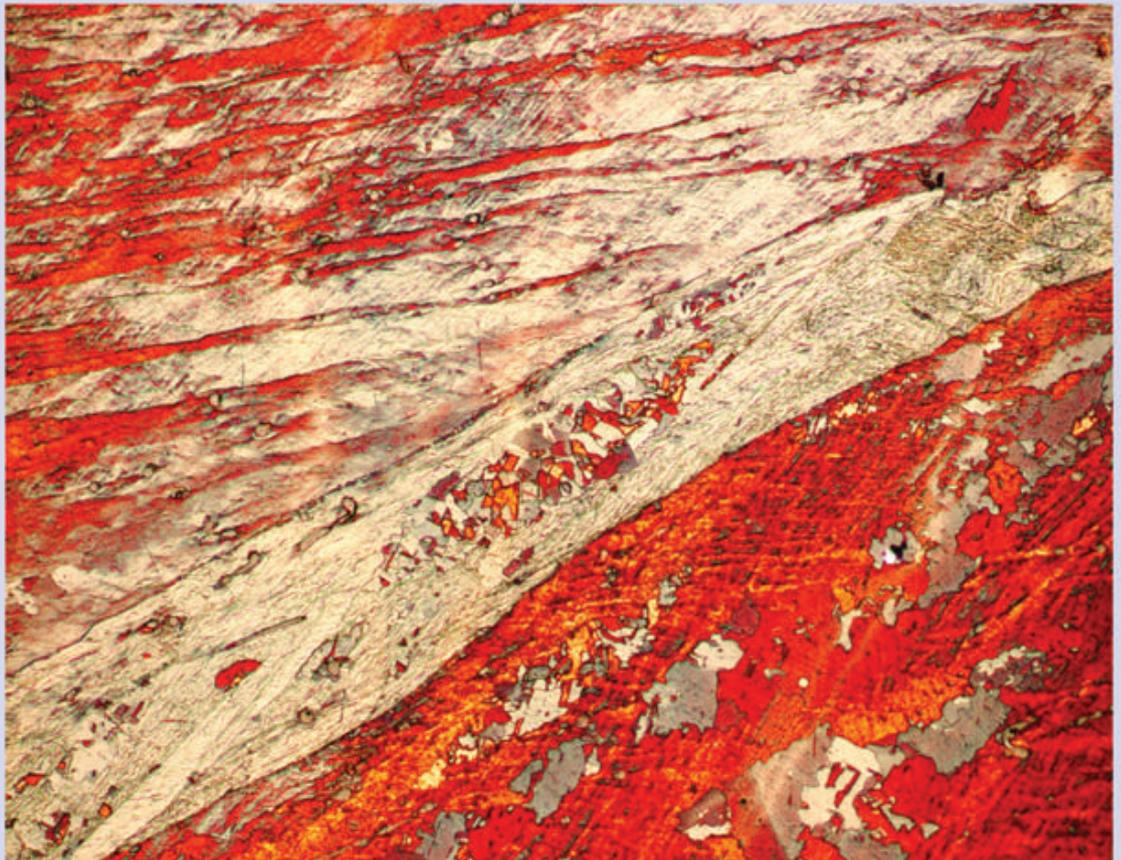


Xenia Molodova

---

# Thermische Stabilität verformungsinduzierter ultrafeinkörniger Werkstoffe

---



**Thermische Stabilität**  
**verformungsinduzierter ultrafeinkörniger Werkstoffe**

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

zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktors der Ingenieurwissenschaften**

genehmigte Dissertation

vorgelegt von **Dipl.-Ing.**

**Xenia Molodova**

aus Saporosche, Ukraine

**Berichter: Univ.-Prof. Dr.rer. nat. Günter Gottstein**

**Univ.-Prof. Dr.-Ing. Hans Jürgen Maier**

Tag der mündlichen Prüfung: 11. August 2008

### **Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

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

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2008

Zugl.: (TH) Aachen, Univ., Diss., 2008

978-3-86727-738-9

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2008

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

[www.cuvillier.de](http://www.cuvillier.de)

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2008

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86727-738-9

*Meinen Eltern*



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Plastische Verformung von Metallen.....</b>	<b>5</b>
2.1	Mechanismen der plastischen Verformung.....	5
2.2	Mikrostrukturentwicklung während der plastischen Verformung .....	8
2.3	Kornfeinung bei plastischer Verformung.....	12
2.4	Hochgradige plastische Verformung.....	12
2.4.1	Verfahren der hochgradigen plastischen Verformung.....	13
2.4.2	ECAP-Verfahren .....	15
<b>3</b>	<b>Entfestigungsprozesse .....</b>	<b>23</b>
3.1	Erholung und Rekristallisation.....	23
3.2	Kornvergrößerung .....	27
<b>4</b>	<b>Experimentelles.....</b>	<b>29</b>
4.1	Ausgangsmaterial .....	29
4.2	Probenherstellung.....	32
4.2.1	ECAP Verformung .....	32
4.2.2	Walzen .....	34
4.2.3	Glühungen .....	35
4.2.4	Glühung unter konstanter mechanischer Last .....	35
4.3	Untersuchungsmethoden .....	37
4.3.1	Mikrostrukturmessung.....	37
4.3.2	Härtmessung .....	41
4.3.3	Makrotexturmessung .....	41
<b>5</b>	<b>Beschreibung der Struktur nach hochgradiger plastischer Verformung .....</b>	<b>45</b>
5.1	Reinkupfer.....	45
5.1.1	Verformter Zustand .....	45
5.1.2	Geglühter Zustand .....	51
5.2	Kupferzirkonium .....	56
5.2.1	Verformter Zustand .....	56
5.2.2	Geglühter Zustand .....	62
5.2.3	Vergleich von Reinkupfer und Kupferzirkonium.....	66
5.3	Technische AlMgMn-Legierung.....	68
5.3.1	Verformter Zustand .....	68
5.3.2	Geglühter Zustand .....	76
5.3.3	Routenvergleich.....	82

---

5.4	Kommerzielle AlMn-Legierung.....	84
5.4.1	Verformter Zustand .....	84
5.4.2	Geglühter Zustand .....	92
5.4.3	Routenvergleich.....	98
<b>6</b>	<b>Strukturbildung und –Stabilität nach hochgradiger plastischer Verformung.....</b>	<b>101</b>
6.1	Kupferwerkstoffe .....	101
6.1.1	Strukturcharakteristika nach hochgradiger plastischer Verformung.....	101
6.1.2	Strukturelle Veränderung bei thermischer Behandlung .....	104
6.1.3	Rekristallisationskinetik .....	106
6.1.4	Einfluß von Zr auf Rekristallisationskinetik .....	111
6.1.5	Festigkeit des rekristallisierten ECAP-Materials .....	116
6.2	Aluminiumwerkstoffe .....	117
6.2.1	Strukturcharakteristika nach hochgradiger plastischer Verformung.....	117
6.2.2	Strukturstabilität .....	120
6.2.3	Einfluß des Verformungspfades auf die Strukturstabilität .....	121
6.2.4	Einfluß der Ausscheidungskinetik auf die Strukturstabilität.....	122
6.3	Zusammenfassung.....	124
<b>7</b>	<b>Beeinflussung der thermischen Stabilität durch zusätzliche Behandlung .....</b>	<b>127</b>
7.1	Einfluss einer Erholungsglühung .....	127
7.1.1	Ergebnisse.....	127
7.1.2	Diskussion .....	132
7.2	Einfluss zusätzlicher mechanischer Spannungen.....	135
7.2.1	Ergebnisse.....	135
7.2.2	Diskussion .....	139
<b>8</b>	<b>Abschließende Zusammenfassung .....</b>	<b>143</b>
<b>9</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>147</b>

## 1 Einleitung

Metallische Werkstoffe zeichnen sich generell durch eine hohe Verformbarkeit aus, die hauptsächlich durch die Bewegung von Versetzungen getragen wird und die Grundlage für einen breiten Anwendungsbereich von Metallen und deren Legierungen bildet. Während der plastischen Verformung werden im Material viele Versetzungen induziert und es kommt zu einer Versetzungsumordnung, wodurch ein Netzwerk aus Korn- bzw. Subkorn Grenzen entsteht. Bei hohen Umformgraden kann somit schließlich eine „Kornfeinung“ des Gefüges erzeugt werden, die letztendlich einen Einfluss auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften eines verformten Materials ausübt [Hughes 1997].

In den letzten Jahren wurde ultrafeinkörnigen Materialien ein besonderes wissenschaftliches Interesse zugetragen. Die Attraktivität dieser Werkstoffe liegt vor allem in den verbesserten mechanischen Eigenschaften. Unter anderem werden diesen Werkstoffen eine deutliche Steigerung der Streckgrenze bei gleichzeitig guter Duktilität sowie verbesserte Ermüdungseigenschaften zugeschrieben [Agnew 1998; Vinogradov 1998; Furukawa 1998; Agnew 1999; Valiev 2000; Höppel 2002; Gabor 2007; Niendorf 2007], wodurch die besten Voraussetzungen für hochfeste Konstruktionswerkstoffe erfüllt wären.

Neben pulvermetallurgischen Prozesswegen – die häufig mit Restporosität sowie Verunreinigungen des Materials verbunden sind – können solche Materialien, deren Korngröße deutlich unterhalb von einem Mikrometer liegt, durch hochgradige plastische Verformung (Severe Plastic Deformation, SPD) hergestellt werden, deren Ursprung bereits in den fünfziger Jahren zu suchen ist [Bridgman 1952]. In den letzten Jahren wurden die zahlreichen SPD-Verfahren wiederentdeckt und weiterentwickelt. Eins der dabei meist verwendeten Verfahren ist das Equal Channel Angular Pressing (ECAP) [Baik 2003]. Damit lassen sich hinreichend große Proben herstellen, deren Abmessungen im Laufe der Verformung nahezu unverändert bleiben.

Der Vorzug der ultrafeinkörnigen (UFG) Materialien durch die exzellenten mechanischen Eigenschaften ginge allerdings verloren, wenn bei Herstellung, Verarbeitung oder Anwendung dieser Werkstoffe infolge eines Wärmeeintrages, bspw. beim Fügen, eine Strukturver-

größerung einsetzt. Daher ist eine stabile UFG-Mikrostruktur von hohem Interesse für die Anwendung.

Publikationen zur thermischen Stabilität von durch starke plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien sind sehr rar. Dabei wurde oft über das Auftreten einer bimodalen Struktur während einer an die Umformung anschließenden Glühbehandlung berichtet. Jedoch blieb es weitgehend ungeklärt, ob diese mikrostrukturelle Veränderung auf diskontinuierliches Kornwachstum oder diskontinuierliche Rekristallisation zurückzuführen ist [Morris 2002; Vinogradov 2002; Cao 2003; Yu 2004; Poortmans 2004; Cerri 2005; Cao 2006; Takayama 2008]. Die Unterscheidung der beiden Vorgänge ist aber für die physikalische Deutung der Phänomene und ihre technische Beeinflussung von enormer Bedeutung.

In der vorliegenden Arbeit wird zunächst die Mikrostruktur- sowie Texturentwicklung von Cu- und Al-Werkstoffen während der ECAP Verformung untersucht. Dabei soll geklärt werden, welchen Einfluss Umformgrad und Verformungspfad auf die Struktur solcher Materialien ausübt. Insbesondere soll auf den Charakter der Verformungsstruktur eingegangen werden, der entscheidende Konsequenzen auf die thermische Stabilität von solch hergestellten Werkstoffen mit sich bringt.

Die thermische Stabilität von diesen Werkstoffen ist ein wichtiger Gegenstand des wissenschaftlichen Interesses und wird in Glühexperimenten untersucht. Das Ziel ist es, ein tieferes Verständnis der bei Glühung von ECAP Materialien ablaufenden Prozesse und deren metallkundlichen Mechanismen zu gewinnen. Die Charakterisierung des verformten und geglühten Zustandes wird durch REM/EBSD, TEM, lichtoptische Mikroskopie, Röntgertexturanalyse sowie Mikrohärtmessungen vorgenommen. Um eine mögliche Abhängigkeit des Verhaltens von UFG-Strukturen vom Verformungspfad festzustellen, wird das thermische Verhalten von ECAP-Proben mit dem Verhalten von gewalzten Proben verglichen.

