weisen so auf eine über den betrachteten Dehnratenbereich konstante Dehnratenempfindlichkeit hin. Die höchste Dehnratenempfindlichkeit ist mit  $m=0,022$  in  $600 \mu\text{m}$  zur Flanschoberseite zu finden, während der Abstand von  $30 \mu\text{m}$  zur Flanschoberseite mit  $m=0,019$  einen etwas geringeren Wert aufweist. Die niedrigste Dehnratenempfindlichkeit mit  $m=0,015$  ergibt sich für das Gefüge in  $100 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite. Alle hier bestimmten Dehnratenempfindlichkeiten sind wesentlich geringer als die in wärmebehandeltem Eisen gefundene von  $m=0,054$ , aber in der gleichen Größenordnung wie die für SPD umgeformtes Eisen und IF-Stahl bestimmten Werte [WEI04b, MAT13].

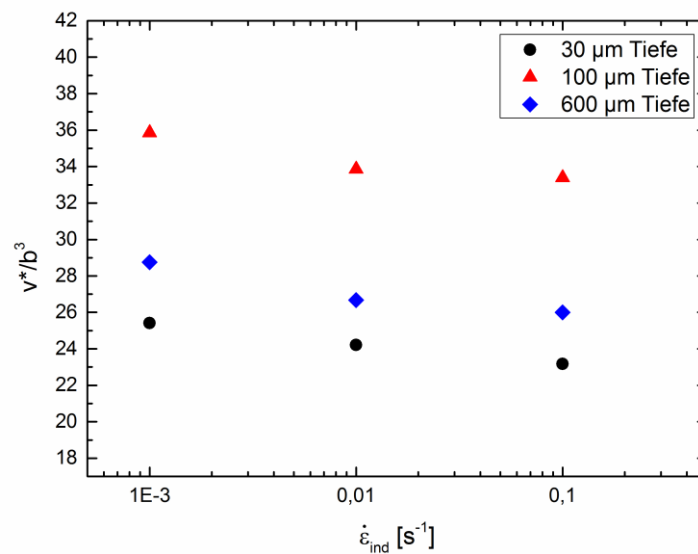


Abbildung 98: Aus Dehnratenempfindlichkeit und Härte bestimmtes Aktivierungsvolumen für verschiedene Abstände zur Flanschoberseite und verschiedene Dehnraten

Mithilfe von Gleichung 2.20 kann das Aktivierungsvolumen aus Härte und Dehnratenempfindlichkeit bestimmt werden, welches in Abbildung 98 dargestellt ist. Es ist zu erkennen, dass die Aktivierungsvolumina aller Abstände zur Flanschoberseite, trotz der im Verformungsmuster beobachteten Unterschiede im Verformungsverhalten, in der gleichen Größenordnung von  $v^* \approx 20 - 40 b^3$  liegen. Werte ähnlicher Größenordnungen wurden in mittels ECAP umgeformtem Kupfer [CON05] gemessen.

### 6.1. Thermische Stabilität des UFG Gefüges in Spaltprofilen

Die in 5.1.1 dargestellten sowie frühere Experimente zeigten, dass die Pancake-Mikrostruktur in Spaltprofilen bei Wärmebehandlungen bei 600 °C für weniger als 30 min einer Texturänderung unterworfen wird, ohne dass jedoch diskontinuierliche Prozesse auftreten [BRU11]. Bedingt durch dieses selektive Kornwachstum steigt der Anteil der  $\alpha$ -Faser, während der  $\gamma$ -Faser-Anteil sinkt.

Ziel dieses Kapitels ist die Identifizierung der Triebkräfte, die dieser charakteristischen Vergrößerung zugrunde liegen. In Frage kommen hierbei Unterschiede in der Versetzungsdichte sowie in der Korngrenzkrümmung zwischen den beiden Fasern. Da jedoch alle Korngrenzen als aus Versetzungen aufgebaut betrachtet werden können (siehe Gleichung 2.7), ist die Unterscheidung von Versetzungsdichte und Korngrenze schwierig. Ein wichtiges Unterscheidungsmerkmal ist hier die Mobilität der Korngrenze, da diese entscheidet ob eine Korngrenze krümmungsgetrieben migrieren kann. Da die Mobilität von Kleinwinkelkorngrenzen meist geringer ist als die von Großwinkelkorngrenzen (siehe Abbildung 31), ist die Wahl einer Grenzmisorientierung sinnvoll. Unter Berücksichtigung der Beobachtungen an TEM-Lamellen (siehe 5.1.2), bei denen Korngrenzen mit  $\theta < 10^\circ$  meist immobil waren, werden diese als Subkorngrenzen definiert und als Quelle gespeicherter Energie betrachtet. Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  werden als mobile Großwinkelkorngrenze definiert und zur Abschätzung der krümmungsbasierten Triebkraft verwendet.

Bei der Betrachtung der Versetzungsdichte als mögliche Triebkraft müssen außerdem unterschiedliche Speicherorte von Versetzungen berücksichtigt werden: Während statistisch gespeicherte Versetzungen zufällig über das Korninnere verteilt oder in Substrukturen mit geringer Misorientierung vorliegen, sind geometrisch notwendige Versetzungen in Subkorngrenzen angeordnet [ASH70]. Der Übergang von statistisch gespeicherten Versetzungen in Substrukturen zu geometrisch notwendigen Versetzungen in Subkorngrenzen ist fließend. Die Unterscheidung dieser beiden Typen von Versetzungen wird hier anhand der Misorientierung der Substrukturen getroffen: Substrukturen mit einem resultierenden Misorientierungswinkel von bis zu  $2^\circ$  werden als Teil der statistisch gespeicherten Versetzungen betrachtet, während Versetzungen, die Teil von Subkorngrenzen mit einer Misorientierung von über  $2^\circ$  sind, als geometrisch notwendige Versetzungen interpretiert werden.

Um den dem selektiven Kornwachstum zugrunde liegenden Mechanismus zu identifizieren, werden die Beiträge der beiden in Frage kommenden Triebkräfte im Folgenden diskutiert. Es wird gezeigt, dass die Triebkraft aus Korngrenzkrümmung das Vergrößerungsverhalten dominiert und Unterschiede in der Versetzungsdichte der beiden Fasern eine untergeordnete Rolle spielen.

---

## Unterschiede in der Versetzungsdichte als Triebkraft für selektives Kornwachstum

Der Einfluss der statistisch gespeicherten Versetzungsdichte kann mithilfe des Vergleichs des Wärmebehandlungsverhaltens vorerholter Proben mit dem Verhalten von nicht vorerholten Proben bestimmt werden. Mikrostrukturelle Untersuchungen zeigen, dass die Vorerholungs-Wärmebehandlung zu einer leichten Kornvergrößerung im Material führt (siehe Abbildung 51). Da es sich bei Eisen aufgrund seiner hohen Stapelfehlerenergie um ein Material mit starker Erholungsneigung handelt, kann davon ausgegangen werden, dass signifikante Erholungsprozesse ablaufen, bevor erste Kornvergrößerung auftritt [HUM04]. Somit kann angenommen werden, dass eine Erholungswärmebehandlung zu einer signifikanten Reduktion der statistisch gespeicherten Versetzungsdichte führt. In den hier betrachteten Experimenten zeigt die Erholungswärmebehandlung, obwohl sie die mechanischen Eigenschaften verändert, keinen Einfluss auf das Verhalten des Materials während der nachfolgenden Wärmebehandlung; Korngrößen- und Texturentwicklung der vorerholten Proben gleichen denen der nicht-vorerholten Proben.

Somit zeigt eine signifikante Verringerung der Versetzungsdichte im Korninnern keinen Einfluss auf das Wärmebehandlungsverhalten des untersuchten Materials. Dies bedeutet, dass die in Versetzungen im Korninnern gespeicherte Energie der beiden Fasern keine signifikante Triebkraft für das beobachtete selektive Kornwachstum darstellt.

Im Gegensatz zu den statistisch gespeicherten Versetzungen könnten die in Kleinwinkelkorngrenzen gespeicherten Versetzungen einen Einfluss auf das Wärmebehandlungsverhalten des Materials haben. Da LAGBs meist eine geringe Mobilität aufweisen, sollten sie durch die Erholungswärmebehandlung nicht beeinflusst werden und stellen damit eine mögliche Ursache für eine signifikante Triebkraft zur Kornvergrößerung dar. Die in LAGBs gespeicherte Versetzungsdichte  $\rho$  kann aus der Länge der Subkorngrenzen pro Fläche sowie dem Abstand  $D'$  zweier Versetzungen innerhalb der Kleinwinkelkorngrenze bestimmt werden, welcher sich mithilfe von Gleichung 2.6 aus ihrer mittleren Misorientierung  $\theta$  ergibt. Die zugehörige gespeicherte Energie kann mithilfe von Gleichung 2.23 unter Verwendung des Burgers-Vektors  $b=0,248$  nm [PEE01, HUM04] und Schubmoduls von Eisen  $G=69,2$  GPa [HUM04] bestimmt werden und ist in Abbildung 99 für die verschiedenen Fasern über die Wärmebehandlungsdauer dargestellt.

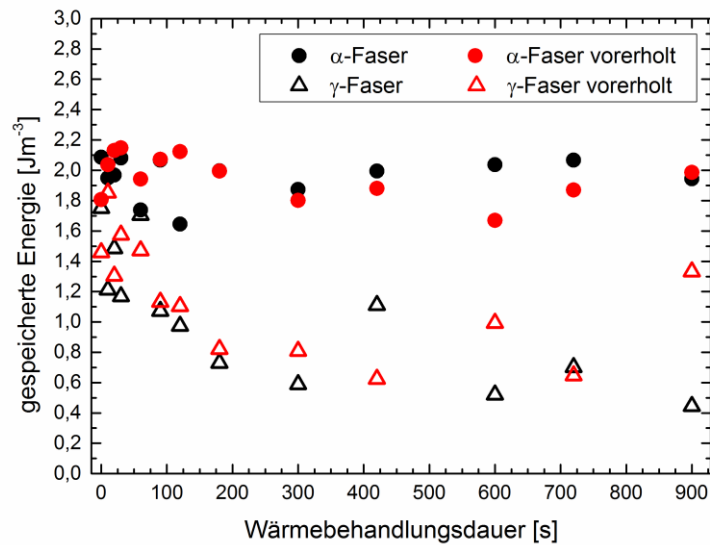


Abbildung 99: In Subkorngrößen gespeicherte Energie der beiden Fasern über die Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C

Die gespeicherte Energie der  $\alpha$ -Faser liegt für alle betrachteten Wärmebehandlungsdauern über der der  $\gamma$ -Faser. Die Anfangswerte der  $\alpha$ -Faser liegen in der Größenordnung von  $2 \text{ Jm}^{-3}$ , während die  $\gamma$ -Faser Körner etwas geringere Werte von etwa  $1,7 \text{ Jm}^{-3}$  aufweisen. Über den Verlauf der Wärmebehandlung sinkt die in  $\gamma$ -Faser-Körnern gespeicherte Energie signifikant, während die gespeicherte Energie der  $\alpha$ -Faser näherungsweise konstant bleibt.

Die Differenz zwischen den Fasern zu Beginn der Wärmebehandlung liegt in der starken Walztextur des Startmaterials begründet. Der hohe Anteil der  $\alpha$ -Faser sorgt für eine statistisch hohe Anzahl von benachbarten  $\alpha$ -Körnern mit ähnlicher Orientierung. Durch den geringen Orientierungsunterschied ist ihre gemeinsame Korngrenze eine Kleinwinkelkorngrenze, weshalb diese Körner als ein Korn betrachtet werden, das eine Substruktur enthält.

Im Fall von selektivem Kornwachstum wird das Wachstumsverhalten eines Kornes nicht allein durch seine eigene gespeicherte Energie bestimmt, sondern durch den Unterschied in gespeicherter Energie im Vergleich zu seinen Nachbarn. Somit implizieren die gespeicherten Energien in Abbildung 99 eine Triebkraft, die ein Wachstum der  $\gamma$ -Faser begünstigt. Unter Verwendung der Differenz der anfänglichen gespeicherten Energie der beiden Fasern kann die Größenordnung der Triebkraft zu  $10^{-1} \text{ MPa}$  abgeschätzt werden. Da die Differenz zwischen den Fasern mit der Wärmebehandlungsdauer wächst, erhöht sich auch die die  $\gamma$ -Faser begünstigende Triebkraft mit der Zeit. Dies steht im starken Widerspruch zur Abschätzung der gespeicherten Energie mithilfe des Taylor-Faktors. Nach dieser Abschätzung sollte die  $\gamma$ -Faser, die unter ebener Dehnung in Normalenrichtung einen höheren Taylorfaktor

---

besitzt, eine höhere Versetzungsdichte aufweisen als die  $\alpha$ -Faser, deren Orientierungen einen niedrigeren Taylorfaktor haben. Obwohl dieser Unterschied in der Versetzungsdichte der Fasern in der Literatur für konventionell kaltgewalzte Stähle nachgewiesen wurde [BOR00, RAJ97], scheinen zwischen den beiden Fasern im Falle der in Spaltprofilen vorliegenden UFG Mikrostruktur keine relevanten Unterschiede in der statistisch gespeicherten Versetzungsdichte zu existieren. Grund hierfür ist das Fehlen von Substrukturen in der durch hochgradiges Umformen erzeugten Mikrostruktur. Die bei konventionellen Umformgraden erzeugten Substrukturen werden bei hohen Dehnungen zu Großwinkelkorn Grenzen, wodurch nur wenige Substrukturen wie Zell- und Versetzungswände in der resultierenden Mikrostruktur zurückbleiben. Dies ist ein signifikanter Unterschied zu konventionell gewalzten Werkstoffen, die einen hohen Anteil von Substrukturen aufweisen und ist Grund für die unterschiedlichen auf der Versetzungsdichte im Korninnern beruhenden Triebkräfte.

### **Kornrenzkrümmung als Triebkraft für selektives Kornwachstum**

Eine weitere mögliche Triebkraft für das beobachtete selektive Kornwachstum stellen Unterschiede in der Kornrenzkrümmung der beiden Fasern dar. Wie in 2.4.2 beschrieben, sorgt eine hohe Anzahl von Tripelpunkten für konkave Korn Grenzen und somit für eine Triebkraft, die das Anwachsen des Korns begünstigt. Eine geringe Anzahl von Tripelpunkten hingegen führt zu einer Triebkraft zur Schrumpfung des Korns. In Abbildung 53 und Abbildung 54 ist zu erkennen, dass Körner der  $\alpha$ -Faser sowohl auf lokaler als auch auf globaler Ebene im Mittel mehr Tripelpunkte aufweisen als die  $\gamma$ -Faser. Somit ergibt sich eine auf Kornrenzkrümmung beruhende Triebkraft für das Wachstum der  $\alpha$ -Faser auf Kosten der  $\gamma$ -Faser, die zu dem über die Wärmebehandlungsdauer ansteigenden Anteil von  $\alpha$ -Faser und dem sinkenden Anteil  $\gamma$ -Faser am Gesamtgefüge (Abbildung 50) führen könnte. Somit spricht einiges dafür, dass die krümmungsgetriebene Kornrenzmigration der dominierende Vergrößerungsmechanismus in der vorliegenden Mikrostruktur ist.

Auch das während der in-situ Wärmebehandlung beobachtete Vergrößerungsverhalten, bei dem nahezu das gesamte Kornwachstum über die Bewegung von stark von ihrem Gleichgewichtszustand abweichenden Tripelpunkten entlang der Kornstreckungsrichtung stattfindet, entspricht den in der Literatur berichteten Beobachtungen an hochgradig gewalztem Aluminium, welches kornrenzkrümmungsgetrieben vergrößert (siehe 2.4.3). Zwar ist es möglich, dass die Vergrößerungsmechanismen in einer TEM-Lamelle nicht denen in den ex-situ-Wärmebehandlungen entsprechen, da die große freie Oberfläche der Lamelle sowie das von den ex-situ Experimenten abweichende Temperaturprofil (welches notwendig war, um die Vergrößerungsprozesse in einer Geschwindigkeit ablaufen zu lassen, die eine Beobachtung erlaubt) einen signifikanten Einfluss auf die mikrostrukturellen Prozesse haben könnten. Die Vergrößerung in einer

Lamelle zeigt jedoch die gleichen Charakteristika wie das in den ex-situ Experimenten beobachtete selektive Kornwachstum; einen Anstieg des  $\alpha$ -Faser-Anteils ohne Anzeichen für diskontinuierliche Prozesse. Daher kann darauf geschlossen werden, dass die lokalen, anhand von TEM-Lamellen beobachteten und die während der ex-situ-Wärmebehandlung stattfindenden Prozesse vergleichbar sind. Somit kann gefolgert werden, dass das selektive Kornwachstum auf eine aus der Korngrenzkrümmung resultierende Triebkraft zurückzuführen ist, deren Höhe im Folgenden abgeschätzt wird.

Wie in 2.4.2 dargestellt, kann die aus der Korngrenzkrümmung resultierende Triebkraft pro Fläche für Kornvergrößerung aus der modifizierten von Neumann-Mullins-Beziehung mithilfe von Gleichung 2.32 bestimmt werden, wobei die lokale Differenz von Tripelpunkten eines Korns zu seinen Nachbarn aus den EBSD-Messungen bestimmt werden kann (siehe Abbildung 54). Die unter der Annahme einer konstanten Korngrenzenergie von  $\gamma' = 1,03 \frac{\text{J}}{\text{m}^2}$  [PEL66] bestimmten Triebkräfte für Kornvergrößerung aus Korngrenzkrümmung sind für  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser in Abbildung 100 dargestellt.

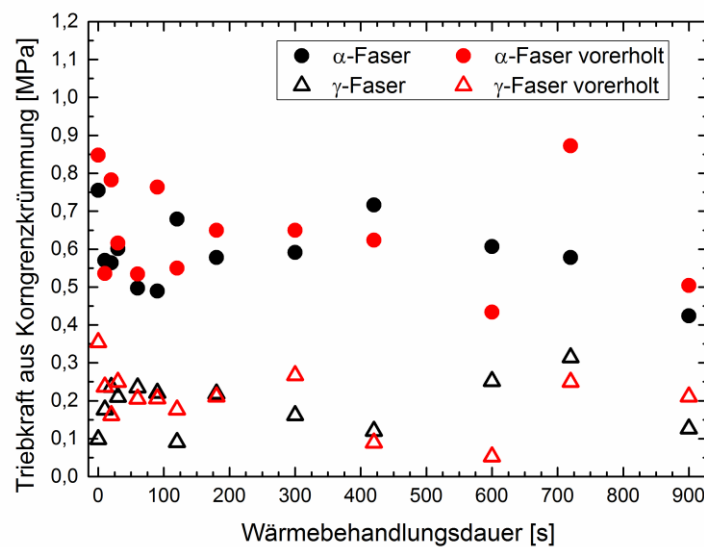


Abbildung 100: Globale Triebkraft für die Kornvergrößerung aus Korngrenzkrümmung über Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C

Die mittlere Triebkraft, die auf die Korngrenzen eines  $\alpha$ -Faser-Korns wirkt, ist über die gesamte Wärmebehandlungsdauer höher als die auf  $\gamma$ -Faser-Körner wirkende Triebkraft. Die auf Korngrenzkrümmung basierende Triebkraft der  $\alpha$ -Faser sinkt über die Wärmebehandlungsdauer von 0,8 MPa auf 0,5 MPa, während die Triebkraft der  $\gamma$ -Faser näherungsweise konstant bei 0,2 MPa liegt. Somit liegt die geschätzte krümmungsbasierte Triebkraft in der gleichen Größenordnung wie die Abschätzung der versetzungsdichte-basierten Triebkraft. Der in der TEM-Lamelle beobachtbare

Vergrößerungsprozess zeigt jedoch sehr anisotrope Züge. Wie oben bereits diskutiert wird die Vergrößerung von der Migration von gleichgewichtsfernen Tripelpunkten getragen, von denen einige in Abbildung 56 mit weißen Pfeilen markiert sind und an denen die Korngrenzen die stärkste Krümmung aufweisen. In einer zweidimensionalen Betrachtung liegen diese Tripelpunkte stets an der „Spitze“ eines stark gelängten Kornes. Der Großteil der Korngrenze eines Korn ist während des Kornwachstums stationär, woraus sich Zweifel an der Eignung eines über den gesamten Kornumfang gemittelten Krümmungsansatzes ergeben. Aus diesem Grund wird im Folgenden die lokale, an den Kornspitzen wirkende Triebkraft abgeschätzt. Für ihre Bestimmung muss der lokale Krümmungsradius  $R_K$  in der Kornspitze abgeschätzt werden, der hier als proportional zum Korndurchmesser  $d$  in Korndickenrichtung angenommen wird. Somit ergibt sich für die lokale Triebkraft:

$$P_{K,lokal} = \frac{2\gamma}{R_K} = \gamma \frac{2\xi}{d} \quad \text{Gleichung 6.1}$$

$\xi$  ist ein Proportionalitätsfaktor, der hier zu 1 angenommen wird. Um die Richtung der Triebkraft zu bestimmen, wird das Vorzeichen des mittleren Unterschieds in Anzahl Tripelpunkten aus Abbildung 54 verwendet. Körner mit positivem mittlerem Unterschied in ihrer Anzahl von Tripelpunkten werden als wachsend angenommen, negative Werte mit einem Schrumpfen der Körner gleichgesetzt werden.

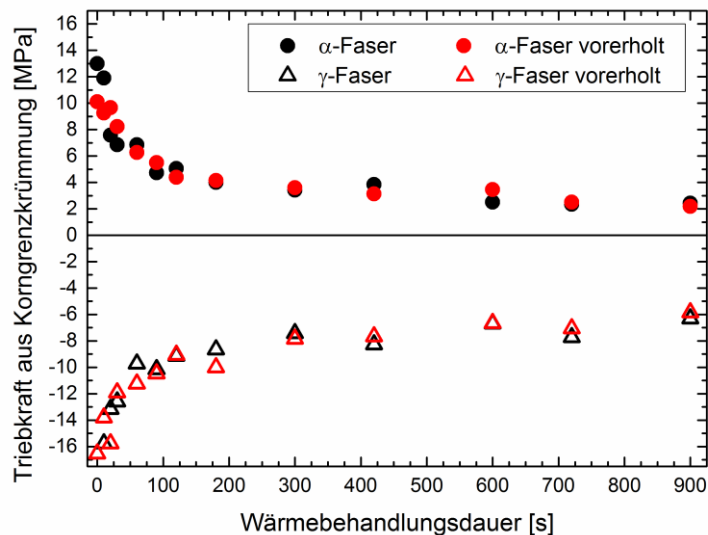


Abbildung 101: Lokale Triebkraft für die Kornvergrößerung aus Korngrenzkrümmung über Wärmebehandlungsdauer bei 600 °C

Wie in Abbildung 101 erkennbar und konsistent zu den entsprechenden mittleren Unterschieden in Anzahl Tripelpunkten, weist die krümmungsbasierte Triebkraft der  $\alpha$ -Faser stets positive Werte auf, während die  $\gamma$ -Faser-Körner negative Werte zeigen. Die



---

Höhe der Triebkräfte sinkt für beide Fasern rapide mit steigender Wärmebehandlungsdauer, da die Körner in Dickenrichtung wachsen und somit ihre Korngrenzkrümmung an den Kornspitzen reduzieren. Die exakten Werte der Triebkräfte sind stark von der Wahl des Proportionalitätsfaktors  $\xi$  abhängig, die generellen beobachteten Trends sind jedoch unabhängig von  $\xi$ . Auf dieser lokalen Skala liegt die korngrenzkrümmungsbasierte Triebkraft zu Beginn der Wärmebehandlung etwa zwei Größenordnungen höher als die mittlere Triebkraft aus gespeicherter Energie, während sich die Werte bei längeren Wärmebehandlungsdauern annähern.