Weiterhin wird untersucht, ob das thermische Verhalten von UFG-Proben durch geeignete Maßnahmen wie z.B. durch eine gezielte vorgeschaltete Erholungsglühung oder Glühbehandlung unter der Wirkung zusätzlich aufgebrachtener mechanischer Belastung beeinflusst bzw. gesteuert werden kann, worauf im Kapitel 7 eingegangen wird.

---

Das Potential von UFG-Materialien ist speziell für Anwendungen im Leichtbau sehr groß. Um dieses zu nutzen, müssen optimale prozesstechnische und werkstoffchemische Maßnahmen ergriffen werden, für die die vorliegenden Untersuchungen von grundlegender Bedeutung sind. Die Arbeit soll dabei nicht nur auf spezielle Phänomene eingehen, sondern vor allem Auskunft darüber liefern, unter welchen Bedingungen optimale thermische Stabilität erzielt werden kann und welche Mechanismen und Gesetzmäßigkeiten die mikrostrukturellen Änderungen beherrschen.



## 2 Plastische Verformung von Metallen

Metallische Werkstoffe zeichnen sich generell durch eine hohe Verformbarkeit aus, die hauptsächlich durch die Bewegung von Versetzungen getragen wird und die Grundlage für einen breiten Anwendungsbereich von Metallen und deren Legierungen bildet. Neben der kristallographischen Gleitung kann die plastische Verformung durch Diffusionsvorgänge, die besonders bei hohen Temperaturen wichtig sind, und mechanische Zwillingsbildung, die insbesondere bei Tieftemperaturverformung zum Einsatz kommt, ablaufen.

### 2.1 Mechanismen der plastischen Verformung

Die Mechanismen der plastischen Verformung blieben lange unklar. Bei einem homogenen Mechanismus analog zur elastischen Verformung würde es zu einer Veränderung der Kristallstruktur kommen (Abb. 2.1a). Mittels Röntgenbeugung kann jedoch sehr einfach nachgewiesen werden, dass die Kristallstruktur sich durch plastische Verformung nicht ändert. Eine Beibehaltung der Kristallstruktur bei äußerer Formänderung ist nur dann möglich, wenn sich ganze Kristallbereiche entlang kristallographischer Ebenen translatorisch gegeneinander verschieben (Abb. 2.1b).

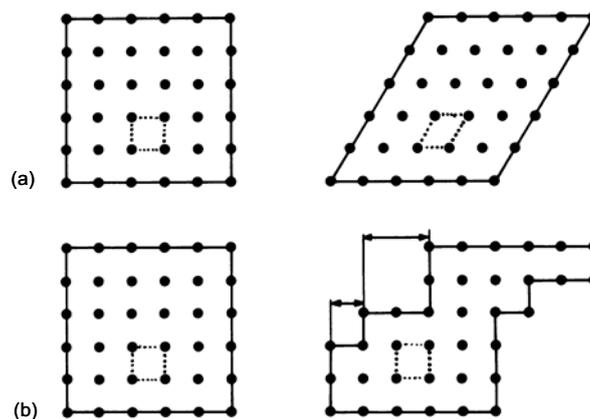


Abb. 2.1: Plastische Verformung von Kristallen. (a) unter Änderung der Kristallstruktur; (b) unter Beibehaltung der Kristallstruktur [Gottstein 1998].

Im Jahr 1934 schlugen schließlich Taylor, Polanyi und Orowan vor, dass es die Bewegung der Versetzungen ist, die zur plastischen Verformung führt [Taylor 1934; Polanyi 1934; Orowan 1934].

Die Dynamik der Verformung wird durch die Orowan-Gleichung beschrieben [Orowan 1940]

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v \quad (2.1)$$

mit  $\dot{\gamma}$  - Abgleitgeschwindigkeit,  $\rho_m$  - bewegliche Versetzungsdichte,  $b$  – Burgersvektor und  $v$  - Versetzungsgeschwindigkeit.

Die wichtigsten Vorgänge bei der plastischen Verformung sollen nun anhand einer Fließkurve näher erläutert werden, die sich neben der Aufteilung in einen elastischen und plastischen Bereich noch weiter unterteilen lässt. Der plastische Bereich der Kurve kann dabei in bis zu fünf Bereiche gegliedert werden [Sevillano 1993] (Abb. 2.2). Dabei sind je nach Material und Umformparameter nicht immer alle Bereiche ausgeprägt. Eine anschauliche Darstellung dieser fünf Bereiche, die sich im Verlauf der Verfestigung unterscheiden, lässt sich im „Kocks-Mecking-Plot“ realisieren, in dem die Verfestigung  $\theta = d\sigma/d\varepsilon$  gegen die Spannung  $\sigma$  aufgetragen wird (Abb. 2.2).

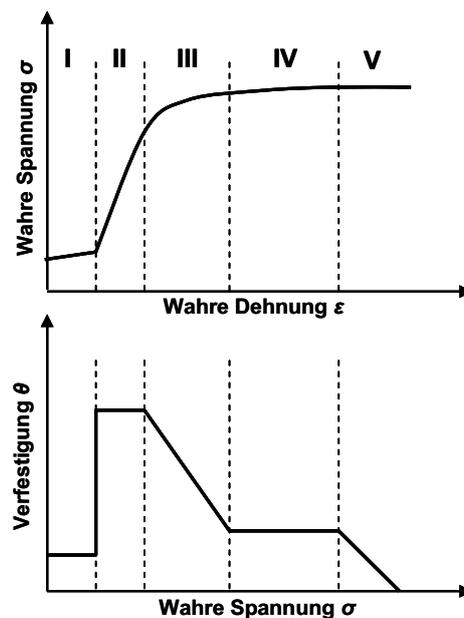


Abb. 2.2: Schematische Darstellung der fünf Bereiche der Fließkurve.

Bereich I ist der Bereich der Einfachgleitung (easy-glide). Der Verfestigungskoeffizient ist konstant und sehr gering. Hier gibt es praktisch keine Wechselwirkung der Versetzungen auf dem primären Gleitsystem mit solchen auf anderen, sekundären Gleitsystemen (Waldversetzungen). Dieser Bereich tritt nur in Einkristallen auf, die sich durch Einfachgleitung verformen.

Der Bereich II wird dadurch eingeleitet, dass die Versetzungen auf sekundären Gleitsystemen mit primären Versetzungen reagieren, wodurch z.B. in kfz-Kristallen Lomer-Cottrell-Locks,

also unbewegliche Versetzungen entstehen können, die für nachfolgende Versetzungen unüberwindliche Hindernisse darstellen. Um die Verformung aber gemäß Gl. 2.1 aufrechtzuerhalten, müssen neue bewegliche Versetzungen z.B. durch Aktivierung der Frank-Read-Quellen erzeugt werden, wodurch die Versetzungsdichte im Bereich II stark ansteigt. Dies führt dazu, dass die Fließspannung gemäß der Taylorgleichung stark zunimmt

$$\tau = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (2.2)$$

wobei  $\alpha$  eine Konstante und  $G$  Schubmodul darstellen. Der Verfestigungskoeffizient ist jetzt deutlich höher als im Bereich I und nahezu unabhängig von der Kristallorientierung oder sogar Kristallstruktur etwa

$$\theta_{II} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon_{II}} \approx \frac{G}{300} \quad (2.3)$$

Der Bereich III zeichnet sich durch die Abnahme der Verfestigung aus. Diese Abnahme ist bedingt durch das Einsetzen der dynamischen Erholungsprozesse wie Quergleiten von Schraubenversetzungen, die stark vom Material über die Stapelfehlerenergie und Umformtemperatur abhängen. Da die Quergleitung neben einer zusätzlichen Abgleitung gleichzeitig auch zu einer Verringerung der Versetzungsdichte führt, nimmt der Verfestigungskoeffizient insgesamt ab.

Der Bereich IV zeichnet sich wieder durch eine nahezu konstante relativ geringe Verfestigung aus. Die Ursachen hierfür fanden noch keine wissenschaftlich einheitliche Deutung. Ein Ansatz wurde von Estrin et al. formuliert [Estrin 1998]. Dabei wurde die Änderung des Volumenanteils der Zellwände als Funktion der Verfestigungsrate angenommen, wodurch die Verfestigungsrate in Abhängigkeit von der Spannung weniger stark abnimmt.

Der Bereich V zeigt sich durch die erneute Abnahme der Verfestigung aus. Die Verfestigung sinkt auf null ab, womit der Sättigungsbereich der Fließkurve erreicht ist. Wie schon im Bereich IV sind die hier ablaufenden Mechanismen noch nicht endgültig geklärt. Es kann allerdings von weiteren dynamischen Erholungsprozessen ausgegangen werden ähnlich zu den Vorgängen im Bereich III. Demnach spielen auch hier das Material sowie die Umformparameter eine wichtige Rolle.

## 2.2 Mikrostrukturentwicklung während der plastischen Verformung

Während der plastischen Umformung finden im Material entscheidende mikrostrukturelle Veränderungen statt. Wie bereits erwähnt, wird die plastische Verformbarkeit der Metalle hauptsächlich durch die Versetzungsbewegung getragen. Die Verformungsmechanismen und demnach die entstehenden Verformungsstrukturen werden also sehr stark von der Verfügbarkeit und Beweglichkeit der im Gefüge vorhandenen Versetzungen beeinflusst. Die Aufspaltungsweite der Versetzungen, die von der Stapelfehlerenergie des Materials stark abhängig ist, ist dabei maßgeblich für die Versetzungsbeweglichkeit. Dabei nimmt die Aufspaltungsweite der Versetzungen mit abnehmender Stapelfehlerenergie zu. Eine hohe Aufspaltungsweite behindert wiederum das Quergleiten von Schraubenversetzungen und das Klettern von Stufenversetzungen, wodurch insgesamt eine Verfestigungszunahme stattfindet. Dabei können die Spannungen so hoch werden, dass die Einsatzspannung für die Zwillingsbildung erreicht wird und somit das Material sich zusätzlich durch die mechanische Zwillingsbildung verformt. Da die Quergleitung und das Klettern von Versetzungen thermisch aktivierte Prozesse darstellen, spielt die Umformtemperatur einen weiteren wichtigen Faktor in der Mikrostrukturentwicklung. Denn in Abhängigkeit von der Temperatur können verschiedene Verformungsmechanismen zum Einsatz kommen (Versetzungsgleitung, mechanische Zwillingsbildung, Diffusion) und das Aussehen der verformten Struktur bestimmen.

Grundsätzlich wird durch die plastische Verformung eine hohe Versetzungsdichte in das Material eingebracht. Allerdings verteilen sich die Versetzungen nicht gleichmäßig. Vielmehr werden die ursprünglichen Körner durch die Versetzungsanordnungen in kleinere Einheiten unterteilt. Es entsteht eine so genannte Zellstruktur mit unterschiedlich großen Zellen, die sich dadurch charakterisieren, dass relativ versetzungsarme Gebiete durch Zellwände mit hoher Versetzungsdichte voneinander getrennt werden (Abb. 2.3) [Barrett 1940; Langford 1978; Rosen 1994; Hughes 1996; Hansen 2007].

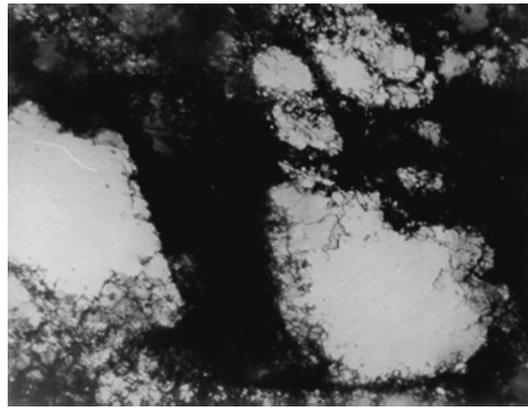


Abb. 2.3: Gefüge eines 10% gewalzten  $\{112\}\langle 111 \rangle$ -Kupfer-Einkristalls mit ungleichmäßiger Zellgrößenverteilung [Gottstein 1998].

Insbesondere wurde gefunden, dass die Versetzungsanordnungen, aus denen die Zellstruktur aufgebaut wird, in zwei Typen unterteilt werden können. Zum einen werden die Zellblöcke (cell blocks, CB), die eine oder mehrere Zellen enthalten können, von kontinuierlichen, so genannten „geometrically necessary boundaries (GNBs)“ umschlossen, die somit also Kristallite voneinander trennen, die sich mit einer unterschiedlichen Auswahl an Gleitsystemen und/oder bei unterschiedlichen Spannungen verformen. Zum anderen sind die einzelnen Zellen von „incidental dislocation boundaries“ (IDBs) umgeben, wie es schematisch in Abb. 2.4 dargestellt wird (Abb. 2.4) [Hughes 1996; Hughes 1998].

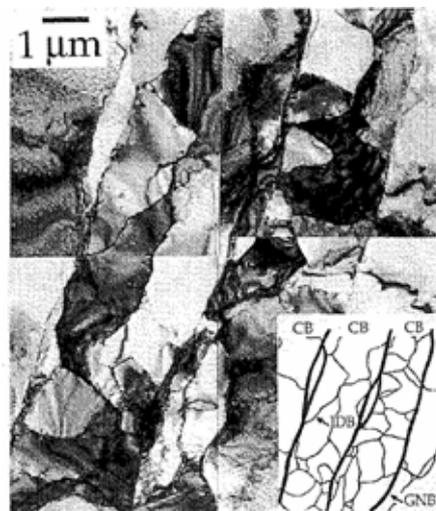


Abb. 2.4: TEM-Aufnahme von Reinaluminium gestaucht zu einem Umformgrad von  $\epsilon=0.6$  [Hughes 1998].

Die Ausprägung der Zellstruktur hängt stark vom Material und den gewählten Umformbedingungen ab. So nimmt mit steigender Umformtemperatur die Zellwanddicke stetig ab, die in scharfe Subkorn Grenzen übergehen können. Mit steigendem Umformgrad wird die Abnahme der Zellgröße beobachtet, die Orientierungsunterschiede zwischen den Zellen nehmen hingegen zu (Abb. 2.5) [Sevillano 1980].

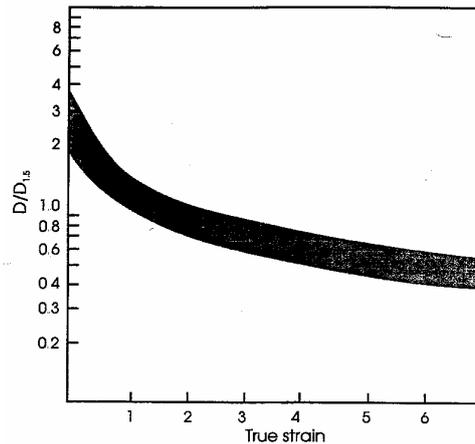


Abb. 2.5: Abnahme der mittleren Zell-/Subkorngröße als Funktion der Dehnung für Al, Cu, Fe, Ni, Cr, Nb [Sevillano 1980].

Dabei wurde von Hughes et al. [Hughes 1997] festgestellt, dass die Desorientierung entlang von GNB größer ist und mit steigender Verformung im Vergleich zu IDB schneller zunimmt (Abb. 2.6), was Hughes et al. in einem einfachen Potenzgesetz formuliert haben

$$\theta \sim k \varepsilon^n \quad (2.4)$$

wobei  $\theta$  die mittlere Desorientierung,  $\varepsilon$  der Umformgrad und  $k$  eine material- und prozessabhängige Konstante darstellen. Der Exponent  $n$  wurde dabei zu  $2/3$  für GNB und  $1/2$  für IDB bestimmt (Abb. 2.6). Mit

$$\frac{D\theta}{b} = \text{const} \quad (2.5)$$

wobei  $D$  der mittlere Abstand zwischen den Versetzungsanordnungen und  $b$  der Burgersvektor sind [Hansen 1986; 1995], folgt dann mit Gl. 2.4 für den mittleren Abstand bzw. Zellgröße

$$D = K \varepsilon^{-n} \quad (2.6)$$

( $K$ -Konstante) und verdeutlicht somit die Abnahme der mittleren Zell-/Subkorngröße mit zunehmender Verformung (Abb. 2.5).

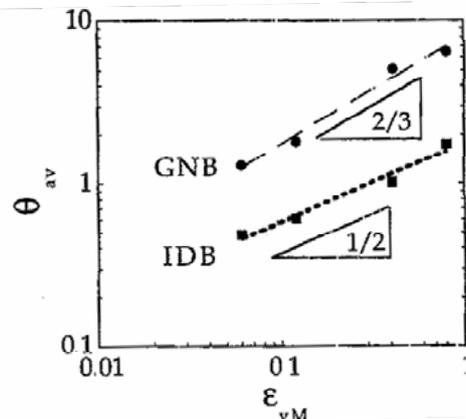


Abb. 2.6: Zunahme der mittleren Desorientierung  $\theta$  mit steigender Verformung [Hughes 1997].

Somit entwickelt sich bei hoher Verformung im wesentlichen durch dynamische Erholungsprozesse aus einer anfänglichen Zellstruktur eine lamellare Struktur, die aus Subkorn Grenzen, aber auch aus vielen Großwinkelkorn Grenzen bestehen kann [Hughes 1996]. Es soll allerdings an dieser Stelle angemerkt werden, dass die plastische Verformung nicht immer homogen abläuft, vielmehr kommt es bei höheren Verformungsgraden zur Bildung von Verformungsinhomogenitäten wie Scherbändern oder Deformationsbändern. Insgesamt kann durch hohe plastische Verformung schließlich eine „Kornfeinung“ des Gefüges erzielt werden (Kap. 2.3) [Hughes 1996].

Zur Ausbildung einer solchen Struktur sind mittlere bis hohe Umformgrade notwendig, die bereits mit herkömmlichen Verfahren wie Walzen, Drahtziehen, Strangpressen oder Torsion umgesetzt werden können [Bridgman 1952; Gudmundsson 1991; Rosen 1995; Hughes 1995]. Allerdings ist damit immer eine große Änderung der äußeren Probenabmessungen verbunden, die für viele Anwendungen nachteilig ist. In den letzten Jahren wurden jedoch die Verfahren der hochgradigen plastischen Verformung wiederentdeckt und weiterentwickelt, worauf ausführlich im Kapitel 2.4 eingegangen wird.

Letztlich sei an dieser Stelle noch angemerkt, dass bei hohen Temperaturen ein Material sich kontinuierlich bei Anliegen einer konstanten Last verformt, was als Kriechen bezeichnet wird. Dieses Verhalten kann zum einen auf Versetzungsbewegung (Klettern von Stufenversetzungen) zurückgeführt werden, zum anderen aber auch durch Diffusionsströme über das Volumen und/oder Korn Grenzen (Nabarro-Herring-Kriechen und Coble-Kriechen) verursacht werden. Welche Prozesse zum Einsatz kommen hängt von vielen Faktoren wie Temperatur, Belastung sowie Materialgrößen (Schubmodul, Diffusionskonstante, Korngröße) ab. Während der Hochtemperaturverformung bilden sich zunächst Substrukturen bestehend aus Netzwerken von Kleinwinkelkorn Grenzen aus. Diese Subkornbildung ist nichts anderes als ein Erholungsprozess (s. Kap. 3) und ist der Zellbildung bei Kaltverformung ähnlich. Jedoch sind die Subkorn Grenzen bei der Warmumformung wesentlich regelmäßiger und schärfer ausgeprägt. Im weiteren Verlauf der Verformung findet eine Vergrößerung dieser Substruktur statt, bis ein stationärer Zustand erreicht wird. Da dieser spannungsabhängig ist, ergibt sich für die mittlere Subkorngröße  $d_s$  (in einphasigen Werkstoffen)

$$d_s \sim Gb/\sigma \quad (2.7)$$

mit  $G$ -Schubmodul,  $b$ -Burgersvektor und  $\sigma$ -Spannung. Dieses strukturelle Gleichgewicht mit stationären Werten von Subkorngröße und Versetzungsdichte fällt mit dem makroskopischen

Zustand stationärer Verformung zusammen ( $\dot{\epsilon} = \text{const}$  für  $\sigma = \text{const}$ ,  $T = \text{const}$ ) [Ilschner 1973]. Neben dem Kriechverhalten kann bei Hochtemperaturverformung auch dynamische Rekristallisation auftreten (s. Kap. 3) und das Aussehen der Mikrostruktur stark beeinflussen.

### 2.3 Kornfeinung bei plastischer Verformung

Wie bereits angesprochen, führt die Verformung bei mittleren bis hohen Umformgraden zu entscheidenden Veränderungen in der Mikrostruktur sowie Textur des Materials. Die Mikrostruktur entwickelt sich von einer Zellstruktur zu einer lamellaren Struktur bestehend aus Subkorn Grenzen und Großwinkelkorn Grenzen, also Korn Grenzen mit einer Desorientierung größer als  $15^\circ$ . Die letzteren stammen zum Teil noch aus dem unverformten Zustand, zum größten Teil aber werden diese während der Verformung gebildet. Während der plastischen Verformung wird eine hohe Versetzungsdichte in das Material eingebracht und es findet eine Versetzungsumordnung statt, wodurch ein Netzwerk aus Korn- bzw. Subkorn Grenzen entsteht und somit schließlich eine „Kornfeinung“ des Gefüges erfolgt [Hughes 1996]. Diese Kornfeinung ist Ziel der zahlreichen Verfahren der hochgradigen plastischen Verformung, die im Kapitel 2.4 vorgestellt werden. Denn die Korngröße ist direkt mit der Festigkeit des Materials korreliert (Hall-Petch-Beziehung) [Hall 1951; Petch 1953]

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (2.8)$$

mit  $\sigma$ -Streckgrenze des Materials,  $k_y$ -Hall-Petch-Konstante und  $D$ -Korngröße des Materials.

Zum anderen gewinnen mit abnehmender Kristallitgröße die Grenzflächeneigenschaften zunehmend an Bedeutung. Jedoch sei bereits an dieser Stelle angemerkt, dass die durch hochgradige plastische Verformung entstehenden Kristallite nicht nur durch Großwinkelkorn Grenzen voneinander getrennt sind, sondern vielmehr durch Wände endlicher Dicke, die sich am besten als Versetzungsanordnungen (s. Kap. 2.2) beschreiben lassen [Stüwe 2005].

### 2.4 Hochgradige plastische Verformung

Ultrafeinkörnige (UFG) Werkstoffe mit einer Korngröße im Bereich von ca. 100 nm bis zu 1  $\mu\text{m}$  haben in den letzten Jahren zunehmend an wissenschaftlichem wie auch technologischem Interesse gewonnen. Diese Werkstoffe zeichnen sich besonders durch ihre verbesserten mechanischen Eigenschaften aus. Die deutliche Steigerung der Streckgrenze bietet die Möglichkeit zur Herstellung hochfester Werkstoffe. Des Weiteren sind diese Materialien potentiell

superplastisch und eignen sich daher zur einfachen Herstellung komplex geformter Gegenstände. Durch hochgradige plastische Verformung können auch Werkstoffe mit verbesserten Ermüdungs- und Kriechverhalten hergestellt werden [Agnew 1998; Vinogradov 1998; Furukawa 1998; Agnew 1999; Valiev 2000; Höppel 2002; Gabor 2007; Niendorf 2007].

UFG-Werkstoffe lassen sich mit sehr unterschiedlichen Verfahren herstellen. Zum einen können diese durch Konsolidierung von feinsten Pulvern erzeugt werden. Allerdings lassen sich dabei die Restporosität sowie die Verunreinigungen im Material kaum vermeiden, so dass das volle Potential von diesen feinen Strukturen nicht vollständig ausgeschöpft werden kann. Zum anderen können dichte massive UFG-Proben durch hochgradige plastische Verformung, so genannte Severe Plastic Deformation (SPD), hergestellt werden, deren Ursprung bereits in den fünfziger Jahren liegt [Bridgman 1952]. In den letzten Jahren wurden die zahlreichen SPD-Verfahren wiederentdeckt und weiterentwickelt. Dabei wird das Material durch eine wiederholte Umformung hochgradig verformt, wodurch eine wesentliche Kornfeinung des Materials erzielt wird, die schließlich einen Einfluss auf die mechanischen, aber auch thermischen Eigenschaften des Materials ausübt (Kap. 2.3).