Somit kann das in Spaltprofilen beobachtete selektive Kornwachstum auf Unterschiede in den mittleren Krümmungsradien der Körner der beiden Fasern zurückgeführt werden. Grund für den krümmungsbasierten Wachstumsvorteil der  $\alpha$ -Faser-Körner ist ihre höhere Ausgangskorngröße (siehe Abbildung 51), welche auf ihren niedrigeren Taylorfaktor zurückgeführt werden kann. Dieser führt zu einer höheren Versetzungsaktivität in den  $\gamma$ -Faser Körnern im Vergleich zu den  $\alpha$ -Faser Körnern während des Spaltprofilierprozesses, die eine stärkere Fragmentierung der  $\gamma$ -Faser Körner zur Folge hat. Ein weiterer Einflussfaktor ist die Wahrscheinlichkeit, dass zwei Körner mit ähnlicher Orientierung nebeneinander vorliegen und somit von einer Kleinwinkelkorngrenze getrennt werden, wodurch sie zu einem Korn werden. Diese Wahrscheinlichkeit ist für texturdominierende Orientierungen, d.h. die  $\alpha$ -Faser und im Besonderen die gedrehte Würfellage, erhöht und trägt somit zu ihrer höheren Anfangskorngröße bei.

### **Gesamt-Triebkraft**

Allgemein kann das selektive Kornwachstum auf Korngrenzkrümmung-induzierte Kornvergrößerung zurückgeführt werden, welche auf die anfänglichen Unterschiede in der Korngröße der beiden Fasern zurückgeführt werden kann. Entgegen auf Taylor-Faktor basierenden Abschätzungen haben Unterschiede in der im Korninnern gespeicherten Energie keinen Einfluss auf das Vergrößerungsverhalten. Die auf in Substrukturen gespeicherte Energie basierende Triebkraft favorisiert das Wachstum von  $\gamma$ -Faser-Körnern und wirkt damit sogar dem beobachteten Trend entgegen. Aufgrund der im Material vorliegenden starken Korngrenzkrümmung dominiert die auf Korngrenzkrümmung basierende Triebkraft das Vergrößerungsverhalten der Mikrostruktur. Da jedoch die höhere mittlere Korngröße der  $\alpha$ -Faser auf die geringere Fragmentierung dieser Faser während des Spaltprofilierprozesses aufgrund ihres niedrigeren Taylor-Faktors zurückgeht, kann der Anstieg des  $\alpha$ -Faser-Flächenanteils und der sinkende Anteil  $\gamma$ -Faser während der Wärmebehandlung von Spaltprofilen trotzdem auf die Unterschiede im Taylor-Faktor der beiden Fasern zurückgeführt werden.

---

Wie in Abbildung 52 zu erkennen ist, führt der Anstieg des  $\alpha$ -Faser-Anteils zu einem Anstieg des Anteils Kleinwinkelkorngrenzen über die Wärmebehandlungsdauer. Die Transformation der die  $\alpha$ -Faser umgebenden Korngrenzen von mobilen HAGBs in weniger mobile LAGBs wirkt der Reduktion der gespeicherten Energie aufgrund ihrer steigenden Korngröße entgegen und sorgt für eine Erhöhung der auf gespeicherter Energie beruhenden Triebkraft. Dieser „Orientation pinning“-Effekt zeigt sich in Abbildung 99 in der Reduktion der gespeicherten Energie der  $\gamma$ -Faser mit steigender Wärmebehandlungsdauer, während die in der  $\alpha$ -Faser gespeicherte Energie nicht abnimmt. Diese Triebkraft, die das Wachstum der kleineren, Substruktur-freien Körner favorisiert, konkurriert mit der ihr entgegengesetzten krümmungsbasierten Triebkraft (Abbildung 100). Zu Beginn der Wärmebehandlung favorisiert die an den Kornspitzen lokalisierte Triebkraft das Wachstum der  $\alpha$ -Faser-Körner, während die  $\gamma$ -Faser-Körner ein starkes Potential zur Reduktion ihrer Größe aufweisen. Über den Verlauf der Wärmebehandlung sinkt die Triebkraft für das Wachstum der  $\alpha$ -Faser-Körner stark, während die Triebkraft zur Schrumpfung der Körner der  $\gamma$ -Faser verringert wird. Somit ergibt sich eine Gesamt-Triebkraft, die zu Beginn das Wachstum der größeren  $\alpha$ -Faser-Körner favorisiert, die aber aufgrund der steigenden gegenläufigen Triebkraft aus gespeicherter Energie mit der Zeit stark abnimmt. Diese Überlegungen decken sich mit der Abschätzung der Triebkraft aus der zeitlichen Änderung der Grenzflächendichte, die für das Beispiel der  $\alpha$ -Faser im Anhang A4 zu finden ist. Diese Triebkraft liegt mit maximal 0,02 MPa etwa eine Größenordnung unter den abgeschätzten Werten der Triebkräfte aus gespeicherter Energie sowie aus der Korngrenzkürmung und liegt somit in der gleichen Größenordnung wie die Gesamttriebkraft aus der Differenz der gegenläufigen, konkurrierenden Triebkräfte und weist die gleiche Tendenz auf.

Gegen Ende der betrachteten Wärmebehandlung liegen kleine Körner mit einer Größe von etwa  $S_V^{-1} = 0,25 \mu\text{m}$  vor, die zur  $\gamma$ -Faser oder Orientierungen außerhalb der beiden Fasern gehören und von einer Matrix aus großen  $\alpha$ -Faser-Körnern mit einer Größe von  $S_V^{-1} = 1,3 \mu\text{m}$  umgeben sind, die viele Kleinwinkelkorngrenzen enthalten und nahezu keine Triebkraft für Kornvergrößerung aufweisen. Die kleinen Körner sind meist von Großwinkelkorngrenzen umgeben und enthalten nahezu keine Subkorngrenzen. Dies ist eine klassische Ausgangskonfiguration für diskontinuierliches Kornwachstum, welches auch in der Literatur beobachtet wurde [BRU12].

Die Tatsache, dass in diesem Gefüge bei längeren Wärmebehandlungszeiten trotz des anfänglich hohen Anteils von Großwinkelkorngrenzen diskontinuierliche Prozesse auftreten, kann nicht mithilfe von Humphreys Theorie der zellularen Mikrostrukturen beschrieben werden. Somit müssen für eine korrekte Vorhersage des Vergrößerungsverhaltens nicht nur die Ausgangsverteilung des Korngrenzcharakters betrachtet werden, sondern auch mögliche Änderungen aufgrund von Texturänderungen während der Wärmebehandlung miteinbezogen werden.

## 6.2. Verformungsverhalten von durch Spaltprofilieren erzeugten UFG Gefügen

Sowohl im Verformungsverhalten der Pillars als auch im Verformungsmuster um Härteeindrücke konnte bereits gezeigt werden, dass die Verformungsmechanismen im UFG Gefüge nahe der Flanschoberseite in Spaltprofilen von klassischer Versetzungsbewegung abweichen. Ziel dieses Kapitels ist es, diese nicht-konventionellen Verformungsmechanismen zu identifizieren.

Ein impliziter Hinweis auf Änderung der maßgebenden Verformungsmechanismen vom klassischen Verhalten hin zu zusätzlichen Mechanismen mit Korngrenzbeteiligung mit sinkendem Abstand zur Flanschoberseite findet sich in der sich in den für die Gefüge mit variierender Korngröße Spaltprofilen gemessenen Dehnratenempfindlichkeit.

Die Dehnratenempfindlichkeit von konventionellen grobkörnigen krz Materialien, deren Verformung über Versetzungsbewegungen getragen wird, sinkt mit sinkender Korngröße (siehe Abschnitt 2.3.4). In den betrachteten gestreckten Mikrostrukturen wird die inverse Grenzflächendichte  $S_V^{-1}$  als Maß für die Korngrenzfläche verwendet. Die im Vergleich zum gröberen Gefüge mit  $S_V^{-1} = 0,41 \mu\text{m}$  (in  $600 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite) geringere Dehnratensensitivität des Gefüges mit  $S_V^{-1} = 0,13 \mu\text{m}$  ( $100 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite) entspricht somit dem in CG krz Materialien beobachteten Trend. Bei sehr kleinen Korngrößen treten jedoch neue Verformungsmechanismen mit Korngrenzbeteiligung auf, die in diesem Bereich zu einer steigenden Dehnratenempfindlichkeit mit sinkender Korngröße führen. Die im Vergleich zum feineren Gefüge mit  $S_V^{-1} = 0,11 \mu\text{m}$  (in  $30 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite) höhere Dehnratenempfindlichkeit des Gefüges mit  $S_V^{-1} = 0,13 \mu\text{m}$  ( $100 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite) spricht für Verformungsbeiträge von Prozessen mit Korngrenzbeteiligung in dieser Mikrostruktur. Diese Verformungsbeiträge zeigen sich auch in den Verformungsmustern um die Härteeindrücke. Neben einer geringeren Dehnratenempfindlichkeit weist das Gefüge mit höherer inverser Grenzflächendichte in  $100 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite auch eine weniger stark ausgeprägte auf Korngrenzprozessen basierende Verformung auf als die Mikrostruktur mit einer geringeren inversen Grenzflächendichte von  $S_V^{-1} = 0,11 \mu\text{m}$  in  $30 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite.

Dies steht jedoch im Widerspruch zu den Ergebnissen der Pillar-Experimente, in denen kein Unterschied im Verformungsverhalten dieser Gefüge festgestellt wurde. Grund hierfür ist wahrscheinlich das Verhältnis der Pillargröße zu den Kornabmessungen. Da der Pillardurchmesser nur wenig größer ist als die Gefügeabmessungen in Durchmesserrichtung (parallel zur Flanschoberseite), muss die von den Korngrenzprozessen verursachte lokale Verformung nicht durch Versetzungsbewegungen im umliegenden Gefüge akkommodiert werden. Korngrenzprozesse sind somit im Pillar im Vergleich zum Vollmaterial vereinfacht. Es konnte jedoch mithilfe der

---

Verformungsmuster um die Eindrücke gezeigt werden, dass Korngrenzprozesse auch bei der Verformung größerer Volumina eine Rolle spielen.

Aus diesem Grund werden die Pillar-Experimente genutzt, um die der entlang von Korngrenzen lokalisiert ablaufenden Verformung zugrunde liegenden Mechanismen zu diskutieren.

Die Ergebnisse in 5.2.3 zeigen, dass die Verformung der Pillar nahezu ausschließlich durch Translation von Körnern gegeneinander entlang ihrer gemeinsamen Korngrenze stattfindet. Dies ist umso bemerkenswerter, da aufgrund der Orientierung der meisten Korngrenzen (näherungsweise senkrecht zur Belastungsrichtung) diese in erster Näherung keiner Schubspannung ausgesetzt sind. Eine geringe Schubspannung ergibt sich auf den Teil der Korngrenzen, der von dem näherungsweise  $90^\circ$ -Winkel zur Belastungsrichtung abweicht. An diesen werden experimentell häufig Verformungslökalisierungen beobachtet. Außerdem ergibt sich eine Abweichung der Korngrenzorientierung vom  $90^\circ$  Winkel (aus geometrischen Gründen) an allen Tripelpunkten, weshalb auf die Bereiche einer Korngrenze nahe einem Tripelpunkt eine Schubspannung wirken muss. Somit enthält jedes Korngrenzsegment zwischen zwei Tripelpunkten Bereiche, auf die eine Schubspannung wirkt. Da jedoch der Großteil des Korngrenzsegments in etwa  $90^\circ$  zur Belastungsrichtung liegt, ist die auf das Segment wirkende Schubspannung gering im Vergleich zur angelegten Spannung. Daher muss die für den Korngrenzprozess benötigte Schubspannung gering sein.

Als Ursache für dieses Phänomen kommen die in 2.3.1 vorgestellten Verformungsmechanismen in Frage: Scherbandbildung, Kornrotation, Korngrenzmigration und Korngrenzgleiten. Der mögliche Beitrag dieser Mechanismen zu dem beobachteten Verformungsverhalten wird im Folgenden diskutiert.

Eine Verformung über Scherbänder oder Kornrotationen kann mithilfe des Vergleichs der Mikrostruktur der Pillars vor und nach der Verformung ausgeschlossen werden. Kornrotation ist aufgrund der stark gestreckten Kornform geometrisch stark erschwert.

Ein weiterer in Frage kommender Verformungsmechanismus ist die Korngrenzmigration. Die Kopplung von Korngrenzmigration in Normalenrichtung mit einer Scherbewegung in der Korngrenzebene könnte die Ursache für das beobachtete Verformungsmuster über Verschiebungen der Körner entlang ihrer Korngrenzen sein. Allerdings liegt der Kopplungsfaktor  $\beta$  (siehe Gleichung 2.5) abhängig von der Misorientierung der Korngröße in krz Materialien maximal bei  $\beta \approx 0,8$  [NIU16]. Dies würde bedeuten, dass eine Verschiebung von 50-100 nm parallel zur Korngrenze mit mindestens 62-125 nm Korngrenzmigration in Normalenrichtung einhergeht, wobei diese Strecke in der Größenordnung der Korndicke liegt. Dies widerspricht jedoch dem Vergleich der Mikrostruktur der Pillars vor und nach der Verformung, der keine

---

signifikante Dickenänderung der an der betreffenden Korngrenze liegenden Körner zeigt.

Außerdem sollten diese Lokalisierungen verstärkt an Korngrenzen mit einer Misorientierung von 30-35° auftreten, da für diese Korngrenzen die höchsten Kopplungsfaktoren berichtet werden. Dies deckt sich jedoch nicht mit den Experimenten, bei denen sich keine Korrelation zwischen dem Auftreten von Lokalisierungen und der Korngrenzmisorientierung zeigt. Somit spielt dieser Verformungsmechanismus, obwohl er als Ursache der Ausbildung eines stationären Zustands beim Kaltwalzen von HPT-umgeformten Kupfer identifiziert wurde [REN14], keine signifikante Rolle im Verformungsverhalten des hier betrachteten gestreckten UFG Gefüges.

Ein weiterer möglicher Verformungsmechanismus ist Korngrenzgleiten. Im Folgenden werden sowohl das diffusionsbasierte als auch das auf Korngrenzversetzungsbewegungen beruhende Korngrenzgleiten hinsichtlich ihrer Relevanz für das in den Pillars beobachtete Verformungsverhalten diskutiert.

Die über diffusionsbasiertes Korngrenzgleiten erzielbare Dehnrates ist stark von der Korngröße des betreffenden Materials abhängig und kann mithilfe von Gleichung 2.8 abgeschätzt werden. Um eine obere Abschätzung zu erhalten, wird das feinste betrachtete Gefüge im Spaltprofil mit einer Dicke von 80 nm und einem Aspektverhältnis von etwa acht [NIE18] betrachtet. Nach Gleichung 2.4 ergibt sich die effektive Korngröße dieses Gefüges zu 175 nm. Wird dieses Gefüge mit einer Spannung von 2 GPa (die sich aus einer Last von 20 mN auf einer halbkreisförmigen Querschnittsfläche mit 5  $\mu$ m Durchmesser ergibt) beaufschlagt, ergibt sich bei einem Korngrenzdifusionskoeffizienten bei Raumtemperatur von  $D_{GB} \approx 10^{-27} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$  [CRA71, INO07] eine erzielbare Dehnrates von etwa  $\dot{\epsilon}_{Coble} \approx 2 \cdot 10^{-14} \text{s}^{-1}$ . Unter der Berücksichtigung, dass in nanokristallinen Materialien teilweise Korngrenzdifusionskoeffizienten gefunden wurden, die bis zu vier Größenordnungen über den in grobkörnigen Materialien bestimmten Werten liegen [HOR87, KIM00], ist eine Dehnrates in der Größenordnung von  $\dot{\epsilon}_{Coble} \approx 2 \cdot 10^{-10} \text{s}^{-1}$  erzielbar. Die Dehnrates, mit der die Pillars verformt wurden, beträgt jedoch etwa  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  und ist somit um mehr als sechs Größenordnungen höher.

Die auf Tripelpunktdiffusion beruhende Dehnrates kann unter der Annahme von  $l \approx 5a_{Fe}$  [FED02] mit  $a_{Fe} = 0,287 \text{ nm}$  [SEK05] und  $D_{TP} \approx D_{GB} \cdot 10^3$  sowie  $w=0,5 \text{ nm}$  mithilfe von Gleichung 2.9 abgeschätzt werden. Es ergibt sich eine Dehnrates von  $\dot{\epsilon}_{TP} = 2,5 \cdot 10^{-14} \text{s}^{-1}$ . Da der Difusionskoeffizient stark unsicherheitsbehaftet ist, ist der Wert dieser Dehnrates nur eine grobe Abschätzung, liegt aber wie der Wert der Korngrenzdifusion weit unterhalb der aufgetragenen Dehnrates. Daher kann diffusionsgetragenes Korngrenzgleiten bei der Verformung der vorliegenden Mikrostruktur keine Rolle spielen.

---

Auch die beobachtete Dehnratenempfindlichkeit sowie das bestimmte Aktivierungsvolumen sprechen gegen diffusionsbasiertes Korngrenzgleiten als Verformungsmechanismus in der getreckten UFG Mikrostruktur. Für diffusionsbasiertes Korngrenzgleiten wird eine hohe Dehnratenempfindlichkeit von etwa  $m \approx 1$  [WAN06] berichtet. Würde dieser Prozess in der Mikrostruktur nahe der Flanschoberseite eine Rolle spielen, müsste dieses Gefüge eine erhöhte Dehnratenempfindlichkeit im Vergleich zum kaltverfestigten Material in höherem Abstand zur Flanschoberseite aufweisen. Tatsächlich zeigt sich jedoch in Abbildung 97, dass diese Bereiche eine eher geringere Dehnratenempfindlichkeit aufweisen als das kaltverfestigte Gefüge. Ähnliches gilt für das Aktivierungsvolumen: Für Prozesse wie Coble-Kriechen oder diffusionsbasiertes Korngrenzgleiten werden Werte von etwa  $v^* \approx 1 b^3$  berichtet [ZEH09, WAN06], die eine Größenordnung kleiner sind als die experimentell bestimmten Werte.

Nachdem Scherbandbildung, Kornrotation, Korngrenzmigration sowie diffusionsbasiertes Korngrenzgleiten als Ursache der beobachteten lokalisierten Verformung auszuschließen sind, verbleibt korngrenzversetzungs-basiertes Korngrenzgleiten als möglicher Verformungsmechanismus. Wie in 2.3.1 beschrieben wird die Bewegung von Korngrenzversetzungen über Tripelpunkte hinweg und somit das hierauf basierende Korngrenzgleiten durch kleine Tripelpunktswinkel erleichtert. Die vorliegende Mikrostruktur weist aufgrund ihrer starken Streckung starke Abweichungen der Tripelpunktswinkel von ihrem theoretischen Gleichgewichtswert von  $120^\circ$  auf. Die mittlere Abweichung des Tripelpunktswinkels vom Gleichgewichtszustand wurde aufgrund der hierfür notwendigen hohen Auflösung ausschließlich an der TEM-Lamelle bestimmt und beträgt hier im nicht-wärmebehandeltem Zustand etwa  $34^\circ$  (Abbildung 58). Da die Streckung des Gefüges außerdem zu einer Vorzugsorientierung der niedrigen Tripelpunktswinkel parallel zur Streckungsrichtung führt, kann ein Tripelpunkt mit einem Winkel von  $\alpha = 120^\circ - 34^\circ = 86^\circ$  als mittleres Hindernis für die Korngrenzversetzungen angenommen werden. Da in der Literatur erst ab einem Winkel von etwa  $96^\circ$  von einer signifikanten Hinderniswirkung des Tripelpunkts für Korngrenzversetzungsbewegung ausgegangen wird (siehe Abschnitt zu korngrenzversetzungs-basiertem Korngrenzgleiten in 2.3.1), kann in der vorliegenden Mikrostruktur von einer wenig behinderten Migration von Korngrenzversetzungen entlang der betrachteten Korngrenzen ausgegangen werden. Da das qualitative Verhalten der erhaltenen Mikrostruktur dem der Mikrostruktur ohne Wärmebehandlung entspricht, kann angenommen werden, dass das beobachtete Korngrenzgleiten nicht auf die durch die starke Verformung „geschädigte“ Struktur der Korngrenzen zurückzuführen, sondern aus geometrischen Gründen möglich ist.

---

Neben der Tripelpunktgeometrie vereinfachen auch die Pillarabmessungen die Bewegung von Korngrenzversetzungen. Da der Pillardurchmesser nur wenig größer als die Gefügeabmessungen in Pillardickenrichtung (parallel zur Flanschoberseite) ist, müssen Korngrenzversetzungen für eine Durchquerung des kleinen Pillar-Volumens nur wenige Tripelpunkte passieren. Es sind somit kaum Akkomodierungsprozesse für das Korngrenzgleiten notwendig. Im Gegensatz hierzu müssen im Vollmaterial Korngrenzen über Akkomodierungsprozesse ausgerichtet werden, um effektives Korngrenzgleiten zu ermöglichen [SCH12], der Prozess ist also im Vergleich zum Pillar erschwert. Dieser Effekt zeigt sich wie bereits diskutiert auch darin, dass im Vollmaterial ein signifikanter Beitrag von Versetzungsbewegung an der Verformung des Gefüges mit  $S_V^{-1} = 0,13 \mu\text{m}$  (100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite) gefunden wurde, während es in den Pillars hierfür kaum Anzeichen gab.

### 6.3. Materialfluss und Entstehung des UFG Gefüges im Spaltprofilierprozess

Um die lokal stark erhöhten Festigkeiten von Spaltprofilen in der Konstruktion von Bauteilen nutzen zu können, muss ihre Verteilung im Bauteil vorhersagbar, d.h. ihre Entstehung verstanden sein. Ziel dieses Kapitels ist die Analyse des Materialflusses im Spaltprofilierprozess sowie der damit verbundenen Dehnungen und Mikrostrukturprozesse, die der beobachteten Eigenschaftsverteilung im Spaltprofil zugrunde liegen.

Da die hohen auftretenden Umformgrade die Anwendung der klassischen Verfahren zur Materialflussanalyse unmöglich machen, wurde die Tracergradientenmethode entwickelt und anhand von Walzexperimenten für die Bestimmung von Dehnungen validiert. Diese Methode allein ist jedoch nicht in der Lage, den Materialfluss während des Spaltprofilierens zu bestimmen, da sie sehr oberflächennahe Dehnungen detektieren kann. Sie bietet allerdings die wichtige Möglichkeit eine Simulation zu validieren, indem die vorhergesagte Dehnungsverteilung im experimentell zugänglichen Bereich des Profils mit den experimentell über die Tracergradientenmethode bestimmten Dehnungen verglichen wird.

Daher wurden an der Monash University in Melbourne, Australien als Kooperationsprojekt Simulationen des Spaltprofilierprozesses durchgeführt, deren Details in Anhang A.6 zu finden sind.