#### **2.4.1 Verfahren der hochgradigen plastischen Verformung**

Mittlere bis hohe Umformgrade können mit herkömmlichen Umformverfahren wie z.B. Walzen leicht erzielt werden. Allerdings ist damit immer eine Änderung der äußeren Probengeometrie verbunden, was die gewünschte hochgradige Verformung aufgrund der abnehmenden Probenabmessungen auf Foliendicke stark einschränkt [Wang 2002]. Die ersten Arbeiten auf dem Gebiet der hochgradigen plastischen Verformung kommen bereits aus den fünfziger Jahren und können auf die klassische Arbeit von Bridgman [Bridgman 1952] zurückgeführt werden. Dabei wurden scheibenförmige Proben gestaucht und gleichzeitig auf Torsion belastet. In den letzten Jahren wurden viele SPD-Verfahren entwickelt und verfeinert. Die meist verwendeten davon sind Equal Channel Angular Pressing (ECAP), High Pressure Torsion (HPT) und Accumulative Roll Bonding (ARB). Das letzte Verfahren – massives Kaltwalzen mit Kontaktschweißung - stellt eine technologisch sehr interessante Möglichkeit zur Erzeugung ultrafeinkörniger Mikrostrukturen in Blechwerkstoffen dar (Abb. 2.7) [Saito 1998; Saito 1999; Tsuji 2003].

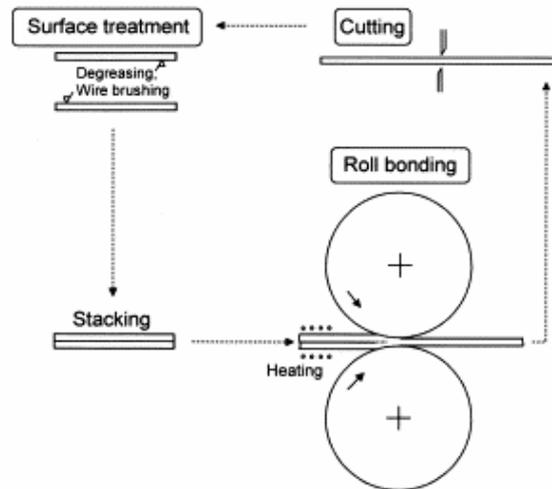


Abb. 2.7: Schematische Darstellung von Accumulative Roll Bonding (ARB) [Saito 1998].

Beim HPT-Verfahren werden scheibenförmige Proben mit einem Durchmesser von 10 bis 20 mm und Dicken von 0.2 bis 2 mm gleichzeitig sowohl einem hohen hydrostatischen Druck als auch einer starken Torsionsbeanspruchung ausgesetzt. Der Druck wird über einen rotierenden Stempel aufgebracht, wodurch starke Reibungskräfte entstehen, und es zu einer Scherverformung der Probe kommt (Abb. 2.8a). Damit lassen sich ultrafeinkörnige Proben mit einer Korngröße von etwa 100 nm herstellen. Allerdings ist die Probengröße von HPT-Proben sehr gering, wodurch die Anwendung solcher Materialien sehr stark eingeschränkt wird [Valiev 1997; Estrin 2002; Valiev 2004]. Mit ECAP dagegen ist es möglich, deutlich größere Proben herzustellen. Die in dieser Arbeit untersuchten UFG-Proben wurden im ECAP-Verfahren umgeformt. Deshalb wird im Folgenden näher auf dieses Verfahren eingegangen.

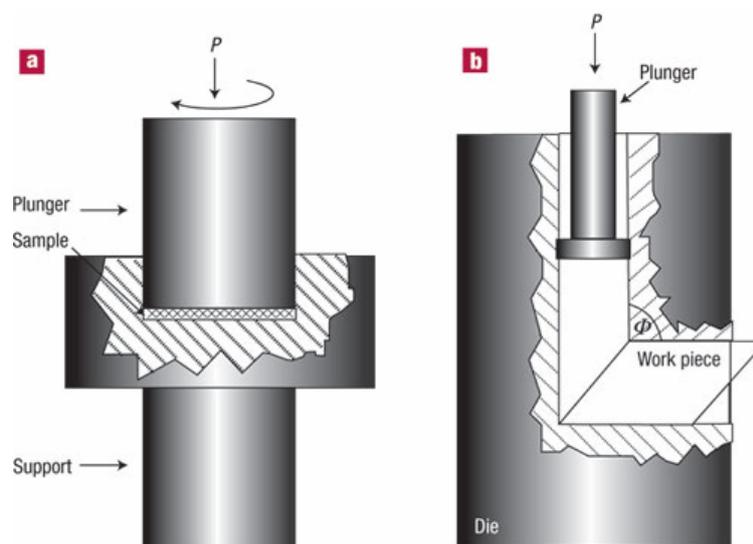


Abb. 2.8: Schematische Darstellung von a) High Pressure Torsion (HPT) und b) Equal Channel Angular Pressing (ECAP) [Valiev 2004].

### 2.4.2 ECAP-Verfahren

Beim ECAP-Verfahren wird das Werkstück in einer Pressmatrize durch einen gewinkelten Kanal gedrückt (Abb. 2.8b, 2.9). In der Schnittebene der beiden Kanalhälften wird dabei auf das Werkstück eine starke Scherverformung ausgeübt.

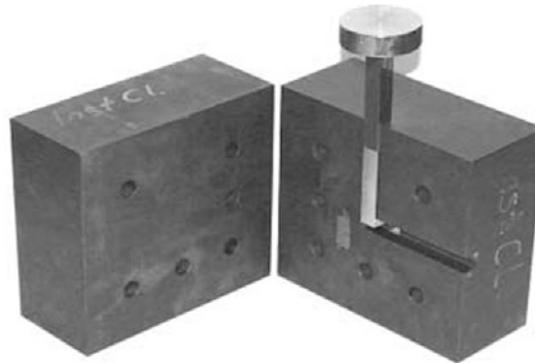


Abb. 2.9: Geöffnete ECAP-Matrize mit Kupferprobe [Estrin 2002].

Da die Geometrie des Werkstücks während des Umformvorgangs nahezu unverändert bleibt, kann der Vorgang beliebig oft wiederholt werden und somit eine hohe Verformung in das Material eingebracht werden, die schließlich zu der gewünschten Kornfeinung des Gefüges führt. Da die Probe zwischen den einzelnen Pressdurchgängen immer wieder neu in die Matrize eingeführt wird, ergibt sich die Möglichkeit, diese zwischen den Durchgängen zu drehen. So können verschiedene Verformungspfade erzeugt werden, die in Abb. 2.10 dargestellt sind. Durch verschiedene Drehungen lassen sich die Routen A, B<sub>a</sub>, B<sub>c</sub> und C unterscheiden. Bei der Route A wird die Probe zwischen den Durchgängen nicht gedreht. Bei der Route B wird das Werkstück um 90° um seine Längsachse gedreht. Dabei wird die Drehrichtung bei Route B<sub>a</sub> nach jedem Durchgang umgekehrt und bei Route B<sub>c</sub> konstant gehalten. Und schließlich bei der Route C wird die Probe um 180° um ihre Längsachse gedreht. Die unterschiedlichen Verformungspfade bedingen in der Probe unterschiedliche Scherebenen und haben somit einen starken Einfluss auf die Textur- sowie Mikrostrukturentwicklung des Materials [Furu-kawa 1998]. Weitere Parameter, die die späteren Eigenschaften des Materials maßgeblich beeinflussen, sind neben der Route und Anzahl der ECAP-Durchgängen der äußere Winkel  $\Phi$  (Abb. 2.8b) und der innere Winkel  $\Psi$  des Presskanals, der die Krümmung am äußeren Schnittpunkt der beiden Kanäle definiert, die Umformtemperatur, die Pressgeschwindigkeit sowie das Ausgangsmaterial. Die ECAP-Matrize kann mit einem runden oder eckigen Kanalquerschnitt ausgeführt werden. Der Vergleichsumformgrad beträgt pro Durchgang

$$\varepsilon_v = \frac{2}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (2.9)$$

Mit einem Matrizenöffnungswinkel von  $90^\circ$  ergibt sich daraus  $\varepsilon_v = 1.15$ , welches einer Höhenabnahme von etwa 70 % entspricht.

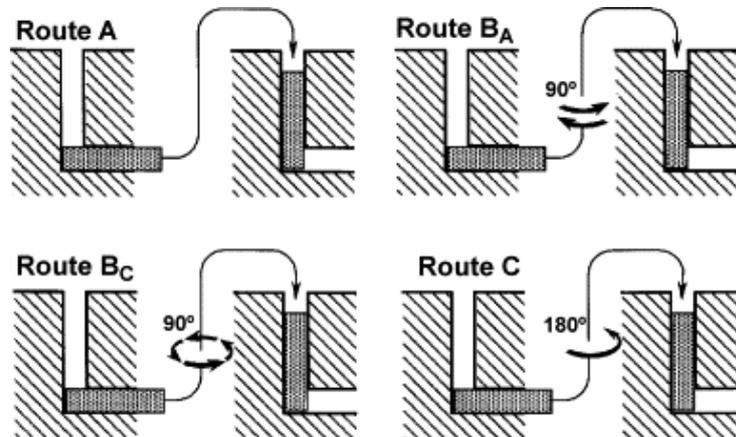


Abb. 2.10. Verschiedene ECAP-Prozessrouten [Langdon 2007].

#### 2.4.2.1 Mikrostrukturentwicklung bei ECAP

Wird das Material in ECAP umgeformt, so kommt es zunächst zur Fragmentierung von Körnern durch Bildung von Zellen bzw. Subkörnern. Solche langgestreckte zellartige Strukturen bilden sich bereits nach einem ECAP-Durchgang aus. Dabei richten sie sich so aus, dass ihre Längsachse parallel zum primären Gleitsystem liegt [Iwahashi 1998; Fukuda 2006; Langdon 2007]. Die Desorientierung der einzelnen Zellen beträgt dabei nur wenige Grad. Im Laufe weiterer Umformung durch das Einbringen weiterer Versetzungen kommt es zu größeren Desorientierungen - der Anteil an Großwinkelkorn Grenzen nimmt beträchtlich zu. Es wird eine deutliche Kornfeinung des Gefüges erzielt. Allerdings sind die Kornfeinung sowie die Homogenität des Gefüges sehr stark von der gewählten ECAP-Route abhängig. So wird berichtet, dass die Route B<sub>c</sub> zu einer schnelleren Kornfeinung mit einer äquiaxialen Kornstruktur führt [Furukawa 2002]. Um diese Entwicklung zu verstehen, wurden von Furukawa et al. die theoretischen Verformungsebenen für verschiedene ECAP-Routen aufgestellt. Die Abb. 2.11 zeigt diese für unterschiedliche Ebenen der ECAP-Probe sowie Routen A, B<sub>c</sub> und C. Für die effektive Kornfeinung sowie globulares Gefüge ist die Verformung auf allen drei Ebenen notwendig. Dies ist nur für die Route B<sub>c</sub> gegeben (Abb. 2.11). Zum anderen erweist sich der weite Winkelbereich ( $\eta$ ), in dem auf jeder Probenfläche Versetzungsgleiten auftritt, als besonders vorteilhaft (Tabelle 2.1). Die mittlere Korngröße, die sich schließlich nach mehreren ECAP-Durchgängen einstellt, wird bereits im ersten Durchgang bestimmt und entspricht der Breite der langgestreckten Subkörner [Langdon 2007].