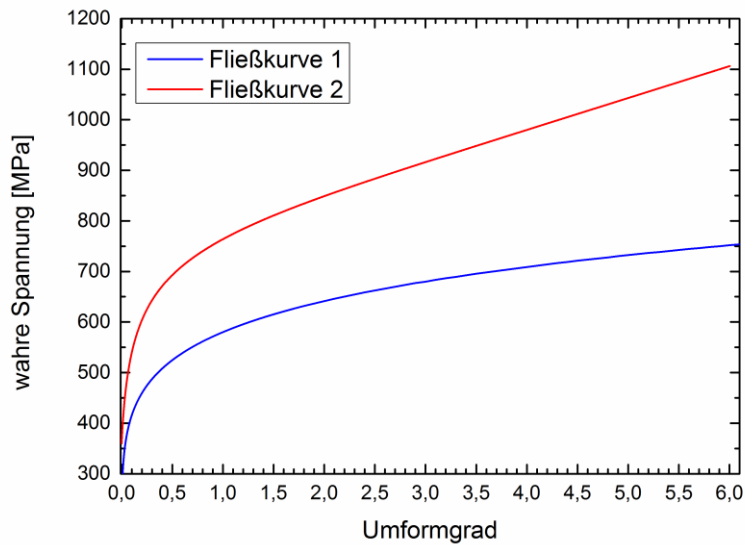


Abbildung 102: In der Simulation verwendete Fließkurven

Um den Einfluss von verschiedenen Verfestigungsverhalten auf den Materialfluss zu untersuchen, beruhen diese Simulationen auf zwei verschiedenen Fließkurven, die in Abbildung 102 dargestellt sind. Aufgrund der hohen Umformgrade, die während des Spaltprofilierprozesses auftreten, müssen experimentell bestimmte Fließkurven zu hohen Dehnungen extrapoliert werden. Fließkurve 1 beruht auf Stauchversuchen an DD11 und ist mit einem Hollomon-Fit zu hohen Umformgraden extrapoliert worden, während Fließkurve 2 auf Zugversuchen an wärmebehandeltem (700 °C, 10 h) HC800LA beruht, der mit einer konstanten Verfestigungsrate (Stage IV Verfestigung) extrapoliert wurde.

In Abbildung 103 werden die von den beiden Simulationen in 0,5 mm Abstand zum Spaltgrund vorhergesagten Gradiententiefen mit den dort gemessenen Gradiententiefen verglichen. Da aufgrund der Nachgiebigkeit der realen Spaltprofiliergerüste bei gleicher Stichtiefe die in Simulationen vorhergesagten Flanschlängen höher sind als die experimentell gemessenen, werden Simulation und Experiment bei gleichen erzeugten Flanschlängen und nicht bei gleicher Anzahl Stiche verglichen.



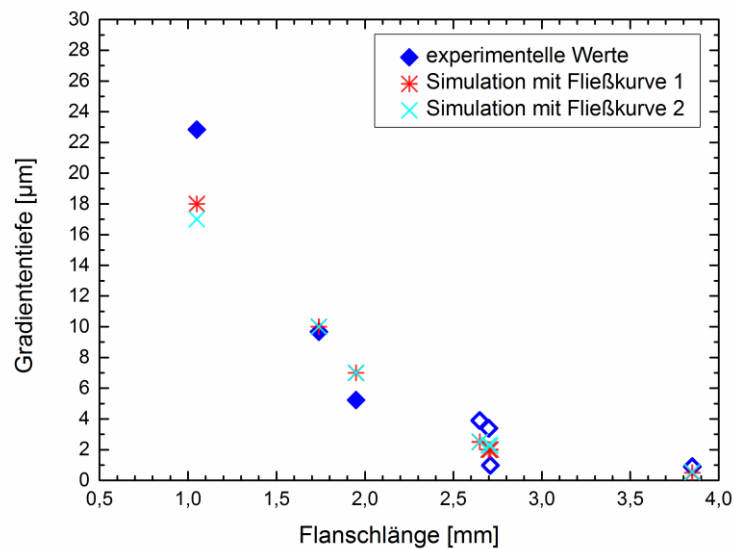


Abbildung 103: Vergleich der im Abstand von 0,5 mm vom Spaltgrund gemessenen mit denen mithilfe der Simulationen vorhergesagten Gradiententiefen

Dieser Vergleich in Abbildung 103 zeigt, dass sich die vorhergesagten Gradiententiefen trotz verschiedener zugrunde liegender Fließkurven kaum unterscheiden und gut mit den gemessenen Werten übereinstimmen. Einzig der erste Datenpunkt, d.h. der erste experimentelle Stich weist eine signifikante Abweichung von Simulation und Experiment auf. Dies kann auf die elastische Nachgiebigkeit der Spaltprofiliergerüste zurückgeführt werden, die besonders zu Beginn des Spaltprofilierprozesses zu einer gewissen Unschärfe in der Ausrichtung von Werkzeugsystem zu Blech führt [LUD16, RUL18]. Leichte Abweichungen von der idealen Ausrichtung führen hier zu einer geringeren Verformung des Materials als im simulierten Fall. Die guten Übereinstimmungen aller anderen experimentellen Daten mit den Simulationsergebnissen zeigen, dass die Simulation eine gute Beschreibung des Spaltprofilierprozesses in den experimentell untersuchten ersten Stichen ist. Der Vergleich der vorhergesagten Gradiententiefen, die auf verschiedenen Fließkurven beruhen, zeigt außerdem, dass der Materialfluss während der ersten Stiche nur wenig vom Kaltverfestigungsvermögen des Materials abhängt.

Da die Simulationen nun im Rahmen der experimentellen Möglichkeiten als validiert betrachtet werden können, werden im Folgenden die von ihnen vorhergesagten Dehnungsverteilungen diskutiert. Die Entwicklung der wahren plastischen Dehnungsverteilung über die ersten vier Stiche ist für beide Simulationen in Abbildung 104 dargestellt.

Die wahre plastische Vergleichsdehnung innerhalb des Stegs sowie an der Flanschspitze bleibt über die gesamte betrachtete Zustellung unterhalb von  $\varepsilon_{vM} \approx 0,5$ . Außerhalb dieser Bereiche erreicht die plastische Vergleichsdehnung meist Werte von  $\varepsilon_{vM} \approx 2$ . In

direkter Nähe zur Flanschoberseite bildet sich jedoch eine Schicht mit sehr hohen plastischen Vergleichsdehnungen von  $\varepsilon_{vM} \approx 4$  oder mehr aus, was zu der Ausbildung eines starken Dehnungsgradienten senkrecht zur Flanschoberseite führt. Die Bildung dieses Gradienten an der Flanschoberseite sowie die generelle Dehnungsverteilung zeigen sich hier im Einklang mit experimentellen Untersuchungen [BRU17] unabhängig vom zugrunde liegenden Verfestigungsverhalten.

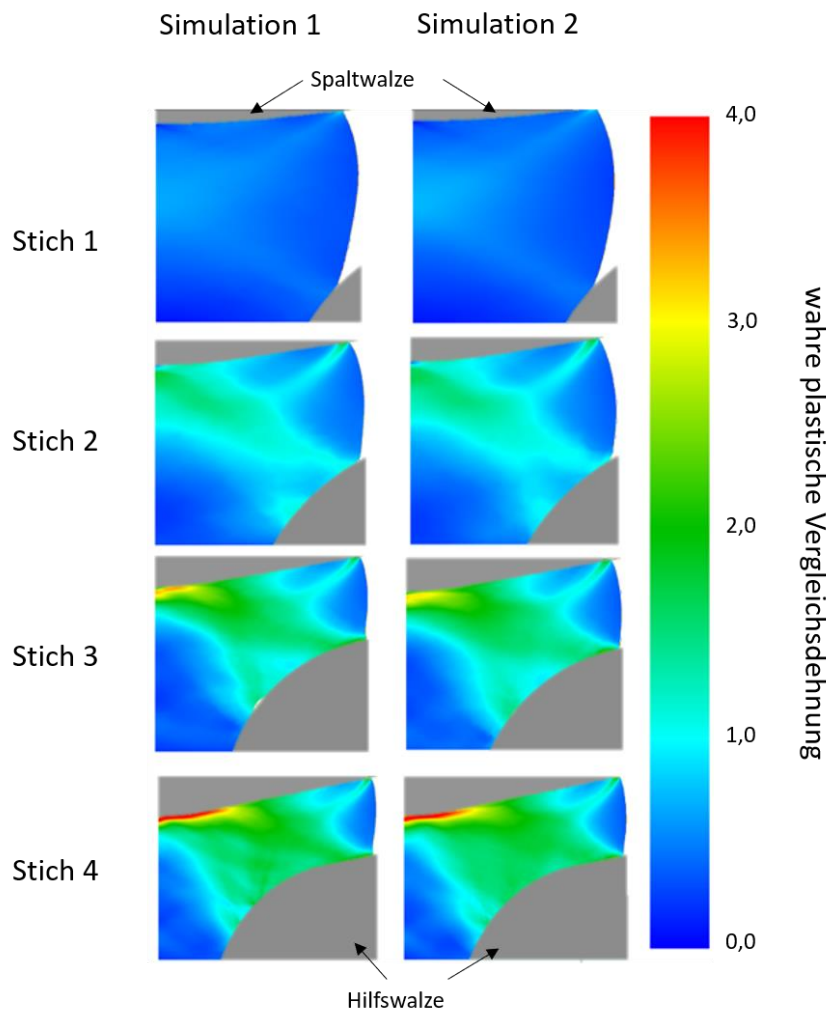


Abbildung 104: Wahre plastische Dehnungsverteilung in den simulierten Modellen für verschiedene Stichanzahlen

Die in Abbildung 105 dargestellten Maximalwerte dieser Dehnungsverteilungen zeigen einen mit der Flanschlänge linear steigenden Verlauf. Dies widerspricht auf den ersten Blick den experimentellen Befunden, die die Bildung von konstanten Härteniveaus und somit die Ausbildung eines stationären Zustands vorhersagen. Da die auftretenden maximalen Dehnungen jedoch sehr hoch sind, ist es nicht verwunderlich, dass die zugrunde liegenden auf konventioneller Kaltverfestigung beruhenden Fließkurven das Fließverhalten bei hohen Dehnungen nicht gut beschreiben. Dies gilt besonders, da bereits mithilfe von Pillar-Druckversuchen in 5.2.3 gezeigt wurde, dass nahe der Flanschoberseite andere, von konventioneller Versetzungsbewegung abweichende

Verformungsmechanismen auftreten können, die in erster Näherung keine Verfestigung des Materials hervorrufen. Aufgrund der bereits in 6.2 diskutierten geometrischen Vereinfachung von korngrenzgetragenen Prozessen können diese Experimente jedoch nicht verwendet werden, um abzuschätzen in welchen Abständen zur Flanschoberseite/ bei welchen Dehnungen diese Prozesse im Spaltprofilierprozess stattfinden und die weitere Kaltverfestigung des Materials verringern. In der Literatur wird jedoch ab einer Vergleichsdehnung von  $\varepsilon_{vM} \approx 4$  eine verschwindende Kaltverfestigung berichtet [KO06, KIM01b, EL-07].

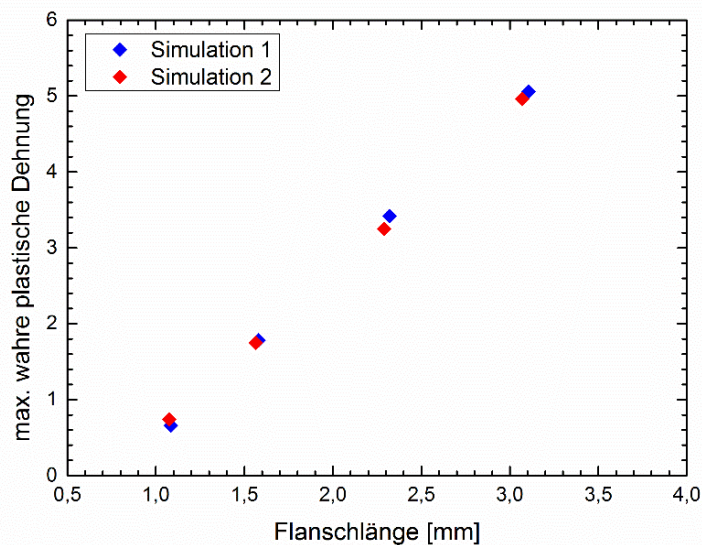


Abbildung 105: Maximale plastische Vergleichsdehnung in den Simulationen in Abhängigkeit der Flanschlänge

Daher ist der Abstand zur Flanschoberseite, in dem die plastische Vergleichsdehnung unter vier fällt, für beide Simulationen zusammen mit dem Unterschied der beiden Werte in Abbildung 106 dargestellt. Sowohl die von Simulation 1 als auch die von Simulation 2 vorhergesagten Abstände sinken mit steigender Flanschlänge, wobei der Kurvenverlauf hin zu hohen Flanschlängen abflacht. Hierbei konvergiert Simulation 1 zu einem Wert von etwa  $12 \mu\text{m}$ , Simulation 2 zu etwa  $5 \mu\text{m}$ . Da die Differenz der beiden Werte mit steigender Flanschlänge stetig ansteigt, kann gefolgert werden, dass Simulation 1 schneller konvergiert als Simulation 2. Unter der Annahme, dass über einer Vergleichsdehnung von vier keine signifikante Verfestigung mehr stattfindet, kann diese Konvergenz als Entstehung des stationären Zustands interpretiert werden, der somit auch mithilfe von konventionellen Simulationen dargestellt werden kann. Die schnellere Konvergenz von Simulation 1, deren Fließkurve eine zu hohen Dehnungen abnehmende Verfestigung aufweist, im Vergleich zu Simulation 2, die auf einer Fließkurve mit bei hohen Dehnungen konstanter Verfestigungsrate beruht, weist auf eine Korrelation von abnehmender Verfestigung und Entstehung des stationären Zustands hin.

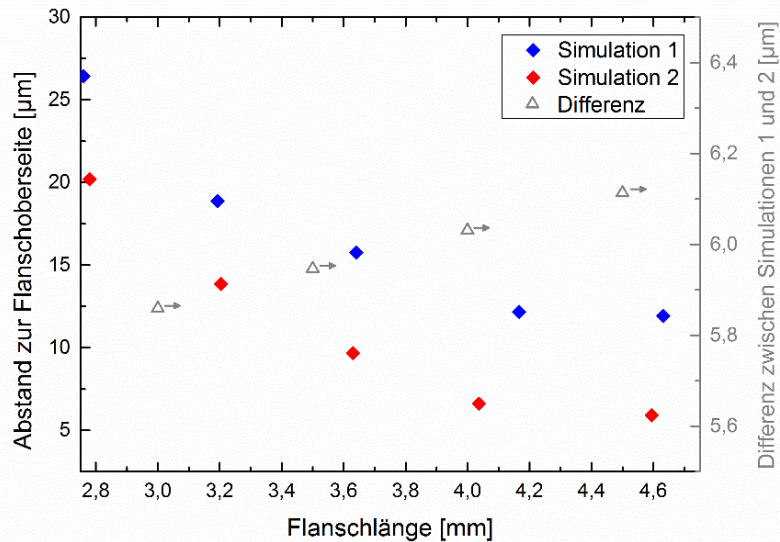


Abbildung 106: Abstand von der Flanschoberseite bis zum Auftreten von plastischen Vergleichsdehnungen kleiner vier in der Umformzone

Zunächst scheint jedoch die Annahme, dass bei Vergleichsdehnungen von  $\varepsilon_{vM} > 4$  keine weitere Kornfeinung und Verfestigung auftritt, im Widerspruch zu den experimentellen Beobachtungen des Mikrostruktur- und Härtegradienten zu stehen. Genau wie Härtemessungen sind jedoch statistisch gesicherte Mikrostrukturcharakterisierungen erst in Distanzen von etwa  $20 \mu\text{m}$  oder mehr zur Flanschoberseite experimentell möglich [KAU13, NIE18]. Da die Simulationen das Auftreten von Vergleichsdehnungen über vier im stationären Zustand in weniger als  $15 \mu\text{m}$  zur Flanschoberseite vorhersagen, widerspricht diese Annahme den experimentellen Ergebnissen nicht.

Mithilfe dieser Erkenntnisse lässt sich ein Modell des Materialflusses bzw. der Dehnungsverteilung im stationären Zustand des Spaltprofilierprozesses erstellen, welches in Abbildung 107 dargestellt ist. Es beruht auf den Ergebnissen der bereits diskutierten Simulationen, die trotz der fehlenden Berücksichtigung der nachweislich auftretenden Korngrenzprozesse zur qualitativen Abbildung der aus dem Spaltprofilierprozess resultierenden lokalen Materialeigenschaften verwendet werden können. Die von blau bis gelb eingefärbten Bereiche sind Vergleichsdehnungen von  $\varepsilon_{vM} < 4$  unterworfen und verformen sich mittels konventioneller Gitterversetzungsplastizität. Bei diesem Verformungsmechanismus tritt mit steigender Dehnung sowohl eine Feinung der Mikrostruktur als auch eine Verfestigung des Materials auf. Daher impliziert der Dehngradient von gelb nach grün von der Flanschoberseite zur Unterseite, der abgesehen von den Flanschspitzen über den Flansch konstant ist, den beobachteten Festigkeits- und Mikrostrukturgradienten.

Der in der Abbildung rot eingefärbte Bereich mit einer Dicke von weniger als  $20\ \mu\text{m}$  weist nach der Simulation Vergleichsdehnungen von  $\varepsilon_{vM} \geq 4$  auf. In diesem Bereich ist die aus der Simulation bestimmte Dehnungsverteilung jedoch nicht mehr zuverlässig, da hier ein Abgleiten von Korngrenzen aneinander stattfinden kann und somit die zugrunde liegende klassische Fließkurve nicht mehr gilt. Aus diesem Grund kann keine Aussage über die genaue Dehnungsverteilung in diesem Bereich getroffen werden. Da dieser Bereich jedoch eine sehr geringe Dicke aufweist sowie der als hier dominant angenommene Verformungsmechanismus, Korngrenzgleiten, in erster Näherung (unter Vernachlässigung von Akkomodierungsprozessen) keine Materialverfestigung oder Kornfeinung verursacht, ist dies für die Eigenschaftsverteilung im Profil nicht von Relevanz.

Das Auftreten von Korngrenzgleiten in diesem Bereich ist hingegen essenziell für die Ausbildung des stationären Zustands. Es erlaubt eine weitere Verformung des Materials ohne einhergehende Kornfeinung und Festigkeitssteigerung. Nur so kann das oberflächennahe Material im Spaltprofilierprozess weiter umgeformt werden, ohne dass die Prozesskräfte steigen oder es zu Materialversagen kommt.

Aufgrund der geringen Ausdehnung des Bereiches, in dem Korngrenzgleiten auftritt, kann die qualitative Eigenschaftsverteilung in Spaltprofilen mithilfe von kontinuumsbasierten Simulationen beschrieben werden, obwohl mit dem Korngrenzgleiten ein nicht-klassischer Verformungsprozess für die Ausbildung des stationären Zustands essenziell ist.

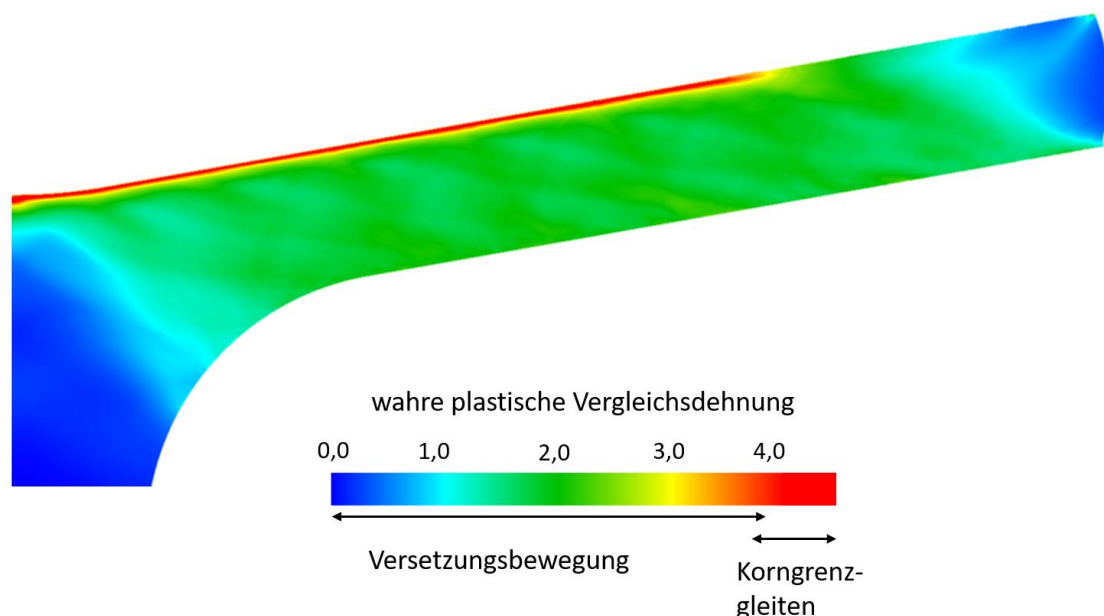


Abbildung 107: Modellvorstellung für die Dehnungsverteilung sowie die aktiven Verformungsmechanismen in spaltprofilierten Profilen



### Thermische Stabilität von UFG Gefügen

Ein Ziel dieser Arbeit war, die dem beobachteten selektiven Kornwachstum in der UFG Mikrostruktur von Spaltprofilen zugrunde liegenden Vergrößerungsmechanismen zu identifizieren.

Sowohl mithilfe von statistischen Untersuchungen als auch durch in-situ Beobachtungen im TEM konnte nachgewiesen werden, dass die beobachtete Erhöhung des  $\alpha$ -Faser-Anteils bei gleichzeitiger Verringerung des Anteils an  $\gamma$ -Faser auf korngrenzkrümmungsgetriebene Kornvergrößerung zurückzuführen ist. Grund hierfür ist die unterschiedliche mittlere Ausgangskorngröße der beiden Fasern. Aufgrund des geringeren Taylorfaktors der  $\alpha$ -Faser unter ebener Dehnung fragmentiert diese weniger stark während des Spaltprofilierprozesses als die  $\gamma$ -Faser, die einen wesentlich höheren Taylorfaktor aufweist. Zusätzlich führt die Dominanz der  $\alpha$ -Faser in der Ausgangsmikrostruktur zu einer statistisch häufigeren Koaleszenz von Nachbarkörnern. Es konnte hingegen kein Einfluss von potenziellen Differenzen in der gespeicherten Energie der beiden Fasern nachgewiesen werden, die durchgeführte Erholungs-wärmebehandlung zeigte keinen Einfluss auf das weitere Vergrößerungsverhalten des Materials. Somit kann dehnungsinduzierte Korngrenzmigration als signifikante Triebkraft für das beobachtete selektive Kornwachstum ausgeschlossen werden.

Diese Beobachtung lässt Rückschlüsse auf die dominierenden Triebkräfte in UFG Materialien im Allgemeinen zu, die eine ähnliche Erholungsneigung aufweisen.

Da die Verformung des Materials in der Nähe der Flanschoberseite während des Spaltprofilierens über ebene Dehnung stattfindet, resultiert hier eine nicht-transiente Walztextur aus  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Fasern, deren Orientierungen außerdem große Unterschiede im Taylorfaktor aufweisen. Hieraus lässt sich ableiten, dass die Unterschiede in gespeicherter Energie, falls in UFG Gefügen generell existent, in diesem Gefüge maximiert sind. Bei den meisten anderen SPD-Verfahren wird das Material überwiegend über Scherung umgeformt. Unter Scherverformung führt das Fehlen stabiler Endorientierungen zu einer stetigen Rotation der Kornorientierungen und somit zu einer gleichmäßigeren Verteilung der Versetzungsdichte. Da potentielle Unterschiede in gespeicherter Energie in spaltprofilierten Gefügen mit maximierten Unterschieden keinen Einfluss auf das Vergrößerungsverhalten haben, kann davon ausgegangen werden, dass SIBM keine Rolle im Vergrößerungsverhalten von mittels SPD erzeugten UFG Mikrostrukturen mit hoher Stapelfehlerenergie spielt.

---

Die Identifikation der in einer hochgradig verformten Mikrostruktur dominierenden Vergrößerungsmechanismen ist ein wichtiger Baustein für den Prozesssimulationen nach dem „through process modelling“ Ansatz. Dieser Ansatz zielt auf eine vollständige, mikrostrukturbasierte Simulation eines Produktionsprozesses mit allen zugehörigen Umformprozessen und Wärmebehandlungen ab, um eine genaue, auf physikalischen Zusammenhängen beruhende Vorhersage der Eigenschaften des produzierten Bauteils zu ermöglichen. Für diesen Simulationsansatz, der Gegenstand aktueller Forschung ist, ist die Kenntnis der dem Vergrößerungsverhaltens stark verformter Mikrostrukturen zugrunde liegenden Mechanismen eine wichtige Grundlage.