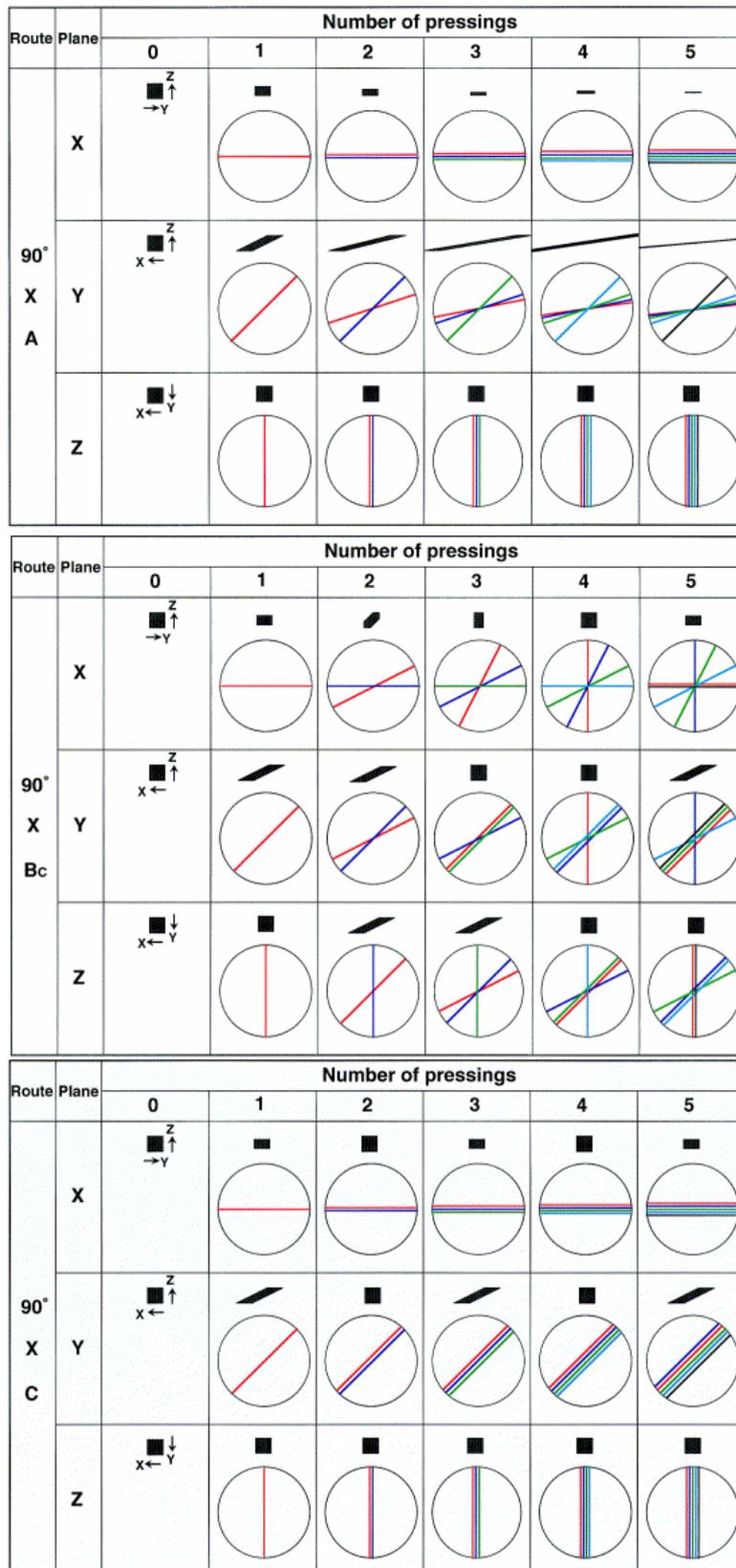


Abb. 2.11: Verformungsmuster auf den Ebenen X (Pressrichtung), Y (Querrichtung) und Z (Normalenrichtung) für die Routen A, B<sub>c</sub> und C bis zu 5 ECAP-Durchgängen mit einem Matrizenöffnungswinkel  $\Phi=90^\circ$  [Furukawa 2002].

Tabelle 2.1: Winkelbereich für Gleiten unter Anwendung verschiedener ECAP-Routen bis zu 4 Durchgängen [Langdon 2007].

ECAP-Route	Durchgangzahl	Winkelbereich, $\eta$ (°)		
		X	Y	Z
A	2	0	27	0
	3	0	34	0
	4	0	37	0
B <sub>C</sub>	2	27	18	45
	3	63	18	63
	4	90	63	63
C	2	0	0	0
	3	0	0	0
	4	0	0	0

#### 2.4.2.2 Texturentwicklung bei ECAP

Da beim ECAP-Verfahren die Verformung im Wesentlichen durch Scherung stattfindet, sollen hier kurz die Schertexturkomponenten vorgestellt werden. Dabei lassen sich in kfz Metallen typischerweise zwei Fasern – A- und B-Faser oder auch  $\gamma$ -Faser und fcc-Scherfaser genannt – unterscheiden. Die dazugehörigen Texturkomponenten sind in Tabelle 2.2 dargestellt.

Die Texturkomponenten, die in ECAP-Texturen auftreten, entsprechen hauptsächlich den Schertexturkomponenten, auch wenn leichte Abweichungen von den idealen Lagen zu erkennen sind (Abb. 2.13). An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass die Scherung wie bereits beschrieben in der Schnittebene der beiden Kanalhälften, also  $45^\circ$  zur Pressrichtung geneigt stattfindet (Abb. 2.12). Die ECAP-Textur wird allerdings im x-y-z-Koordinatensystem dargestellt, so dass die Schertextur (Tabelle 2.2) vom  $x'-y'-z'$ - in das x-y-z- Koordinatensystem überführt werden muss. Dies entspricht einer  $45^\circ$ -Rotation um die Querrichtung und impliziert eine  $45^\circ$ -Verschiebung der idealen Schertexturkomponenten entlang von  $\phi_1$  in der OVF. Die Abb. 2.13 und Tabelle 2.3 zeigen die so entstandenen idealen ECAP Texturlagen.

Tabelle 2.2: Typische Schertexturkomponenten (kfz) [Tóth 2004].

Lage	Miller- Indizes
A	$(11\bar{1})[1\bar{1}0]$
$\bar{A}$	$(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}10]$
B	$(11\bar{2})[1\bar{1}0]$
$\bar{B}$	$(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}10]$
C	$(100)[0\bar{1}1]$
$A_1^*$	$(11\bar{1})[2\bar{1}1]$
$A_2^*$	$(1\bar{1}1)[\bar{2}\bar{1}1]$
{111} Faser	{111}<uvw>
<110> Faser	{hkl}<110>

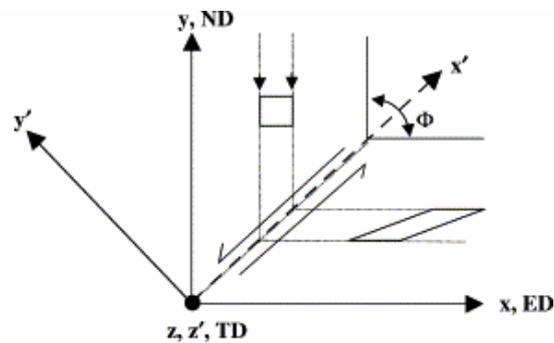


Abb. 2.12: Probenkoordinatensystem bei ECAP mit ED-Pressrichtung, ND-Normalenrichtung und TD-Querrichtung [Tóth 2004].

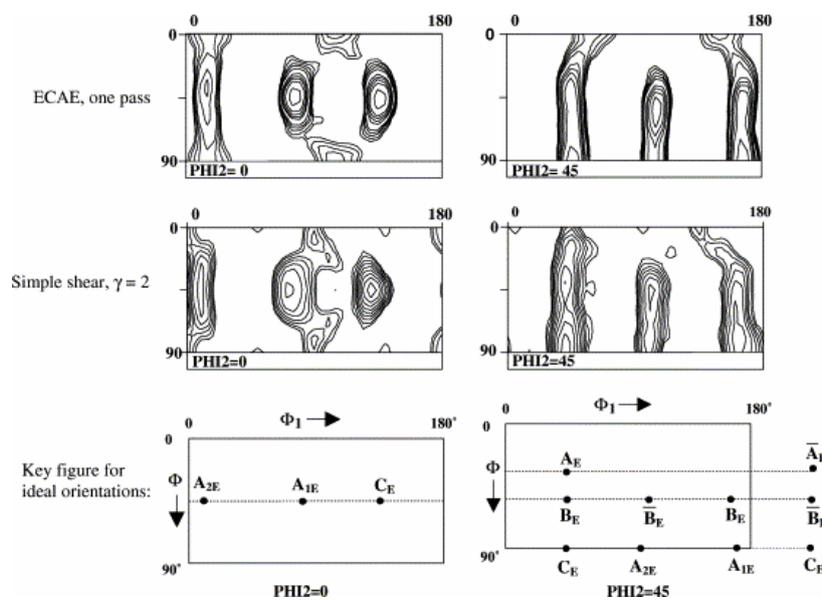


Abb. 2.13: Vergleich von ECAP- und Schertextur [Tóth 2004].

Tabelle 2.3: ECAP-Texturkomponenten in kfz-Metallen.

Lage	Eulerwinkel $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$
$A_E$	45°; 35,26°; 45°
$\bar{A}_E$	225°; 35,26°; 45°
$B_E$	45°; 54,74°; 45° 165°; 54,74°; 45° 285°; 54,74°; 45°
$\bar{B}_E$	105°; 54,74°; 45° 225°; 54,74°; 45° 345°; 54,74°; 45°
$C_E$	135°; 45°; 0° 315°; 45°; 0° 45°; 90°; 45° 225°; 90°; 45°
$A_{1E}^*$	80,26°; 45°; 0° 260,26°; 45°; 0° 170,26°; 90°; 45° 350,26°; 90°; 45°
$A_{2E}^*$	9,74°; 45°; 0° 189,74°; 45°; 0° 99,74°; 90°; 45° 279,74°; 90°; 45°
{111}- / A-Faser	{111} <uvw>
<110>- / B-Faser	{hkl} <110>

Zur Entwicklung der Textur während der ECAP-Verformung finden sich nur wenige Publikationen. Die darin dargestellten Ergebnisse sind zudem oft widersprüchlich. Für die Route A fanden Suwas et al. heraus, dass nach mehreren ECAP-Durchgängen die  $A_{1E}^*$ -Komponente die dominierende in Aluminium sowie Kupfer war. In Silber dagegen bildeten  $B_E$ -Komponenten die stärksten Lagen [Suwas 2005a]. Skrotzki et al. stellten ebenfalls eine Abhängigkeit der ECAP-Textur von der Stapelfehlerenergie des Materials fest [Skrotzki 2005]. Dabei verschieben sich die ECAP-Texturkomponenten entsprechend der Änderung der Schertextur mit abnehmender Stapelfehlerenergie von C über  $A_{1E}^*$  zu B [Bacroix 1988]. Werenskiold und Roven untersuchten die Texturentwicklung einer kommerziellen 6082 Aluminiumlegierung (AlMgSi). Nach 8 Durchgängen in Route A wies dabei die Textur eine starke  $B_E$ -Orientierung gefolgt von  $A_{1E}^*$ - und C-Komponenten auf [Werenskiold 2005]. Für die Route B<sub>c</sub> beschrieben Suwas et al. die  $B_E$ -Orientierungen als die stärksten in kommerziell reinem

Aluminium [Suwas 2005b]. Dagegen stellten Li et al. die maximale Texturintensität nah der  $A_{1E}^*$ -Komponente für die in Route B<sub>c</sub> verformten Aluminium- und Kupferproben fest [Li 2005].

Eine systematische Untersuchung der Texturentwicklung in Kupfer- und Aluminium-Werkstoffen während der ECAP-Verformung ist Gegenstand der vorliegenden Arbeit.