### **Entstehung von UFG Gradientengefügen**

Mithilfe von durch die Tracergradientenmethode validierten Simulationen konnte gezeigt werden, dass die beobachtete Bildung eines stationären Zustands während des Spaltprofilierprozesses auch auf Basis konventioneller Fließkurven mittels kontinuumsbasierter Simulationen darstellbar ist, sofern diese bei hohen Dehnungen ( $\varepsilon_{vM} \approx 4$  oder höher) eine vernachlässigbare Verfestigungsrate aufweisen. Diese vernachlässigbare Verfestigungsrate bildet dann den Wechsel des dominierenden Verformungsmechanismus bei hohen Dehnungen von klassischer Versetzungsaktivität hin zu Korngrenzgleiten ab, der anhand von Pillar- und Nanoindentierungsexperimenten nachgewiesen wurde. Das Auftreten von Korngrenzgleiten als Verformungsmechanismus, der nicht mit Kornfeinung einhergeht, sorgt somit für das Auftreten einer Minimalkorngröße nahe der Flanschoberseite, die auch bei weiterer Umformung näherungsweise konstant bleibt.

Somit ist sowohl das mikroskopische Verformungsverhalten nahe der Flanschoberseite als auch das mesoskopische Verformungsverhalten, d.h. die Ausbildung eines konstanten Dehngradienten in der Umformzone qualitativ verstanden. Hieraus lässt sich auch die Ausbildung des stationären Zustands während des Spaltprofilierens qualitativ nachvollziehen.

Eine quantitative Vorhersage der fertigungstechnologieinduzierten Eigenschaften ist jedoch mit den vorliegenden Simulationen nicht möglich. Hierfür würden bis zu hohen Dehnungen experimentell validierte Fließkurven des betrachteten Materials benötigt.



---

## 8. Ausblick

---

In dieser Arbeit wurde mithilfe von ex-situ sowie in-situ Versuchen gezeigt, dass die dominierende Triebkraft für die Kornvergrößerung in der betrachteten UFG Mikrostruktur auf Korngrenzkrümmung beruht. Mithilfe dieser Untersuchungen sowie früheren Arbeiten ist das Vergrößerungsverhalten in UFG Mikrostrukturen ferritischer Stähle inzwischen für konventionelle Wärmebehandlungen, d.h. für Wärmebehandlungstemperaturen bis zu 700 °C und moderate Aufheizraten von bis zu  $10^2$  K/s gut verstanden. Es lässt sich qualitativ auch auf andere Materialien mit ähnlich starker Erholungsneigung übertragen.

Die Erkenntnis, dass gespeicherte Versetzungsdichten keinen Einfluss auf das Vergrößerungsverhalten haben, kann jedoch nicht auf Materialien mit niedriger Stapelfehlerenergie wie Kupferlegierungen übertragen werden. Aufgrund ihrer geringeren Erholungstendenz könnten Versetzungsdichtegradienten weniger schnell abgebaut werden und somit einen signifikanten Einfluss auf das Vergrößerungsverhalten haben. Im Bereich dieser Materialien mit geringer Stapelfehlerenergie gibt es also weiteren Forschungsbedarf, um die Möglichkeit von SIBM zu untersuchen und einen möglichen Übergang des Verhaltens zwischen Materialien mit hoher und solcher mit niedriger Stapelfehlerenergie zu charakterisieren.

Mithilfe von Nanoindentierungs- und Mikrodruckversuchen konnte Korngrenzgleiten als signifikanter Verformungsmechanismus in der betrachteten, gestreckten UFG Mikrostruktur nachgewiesen werden. Kristallplastische Simulationen ergaben Hinweise auf mögliche Parameter wie eine hohe Divergenz des Spannungstensors, die eine Lokalisierung der Verformung an bestimmten Korngrenzen begünstigen. Aufgrund fehlender Statistik konnte jedoch keine eindeutige Korrelation nachgewiesen werden. An dieser Stelle gibt es weiteren Forschungsbedarf, um einen möglichen Zusammenhang zwischen kristallplastischen Parametern und dem Auftreten von Verformungslokalisierungen zu identifizieren.

In dieser Arbeit konnte ein qualitatives Verständnis des Spaltprofilierprozesses und hier insbesondere der Entstehung des stationären Zustands erreicht werden. Obwohl gezeigt werden konnte, dass dieser Zustand lokal durch Korngrenzgleiten ermöglicht wird, ist eine qualitative Vorhersage der Dehnungs- und damit der Festigkeitsverteilung mithilfe von kontinuumsmechanischen Simulationen möglich. Quantitative Vorhersagen, wie sie für die Ausnutzung des Leichtbaupotentials von Spaltprofilen notwendig sind, können allerdings mithilfe dieser Simulationen nicht getroffen werden. Grund hierfür ist das Fehlen von bis zu hohen Dehnungen experimentell validierten Fließkurven. Auch eine Simulation dieser Prozesse mithilfe von CPFEM ist aufgrund der starken

---

Kornfeinung während des Spaltprofilierens schwer zu realisieren. Dieses Problem stellt sich für alle Umformprozesse, die sehr hohe Dehnungen in das Material einbringen, sowie alle Umformprozesse mit stark vorverformtem Halbzeug und ist somit von hoher technologischer Relevanz. Aus diesem Grund ist weitere Forschung notwendig, um ein verbessertes Materialmodell bis zu hohen Dehnungen unter Berücksichtigung der Dehnratenempfindlichkeit zu erstellen.

---

## 9. Literaturverzeichnis

---

- [ADA06] ADAMS, J. J.; AGOSTA, D. S.; LEISURE, R. G.; LEDBETTER, H.: Elastic constants of monocrystal iron from 3 to 500 K. *Journal of Applied Physics*, 2006, 100; 113530.
- [AHM17] AHMELS, L. ET AL.: Manufacturing Induced Properties: Determination, Understanding, and Beneficial Use. In (Groche, P.; Bruder, E.; Gramlich, S. Hrsg.): *Manufacturing integrated design. Sheet metal product and process innovation*. Springer, Cham, 2017.
- [ASH70] ASHBY, M. F.: The deformation of plastically non-homogeneous materials. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 1970, 21; 399–424.
- [AZU08] AZUSHIMA, A. ET AL.: Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals*, 2008, 57; 716–735.
- [BAC06] BACH, F.-W.; LAARMANN, A.; WENZ, T.: *Modern surface technology*. Wiley-VCH, Weinheim, 2006.
- [BAI54] BAINBRIDGE, D. W.; CHOH, H. L.; H. EDWARDS, E.: Recent observations on the motion of small angle dislocation boundaries. *Acta Metallurgica*, 1954, 2; 322–333.
- [BAT97] BATE, P.; HUTCHINSON, B.: A re-evaluation of the mechanism of SIBM. *Scripta Materialia*, 1997, 36; 195–198.
- [BAU17] BAUCH, J.; ROSENKRANZ, R.: *Physikalische Werkstoffdiagnostik. Ein Kompendium wichtiger Analytikmethoden für Ingenieure und Physiker*. Springer Vieweg, Berlin, 2017.
- [BEA67] BEARDEN, J. A.; BURR, A. F.: Reevaluation of X-Ray Atomic Energy Levels. *Reviews of Modern Physics*, 1967, 39; 125–142.
- [BEL67] BELL, R. L.; LANGDON, T. G.: An investigation of grain-boundary sliding during creep. *Journal of Materials Science*, 1967, 2; 313–323.
- [BER99] BERBON, P. B.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G.: Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999, 30; 1989–1997.
- [BOH10] BOHN, T.: *Gefüge und mechanische Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen*. Dissertation, Darmstadt, 2010 (lizensiert unter CC BY-NC-ND 2.5).

- 
- [BOK01] BOKSTEIN, B.; IVANOV, V.; ORESHINA, O.; PETELINE, A.; PETELINE, S.: Direct experimental observation of accelerated Zn diffusion along triple junctions in Al. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, 302; 151–153.
- [BOR00] BORBÉLY, A.; DRIVER, J. H.; UNGÁR, T.: An X-ray method for the determination of stored energies in texture components of deformed metals; application to cold worked ultra high purity iron. *Acta Materialia*, 2000, 48; 2005–2016.
- [BRU08] BRUDER, E.; BOHN, T.; MÜLLER, C.: Properties of UFG HSLA Steel Profiles Produced by Linear Flow Splitting. *Materials Science Forum*, 2008, 584-586; 661–666.
- [BRU10] BRUDER, E.; GÖRTAN, M. O.; GROCHE, P.; MÜLLER, C.: Severe Plastic Deformation by Equal Channel Angular Swaging. *Materials Science Forum*, 2010, 667-669; 103–107.
- [BRU11] BRUDER, E.: *Thermische Stabilität von Stählen mit ultrafeinkörnigen Gradientengefügen und deren mechanische Eigenschaften*. Dissertation, Darmstadt, 2011 (lizensiert unter CC BY-NC-ND 2.5).
- [BRU12] BRUDER, E.: The effect of deformation texture on the thermal stability of UFG HSLA steel. *Journal of Materials Science*, 2012, 47; 7751–7758.
- [BRU14] BRUDER, E.; KAUNE, V.; MÜLLER, C.: Integral sheet metal design via severe plastic deformation – state of the art and future challenges. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2014, 63; 12003.
- [BRU17] BRUDER, E.; AHMELS, L.; NIEHUESBERND, J.; MÜLLER, C.: Manufacturing-induced material properties of linear flow split and linear bend split profiles. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 2017, 48; 41–52.
- [CAH04] CAHN, J. W.; TAYLOR, J. E.: A unified approach to motion of grain boundaries, relative tangential translation along grain boundaries, and grain rotation. *Acta Materialia*, 2004, 52; 4887–4898.
- [CAH06a] CAHN, J. W.; MISHIN, Y.; SUZUKI, A.: Coupling grain boundary motion to shear deformation. *Acta Materialia*, 2006, 54; 4953–4975.
- [CAH06b] CAHN, J. W.; MISHIN, Y.; SUZUKI, A.: Duality of dislocation content of grain boundaries. *Philosophical Magazine*, 2006, 86; 3965–3980.
- [CAH10] CAHN, R.W.; HAASEN, P.( Hrsg.): *Physical metallurgy*. North-Holland, Amsterdam, New York, 2010.
- [CAS16] CASTRO CERDA, F. M.; KESTENS, L. A. I.; MONSALVE, A.; PETROV, R. H.: The Effect of Ultrafast Heating in Cold-Rolled Low Carbon Steel: Recrystallization and Texture Evolution. *Metals*, 2016, 6; 288 (lizensiert unter CC BY 4.0).

- 
- [CHA11] CHAN, S. H.; KHOSHABEH, R.; GIBSON, K. B.; GILL, P. E.; NGUYEN, T. Q.: An Augmented Lagrangian Method for Total Variation Video Restoration. *IEEE Transactions on Image Processing*, 2011, 20; 3097–3111.
- [CHE13] CHENG, G. M.; JIAN, W. W.; XU, W. Z.; YUAN, H.; MILLETT, P. C.; ZHU, Y. T.: Grain Size Effect on Deformation Mechanisms of Nanocrystalline bcc Metals. *Materials Research Letters*, 2013, 1; 26–31.
- [CHI06] CHINH, N. Q.; SZOMMER, P.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G.: Experimental Evidence for Grain-Boundary Sliding in Ultrafine-Grained Aluminum Processed by Severe Plastic Deformation. *Advanced Materials*, 2006, 18; 34–39.
- [CHI95] CHIU, S. N.: Aboav-Weaire's and Lewis' laws—A review. *Materials Characterization*, 1995, 34; 149–165.
- [CHO89] CHOKSHI, A. H.; ROSEN, A.; KARCH, J.; GLEITER, H.: On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials. *Scripta Metallurgica*, 1989, 23; 1679–1683.
- [ČÍŽ11] ČÍŽEK, J.; JANEČEK, M.; SRBA, O.; KUŽEL, R.; BARNOVSKÁ, Z.; PROCHÁZKA, I.; DOBATKIN, S.: Evolution of defects in copper deformed by high-pressure torsion. *Acta Materialia*, 2011, 59; 2322–2329.
- [COB63] COBLE, R. L.: A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials. *Journal of Applied Physics*, 1963, 34; 1679–1682.
- [COL99] COLLIGAN, K.: Material flow behavior during friction stir welding of aluminum. *Welding Journal*, 1999, 78; 229–237.
- [CON00] CONRAD, H.; NARAYAN, J.: On the grain size softening in nanocrystalline materials. *Scripta Materialia*, 2000, 42; 1025–1030.
- [CON02] CONRAD, H.; NARAYAN, J.: Mechanism for grain size softening in nanocrystalline Zn. *Applied Physics Letters*, 2002, 81; 2241–2243.
- [CON03] CONRAD, H.: Grain size dependence of the plastic deformation kinetics in Cu. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, 341; 216–228.
- [CON05] CONRAD, H.; JUNG, K.: On the strain rate sensitivity of the flow stress of ultrafine-grained Cu processed by equal channel angular extrusion (ECAE). *Scripta Materialia*, 2005, 53; 581–584.
- [CON07] CONRAD, H.: Plastic deformation kinetics in nanocrystalline FCC metals based on the pile-up of dislocations. *Nanotechnology*, 2007, 18; 325701.
- [CRA71] CRANGLE, J.; GOODMAN, G. M.: The Magnetization of Pure Iron and Nickel. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 1971, 321; 477–491.

- 
- [CZU98] CZUBAYKO, U.; SURSAEVA, V. G.; GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L. S.: Influence of triple junctions on grain boundary motion. *Acta Materialia*, 1998, 46; 5863–5871.
- [DOD12] DODD, B.; BAI, Y. (Hrsg.): *Adiabatic shear localization. Frontiers and advances*. Elsevier, Boston, 2012.
- [EIS13] EISENLOHR, P.; DIEHL, M.; LEBENSOHN, R. A.; ROTERS, F.: A spectral method solution to crystal elasto-viscoplasticity at finite strains. *International Journal of Plasticity*, 2013, 46; 37–53.
- [EL-07] EL-DANAF, E. A.; SOLIMAN, M. S.; ALMAJID, A. A.; EL-RAYES, M. M.: Enhancement of mechanical properties and grain size refinement of commercial purity aluminum 1050 processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 458; 226–234.
- [ENG98] ENGLER, O.: On the influence of orientation pinning on growth selection of recrystallisation. *Acta Materialia*, 1998, 46; 1555–1568.
- [ENG99] ENGLER, O.; HUH, M.-Y.: Evolution of the cube texture in high purity aluminum capacitor foils by continuous recrystallization and subsequent grain growth. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, 271; 371–381.
- [FAN97] FAN, D.; GENG, C.; CHEN, L.-Q.: Computer simulation of topological evolution in 2-D grain growth using a continuum diffuse-interface field model. *Acta Materialia*, 1997, 45; 1115–1126.
- [FAR09] FARROKH, B.; KHAN, A. S.: Grain size, strain rate, and temperature dependence of flow stress in ultra-fine grained and nanocrystalline Cu and Al: Synthesis, experiment, and constitutive modeling. *International Journal of Plasticity*, 2009, 25; 715–732.
- [FED02] FEDOROV, A. A.; GUTKIN, M. Y.; OVID'KO, I. A.: Triple junction diffusion and plastic flow in fine-grained materials. *Scripta Materialia*, 2002, 47; 51–55.
- [FED03] FEDOROV, A. A.; GUTKIN, M. Y.; OVID'KO, I. A.: Transformations of grain boundary dislocation pile-ups in nano- and polycrystalline materials. *Acta Materialia*, 2003, 51; 887–898.
- [FRO82] FROST, H. J.; ASHBY, M. F.: *Deformation-mechanism maps. The plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon Press, Oxford, 1982.
- [FUR96] FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G.: Microhardness measurements and the Hall-Petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size. *Acta Materialia*, 1996, 44; 4619–4629.

- 
- [FUR98] FURUKAWA, M.; IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G.: The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 1998, 257; 328–332.
- [GAR02] GARCIA, D.; ORTEU, J.J.; PENAZZI, L.: A combined temporal tracking and stereo-correlation technique for accurate measurement of 3D displacements: application to sheet metal forming. *Journal of Materials Processing Technology*, 2002, 125-126; 736–742.
- [GOL74] GOLDSTEIN, J. I.: The Electron Microprobe as a Metallographic Tool. In (Ma Hrsg.): *Metallography. A practical tool for correlating the structure and properties of materials*. Astm, [Place of publication not identified], 1974; 86-86-51.
- [GOR09] GORKAYA, T.; MOLODOV, D. A.; GOTTSTEIN, G.: Stress-driven migration of symmetrical  $\langle 100 \rangle$  tilt grain boundaries in Al bicrystals. *Acta Materialia*, 2009, 57; 5396–5405.
- [GOT05] GOTTSTEIN, G.; MA, Y.; SHVINDLERMAN, L.: Triple junction motion and grain microstructure evolution. *Acta Materialia*, 2005, 53; 1535–1544.
- [GOT07] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [GOT10] GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L. S.; ZHAO, B.: Thermodynamics and kinetics of grain boundary triple junctions in metals: Recent developments. *Scripta Materialia*, 2010, 62; 914–917.
- [GOT99] Gottstein, G., Suraeva, V., Shvindlerman, L. S.: The Effect of Triple Junctions on Grain Boundary Motion and Grain Microstructure Evolution. *Interface Science*, 1999, 7; 273–283.
- [GRO07] GROCHE, P.; VUCIC, D.; JÖCKEL, M.: Basics of linear flow splitting. *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, 183; 249–255.
- [GUT01] GUTKIN, M. Y.; OVID'KO, I. A.; PANDE, C. S.: Theoretical models of plastic deformation processes in nanocrystalline materials. *Rev. Adv. Mater. Sci. (Reviews on Advanced Materials Science)*, 2001, 2; 80–102.
- [GUT03] GUTKIN, M. Y.; OVID'KO, I. A.; SKIBA, N. V.: Crossover from grain boundary sliding to rotational deformation in nanocrystalline materials. *Acta Materialia*, 2003, 51; 4059–4071.
- [GUT04a] GUTKIN, M. Y.; OVID'KO, I. A.; PANDE, C. S.: Yield stress of nanocrystalline materials: role of grain-boundary dislocations, triple junctions and Coble creep. *Philosophical Magazine*, 2004, 84; 847–863.

- 
- [GUT04b] GUTKIN, M. Y.; OVID'KO, I. A.: *Plastic Deformation in Nanocrystalline Materials*. Springer, Berlin, Heidelberg, 2004.
- [HAF07] HAFOK, M.; PIPPAN, R.: Post-shear deformation of high pressure torsion-deformed nickel under hydrostatic pressure. *Scripta Materialia*, 2007, 56; 757–760.
- [HAH97] HAHN, H.; MONDAL, P.; PADMANABHAN, K. A.: Plastic Deformation of Nanocrystalline Materials. *Nanostructured Materials*, 1997, 9; 603–606.
- [HAL51] HALL, E. O.: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 1951, 64; 747–753.
- [HAN04] HANSEN, N.: Hall–Petch relation and boundary strengthening. *Scripta Materialia*, 2004, 51; 801–806.
- [HAN05] Han, B.Q., Lavernia, E.J., Mohamed, F.A.: Mechanical Properties of nanostructured materials. *Rev. Adv. Mater. Sci*, 2005, 9; 1–16.
- [HAR67] HART, E.W.: Theory of the tensile test. *Acta Metallurgica*, 1967, 15; 351–355.
- [HAZ09] HAZRA, S. S.; GAZDER, A. A.; PERELOMA, E. V.: Stored energy of a severely deformed interstitial free steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, 524; 158–167.
- [HEI05] HEITJANS, P.; KÄRGER, J. (Hrsg.): *Diffusion in Condensed Matter. Methods, Materials, Models*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005.
- [HIR00] HIRTH, J.P.: Some current topics in dislocation theory. *Acta Materialia*, 2000, 48; 93–104.
- [HOR87] HORVÁTH, J.; BIRNINGER, R.; GLEITER, H.: Diffusion in nanocrystalline material. *Solid State Communications*, 1987, 62; 319–322.
- [HUA04] HUANG, J.; ZHU, Y. T.; ALEXANDER, D. J.; LIAO, X.; LOWE, T. C.; ASARO, R. J.: Development of repetitive corrugation and straightening. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 371; 35–39.
- [HUA15] HUANG, R.; LI, Q.-J.; WANG, Z.-J.; HUANG, L.; LI, J.; MA, E.; SHAN, Z.-W.: Flow Stress in Submicron BCC Iron Single Crystals: Sample-size-dependent Strain-rate Sensitivity and Rate-dependent Size Strengthening. *Materials Research Letters*, 2015, 3; 121–127.
- [HUG97] HUGHES, D. A.; HANSEN, N.: High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, 1997, 45; 3871–3886.
- [HUM04] HUMPHREYS, J.; HATHERLY, M.: *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier, Amsterdam, 2004.



- 
- [HUM97] HUMPHREYS, F. J.: A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth based on the stability and growth of cellular microstructures - I. The basic model. *Acta Materialia*, 1997, 45; 4231–4240.
- [HUM99] HUMPHREYS, F. J. ET AL.: Developing stable fine-grained microstructures by large strain deformation. *Philosophical Transactions: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 1999, 357; 1663–1681.
- [INO07] INOUE, A.; NITTA, H.; IJIMA, Y.: Grain boundary self-diffusion in high purity iron. *Acta Materialia*, 2007, 55; 5910–5916.
- [ISL97] ISLAMGALIEV, R. K.; CHMELIK, F.; KUZEL, R.: Thermal stability of submicron grained copper and nickel. *Materials Science and Engineering: A*, 1997, 237; 43–51.
- [IWA96] IWAHASHI, Y.; WANG, J.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G.: Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, 1996, 35; 143–146.
- [IWA97] IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G.: An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, 1997, 45; 4733–4741.
- [IWA98] IWAHASHI, Y.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G.: Microstructural characteristics of ultrafine-grained aluminum produced using equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1998, 29; 2245–2252.
- [JAZ04] JAZAERI, H.; HUMPHREYS, F. J.: The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys. *Acta Materialia*, 2004, 52; 3251–3262.
- [JIA00] JIANG, H.; ZHU, Y.T.; BUTT, D. P.; ALEXANDROV, I. V.; LOWE, T. C.: Microstructural evolution, microhardness and thermal stability of HPT-processed Cu. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, 290; 128–138.
- [JIA01] JIA, D.; WANG, Y. M.; RAMESH, K. T.; MA, E.; ZHU, Y. T.; VALIEV, R. Z.: Deformation behavior and plastic instabilities of ultrafine-grained titanium. *Applied Physics Letters*, 2001, 79; 611–613.
- [JIA03] JIA, D.; RAMESH, K. T.; MA, E.: Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron. *Acta Materialia*, 2003, 51; 3495–3509.
- [JUJ95] JUUL JENSEN, D.: Growth rates and misorientation relationships between growing nuclei/grains and the surrounding deformed matrix during recrystallization. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, 43; 4117–4129.

- 
- [JUJ97] JUUL JENSEN, D.: *Orientation aspects of growth during recrystallization*. Zugl.: Lyngby-Tårbaek, Technical Univ., Diss., 1997. Risø National Laboratory, Roskilde, 1997.
- [KAU13] KAUNE, V.: *Entstehung und Eigenschaften von UFG Gradientengefügen durch Spaltprofilieren und Spaltbiegen höherfester Stähle*. Dissertation, Darmstadt, 2013 (lizensiert unter CC BY-NC-ND 2.5).
- [KAW14] KAWASAKI, M.: Different models of hardness evolution in ultrafine-grained materials processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*, 2014, 49; 18–34.
- [KIM00] KIM, H. S.; ESTRIN, Y.; BUSH, M. B.: Plastic deformation behaviour of fine-grained materials. *Acta Materialia*, 2000, 48; 493–504.
- [KIM01a] KIM, H. S.; ESTRIN, Y.; BUSH, M. B.: Constitutive modelling of strength and plasticity of nanocrystalline metallic materials. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, 316; 195–199.
- [KIM01b] KIM, W.J.; KIM, J.K.; CHOO, W.Y.; HONG, S.I.; LEE, J.D.: Large strain hardening in Ti–V carbon steel processed by equal channel angular pressing. *Materials Letters*, 2001, 51; 177–182.
- [KIM06] KIM, S. G.; KIM, D. I.; KIM, W. T.; PARK, Y. B.: Computer simulations of two-dimensional and three-dimensional ideal grain growth. *Physical review. E, Statistical, nonlinear, and soft matter physics*, 2006, 74; 61605.
- [KLI01] KLIMANEK, P.; KLEMM, V.; ROMANOV, A. E.; SEEFELDT, M.: Disclinations in Plastically Deformed Metallic Materials. *Advanced Engineering Materials*, 2001, 3; 877.
- [KO06] KO, Y. G.; SHIN, D. H.; PARK, K.-T.; LEE, C. S.: An analysis of the strain hardening behavior of ultra-fine grain pure titanium. *Scripta Materialia*, 2006, 54; 1785–1789.
- [KOB17] KOBLER, A.; KÜBEL, C.: Challenges in quantitative crystallographic characterization of 3D thin films by ACOM-TEM. *Ultramicroscopy*, 2017, 173; 84–94.
- [KOC07a] KOCH, C. C.: Structural nanocrystalline materials: an overview. *Journal of Materials Science*, 2007, 42; 1403–1414.
- [KOC07b] Koch, C. C., Ovid'ko, I. A., Seal, S.; VERPREK, S.: *Structural nanocrystalline materials. Fundamentals and applications*. Cambridge University Press, Cambridge, 2007.

- 
- [KOC70] KOCKS, U. F.: The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 1970, 1; 1121–1143.
- [KUM03] KUMAR, K.S.; VAN SWYGENHOVEN, H.; SURESH, S.: Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. *Acta Materialia*, 2003, 51; 5743–5774.
- [LAN00] LANGDON, T. G.; FURUKAWA, M.; NEMOTO, M.; HORITA, Z.: Using equal-channel angular pressing for refining grain size. *JOM*, 2000, 52; 30–33.
- [LAN13] LANGDON, T. G.: Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, 2013, 61; 7035–7059.
- [LEJ10] LEJCEK, P.: *Grain Boundary Segregation in Metals*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2010.
- [LI53] LI, C. H.; EDWARDS, E.H.; WASHBURN, J.; PARKER, E.R.: Stress-induced movement of crystal boundaries. *Acta Metallurgica*, 1953, 1; 223–229.
- [LIN07] LINS, J.F.C.; SANDIM, H.R.Z.; KESTENBACH, H.-J.; RAABE, D.; VECCHIO, K. S.: A microstructural investigation of adiabatic shear bands in an interstitial free steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 457; 205–218.
- [LIU15] LIU, J.; KHAN, A. S.; TAKACS, L.; MEREDITH, C. S.: Mechanical behavior of ultrafine-grained/nanocrystalline titanium synthesized by mechanical milling plus consolidation: Experiments, modeling and simulation. *International Journal of Plasticity*, 2015, 64; 151–163.
- [LU93] LU, K.; SUI, M. L.: An explanation to the abnormal Hall-Petch relation in nanocrystalline materials. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1993, 28; 1465–1470.
- [LUD16] LUDWIG, C.: *Erhöhen der Technologiereife des Spaltprofilierverfahrens*. Dissertation, 2016.
- [MAC07] MACPHERSON, R. D.; SROLOVITZ, D. J.: The von Neumann relation generalized to coarsening of three-dimensional microstructures. *Nature*, 2007, 446; 1053–1055.
- [MAI17] MAIER-KIENER, V.; DURST, K.: Advanced Nanoindentation Testing for Studying Strain-Rate Sensitivity and Activation Volume. *JOM*, 2017, 69; 2246–2255.
- [MAL07] MALYGIN, G. A.: Analysis of the strain-rate sensitivity of flow stresses in nanocrystalline FCC and BCC metals. *Physics of the Solid State*, 2007, 49; 2266–2273.
- [MAR03] MARKMANN, J. ET AL.: Microstructure evolution during rolling of inert-gas condensed palladium. *Scripta Materialia*, 2003, 49; 637–644.

- 
- [MAS98] MASUMURA, R. A.; HAZZLEDINE, P. M.; PANDE, C. S.: Yield stress of fine grained materials. *Acta Materialia*, 1998, 46; 4527–4534.
- [MAT13] MATSUNAGA, T.; ITOH, S.; SATOH, Y.; ABE, H.: Effect of strain rate on deformation mechanism for ultrafine-grained interstitial-free steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 576; 267–271.
- [MAT82] MATAYA, M. C.; CARR, M. J.; KRAUSS, G.: Flow localization and shear band formation in a precipitation strengthened austenitic stainless steel. *Metallurgical Transactions A*, 1982, 13; 1263–1274.
- [MAY06] MAY, J.; HÖPPEL, H. W.; GÖKEN, M.: Strain Rate Sensitivity of Ultrafine Grained FCC- and BCC-Type Metals. *Materials Science Forum*, 2006, 503-504; 781–786.
- [MAY07] MAY, J.; DINKEL, M.; AMBERGER, D.; HÖPPEL, H. W.; GÖKEN, M.: Mechanical Properties, Dislocation Density and Grain Structure of Ultrafine-Grained Aluminum and Aluminum-Magnesium Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2007, 38; 1941–1945.
- [MEH07] MEHRER, H.: *Diffusion in Solids. Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes*. Springer-Verlag GmbH, Berlin Heidelberg, 2007.
- [MEH90] MEHRER, H. ET AL. (Hrsg.): *Landolt-Börnstein Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik: Neue Serie. = Numerical data and functional relationships in science and technology: new series*. Springer, Berlin, 1990.
- [MEY03] MEYERS, M. A.; XU, Y. B.; XUE, Q.; PÉREZ-PRADO, M. T.; MCNELLEY, T. R.: Microstructural evolution in adiabatic shear localization in stainless steel. *Acta Materialia*, 2003, 51; 1307–1325.
- [MEY06] MEYERS, M. A.; MISHRA, A.; BENSON, D. J.: Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 2006, 51; 427–556.
- [MIL96] MILITZER, M.; HAWBOLT, E. B.; RAY MEADOWCROFT, T.; GIUMELLI, A.: Austenite grain growth kinetics in Al-killed plain carbon steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1996, 27; 3399–3409.
- [MOL07] MOLODOV, D.; IVANOV, V.; GOTTSTEIN, G.: Low angle tilt boundary migration coupled to shear deformation. *Acta Materialia*, 2007, 55; 1843–1848.
- [MOL11] MOLODOV, D. A.; GORKAYA, T.; GOTTSTEIN, G.: Dynamics of grain boundaries under applied mechanical stress. *Journal of Materials Science*, 2011, 46; 4318–4326.
- [MÜL07] MÜLLER, C. ET AL.: Severe plastic deformation by linear flow splitting. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 2007, 38; 842–854.

- 
- [MÜL08] MÜLLER, C.; BOHN, T.; BRUDER, E.; GROCHE, P.: UFG-Microstructures by Linear Flow Splitting. *Materials Science Forum*, 2008, 584-586; 68–73.
- [MUL98] MULLINS, W. W.: Grain Growth of Uniform Boundaries with Scaling. *Acta Materialia*, 1998, 47; 6219–6226.
- [NAK00] NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G.: Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, 281; 82–87.
- [NIE13] NIEHUESBERND, J.; MÜLLER, C.; PANTLEON, W.; BRUDER, E.: Quantification of local and global elastic anisotropy in ultrafine grained gradient microstructures, produced by linear flow splitting. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 560; 273–277.
- [NIE18] NIEHUESBERND, J.: *Fertigungsinduzierte Eigenschaften von Spaltprofilen: Anisotropie, Umformbarkeit, Eigenspannungen*. Dissertation, Darmstadt, 2018 (lizensiert unter CC BY-SA 4.0).
- [NIU16] NIU, L.-L.; SHU, X.; ZHANG, Y.; GAO, F.; JIN, S.; ZHOU, H.-B.; LU, G.-H.: Atomistic insights into shear-coupled grain boundary migration in bcc tungsten. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 677; 20–28.
- [OH-98] OH-ISHI, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; FURUKAWA, M.; LANGDON, T. G.: Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1998, 29; 2011–2013.
- [OSC93] OSCARSSON, A.; EKSTRÖM, H. E.; HUTCHINSON, W. B.: Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallization in Strip-Cast Aluminium Alloys. *Materials Science Forum*, 1993, 113-115; 177–182.
- [OVI02] OVID'KO, I. A.: Deformation of nanostructures. *Science (New York, N.Y.)*, 2002, 295; 2386.
- [PAD07] PADMANABHAN, K. A.; DINDA, G. P.; HAHN, H.; GLEITER, H.: Inverse Hall–Petch effect and grain boundary sliding controlled flow in nanocrystalline materials. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 452-453; 462–468.
- [PAL94] PALMER, M. A.; FRADKOV, V. E.; GLICKSMAN, M. E.; RAJAN, K.: Experimental assessment of the Mullins - Von Neumann grain growth law. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1994, 30; 633–637.
- [PEE01] PEETERS, B.; SEEFELDT, M.; TEODOSIU, C.; KALIDINDI, S. R.; VAN HOUTTE, P.; AERNOUDT, E.: Work-hardening/softening behaviour of b.c.c. polycrystals during changing strain paths: I. An integrated model based on substructure

- 
- and texture evolution, and its prediction of the stress–strain behaviour of an IF steel during two-stage strain paths. *Acta Materialia*, 2001, 49; 1607–1619.
- [PEL66] PELLEG, J.: On the relation between diffusion coefficients and grain boundary energy. *Philosophical Magazine*, 1966, 14; 595–601.
- [PIP10] PIPPAN, R.; SCHERIAU, S.; TAYLOR, A.; HAFOK, M.; HOHENWARTER, A.; BACHMAIER, A.: Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation. *Annual Review of Materials Research*, 2010, 40; 319–343.
- [PRA01] PRANGNELL, P. B.; BOWEN, J. R.; GHOLINIA, A.: The formation of submicron and nanocrystalline grain structures by severe plastic deformation. In (Dinesen, A. R. Hrsg.): *Science of metastable and nanocrystalline alloys. Structure, properties and modelling ; proceedings of the 22nd Risø International Symposium on Materials Science, 3-7 September 2001*. Risø National Laboratory, Roskilde, 2001; 105–126.
- [PRA04] PRANGNELL, P. B.; HAYES, J. S.; BOWEN, J. R.; APPS, P. J.; BATE, P. S.: Continuous recrystallisation of lamellar deformation structures produced by severe deformation. *Acta Materialia*, 2004, 52; 3193–3206.
- [PRI13] PRIESTER, L.: *Grain boundaries. From theory to engineering*. Springer, Dordrecht, 2013.
- [PRO01] PROTASOVA, S.G.; GOTTSTEIN, G.; MOLODOV, D.A.; SURSAEVA, V.G.; SHVINDLERMAN, L.S.: Triple junction motion in aluminum tricrystals. *Acta Materialia*, 2001, 49; 2519–2525.
- [QUA04] QUADIR, M. Z.; TSE, Y. Y.; LAM, K. T.; DUGGAN, B. J.: Rolling and Recrystallization Texture of Cold Rolled IF Steel: A Study from Low to High Deformation. *Materials Science Forum*, 2004, 467-470; 311–316.
- [QUA18] QuantorForm: QuantorForm 2018. [www.qform3d.com](http://www.qform3d.com).
- [RAA94] RAABE, D.; LÜCKE, K.: Rolling and Annealing Textures of BCC Metals. *Materials Science Forum*, 1994, 157-162; 597–610.
- [RAJ97] Rajmohan, N., Hayakawa, Y., Szpunar J. A., Root, J. H.: Neutron diffraction method for stored energy measurement in interstitial free steel. *Acta Materialia*, 1997, 45; 2485–2494.
- [RAU10] RAUCH, E. F.; PORTILLO, J.; NICOLOPOULOS, S.; BULTREYS, D.; ROUVIMOV, S.; MOECK, P.: Automated nanocrystal orientation and phase mapping in the transmission electron microscope on the basis of precession electron diffraction. *Zeitschrift für Kristallographie*, 2010, 225; 157.

- 
- [RAU13] RAUCH, E. F.; VERON, M.: Solving the 180 Degree Orientation Ambiguity Related to Spot Diffraction Patterns in Transmission Electron Microscopy. *Microscopy and Microanalysis*, 2013, 19; 324–325.
- [REN14] RENK, O.; HOHENWARTER, A.; WURSTER, S.; PIPPAN, R.: Direct evidence for grain boundary motion as the dominant restoration mechanism in the steady-state regime of extremely cold-rolled copper. *Acta Materialia*, 2014, 77; 401–410.
- [REU89] REUTER, K. B.; WILLIAMS, D. B.; GOLDSTEIN, J. I.: Determination of the Fe–Ni phase diagram below 400°C. *Metallurgical Transactions A*, 1989, 20; 719–725.
- [RIT08] RITTEL, D.; LANDAU, P.; VENKERT, A.: Dynamic recrystallization as a potential cause for adiabatic shear failure. *Physical review letters*, 2008, 101; 165501.
- [ROM80] ROMIG, A. D.; GOLDSTEIN, J. I.: Determination of the Fe-Ni and Fe-Ni-P phase diagrams at low temperatures (700 to 300 °C). *Metallurgical Transactions A*, 1980, 11; 1151–1159.
- [RÖS08] RÖSLER, J.; BÄKER, M.: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe. Mit 34 Aufgaben mit Lösungen*. Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2008.
- [ROT10] ROTERS, F.; EISENLOHR, P.; HANTCHERLI, L.; TJAHAJANTO, D. D.; BIELER, T. R.; RAABE, D.: Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications. *Acta Materialia*, 2010, 58; 1152–1211.
- [ROT12] ROTERS, F.; EISENLOHR, P.; KORDS, C.; TJAHAJANTO, D. D.; DIEHL, M.; RAABE, D.: DAMASK: the Düsseldorf Advanced MATERIAL Simulation Kit for studying crystal plasticity using an FE based or a spectral numerical solver. *Procedia IUTAM*, 2012, 3; 3–10.
- [ROW10] ROWENHORST, D. J.; LEWIS, A. C.; SPANOS, G.: Three-dimensional analysis of grain topology and interface curvature in a  $\beta$ -titanium alloy. *Acta Materialia*, 2010, 58; 5511–5519.
- [RUL18] RULLMANN, F.: *Methode zur effizienten Simulation des Spaltprofilierprozesses*. Shaker, Aachen, 2018.
- [SAB08] SABIROV, I.; ESTRIN, Y.; BARNETT, M. R.; TIMOKHINA, I.; HODGSON, P. D.: Tensile deformation of an ultrafine-grained aluminium alloy: Micro shear banding and grain boundary sliding. *Acta Materialia*, 2008, 56; 2223–2230.
- [SAI99] SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAI, T.: Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Materialia*, 1999, 47; 579–583.

- 
- [SAM97] SAMAJDAR, I.; VERLINDEN, B.; VAN HOUTTE, P.; VANDERSCHUEREN, D.:  $\gamma$ -Fibre recrystallization texture in IF-steel: an investigation on the recrystallization mechanisms. *Materials Science and Engineering: A*, 1997, 238; 343–350.
- [SAM98] SAMAJDAR, I.; DOHERTY, R. D.: Cube recrystallization texture in warm deformed aluminum: understanding and prediction. *Acta Materialia*, 1998, 46; 3145-2158.
- [SCH04] Schafler, E., Pippan, R.: Effect of thermal treatment on microstructure in high pressure torsion (HPT) deformed nickel. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 387-389; 799–804.
- [SCH06] SCHMIDT, H.N.B.; DICKERSON, T. L.; HATTEL, J. H.: Material flow in butt friction stir welds in AA2024-T3. *Acta Materialia*, 2006, 54; 1199–1209.
- [SCH12] SCHÄFER, J.; ALBE, K.: Competing deformation mechanisms in nanocrystalline metals and alloys: Coupled motion versus grain boundary sliding. *Acta Materialia*, 2012, 60; 6076–6085.
- [SCH74] SCHULZE, G. E. R.: *Metallphysik. Ein Lehrbuch*. Springer Vienna, Vienna, s.l., 1974.
- [SEG95] SEGAL, V. M.: Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering: A*, 1995, 197; 157–164.
- [SEK05] SEKI, I.; NAGATA, K.: Lattice Constant of Iron and Austenite Including Its Supersaturation Phase of Carbon. *ISIJ International*, 2005, 45; 1789–1794.
- [SER07] SERGUEEVA, A. V.; MARA, N. A.; MUKHERJEE, A. K.: Grain boundary sliding in nanomaterials at elevated temperatures. *Journal of Materials Science*, 2007, 42; 1433–1438.
- [SHA04] SHAN, Z.; STACH, E. A.; WIEZOREK, J. M. K.; KNAPP, J. A.; FOLLSTAEDT, D. M.; MAO, S. X.: Grain boundary-mediated plasticity in nanocrystalline nickel. *Science (New York, N.Y.)*, 2004, 305; 654–657.
- [SHA15] SHANTHRAJ, P.; EISENLOHR, P.; DIEHL, M.; ROTERS, F.: Numerically robust spectral methods for crystal plasticity simulations of heterogeneous materials. *International Journal of Plasticity*, 2015, 66; 31–45.
- [SHI02] SHIN, D. H.; PARK, J.-J.; CHANG, S. Y.; LEE, Y.-K.; PARK, K.-T.: Ultrafine Grained Low Carbon Steels Fabricated by Equal Channel Angular Pressing: Microstructures and Tensile Properties. *ISIJ International*, 2002, 42; 1490–1496.
- [SMA07] SMALLMAN, R. E.; NGAN, A. H. W.: *Physical metallurgy and advanced materials engineering*. Butterworth-Heinemann, S.l., 2007.



- 
- [SON06] SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K.: Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, 441; 1–17.
- [STA81] STAKER, M. R.: The relation between adiabatic shear instability strain and material properties. *Acta Metallurgica*, 1981, 29; 683–689.
- [SUZ05] SUZUKI, A.; MISHIN, Y.: Atomic Mechanisms of Grain Boundary Motion. *Materials Science Forum*, 2005, 502; 157–162.
- [TAB70] TABOR, D.: The hardness of solids. *Reviews of Physics in Technology*, 1970, 1; 145–179.
- [TAK08] TAKEDA, K.; NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S.: Effect of Interstitial Elements on Hall–Petch Coefficient of Ferritic Iron. *ISIJ International*, 2008, 48; 1122–1125.
- [TAS14] TASAN, C. C.; HOEFNAGELS, J.P.M.; DIEHL, M.; YAN, D.; ROTERS, F.; RAABE, D.: Strain localization and damage in dual phase steels investigated by coupled in-situ deformation experiments and crystal plasticity simulations. *International Journal of Plasticity*, 2014, 63; 198–210.
- [THO87] THOMPSON, C. V.; FROST, H. J.; SPAEPEN, F.: The relative rates of secondary and normal grain growth. *Acta Metallurgica*, 1987, 35; 887–890.
- [TSU02] TSUJI, N.; ITO, Y.; SAITO, Y.; MINAMINO, Y.: Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing. *Scripta Materialia*, 2002, 47; 893–899.
- [TSU04] TSUJI, N.; KAMIKAWA, N.; MINAMINO, Y.: Effect of Strain on Deformation Microstructure and Subsequent Annealing Behavior of IF Steel Heavily Deformed by ARB Process. *Materials Science Forum*, 2004, 467-470; 341–348.
- [VAL00] VALIEV, R.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV, I.V.: Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, 45; 103–189.
- [VAL02] VALIEV, R. Z.; ALEXANDROV, I. V.; ZHU, Y. T.; LOWE, T. C.: Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed By severe Plastic Deformation. *Journal of Materials Research*, 2002, 17; 5–8.
- [VAL04] VALIEV, R.: Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature materials*, 2004, 3; 511–516.
- [VAL06a] VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G.: Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 2006, 51; 881–981.

- 
- [VAL06b] VALIEV, R.; ESTRIN, Y.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G.; ZECHETBAUER, M. J.; ZHU, Y. T.: Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM*, 2006, 58; 33–39.
- [VAL14] VALIEV, R.; ZHILYAEV, A. P.; LANGDON, T. G.: *Bulk nanostructured materials. Fundamentals and applications*. TMS-Wiley, Hoboken New Jersey, 2014.
- [VAL97] VALIEV, R. Z.: Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals. *Materials Science and Engineering: A*, 1997, 234-236; 59–66.
- [VIN01] VINOGRADOV, A.; HASHIMOTO, S.; PATLAN, V.; KITAGAWA, K.: Atomic force microscopic study on surface morphology of ultra-fine grained materials after tensile testing. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, 319-321; 862–866.
- [VOR04] VORHAUER, A.; PIPPAN, R.: On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia*, 2004, 51; 921–925.
- [VOR08a] VORHAUER, A.; PIPPAN, R.: On the Onset of a Steady State in Body-Centered Cubic Iron during Severe Plastic Deformation at Low Homologous Temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2008, 39; 417–429.
- [VOR08b] VORHAUER, A.; SCHERIAU, S.; PIPPAN, R.: In -Situ Annealing of Severe Plastic-Deformed OFHC Copper. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2008, 39; 908–918.
- [WAN04a] WANG, Y. M.; CHENG, S.; WEI, Q. M.; MA, E.; NIEH, T. G.; HAMZA, A.: Effects of annealing and impurities on tensile properties of electrodeposited nanocrystalline Ni. *Scripta Materialia*, 2004, 51; 1023–1028.
- [WAN04b] WANG, Y. M.; MA, E.: On the origin of ultrahigh cryogenic strength of nanocrystalline metals. *Applied Physics Letters*, 2004, 85; 2750–2752.
- [WAN06] WANG, Y.; HAMZA, A.; MA, E.: Temperature-dependent strain rate sensitivity and activation volume of nanocrystalline Ni. *Acta Materialia*, 2006, 54; 2715–2726.
- [WAN11] WANG, H.; LIU, G. Q.; SONG, X. Y.; LUAN, J. H.: Topology-dependent description of grain growth. *EPL (Europhysics Letters)*, 2011, 96; 38003.
- [WAN14] WANG, L. ET AL.: Grain rotation mediated by grain boundary dislocations in nanocrystalline platinum. *Nature communications*, 2014, 5; 4402.
- [WAN97] WANG, N.; WANG, Z.; AUST, K. T.; ERB, U.: Room temperature creep behavior of nanocrystalline nickel produced by an electrodeposition technique. *Materials Science and Engineering: A*, 1997, 237; 150–158.