### **2.4.2.3 Mikrostruktur- und Texturentwicklung bei anschließender Glühung**

Der Zustand der ultrafeinkörnigen Materialien ist meist aufgrund der hohen Versetzungsdichte und vielen Verformungsinhomogenitäten sehr weit vom thermischen Gleichgewicht entfernt, weshalb diese Materialien thermisch instabil sind. Eine stabile UFG-Mikrostruktur ist aber eine grundlegende Voraussetzung für potentielle Anwendungen solcher Werkstoffe. Publikationen zur thermischen Stabilität von durch starke plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien sind sehr rar. Dabei wurde oft über das Auftreten einer bimodalen Struktur während einer an die Umformung anschließenden Glühbehandlung berichtet. Jedoch blieb es weitestgehend ungeklärt, ob diese mikrostrukturelle Veränderung auf diskontinuierliches Kornwachstum oder diskontinuierliche Rekristallisation zurückzuführen ist [Morris 2002; Vinogradov 2002; Cao 2003; Yu 2004; Poortmans 2004; Cerri 2005; Cao 2006; Takayama 2008]. Diese Information ist aber von außerordentlicher Bedeutung für die physikalische Deutung der Phänomene und somit auch ihre technische Beeinflussung.

Veröffentlichungen zur Texturentwicklung während einer anschließenden Wärmebehandlung sind noch seltener zu finden. Ferrasse et al. fanden generell eine Abschwächung der typischen ECAP-Textur im Laufe der Glühung [Ferrasse 2004].

Insgesamt lässt sich feststellen, dass die thermische Stabilität von UFG-Materialien, die für industrielle Anwendungen von entscheidender Bedeutung ist, bis jetzt weitgehend unerforscht blieb. Die vorliegende Arbeit soll letztlich Auskunft darüber liefern, unter welchen Bedingungen optimale thermische Stabilität erzielt werden kann und welche Mechanismen die mikrostrukturellen Änderungen beherrschen.



### 3 Entfestigungsprozesse

Die Mikrostruktur sowie die mechanischen Eigenschaften eines verformten Materials werden stark durch die im Anschluss an die Umformung stattfindende Glühbehandlung beeinflusst. Die Festigkeit nimmt dabei im Gegensatz zu der zunehmenden Verformbarkeit ab. Im Folgenden sollen die wichtigsten Entfestigungsmechanismen vorgestellt werden, die bei einer Wärmebehandlung verformter Metalle auftreten können.

#### 3.1 Erholung und Rekristallisation

Mit der primären statischen Rekristallisation, oder auch diskontinuierliche Rekristallisation genannt, wird eine Gefügeneubildung bei der Glühbehandlung verformter Metalle bezeichnet. Dieser Vorgang wird durch Keimbildung und Keimwachstum charakterisiert und vollzieht sich über die Entstehung und Bewegung von Großwinkelkorngrenzen, wodurch die verformte Struktur beseitigt wird. Dabei wird zunächst die Bildung kleiner versetzungsarmer Körner beobachtet, die im Laufe der Glühung auf Kosten des verformten Gefüges wachsen bis dieses vollständig aufgezehrt ist (Abb. 3.1).

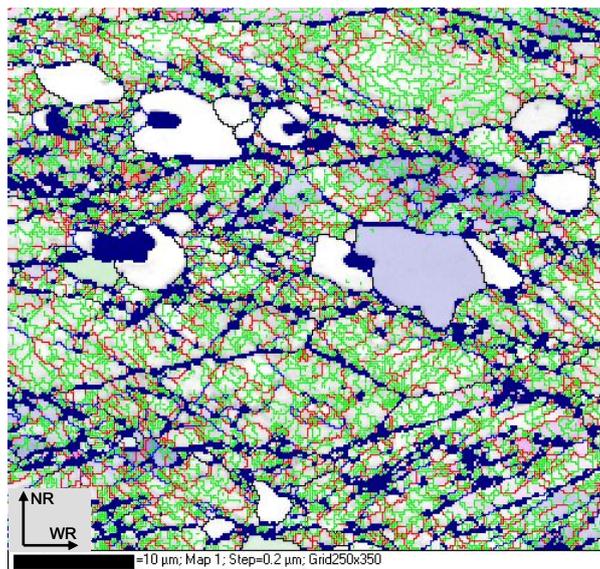


Abb. 3.1: Anfangsstadium der diskontinuierlichen Rekristallisation einer 41% kaltgewalzten AlMgMn-Legierung gegläht bei 300°C für 70s. Die dünnen Linien stellen Kleinwinkelkorngrenzen dar.

Die treibende Kraft für die diskontinuierliche Rekristallisation liegt in der Verformungsenergie, die in den Versetzungen gespeichert ist, und lässt sich herleiten zu

$$p = \frac{1}{2} \rho G b^2 \quad (3.1)$$

mit  $p$  - treibende Kraft,  $\rho$  - Versetzungsdichte,  $G$  - Schubmodul und  $b$  - Burgersvektor.

Die diskontinuierliche Rekristallisation ist von der Erholung zu unterscheiden, bei der lediglich eine Versetzungsumordnung sowie ein Abbau der Versetzungsdichte stattfindet und keine Wanderung von Korngrenzen erfolgt. Die Erholung ist auf das Quergleiten von Schraubenversetzungen und Klettern von Stufenversetzungen zurückzuführen. Dabei können sich die Versetzungen gegenseitig auslöschen, was insgesamt in einer Abnahme der Versetzungsdichte resultiert. Zudem entstehen bei der Erholung ganz spezielle Versetzungsmuster - Netzwerke aus Kleinwinkelkorngrenzen - was auch Polygonisation genannt wird. Klettern von Stufenversetzungen sowie Quergleiten von Schraubenversetzungen hängen sehr stark von der Stapelfehlerenergie des Materials ab. Mit steigender Stapelfehlerenergie werden beide Prozesse begünstigt. So neigen Materialien mit hoher Stapelfehlerenergie wie Aluminium sehr stark zur Erholung, während z.B. Silber, bekannt für die sehr niedrige Stapelfehlerenergie und die damit verbundene hohe Aufspaltungsweite der Versetzungen, kaum eine Tendenz zur Erholung zeigt. Bei einer sehr starken Erholung können nicht nur Kleinwinkelkorngrenzen, sondern sogar Großwinkelkorngrenzen entstehen. Es findet also eine „Gefügeneubildung“ statt, allerdings ohne Wanderung von Großwinkelkorngrenzen. Dieser Vorgang wird als Rekristallisation in-situ oder auch kontinuierliche Rekristallisation bezeichnet.

Neben der primären statischen (diskontinuierlichen) Rekristallisation und statischen Erholung gibt es die dynamische Rekristallisation sowie dynamische Erholung. Diese Prozesse laufen, wie der Name schon andeutet, bereits während der Umformung ab. So tritt die dynamische Rekristallisation bei der Warmumformung auf ( $T > 0.5 T_S$ ) und äußert sich durch das Auftreten von einem oder mehreren Fließspannungsmaxima (Abb. 3.2).

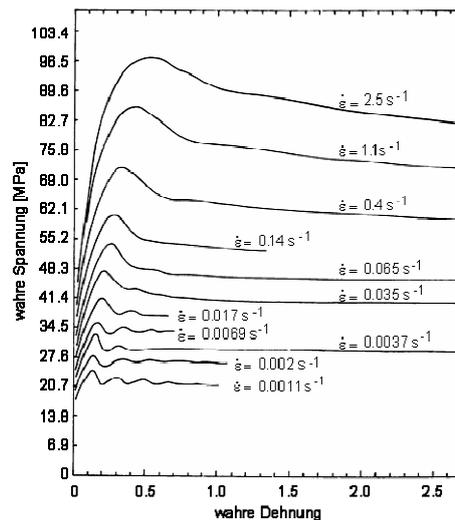


Abb. 3.2: Torsionsfließkurven eines Kohlenstoffstahls bei 1100 °C und verschiedenen Dehngeschwindigkeiten [Rossard 1960].

Die Erholung führt grundsätzlich zu ähnlichen Eigenschaftsänderungen wie die diskontinuierliche Rekristallisation (z.B. Härteabnahme), allerdings ist die Kinetik der beiden Vorgänge völlig unterschiedlich. Die Erholung setzt bereits bei kleinen Glühzeiten ein und nimmt mit der Zeit ab, während die Rekristallisation zunächst eine Inkubationsphase benötigt und dann rasch abläuft (Abb. 3.3).

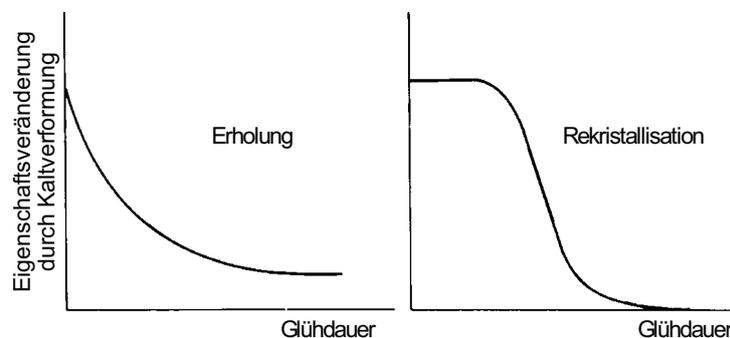


Abb.3.3: Schematischer Verlauf von der Erholung (links) und der diskontinuierlichen Rekristallisation (rechts) in Abhängigkeit von der Glühzeit [Gottstein 1998].

Diese Inkubationsphase ist darauf zurückzuführen, dass die Keimbildung zunächst „aktiviert“ werden muss. Generell müssen zur Rekristallisationskeimbildung drei Kriterien erfüllt werden (Abb. 3.4). Zum einen muss ein Keim eine kritische Größe  $r_c$  haben, so dass die Vergrößerung des Keims zu einer Verringerung der freien Enthalpie führt (thermodynamische Instabilität)

$$r_c = \frac{2\gamma}{p} = \frac{4\gamma}{\rho G b^2} \quad (\gamma - \text{Grenzflächenenergie}) \quad (3.2)$$

Da die Keimbildungsrate durch thermische Fluktuation zu gering ist, sollte ein Keim überkritischer Größe bereits im verformten Gefüge präexistieren, z.B. als Zelle oder Subkorn. Zum

anderen muss ein lokales Ungleichgewicht der treibenden Kraft vorhanden sein, damit die Korngrenze eine definierte Bewegungsrichtung erhält (mechanische Instabilität). Ein lokales Ungleichgewicht der treibenden Kraft kann durch eine inhomogen verteilte Versetzungsdichte oder durch eine lokal unterschiedliche Subkorngröße gegeben sein.

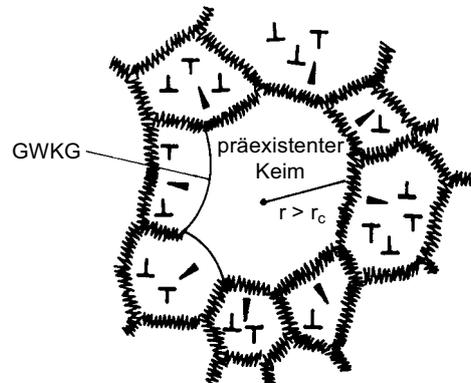


Abb. 3.4: Schematische Darstellung eines wachstumsfähigen Rekristallisationskeimes in einem verformten Gefüge [Gottstein 1998].

Letztlich muss die Grenzfläche des Keims beweglich sein, wodurch die Forderung nach einer Großwinkelkorngrenze entsteht (kinetische Instabilität). Die Erfüllung aller dieser drei Kriterien setzt eine lokale Umordnung von Versetzungen voraus und macht deutlich, dass die Keimbildung immer mit Erholungsvorgängen verknüpft ist, was sich schließlich in der Inkubationsphase der diskontinuierlichen Rekristallisation bemerkbar macht. Auf der anderen Seite setzt die Erholung durch die Verringerung der Versetzungsdichte die treibende Kraft für die diskontinuierliche Rekristallisation ab. Deshalb kann in Materialien, die stark zur Erholung neigen wie z.B. in reinem Aluminium, durch starke vorhergehende Erholung die diskontinuierliche Rekristallisation behindert oder sogar ganz unterdrückt werden.