- 
- [WEI02] WEI, Q.; JIA, D.; RAMESH, K. T.; MA, E.: Evolution and microstructure of shear bands in nanostructured Fe. *Applied Physics Letters*, 2002, 81; 1240–1242.
- [WEI04a] WEI, Q.; KECSKES, L.; JIAO, T.; HARTWIG, K. T.; RAMESH, K. T.; MA, E.: Adiabatic shear banding in ultrafine-grained Fe processed by severe plastic deformation. *Acta Materialia*, 2004, 52; 1859–1869.
- [WEI04b] WEI, Q.; CHENG, S.; RAMESH, K.T.; MA, E.: Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 381; 71–79.
- [WEI07] WEI, Q.: Strain rate effects in the ultrafine grain and nanocrystalline regimes—influence on some constitutive responses. *Journal of Materials Science*, 2007, 42; 1709–1727.
- [WIN02] WINNING, M.; GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L. S.: On the mechanisms of grain boundary migration. *Acta Materialia*, 2002, 50; 353–363.
- [WRI15] WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; LINDEMAN, S. P.; CAMUS, P. P.; GRAEF, M. de; JACKSON, M. A.: Introduction and comparison of new EBSD post-processing methodologies. *Ultramicroscopy*, 2015, 159; 81–94.
- [XU96] XU, Y. B.; BAI, Y. L.; XUE, Q.; SHEN, L. T.: Formation, microstructure and development of the localized shear deformation in low-carbon steels. *Acta Materialia*, 1996, 44; 1917–1926.
- [YU13] YU, T. B.; HANSEN, N.; HUANG, X. X.: Triple Junction Motion – A New Recovery Mechanism in Metals Deformed to Large Strains. *Materials Science Forum*, 2013, 753; 485–488.
- [YUA12] YUAN, F.; JIANG, P.; WU, X.: Annealing effect on the evolution of adiabatic shear band under dynamic shear loading in ultra-fine-grained iron. *International Journal of Impact Engineering*, 2012, 50; 1–8.
- [ZAH09] ZAHID, G. H.; HUANG, Y.; PRANGNELL, P. B.: Microstructure and texture evolution during annealing a cryogenic-SPD processed Al-alloy with a nanoscale lamellar HAGB grain structure. *Acta Materialia*, 2009, 57; 3509–3521.
- [ZEH09] ZEHETBAUER, M.; ZHU, Y.T. (Hrsg.): *Bulk nanostructured materials*. Wiley-VCH, Weinheim, 2009.
- [ZHA04] ZHAO, Y. H.; LIAO, X. Z.; JIN, Z.; VALIEV, R. Z.; ZHU, Y. T.: Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. *Acta Materialia*, 2004, 52; 4589–4599.

- 
- [ZHA06] ZHAO, Y.-H.; LIN, S.-B.; QU, F.-X.; WU, L.: Influence of pin geometry on material flow in friction stir welding process. *Materials Science and Technology*, 2006, 22; 45–50.
- [ZHA09] ZHAO, Y. H. ET AL.: Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress–strain curves. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, 525; 68–77.
- [ZHE04] ZHEREBTSOV, S. V.; SALISHCHEV, G. A.; GALEYEV, R. M.; VALIAKHMETOV, O. R.; MIRONOV, S.Y.; SEMIATIN, S. L.: Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti–6Al–4V billet by warm severe deformation processing. *Scripta Materialia*, 2004, 51; 1147–1151.

### A.1 Funktionsweise des Matlab-Scripts zur Auswertung der EBSD-Messungen

Für eine über die Möglichkeiten der OIM-Software hinausgehende Auswertung der EBSD-Messungen bezüglich Nachbarschafts- und Tripelpunktverhältnissen wurde ein MATLAB-Script entwickelt, dessen Funktionsweise im Folgenden beschrieben wird.

Zur Erzeugung der Rohdaten für das MATLAB-Script wurde die Export-Funktion der OIM-Software genutzt, die unter anderem den Export von „grain files“ und „reconstructed boundary files“ als txt-Dateien erlaubt. Beide exportierten Dateitypen enthalten Informationen über die in der OIM-Software als Körner definierten Pixelcluster. Ein „grain file“ enthält neben der mittleren Orientierung, Größe und dem mittleren Confidence Index (CI) eines jeden, über eine ID identifizierten Kornes auch die IDs seiner Nachbarn sowie die Information, ob es sich um ein Korn mit Kontakt zum Rand der Messung handelt, enthält.

In einem „reconstructed boundary file“ befinden sich alle rekonstruierten Korngrenzsegmente mit Anfangs- und Endkoordinaten sowie die IDs und Orientierung der beiden an ein Segment angrenzenden Körner. Für jede EBSD-Messung wurden zunächst das entsprechende grain file und das reconstructed boundary file in MATLAB eingelesen. Anschließend wurden alle in der Messung vorliegenden Körner einer Orientierungsgruppe zugeordnet. Die Orientierungsgruppen wurden als jeweils anhand von Zugehörigkeiten zu Walzfasern mit max.  $10^\circ$  Toleranz definiert. Die erste Orientierungsgruppe enthält Körner, die sowohl  $\alpha$ - als auch  $\gamma$ -Faser angehören (entspricht der  $\{111\}\langle 110 \rangle$ -Orientierung), einer weiteren Gruppe werden Körner zugeordnet, die ausschließlich der  $\alpha$ -Faser angehören, außerdem wurde analog eine  $\gamma$ -Faser-Gruppe definiert. Körnern, die in keine der obigen Kategorien gehören, wurde die Orientierungsgruppe „andere“ zugeordnet. Da die Anzahl Nachbarn eines jeden Kornes im grain file enthalten ist, kann mithilfe dieser Zuordnung die mittlere Anzahl Nachbarn der  $\alpha$ -Faser bestimmt werden, indem ein Mittelwert über die Nachbarn aller Körner der ausschließlich  $\alpha$ -Faser-Gruppe sowie der  $\{111\}\langle 110 \rangle$ -Gruppe gebildet wurde. Analog können aus der Kombination der Körner aus der ausschließlich  $\gamma$ -Faser-Gruppe und der  $\{111\}\langle 110 \rangle$ -Gruppe Durchschnittswerte für die  $\gamma$ -Faser ermittelt werden. Mit diesem Vorgehen wurde sichergestellt, dass Körner, die beiden Fasern angehören, nicht zufällig einer der beiden zugeordnet wurden, sondern in beiden Fasern berücksichtigt wurden.

Aus dem reconstructed boundary file wurden mithilfe eines Koordinatenabgleichs die Grenzflächensegmente herausgefiltert, deren Anfangs- oder Endpunkt noch zwei weitere Male auftreten, d.h. die an einen Tripelpunkt grenzen. Danach kann bestimmt werden, wie viele Tripelpunkte an ein bestimmtes Korn grenzen. Da jedes Korn bereits einer Orientierungsgruppe zugeordnet wurde, kann nun die mittlere Anzahl von

---

Tripelpunkten einer Gruppe bestimmt werden. Wird die Gruppe  $\{111\}\langle 110 \rangle$  sowohl in die Berechnungen der ausschließlich  $\alpha$ - als auch der ausschließlich  $\gamma$ -Faser einbezogen, kann die mittlere Anzahl Tripelpunkte der beiden Fasern in der jeweiligen Messung ermittelt werden.

Aus der Summe der Länge der Korngrenzsegmente, die an ein bestimmtes Korn grenzen, kann außerdem dessen Umfang bestimmt werden. Mithilfe der bekannten Orientierung der Körner dann hieraus eine Grenzflächendichte der jeweiligen Faser bestimmt werden. Aus der im grain file enthaltenen Kornfläche können außerdem der Flächenanteil sowie die mittlere Kornfläche der Fasern bestimmt werden.

Um die Anzahl Tripelpunkte bzw. Nachbarn eines Kornes im Kontext seiner Umgebung bewerten zu können, wurden die Größen mittlerer Tripelpunktsunterschied  $\Delta TP$  bzw. der mittlere Nachbarunterschied  $\Delta NB$  definiert. Diese Größen beschreiben die Differenz zwischen der Anzahl Tripelpunkte bzw. Nachbarn eines Kornes und der mittleren Anzahl Tripelpunkte/Nachbarn aller an dieses Korn angrenzenden Körner. Beide Größen konnten mithilfe der bekannten IDs der Nachbarn eines jeden Kornes sowie deren vorher bestimmte Anzahl Tripelpunkte bzw. Nachbarn bestimmt werden.

Die Tripelpunktswinkel der Körner wurden aus dem Winkel zwischen zwei Tripelpunktsegmenten mit gleichem Anfangs- bzw. Endpunkt bestimmt, die ihrem gemeinsamen angrenzenden Korn zugeordnet wurden.

## A.2 Berechnung theoretische Gradiententiefe

Im Folgenden wird der zu erwartende Gradientenverlauf bestimmt, der sich aus der Wärmebehandlung bei 700 °C eines vernickelten Stahls mit einer Dauer von 10 h an der Nickel-Stahl-Grenzfläche ergibt. Hierbei werden zwei Szenarien unterschieden: Es wird sowohl ein konventioneller, grobkörniger Stahl als auch als auch Stahl mit ultrafeinkörniger Mikrostruktur, wie sie an der Flanschoberseite von Spaltprofilen zu finden ist, als Ausgangsmaterial betrachtet.

Im Allgemeinen kann die Konzentration eines Tracerelements in einer Matrix in Abhängigkeit von Zeit  $t$  und Ort  $x$  unter der Annahme einer semi-unendlichen Probe mit der Konzentration des Tracerelements  $c(x, 0) = 0$  für  $x > 0$  zum Zeitpunkt  $t = 0$  und einer zu jedem Zeitpunkt  $t$  konstanten Konzentration  $c(0, t) = c_s$  an der Stelle  $x = 0$  wie folgt beschrieben werden [HEI05]:

$$c(x, t) = c_s \cdot \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Gleichung A.1}$$

Die komplementäre Fehlerfunktion  $erfc$  ist hierbei über die Fehlerfunktion  $erf$  wie folgt definiert:

$$erfc(z) = 1 - erf(z) = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z exp(-u^2) du \quad \text{Gleichung A.2}$$

Diese Konzentrationsbeschreibung kann nur zur Abschätzung der durch die Wärmebehandlung erzeugbaren Gradiententiefe (Definition siehe Abbildung 42) verwendet werden, wenn ein unendliches Reservoir des Tracerelements vorliegt, d.h. ausreichend hohe Ni-Schichtdicke vorhanden ist. Außerdem muss der Diffusionskoeffizient von Eisen in Nickel wesentlich höher sein als der von Nickel in Eisen. Diese Bedingungen werden im Folgenden überprüft.

Die Fläche unter den Kurven der Ausgangsgradienten in Abbildung 60 als Maß für die eindiffundierte Menge Nickel beträgt  $5,7 \mu\text{m} \cdot \text{a.u.}$  für die EDX-Messung sowie  $8,8 \mu\text{m} \cdot \text{a.u.}$  für den SIMS-gemessenen Gradienten. Hieraus lässt sich schließen, dass die aufgebrauchte Schichtdicke von  $30 \mu\text{m}$  keine Begrenzung für die Ausbildung des Gradienten darstellt. Somit kann die Schicht als unendliches Reservoir für Ni angenähert werden.

Für die Volumendiffusion von Nickel in  $\alpha$ -Eisen wurde bei  $T = 972,6 \text{ K}$  ein Wert von  $D^{Ni \rightarrow Fe} = 3,75 \cdot 10^{-18} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$  bestimmt. Für die Volumendiffusion von Eisen in Nickel ergibt sich bei  $973 \text{ K}$  ein Wert von  $D^{Fe \rightarrow Ni} = 3,5 \cdot 10^{-19} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$  [MEH90].

Für Korngrenzdifusion von Ni in Eisen gilt [MEH90]:

$$s\delta D_{GB}^{Ni \rightarrow Fe} = (s\delta D_{GB})_0 \cdot exp\left(-\frac{Q_{GB}}{RT}\right) = 3,32 \cdot 10^{-12} \cdot exp\left(-\frac{181,2 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}}{RT}\right) \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \quad \text{Gleichung A.3}$$

$$s\delta D_{GB}^{Ni \rightarrow Fe} = 6,12 \cdot 10^{-22} \frac{\text{m}^3}{\text{s}}$$

Analog ergibt sich für die Korngrenzdifusion von Eisen in Nickel:

$$s\delta D_{GB}^{Fe \rightarrow Ni} = 5,28 \cdot 10^{-25} \frac{\text{m}^3}{\text{s}}$$

Unter der Annahme, dass die Segregation von Eisen bzw. Nickel an den Korngrenzen des Matrixmaterials vernachlässigbar ist ( $s=1$ ) und die Dicke  $\delta$  der Korngrenzen etwa 0,5 nm beträgt [HEI05], ergibt sich für die Korngrenzdifusionskoeffizienten:

$$D_{GB}^{Ni \rightarrow Fe} = 1,22 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$$

$$D_{GB}^{Fe \rightarrow Ni} = 1,06 \cdot 10^{-15} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$$

Sowohl der Koeffizient für die Volumendiffusion als auch der Wert für die Korngrenzdifusion von Eisen in Nickel liegen mehr als eine Größenordnung unter den Werten für die Diffusion von Nickel in Eisen. Die Bedingungen für die Verwendung von Gleichung A.1 für die Abschätzung der Gradiententiefe sind somit erfüllt.

Zur Abschätzung der theoretischen Gradiententiefe mithilfe von Gleichung A.1 muss der effektive Diffusionskoeffizient von Nickel in Eisen bestimmt werden, der sowohl vom Volumen- als auch vom Korngrenzdifusionskoeffizienten des Materials beeinflusst wird. Er hängt vom Verhältnis der Diffusionslänge  $\sqrt{Dt}$  ab, die in diesem Fall etwa  $\sqrt{Dt} \approx 0,5 \mu\text{m}$  beträgt. Unter der Annahme, dass  $\sqrt{Dt} > d$  ist, also ein UFG/nc Material betrachtet wird, kann ein effektiver Diffusionskoeffizient  $D_{eff}$  bestimmt werden, der von den Diffusionskoeffizienten im Volumen sowie entlang der Korngrenzen, sowie dem Verhältnis von Gitterplätzen im Volumen und in den Korngrenzen abhängt:

$$D_{eff}^{Ni \rightarrow Fe} = \frac{q\delta}{d} \cdot D_{GB}^{Ni \rightarrow Fe} + \left(1 - \frac{q\delta}{d}\right) \cdot D^{Ni \rightarrow Fe} \quad \text{Gleichung A.4}$$

Hierbei bezeichnet  $d$  den Korndurchmesser,  $\delta$  die Dicke der Korngrenzen und  $q$  einen von der Kornform abhängigen Geometriefaktor, der bei dem vorliegenden stark gestreckten Gefüge mit 1 angenähert werden kann [HEI05, MEH07]. Für spaltprofilierten HC480LA wurde eine effektive Korngröße von etwa  $0,46 \mu\text{m}$  in einem Abstand von  $25 \mu\text{m}$  zur Flanschoberseite gefunden [KAU13]. Es ergibt sich:

$$D_{eff}^{Ni \rightarrow UFG Fe} = 1,36 \cdot 10^{-15} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$$



Für Stähle mit konventionellen Korngrößen kann die obige Näherung aufgrund der zu großen Korngröße nicht verwendet werden. Als unterer Näherungswert kann der effektive Diffusionskoeffizient jedoch mit dem Volumendiffusionskoeffizient gleichgesetzt werden. In diesem Fall gilt also:

$$D_{eff}^{Ni \rightarrow CG Fe} = 3,75 \cdot 10^{-18} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$$

Da der Gradient abhängig von der verwendeten Analysemethode nur bis zu einer gewissen Ni-Konzentration messbar ist, kann eine methodenabhängige zu erwartende Gradiententiefe bestimmt werden. Experimentell wurde die Gradiententiefe sowohl mit EDX als auch mit SIMS untersucht. Die Detektionslimits dieser Methoden liegen bei etwa  $10^{-5}$  für EDX [WAN04a, BAU17] sowie bei  $10^{-10}$  für SIMS [BAU17].

Für die theoretisch mit SIMS bzw EDX detektierte Gradiententiefen  $d_{SIMS}$  bzw.  $d_{EDX}$  nach einer 10h-Wärmebehandlung ergibt sich nach Gleichung A.1 für Stähle mit konventionellen Korngrößen:

$$d_{SIMS}^{Ni \rightarrow CG Fe} = 2 \sqrt{3,75 \cdot 10^{-18} \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \cdot 36000\text{s} \cdot \text{erfc}^{-1}(10^{-10})} = 3,4 \mu\text{m} \quad \text{Gleichung A.5}$$

$$d_{EDX}^{Ni \rightarrow CG Fe} = 2 \sqrt{3,75 \cdot 10^{-18} \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \cdot 36000\text{s} \cdot \text{erfc}^{-1}(10^{-5})} = 2,3 \mu\text{m} \quad \text{Gleichung A.6}$$

Aufgrund der Vernachlässigung von Korngrenzdiffusion in dieser Abschätzung sind diese als untere Abschätzung der Gradiententiefe zu betrachten. Die gemessenen Werte sind mit  $25,5 \mu\text{m}$  für die SIMS-Analyse und  $13 \mu\text{m}$  für die EDX-Auswertung (siehe 5.2.1) ein Vielfaches höher.

Für die theoretisch mit EDX detektierte Gradiententiefe  $d_{EDX}$  der nach einer 10h-Wärmebehandlung ergibt sich analog für den Fall eines ultrafeinkörnigen spaltprofilierten Materials:

$$d_{EDX}^{Ni \rightarrow UFG Fe} = 2 \sqrt{1,36 \cdot 10^{-15} \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \cdot 36000\text{s} \cdot \text{erfc}^{-1}(10^{-5})} = 43,7 \mu\text{m} \quad \text{Gleichung A.7}$$

Da während der Wärmebehandlung von ultrafeinkörnigen Materialien bei  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , die zur Erzeugung des Konzentrationsgradienten dient, mit signifikanter Kornvergrößerung des Gefüges zu rechnen ist, ist diese theoretische Gradiententiefe als obere Abschätzung zu verstehen. Er liegt etwa 70% über dem in 5.2.2 experimentell bestimmten Wert von  $25,6 \mu\text{m}$ .

### A.3 Laterale Auflösung von EDX

Die laterale Auflösung einer EDX-Analyse hängt vom Durchmesser des Elektronenstrahls sowie von der Größe des Volumens ab, in dem der einfallende Elektronenstrahl die Erzeugung von Röntgenstrahlen verursachen kann. Die maximale Tiefe  $t_R$ , in der Röntgenstrahlen entstehen, kann mithilfe der Anderson-Hasler Methode abgeschätzt werden [GOL74]:

$$t_R = \frac{0,064}{\rho} (E_0^{1,68} - E_c^{1,68}) \quad \text{Gleichung A.8}$$

Hierbei bezeichnet  $\rho$  die Dichte des Materials,  $E_c$  die kritische Aktivierungsenergie und  $E_0$  die kinetische Energie der Elektronen des Elektronenstrahls.

Da im Bereich des Gradienten keine konstante chemische Zusammensetzung und somit keine konstante, bekannte Dichte vorliegt, wird hier die Dichte von Nickel  $\rho = 8,91 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  als Näherung verwendet. Da für die Auswertungen stets das stärkste Nickel-Signal verwendet wurde, welches bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV der Ni-K-Peak ist, wird die Energie der K-Schale von 8,3 keV [BEA67] als kritische Aktivierungsenergie eingesetzt, es folgt:

$$t_R(20 \text{ kV}) = \frac{0,064}{8,91 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} (20^{1,68} - 8,33^{1,68}) = 0,85 \mu\text{m}$$

Da der Strahldurchmesser bei den verwendeten Strahlparametern mit 25 nm viel kleiner als  $t_R$  ist, kann  $t_R$  unter der Annahme eines näherungsweise sphärischen Anregungsvolumens als Kenngröße der lateralen Auflösung von EDX bei 20 kV Beschleunigungsspannung aufgefasst werden, welche also in der Größenordnung von 1  $\mu\text{m}$  liegt.

Im Fall der Messungen mit Beschleunigungsspannung von 8 kV, die an Proben mit niedrigeren Gradiententiefen durchgeführt wurden, ist eine Ionisierung der K-Schale aus energetischen Gründen nicht möglich. Aus diesem Grund beruht das in diesen Messungen detektierte Signal auf Übergängen auf die L-Schale, deren Ionisierungsenergie im Mittel 0,87 keV beträgt [BEA67]. Somit folgt für  $t_R$  in diesen Messungen:

$$t_R(8 \text{ kV}) = \frac{0,064}{8,91 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} (8^{1,68} - 0,87^{1,68}) = 0,23 \mu\text{m}$$

Da der Strahldurchmesser bei diesen Messungen etwa 13 nm beträgt, kann auch hier  $t_R$  als laterale Auflösung der EDX-Messungen betrachtet werden.

## A.4 Pillar-Stauchversuche

Tabelle 3: Korndicke und Faseranteile in oberflächennahen Pillars

Pillarnummer	Korndicke [nm]	Anzahl Körner	Anteil $\alpha$ -Faser	Anteil $\gamma$ -Faser
#1	100	438	0,59	0,098
#2	115	354	0,672	0,08
#3	101	509	0,47	0,071
#4	96	631	0,509	0,164
#5	102	473	0,416	0,215
#6	115	544	0,35	0,152
#7	101	422	0,382	0,278
#8	116	359	0,485	0,274
#9	132	357	0,378	0,234
#10	140	316	0,613	0,079
#11	103	491	0,715	0,07
#12	102	444	0,443	0,083
#13	96	661	0,658	0,063
#14	99	440	0,722	0,086
#15	94	400	0,627	0,087
#16	157	155	0,304	0,135
#17	134	238	0,407	0,186
#18	147	280	0,48	0,166
#19	187	184	0,42	0,208
<b>Mittelwert</b>	<b>118</b>	<b>405</b>	<b>0,54</b>	<b>0,14</b>
<b>Standard- abweichung</b>	<b>13</b>	<b>96</b>	<b>0,12</b>	<b>0,08</b>

Tabelle 4: Korndicke, Faseranteile der Pillars in 100  $\mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite

Pillarnummer	Korndicke [nm]	Anzahl Körner	Anteil $\alpha$ -Faser	Anteil $\gamma$ -Faser
#T1	142	250	0,486	0,271
#T2	130	423	0,438	0,204
#T3	124	303	0,488	0,21
#T4	135	380	0,587	0,18
#T5	139	234	0,507	0,174
<b>Mittelwert</b>	<b>134</b>	<b>318</b>	<b>0,501</b>	<b>0,208</b>
<b>Standard- abweichung</b>	<b>6</b>	<b>73</b>	<b>0,048</b>	<b>0,034</b>

Tabelle 5: Korndicke und Faseranteile erholter Pillars

Pillarnummer	Korndicke [nm]	Anzahl Körner	Anteil $\alpha$ -Faser	Anteil $\gamma$ -Faser
#E1	142	220	0,669	0,072
#E2	142	234	0,651	0,144
#E3	141	235	0,612	0,134
#E4	148	189	0,593	0,16
#E5	158	241	0,681	0,096
#E6	167	246	0,706	0,066
#E7	134	363	0,639	0,097
#E8	132	252	0,66	0,11
#E9	142	337	0,583	0,103
#E10	138	247	0,55	0,073
#E11	159	218	0,557	0,044
<b>Mittelwert</b>	<b>146</b>	<b>253</b>	<b>0,627</b>	<b>0,100</b>
<b>Standard-abweichung</b>	<b>11</b>	<b>51</b>	<b>0,0512</b>	<b>0,036</b>

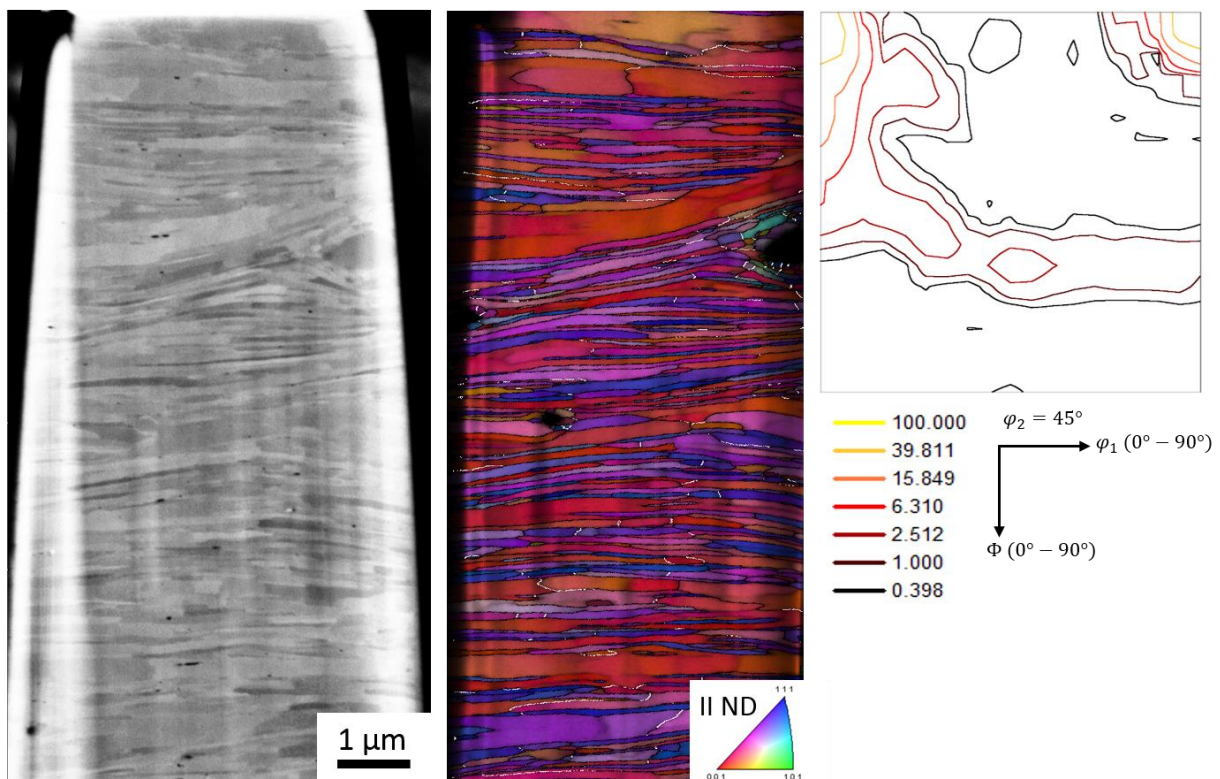


Abbildung 108: Ausgangsgefüge des oberflächennahen Pillar #15: BSE-Abbildung (links), IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (Mitte) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) (Korngrenzen mit einer Misorientierung  $\theta < 10^\circ$  sind weiß, Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  sind schwarz dargestellt)

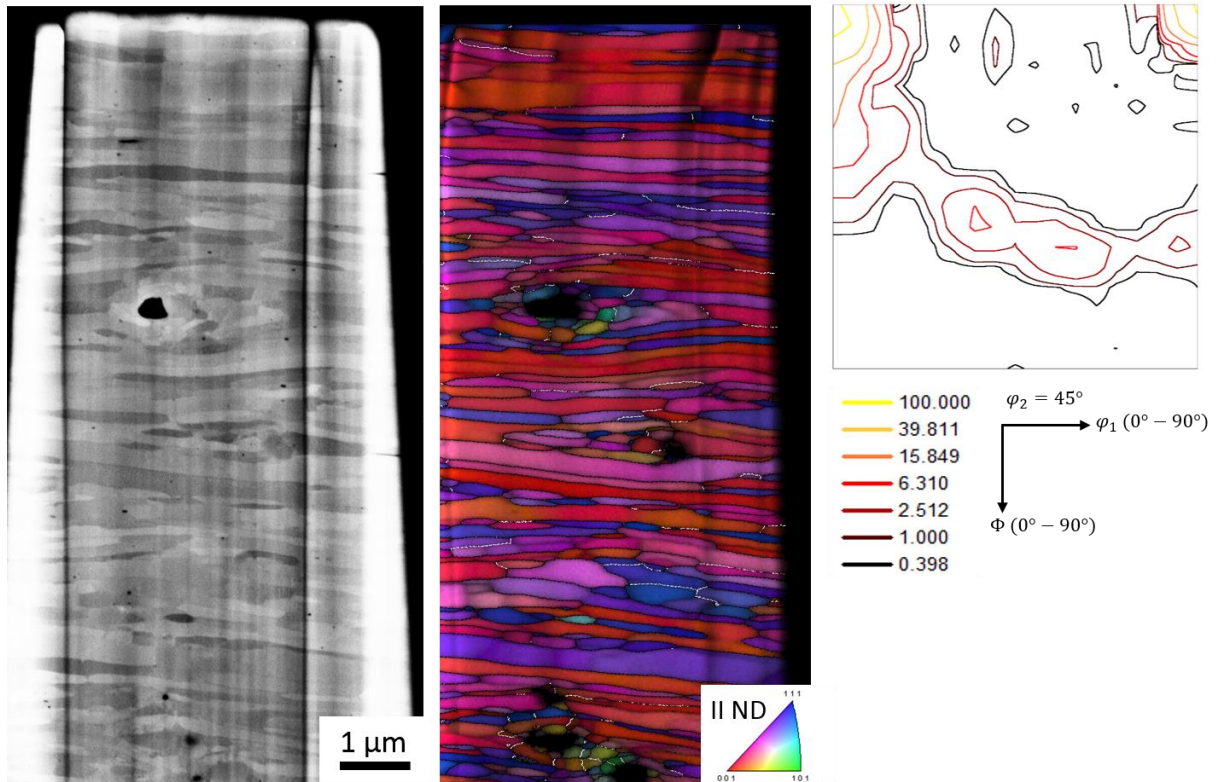


Abbildung 109: Ausgangsgefüge des vorerholten Pillar #E5: BSE-Abbildung (links), IPF-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität (Mitte) und ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  (rechts) (Korngrenzen mit einer Misorientierung  $\theta < 10^\circ$  sind weiß, Korngrenzen mit  $\theta > 10^\circ$  sind schwarz dargestellt)

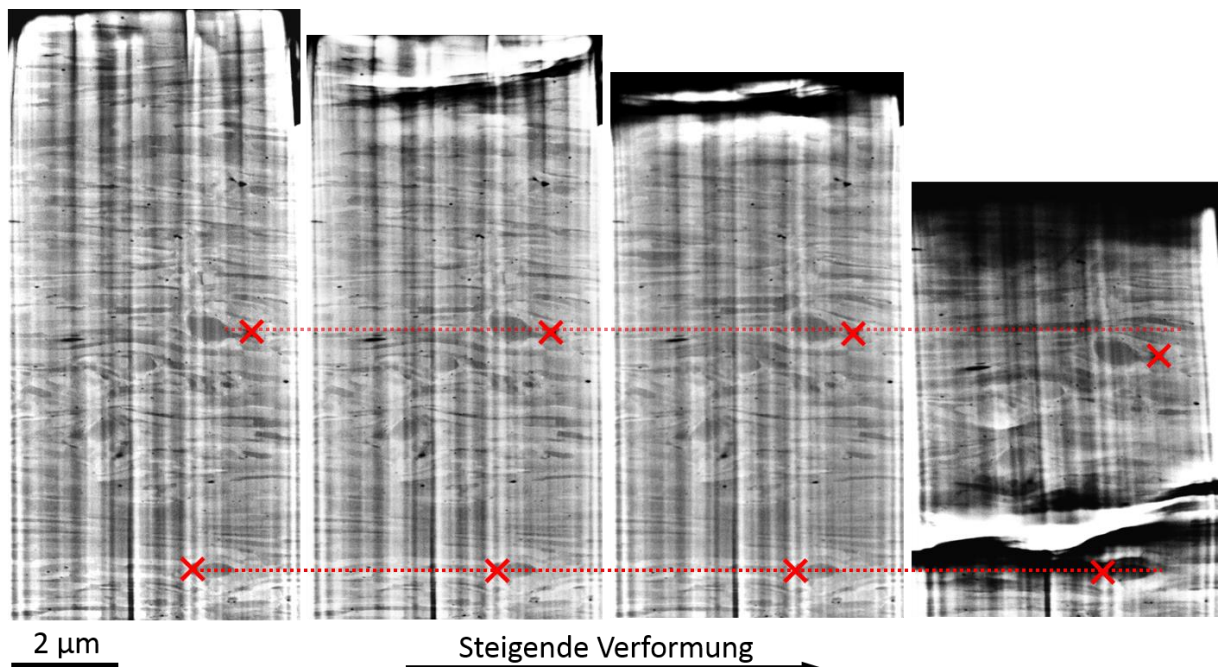


Abbildung 110: Verformungsverhalten des oberflächennahen Pillar #5: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild)

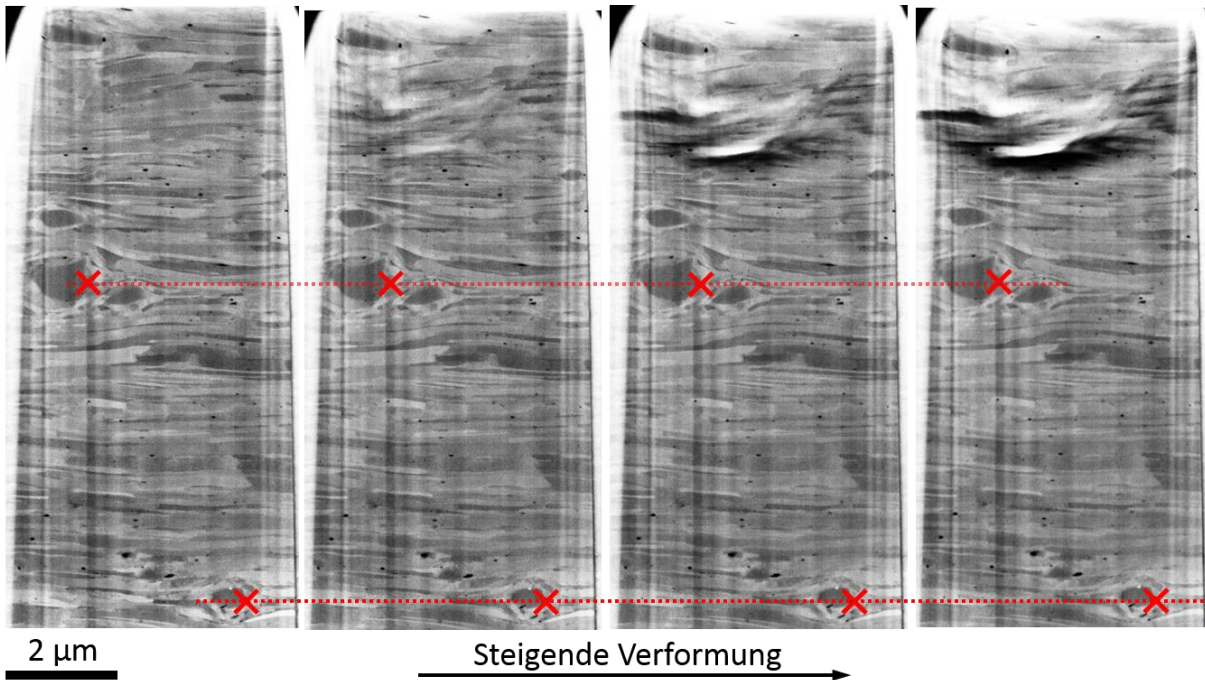


Abbildung 111: Verformungsverhalten des oberflächennahen Pillar #13: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild)

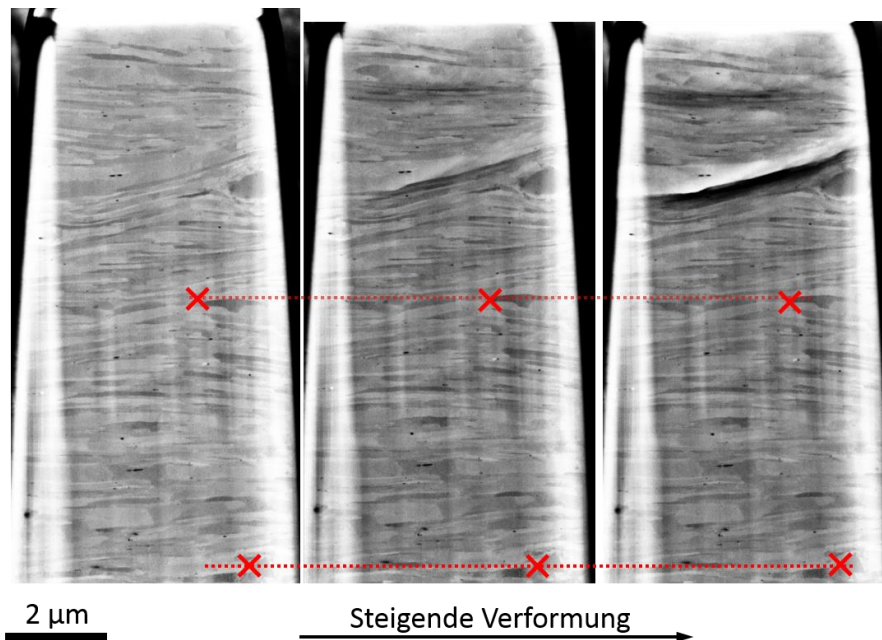


Abbildung 112: Verformungsverhalten des oberflächennahen Pillar #15: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild)

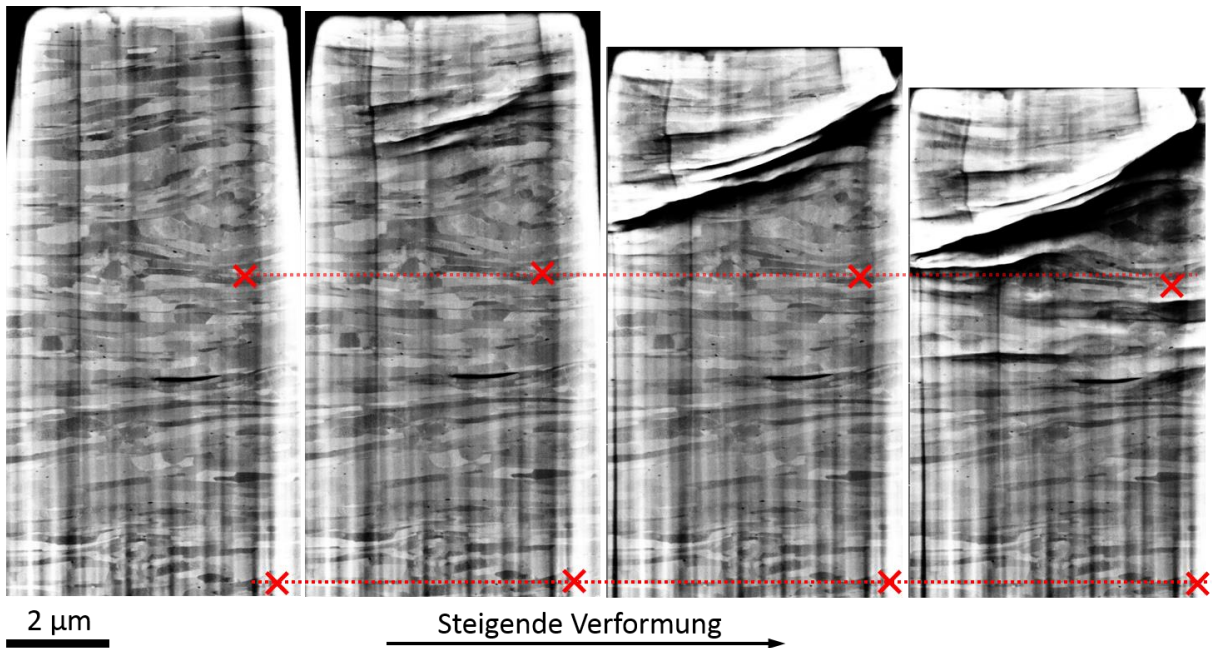


Abbildung 113: Verformungsverhalten des Pillar #T4 in 100 µm Abstand zur Flanschoberseite: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild)

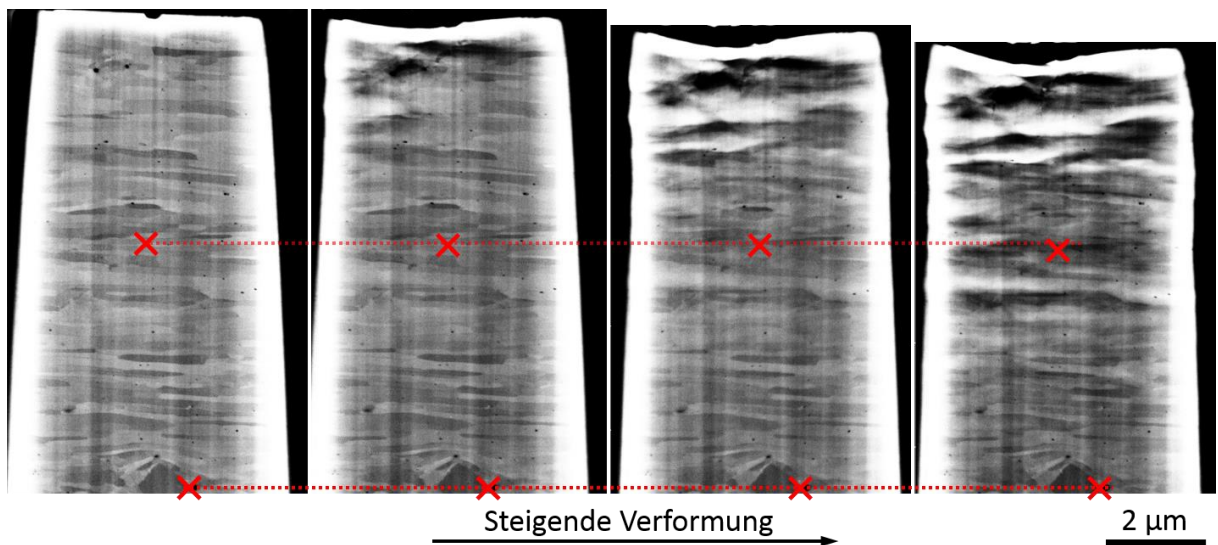


Abbildung 114: Verformungsverhalten des vorerholten Pillar #E5: BSE-Abbildungen mit von links nach rechts steigender Druckverformung des Pillar (Kreuze markieren die gleiche Poren über die Verformungsschritte, rote Linien die Position dieser Poren im Ausgangsbild)

---

## Homogene Verformung

Die homogene Verformung der Pillars wurde mittels digitaler Bildkorrelation untersucht. Hierfür wurden die Bereiche der BSE-Aufnahmen verwendet, die während der gesamten Verformung keine Lokalisierungen der Verformung aufwiesen. Diese Bereiche wurden in der Bildkorrelationssoftware VEDDAC 6.1 mit einem Gitter von Messpunkten versehen, die einen Abstand von 5 Pixeln voneinander aufwiesen. Als Korrelationsalgorithmus wurde die „Haar-Wavelet-Transformation“ mit einem Referenzfeld mit einer Seitenlänge von 40 Pixeln und einem Messfeld mit Seitenlänge 400 Pixel verwendet. Die für die Punkte des Gitters bestimmten Verschiebungen wurden zusammen mit der Position der Punkte für jeden Verformungsschritt exportiert. Mithilfe einer Matlab-Routine wurde für jeden Verformungsschritt ein mittlerer Verschiebungsvektor bestimmt. Um Punkte aus der Auswertung auszuschließen, die in einem der Verformungsschritte falsch korreliert wurden, werden nur Punkte, deren Verschiebungsvektoren in jedem Verformungsschritt nicht mehr als die dreifache Länge des mittleren Verschiebungsvektors aufweisen und außerdem bei einer Länge, die mehr als dem doppelten des mittleren Werts entspricht, einen Winkel von weniger als  $7^\circ$  mit ihm einschließen. Die Fokussierung auf Punkte mit Verschiebungsvektoren von weniger als der dreifachen Länge des mittleren Werts scheint auf den ersten Blick sehr eng gefasst. Allerdings resultiert der Großteil des Verschiebungsvektors stets aus sich zwischen den Verformungsschritten geringfügig ändernden Bildausschnitten, wodurch eine Verdopplung dieser Länge einer sehr viel höheren Änderung der auf Verformung zurückzuführenden Verschiebung entspricht. Abbildung 115 zeigt die mittels DIC bestimmten Verschiebungen innerhalb eines Pillar zusammen mit der entsprechenden Taylorfaktor-Darstellung. Hierbei zeigt sich keine signifikante Korrelation zwischen Taylorfaktor und Verschiebung der einzelnen Körner. Gleiches zeigt sich für Pillars in  $100\ \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite sowie vorerholte Pillars, wie in Abbildung 116 und Abbildung 117 zu erkennen ist.



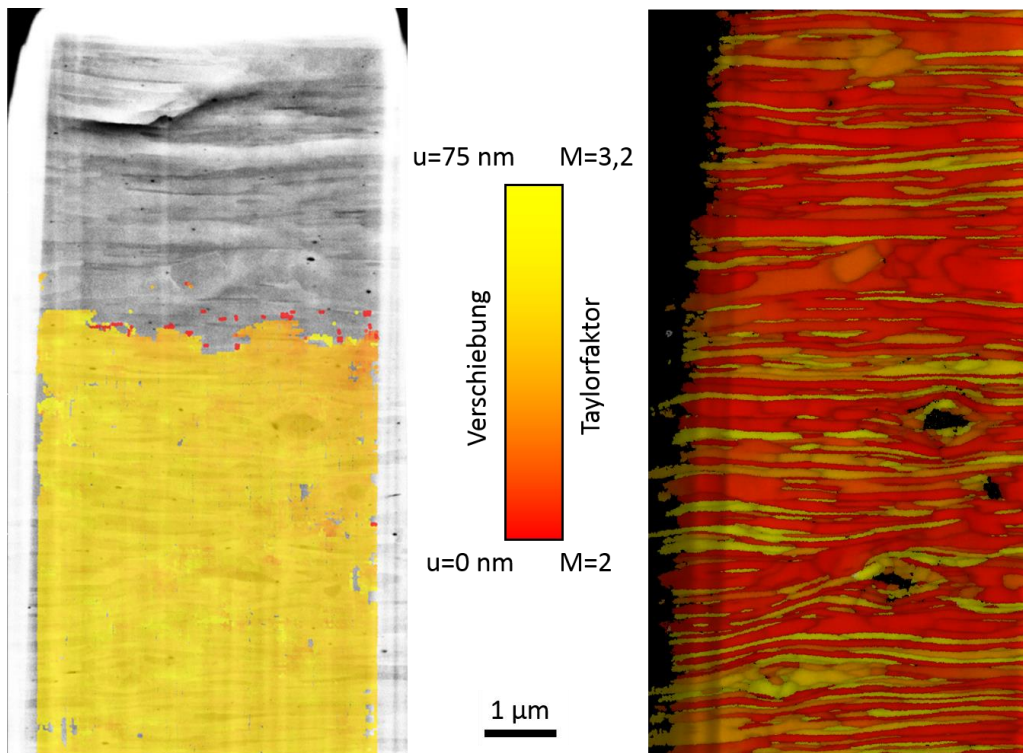


Abbildung 115: Mittels DIC ermittelte Verschiebungen in Pillar #11 (links), aus EBSD-Messungen bestimmte Taylorfaktor-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität zum Vergleich (rechts)