Die Kinetik der diskontinuierlichen Rekristallisation wird durch die thermische Aktivierung von Keimbildung und Keimwachstum bestimmt. Die Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK)-Gleichung liefert hierzu die quantitative Beschreibung [Johnson 1939; Avrami 1940]

$$X = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{t}{t_R}\right)^q\right\} \quad (3.3)$$

mit  $X$  - rekristallisierter Volumenbruchteil,  $t_R$  - Rekristallisationszeit ( $X(t_R) = 0.63$ ) und  $q$  - Zeitexponent. Unter der Annahme des isotropen Wachstums, homogener Keimbildung und konstanten Wachstumsgeschwindigkeit  $v$  und Keimbildungsgeschwindigkeit  $\dot{N}$  ergibt sich

$$X = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} \dot{N} v^3 t^4\right) \quad (3.4)$$

Mit

$$v = v_0 \exp(-Q_v / kT) \quad (3.5)$$

$$\dot{N} = \dot{N}_0 \exp(-Q_{\dot{N}} / kT) \quad (3.6)$$

( $Q_v$ -Aktivierungsenergie des Keimwachstums und  $Q_{\dot{N}}$ -Aktivierungsenergie der Keimbildung)

folgt

$$t_R \sim \exp\left(\frac{Q_{\dot{N}} + 3Q_v}{4kT}\right) \quad (3.7)$$

oder

$$t_R \sim \exp\left(\frac{Q_R}{kT}\right) \quad (3.8)$$

wobei  $Q_R$  als die scheinbare Aktivierungsenergie der primären Rekristallisation bezeichnet wird.

### 3.2 Kornvergrößerung

Im Anschluss an die diskontinuierliche Rekristallisation kann bei fortgesetzter Glühung Kornvergrößerung auftreten. Dabei wird zwischen stetiger Kornvergrößerung, bei der der mittlere Korndurchmesser des Gefüges gleichmäßig zunimmt, und unstetiger Kornvergrößerung, bei der nur wenige Körner wachsen, unterschieden. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die unstetige Kornvergrößerung auch unter dem Namen sekundärer Rekristallisation bekannt ist. Die treibende Kraft für die Kornvergrößerung, ob stetig oder unstetig, liegt in der Krümmung der Korngrenze. Für die unstetige Kornvergrößerung gilt

$$p = \frac{3\gamma}{d} \quad (3.9)$$

mit  $\gamma$ -spezifische Korngrenzenenergie und  $d$ - Durchmesser der Körner.

Für die stetige Kornvergrößerung leitet sich die treibende Kraft zu

$$p = \frac{2\gamma}{R} \quad (3.10)$$

wobei  $R$  den Krümmungsradius der Korngrenze darstellt. Eine gekrümmte Korngrenze spürt immer eine Kraft zur Begradigung und bewegt sich deshalb in Richtung des Krümmungsmittelpunktes. Im Gegensatz dazu bewegen sich die Korngrenzen bei der diskontinuierlichen Rekristallisation überwiegend entgegen ihrer Krümmung. Diese Tatsache wird für die Inter-

pretation der Ergebnisse der vorliegenden Arbeit eine wichtige Rolle spielen. Wie im Kapitel 2 bereits angesprochen, wurde bei der Wärmebehandlung ultrafeinkörniger Materialien oft das Auftreten einer bimodalen Mikrostruktur beobachtet, die überwiegend auf die un stetige Kornvergrößerung zurückgeführt wurde. Allerdings kann eine solche Struktur auch aufgrund der diskontinuierlichen Rekristallisation entstehen. Die vorliegende Arbeit soll durch systematische Untersuchungen klären, welche Mechanismen und Gesetzmäßigkeiten diese mikrostrukturelle Änderung beherrschen.

## 4 Experimentelles

### 4.1 Ausgangsmaterial

In der vorliegenden Arbeit wurden zunächst die Reinkupfer-Proben (99.95 %) untersucht. Die Abb. 4.1 zeigt die Mikrostruktur und Makrotextur des Materials vor der ECAP Verformung. Es handelte sich um ein typisches rekristallisiertes Gefüge mit einer mittleren Korngröße von etwa 20  $\mu\text{m}$ . Die Textur des Ausgangsmaterials wies vorwiegend Würfellage auf, die eine typische Rekristallisationstexturkomponente darstellt (Abb. 4.1 b).

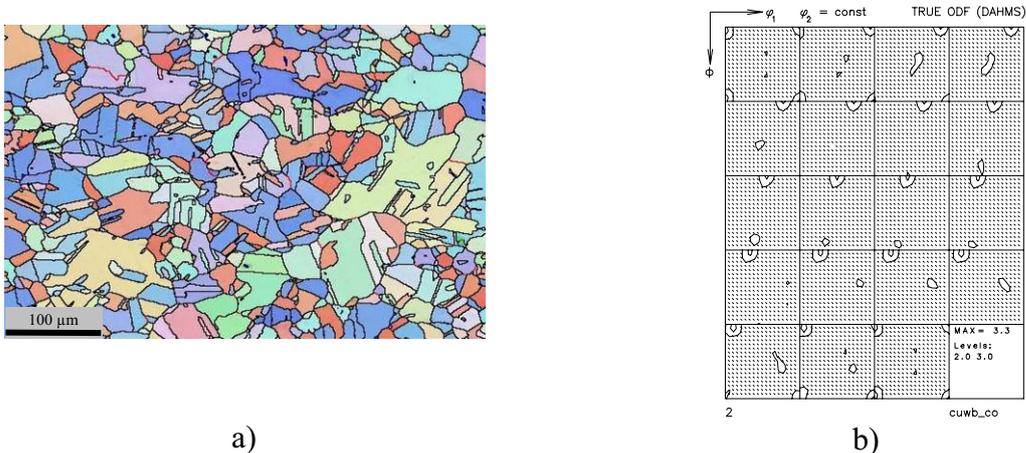


Abb. 4.1: Mikrostruktur (a) und Makrotextur (b) von Reinkupfer im Ausgangszustand.

Als weiteres Material wurde CuZr (0.17 % Zr) zur Untersuchung herangezogen. In Abb. 4.2 ist das Zustandsdiagramm von Cu-Zr dargestellt. Die Löslichkeit von Zirkonium in Kupfer ist sehr gering und beträgt 0.172 % bei einer Temperatur von 972  $^{\circ}\text{C}$ . Durch Zulegieren von Zirkonium zu Kupfer können verbesserte Materialeigenschaften erzielt werden. Schon eine sehr geringe Zr-Zugabe wirkt sich sehr positiv auf die Anlassbeständigkeit des Materials aus. Neben der hohen Anlassbeständigkeit bewirkt die Diffusionsträgheit des Zirkoniums in Kupfer eine sehr hohe Dauerfestigkeit. Generell kommen CuZr-Legierungen überall dort zum Einsatz, wo eine Kombination von hoher Festigkeit und hoher elektrischer und Wärmeleitfähigkeit zum Tragen kommen soll.

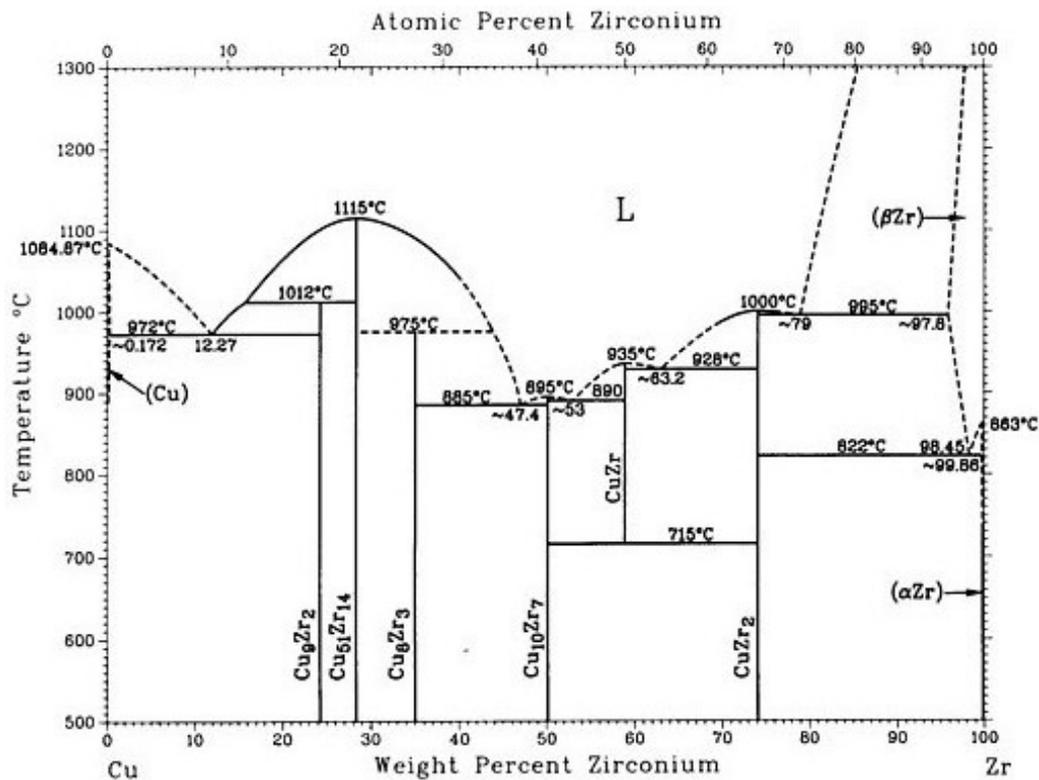
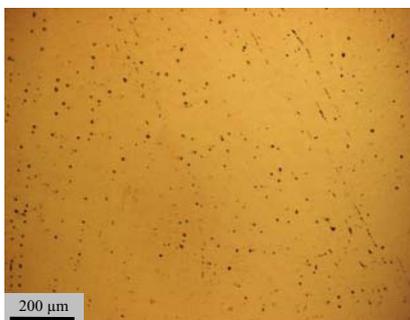
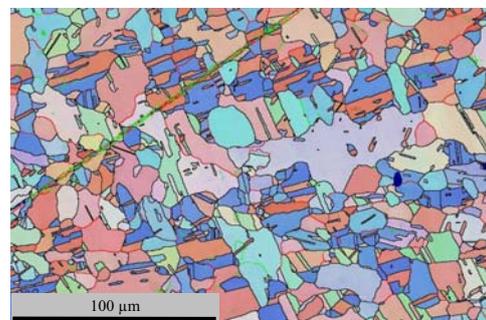


Abb. 4.2: Zustandsdiagramm von Cu-Zr [Massalski 1990].

Die verwendete CuZr-Legierung wurde mittels Induktionsschmelzens aus hochreinen Komponenten am IMM hergestellt. Anschließend wurde das Material bei 940 °C 12 Stunden homogenisiert. Nach der Homogenisierungsglühung enthielt das Material Ausscheidungen, die zum größten Teil homogen verteilt waren, auch wenn noch Bereiche existierten, die eine Anreicherung von Ausscheidungen aufwiesen (Abb. 4.3a). Um ein feines Ausgangsgefüge zu erhalten, wurde das Material in einem ECAP Durchgang umgeformt und anschließend einer Glühung bei 650 °C für 1 Stunde unterworfen. Die Abb. 4.3b zeigt ein vollständig rekristallisiertes Gefüge mit einer mittleren Korngröße von etwa 6 µm. Die Textur des Materials war nahezu regellos mit einer maximalen Texturintensität von etwa 7 (Abb. 4.4).



a)



b)

Abb. 4.3: Mikrostruktur von CuZr im Ausgangszustand.

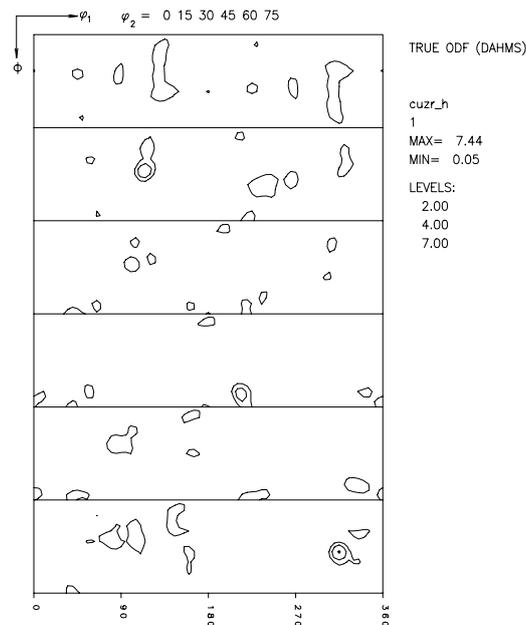
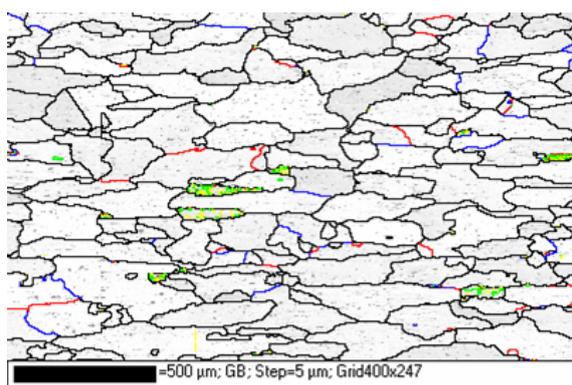


Abb. 4.4: Makrostruktur von CuZr im Ausgangszustand.