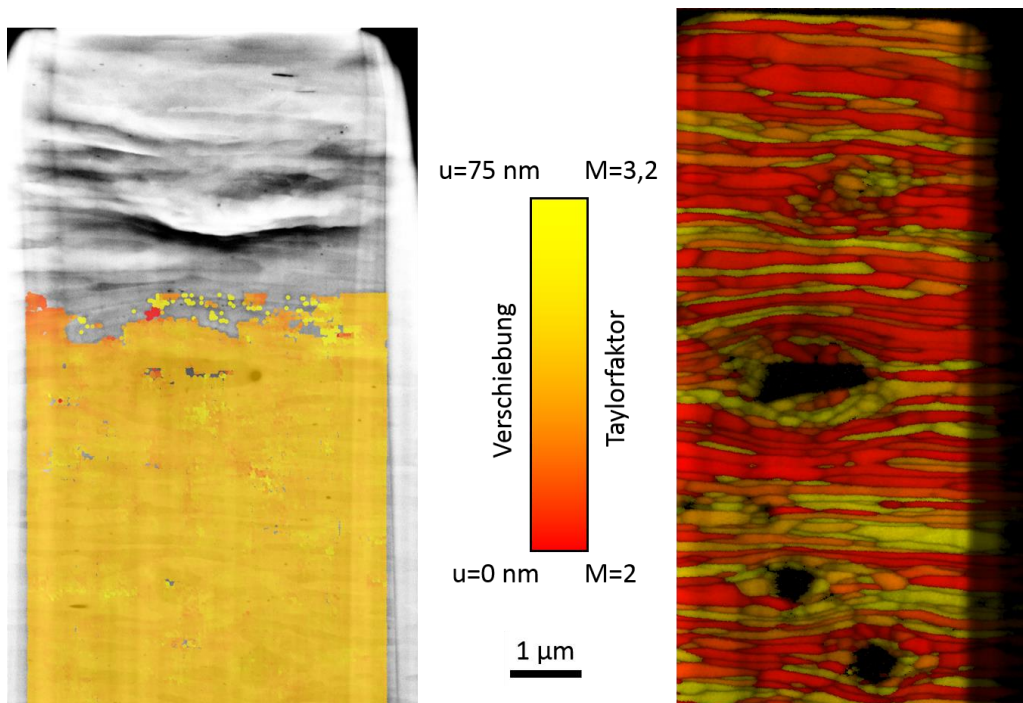


Abbildung 116: Mittels DIC ermittelte Verschiebungen in Pillar #E9 (links), aus EBSD-Messungen bestimmte Taylorfaktor-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität zum Vergleich (rechts)

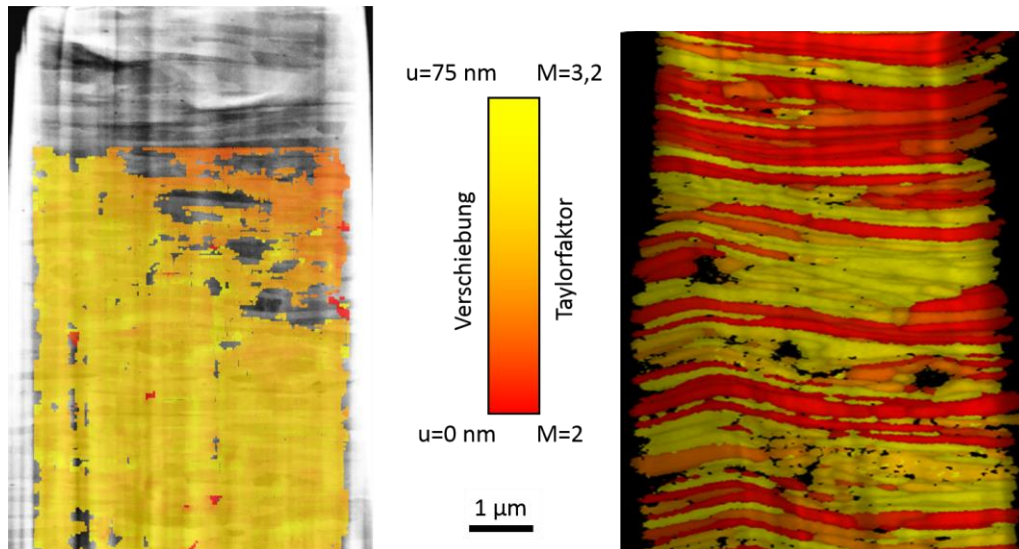


Abbildung 117: Mittels DIC ermittelte Verschiebungen in Pillar #T1 (links), aus EBSD-Messungen bestimmte Taylorfaktor-Darstellung mit hinterlegter Pattern-Qualität zum Vergleich (rechts)

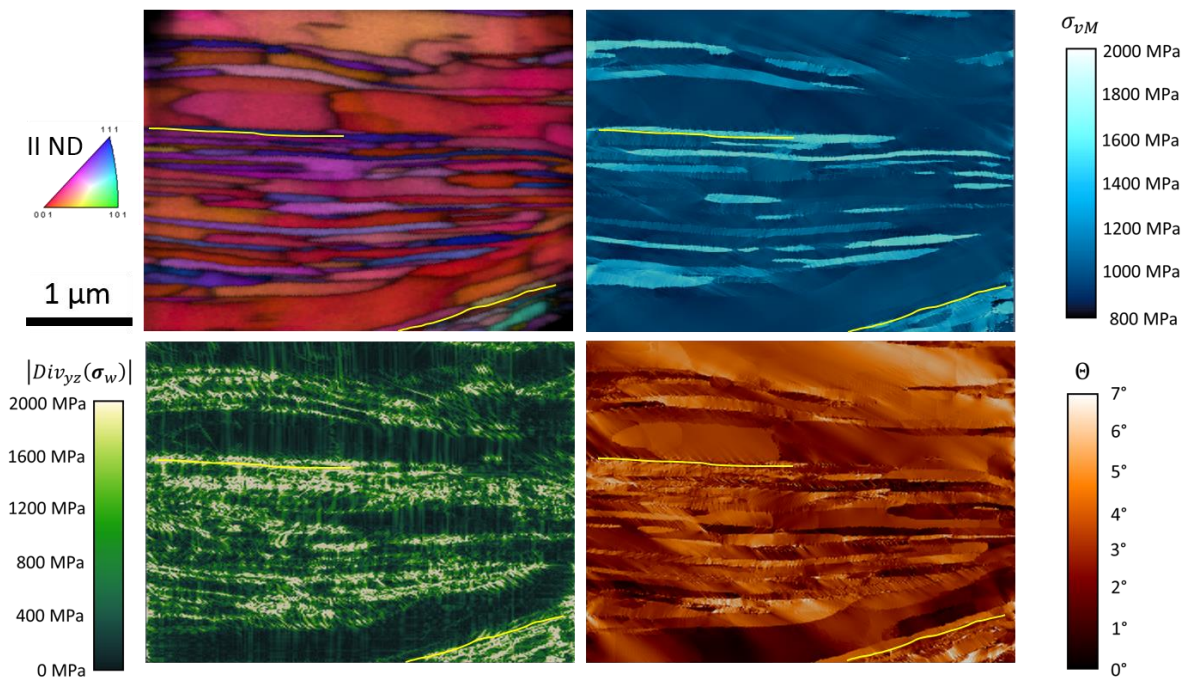


Abbildung 118: DAMASK Simulation für den oberflächennahen Pillar #11: Simulations-Input: Ausschnitt aus der EBSD-Messung (oben links); Simulationsergebnisse: von Mises-Vergleichsspannung (oben rechts), Divergenz des Cauchy-Spannungstensors in der RD-TD-Ebene (unten links), Rotation der Orientierung in Bezug auf die Anfangsorientierung (unten rechts) (die Verformungslokalisierungen sind in Gelb in der Ausgangsmikrostruktur eingezeichnet); FIB-Schnitte zeigten keine Hinweise auf Karbide nahe der Facettenfläche

## A.5 Abschätzung Größenordnung der Triebkraft aus experimentellen Daten

Nach Gleichung 2.21 kann die für die beobachtete Kornvergrößerung benötigte Triebkraft aus der Korngrenzmobilität sowie der Korngrenzgeschwindigkeit abgeschätzt werden.

Die Korngrenzmobilität von  $\alpha$ -Eisen hängt nach Gleichung 2.22 von der Korngrenzdifffusion  $D_{GB}$  ab, für die gilt [FRO82]:

$$\delta D_{GB} = 1,1 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \cdot \exp\left(\frac{-174 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}}{kT}\right) \quad \text{Gleichung A.9}$$

Der Korngrenzdifffusionskoeffizient bei 600 °C ergibt sich hiernach bei einer Korngrenzdicke von ca  $\delta = 0,5 \text{ nm}$  [HEI05] zu  $D_{GB} = 8,53 \cdot 10^{-14} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$ .

Damit ergibt sich für die Korngrenzmobilität in  $\alpha$ -Eisen:

$$M_{GB} = \frac{8,53 \cdot 10^{-14} \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \cdot (0,248 \cdot 10^{-9} \text{m})^2}{1,38 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}} \cdot 873 \text{K}} = 4,36 \cdot 10^{-13} \frac{\text{m}^4}{\text{Js}}$$

Zur Abschätzung der mittleren Migrationsgeschwindigkeit der Korngrenzen aus Grenzflächendichte  $S_V$  eines Korns mit der Fläche A und dem Umfang U wird dieses als Kreis mit Radius r angenähert. In diesem Fall gilt:

$$S_V \approx \frac{U}{A} = \frac{2\pi r}{\pi r^2} = \frac{2}{r} \quad \text{Gleichung A.10}$$

Mithilfe dieses Zusammenhangs zwischen Grenzflächendichte und Radius folgt für die Migrationsgeschwindigkeit v:

$$v = \frac{dr}{dt} = \frac{d\left(\frac{2}{S_V}\right)}{dt} \quad \text{Gleichung A.11}$$

Mithilfe dieser Gleichung kann aus einer Funktion, die den Verlauf der Grenzflächendichte über der Wärmebehandlungsdauer beschreibt, der Verlauf der Migrationsgeschwindigkeit über die Zeit ermittelt werden. Das Anfitzen einer Wurzelfunktion an den Verlauf der Grenzflächendichte der  $\alpha$ -Faser der nicht vorerholten Proben über die Zeit ergibt:

$$S_V^{-1}(t) = \sqrt{0,0019 \mu\text{m}^2 \cdot t^{0,98241} + (0,19481 \mu\text{m})^2}$$

Für den mittleren Radius  $r$  der Körner folgt somit:

$$r = 2 \cdot S_V^{-1}(t) = 2\sqrt{0,0019\mu\text{m}^2 \cdot t^{0,98241} + (0,19481 \mu\text{m})^2}$$

Die Korngrenzmigrationsgeschwindigkeit ergibt sich dann zu:

$$v = \frac{dr}{dt} = \frac{0,001866579 \mu\text{m}^2 \cdot t^{-0,01759}}{\sqrt{0,0019\mu\text{m}^2 \cdot t^{0,98241} + (0,19481 \mu\text{m})^2}}$$

Mithilfe dieser Migrationsgeschwindigkeit kann unter Verwendung der zuvor bestimmten Korngrenzmobilität der Verlauf der Triebkraft zur Vergrößerung der  $\alpha$ -Faser über die Zeit berechnet werden, der auch in Abbildung 119 dargestellt ist:

$$P(t) = v(t) \cdot M^{-1} = \frac{0,001866579 \cdot t^{-0,01759} \cdot 10^{-6}\text{m}}{\sqrt{0,0019 \cdot t^{0,98241} + (0,19481)^2} \cdot 4,36 \cdot 10^{-13} \frac{\text{m}^4}{\text{Js}}}$$

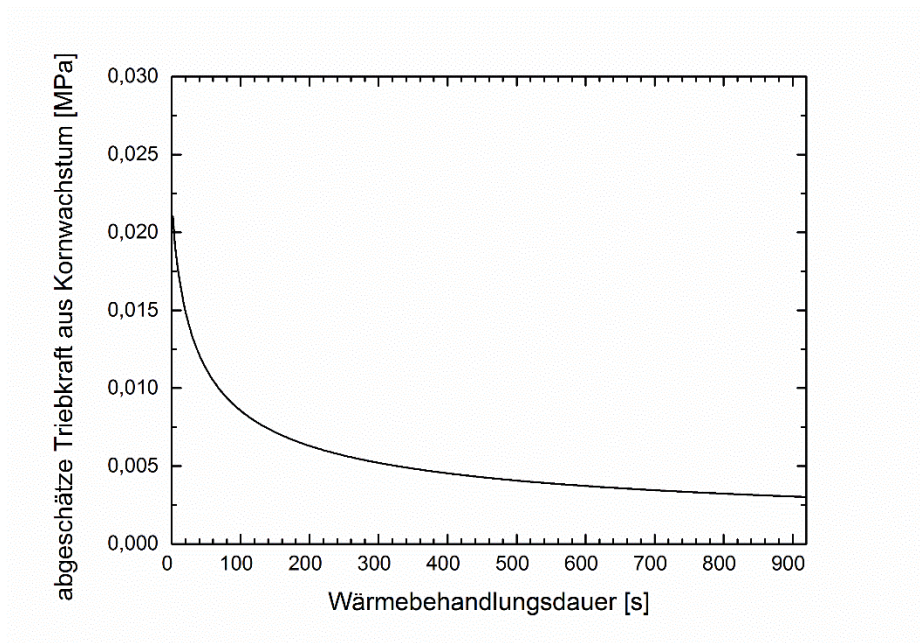


Abbildung 119: Abgeschätzter Verlauf  $P(t)$  der der Kornvergrößerung der  $\alpha$ -Faser zugrunde liegenden Triebkraft

---

## A.6 Aufbau der Simulation des Spaltprofilierprozesses (Monash University)

Im Folgenden wird der Aufbau einer numerischen Simulation des Spaltprofilierprozesses dargestellt, die als Kooperationsprojekt an der Monash University in Melbourne, Australien von Daniel Dehtyriov erstellt wurde.

Diese Simulation wurde mithilfe der Simulationssoftware QForm VX [QUA18] durchgeführt, welche auf die Simulation von Metallumformprozessen ausgerichtet ist. Sie wurde als zweidimensionaler Umformprozess unter ebener Dehnung aufgesetzt, d.h. die Dehnungen in Transversalrichtung im Spaltprofilierprozess wurden vernachlässigt, um den Rechenaufwand des Modells im Rahmen zu halten. Der Prozess wurde als inkrementeller Umformprozess modelliert, wobei in jedem Inkrement die Spaltwalze um 1 mm in Normalenrichtung bewegt wurde (Koordinatensystem siehe Abbildung 7), wonach das Werkstück in die gleiche Richtung angehoben wurde, bis der Spaltgrund mit der Spaltwalze in Kontakt stand. Darauf folgte der eigentliche Umformungsschritt des Inkrements, bei dem die Spaltwalze um 1 mm mit einer konstanten Geschwindigkeit von  $0,1 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  abgesenkt wurde. Nach der Simulation jedes Inkrements/ Stiches wurde die Verformungshistorie des Materials in die Simulation des nächsten Stiches übertragen. Da der beidseitige Spaltprofilierprozess, bei dem zwei Spaltwalzen aufeinander zu bewegt werden und ein der zu Doppel-Y-Profilen erzeugt wird, symmetrisch zur Stegnormalen ist, wurde der Prozess nur einseitig simuliert. Um mögliche Artefakte beruhend auf kleinen asymmetrischen Perturbationen um die Stegmittelebene zu vermeiden, wurde die gesamte Blechdicke simuliert.

Sowohl die Hilfswalzen als auch die Spaltwalze wurden als nicht-verformbare Starrkörper definiert. Für das Blech wurden zwei verschiedene Verfestigungskurven verwendet, die in Abbildung 102 dargestellt sind, und die Dichte, der E-Modul sowie die Querkontraktionszahl als über den Prozess konstant angenommen.

Um sowohl den Materialfluss als auch die Materialeigenschaften nahe der Flanschoberseite nachvollziehen zu können, wurden Trackingpunkte im Abstand von  $5 \mu\text{m}$  voneinander sowohl parallel als auch senkrecht zur Bandkante des Ausgangsblechs beginnend an der Oberfläche bis in  $50 \mu\text{m}$  Abstand zur Flanschoberseite platziert. Zur Visualisierung des Materialflusses wurden Flusslinien verwendet, die in  $50 \mu\text{m}$  Abständen senkrecht zur Bandkante platziert wurden. Um die Abstände zwischen den Trackingpunkten auflösen zu können, ist ein sehr feines Netz an diesen Stellen nötig. Aus diesem Grund wurde ein Netz mit örtlich unterschiedlichen Elementgrößen verwendet, sodass stets mindestens fünf lineare vierflächige Elemente zwischen den Trackingpunkten lagen. Während der Umformung des Blechs wurde das Netz bei jedem Zeitschritt erneuert und alle Werte auf die neuen Knoten extrapoliert. Die der Spalt- und Hilfswalzen wurden so vernetzt, dass die Oberflächenknoten nie mehr als  $2,5 \mu\text{m}$  Abstand aufwiesen, um eine akkurate Modellierung des Kontakts zwischen Werkstoff und Walzen zu gewährleisten. Die exportierten Positionen und Verformungshistorien der Trackingpunkte wurden verwendet, um die experimentell

bestimmten Tracergradienten mit der Simulation zu vergleichen. Hierzu wurde jedem Trackingpunkt in Abhängigkeit von seiner Anfangsentfernung zur Oberfläche eine Tracerkonzentration entsprechend des  $\text{erfc}^{-1}$ -Fits des gemessenen Ausgangsgradienten zugewiesen. Die neue Position der Trackingpunkte (mit einer tolerierten Abweichung von 0,2 mm in RD) sowie ihre Tracerkonzentration bei einer bestimmten Flanschlänge wurde verwendet, um die von der Simulation vorhergesagten Tracergradienten zu bestimmen.

Der Reibungszustand zwischen Spaltwalze und Blech experimentell schwer zugänglich. Gleichwohl zeigte sich ein signifikanter Einfluss der gewählten Reibung auf das Ergebnis der Simulationen. Die Reibung in der Simulation wurde mithilfe eines Levanov-Modells der Form

$$\tau_{Reib} = f \cdot \tau_f \left( 1 - \exp \left( -b_0 \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_f} \right) \right) \right) \quad \text{Gleichung A.12}$$

Mit dem Levanov-Koeffizienten  $b_0 = 1,25$ . Hierbei bezeichnet  $\tau_{Reib}$  die spezifische Reibkraft,  $f$  den Reibfaktor,  $\sigma_n$  die Kontaktnormalspannung,  $\sigma_f$  die Fließspannung des Materials und  $\tau_f = \frac{\sigma_f}{\sqrt{3}}$  die Schubfließspannung. Um einen passenden Reibfaktor  $f$  zu bestimmen, wurde die Scherdehnungsverteilung in Simulationen mit variierendem  $f$  (siehe Abbildung 120) mit der experimentell bestimmten Schertexturkomponentenverteilung verglichen. Da für die betrachteten Spaltprofile bis in einen Abstand von 20-25  $\mu\text{m}$  zur Flanschoberseite Scherdehnungsanteile in der Textur beobachtet wurden [NIE18], bedeutet dies, dass bis zu diesem Abstand Scherdehnungen aufgrund der Reibung zwischen Spaltwalze und Blech vorliegen müssen, die aber hin zu höheren Abständen gegen null gehen müssen.

Es zeigt sich, dass diese Anforderungen durch die Wahl eines Reibfaktors von  $f=0,2$  erfüllt werden, weswegen dieser Wert allen Simulationen zugrunde gelegt wurde.

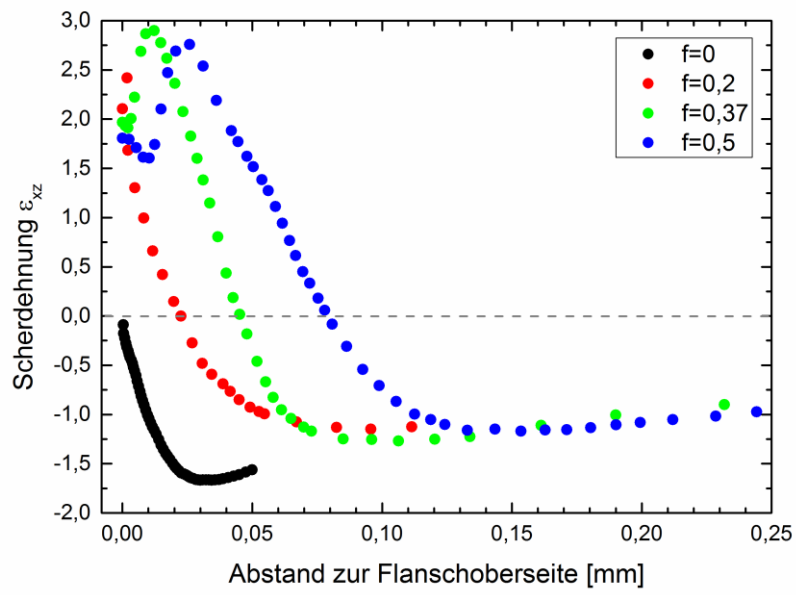


Abbildung 120: Scherdehnung senkrecht zur Flanschoberseite als Funktion des Reibungsfaktors  $f$  im Bereich stationärer Dehnungsverteilung





---

---

## Lebenslauf

---

### Persönliche Angaben:

Name	Laura Ahmels
Geburtsdatum	08.10.1990
Geburtsort	Bonn

### Ausbildung:

08/1997-06/2001	Carl-Ulrich-Grundschule in Weiterstadt
08/2001-06/2009	Edith-Stein-Schule (Gymnasium) in Darmstadt
10/2009-10/2012	Studium B.Sc. Materialwissenschaft an der Technischen Universität Darmstadt
10/2012-11/2014	Studium M.Sc. Materials Science an der Technischen Universität Darmstadt

### Beschäftigungsverhältnis, Promotion

12/2014-06/2019	Wissenschaftliche Mitarbeiterin und Doktorandin im Fachgebiet Physikalische Metallkunde des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften an der Technischen Universität Darmstadt
-----------------	---



---

---

## **Eidesstattliche Erklärung**

---

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich meine Dissertation selbständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln angefertigt habe. Ich habe noch keinen Promotionsversuch unternommen.

Darmstadt, den 03. Juli 2019



---

## Danksagung

---

Die vorliegende Arbeit wurde im Zeitraum von Dezember 2014 bis Juni 2019 am Institut für Physikalische Metallkunde des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften der Technischen Universität Darmstadt angefertigt. Sie entstand im Rahmen des DFG-Sonderforschungsbereichs SFB 666 „Integrale Blechbauweisen höherer Verzweigungsordnung – Entwicklung, Fertigung, Bewertung“. Allen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, möchte ich an dieser Stelle meinen herzlichen Dank aussprechen, insbesondere:

Herrn Prof. Dr.-Ing. C. Müller für Möglichkeit, diese Arbeit in der Physikalischen Metallkunde durchführen zu können sowie die engagierte Betreuung. Die allzeitige Diskussionsbereitschaft und das mir entgegengebrachte Vertrauen haben ganz wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen;

Herrn Prof. Dr. K. Durst für die Möglichkeit, diese Arbeit unter seiner Fachgebietsleitung durchzuführen;

Herrn Prof. Dr.-Ing. P. Groche vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt für die Übernahme des Koreferats sowie die stets fruchtbare Kooperation mit seinem Institut;

Herrn Dr.-Ing. E. Bruder für die Unterstützung und die richtungsweisenden Diskussionen, die wesentlich zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben;

Herrn Prof. Dr. C. Kübel und Herrn Dr. T. Scherer an der Karlsruhe Nano Micro Facility (KNMF) für die Herstellung von Mikrodruckproben sowie die Durchführung der in-situ TEM Wärmebehandlung;

Herrn Daniel Dehtyriov am Department of Materials Science and Engineering der Monash University für die gute Kooperation sowie die Durchführung der FEM-Simulationen des Spaltprofilierprozesses;

Herrn S. Bruns sowie Herrn C. Minnert für die Durchführung der Nanoindentierungsversuche;

Frau U. Kunz für die Herstellung von Mikrodruckproben;

Herrn Vinzent Monnerjahn für die Herstellung der Spaltprofile für die Tracer-Untersuchungen;

---

Herrn Dr. Marcus Rohnke am Physikalisch-Chemischen Institut der Justus-Liebig-Universität Gießen für die Durchführung der SIMS-Messungen,

Frau C. Wasmund und Frau P. Neuhäusel für die Unterstützung bei der Probenpräparation und der Mikroskopie;

Herrn Marius Specht, Herrn Dominik Weil und Herrn Jan Philipp für die Probenpräparation und die Härtemessungen;

Allen Mitarbeitern der Physikalischen Metallkunde und allen Mitarbeitern des SFB 666 für die gute Zusammenarbeit und die sehr angenehme Arbeitsatmosphäre;

Meiner Familie und besonders Lars für die Unterstützung sowie das mir entgegengebrachte Verständnis während der Anfertigung dieser Arbeit und den Rückhalt in jeder Situation.