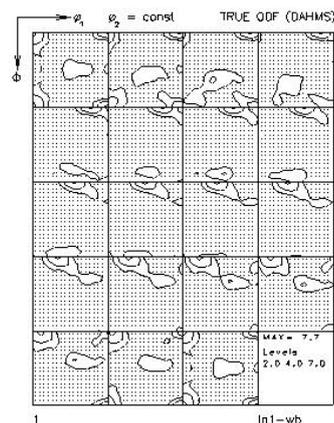
Neben Kupferwerkstoffen wurden in der vorliegenden Arbeit Aluminium-Legierungen untersucht. Zum einen kam eine AlMgMn-Modelllegierung von Hydro Aluminium Deutschland AG (HAD) zum Einsatz, deren Zusammensetzung in Tabelle 4.1 dargestellt ist.

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung der AlMgMn-Legierung in Gewichtsprozenten.

Mg	Mn	Fe	Si	Cu	Al
1.02	0.144	0.36	0.20	0.0036	98.2



a)



b)

Abb. 4.5: Mikrostruktur (a) und Makrostruktur (b) von AlMgMn-Legierung im Ausgangszustand.

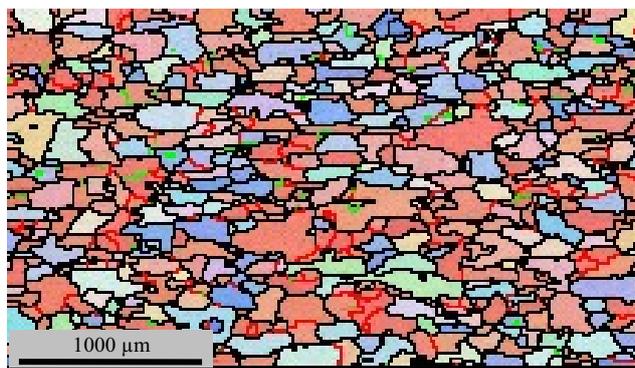
Das Material lag als 30 mm Warmband vor, das zusätzlich vor der ECAP-Verformung bei 500 °C eine halbe Stunde gegläht wurde. Die Mikrostruktur des Materials im Ausgangszustand wies ein weitestgehend rekristallisiertes Gefüge mit einer mittleren Korngröße von etwa 130 µm auf (Abb. 4.5a). Die maximale Texturintensität des Ausgangsmaterials (Abb. 4.5b)

lag bei etwa 8 und bestand im Wesentlichen aus typischen Rekristallisationskomponenten (Würfel- und P-Lage).

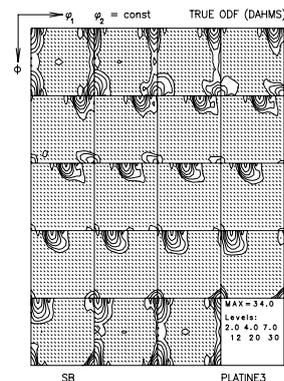
Weiterhin wurde das Materialspektrum um eine kommerzielle Aluminium-Legierung AA3103 von Hydro Aluminium erweitert. Die genaue chemische Zusammensetzung ist in der Tabelle 4.2 aufgeführt. Das Material lag als 30 mm Platine vor. Die mittlere Korngröße des Materials im Ausgangszustand betrug etwa 125  $\mu\text{m}$ . Die Textur wies eine stark ausgeprägte Würfellage auf (Abb. 4.6).

Tabelle 4.2: Chemische Zusammensetzung von AA3103 in Gewichtsprozenten.

Si	Mn	Fe	Ti	Zn	Ni	Cu	Mg	Cr	Rest
0.065	1.03	0.54	0.006	0.005	0.002	0.003	0.009	0.001	<0.01



a)



b)

Abb. 4.6: Mikrostruktur (a) und Makrostruktur (b) von AA3103 im Ausgangszustand.

## 4.2 Probenherstellung

### 4.2.1 ECAP Verformung

Aus dem Ausgangsmaterial wurden Proben mit den Abmessungen von 10 mm x 10 mm x 60 mm hergestellt und anschließend in ECAP umgeformt. Die ECAP Umformung wurde im Rahmen der DFG Forschergruppe „Mechanische Eigenschaften und Grenzflächen ultrafeinkörniger Werkstoffe“ am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik der TU Clausthal durchgeführt. Alle Pressungen erfolgten bei Raumtemperatur mit einer Pressgeschwindigkeit von 5 mm/min. Dabei wurde eine Matrize mit einem Matrizenöffnungswinkel von  $\Phi=90^\circ$  (Abb. 2.2) verwendet, was in einem Vergleichsumformgrad pro Durchgang von  $\epsilon_{\text{eq}} \sim 1.15$  resultiert. Die Reinkupfer- sowie die CuZr-Proben wurden in Route B<sub>c</sub> bis zu 12 Durchgängen umgeformt, was einem Gesamtumformgrad von  $\epsilon_{\text{eq}} \sim 13.8$  ent-

spricht. Abb. 4.7 zeigt die Reinkupfer-Proben nach der ECAP-Verformung. Es ist zu erkennen, dass die ECAP-Proben mit steigender Durchgangszahl etwas kürzer wurden, da die scharfen Spitzen der Proben vor jedem weiteren Pressdurchgang abgeschnitten wurden, um eine Schädigung der ECAP-Matrize vorzubeugen.



Abb. 4.7: Reinkupfer ECAP-Proben nach 2, 4, 8 bzw. 12 Durchgängen.

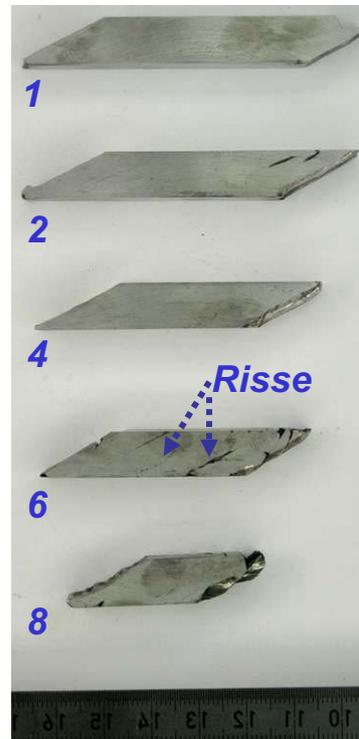


Abb. 4.8: AlMgMn ECAP-Proben nach 1, 2, 4, 6 bzw. 8 Durchgängen.

Zur Untersuchung des Einflusses der ECAP-Route auf Strukturbildung und Stabilität, wurden die Aluminiumlegierungen in unterschiedlichen ECAP-Routen, A sowie B<sub>c</sub> bis zu 8 Durch-

gängen, entsprechen einem Vergleichsumformgrad von  $\epsilon_{eq} \sim 9.2$ , umgeformt. Es ist an dieser Stelle anzumerken, dass die AlMgMn-Proben bereits nach 6 Durchgängen unabhängig von der ECAP-Route eine deutliche Rissbildung aufwiesen (Abb. 4.8).

Zur Durchführung der Untersuchungen wurden aus den ECAP-Stangen funkenerosiv Proben mit den Abmessungen 10 mm x 10 mm x 1 mm herausgetrennt (Abb. 4.9). Alle anschließenden Untersuchungen wurden aus der Querrichtung vorgenommen (Abb. 4.10).

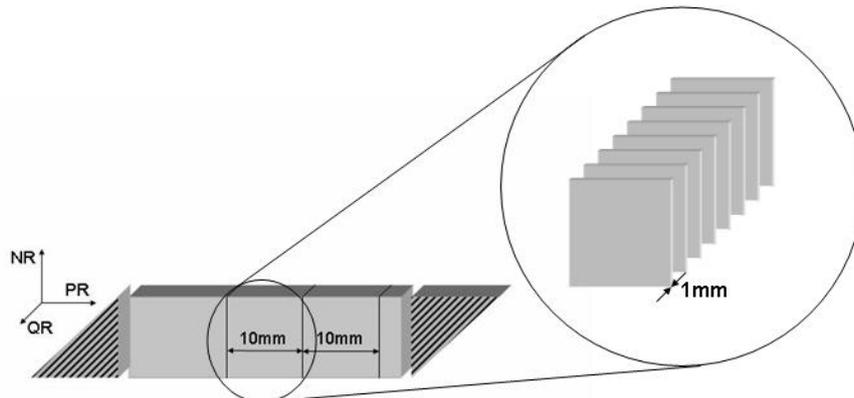


Abb. 4.9: Lage und Geometrie der Proben.

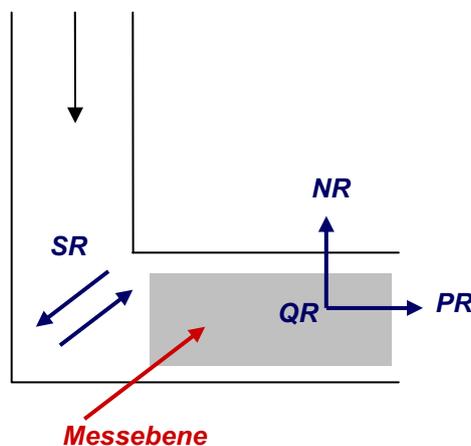


Abb. 4.10: Definition der Pressrichtung (PR), Normalenrichtung (NR), Querrichtung (QR), Scherrichtung (SR) und der Messebene.

#### 4.2.2 Walzen

Um die Besonderheit der durch die starke plastische Umformung eingestellten Mikrostruktur festzustellen, wurde das thermische Verhalten der ECAP-Proben mit dem Verhalten der durch Walzen hergestellten Proben verglichen. Dafür wurden aus Reinkupfer, CuZr und AlMgMn-Legierung Walzproben mit einer Höhenabnahme von etwa 90 % hergestellt. Diese Walzverformung entspricht einem Vergleichsumformgrad von etwa 2.3 und kann somit mit der Ver-

formung nach 2 ECAP-Durchgängen verglichen werden. Die Messungen an den gewalzten Proben wurden wie üblich aus der Blechnormalenrichtung vorgenommen.

### 4.2.3 Glühungen

Die thermische Stabilität des Materials wurde in Glühexperimenten untersucht. Dazu wurden die ultrafeinkörnigen sowie die gewalzten Proben zunächst isochron gegläht, um den Temperaturbereich erfassbarer Gefügeänderungen zu bestimmen. Diese Wärmebehandlung wurde durch isotherme Glühungen ergänzt, um ihre Kinetik zu erfassen. Die Reinkupfer-Proben wurden dabei zwischen 150 °C und 280 °C und CuZr-Proben zwischen 600 °C und 700 °C gegläht. Die AlMgMn- und AlMn-Proben wurden bei einer Temperatur von 300 °C bzw. 330 °C wärmebehandelt. Die Glühungen wurden im Salzbad vorgenommen, um eine schnelle Aufheizrate zu erzielen. Sofort im Anschluss an die Glühung wurden die Proben in Wasser abgeschreckt.

Die Charakterisierung des verformten und geglähten Zustandes wurde durch REM/EBSD, TEM, lichtoptische Mikroskopie, Mikrohärtmessungen sowie Makrotexturmessungen vorgenommen.

### 4.2.4 Glühung unter konstanter mechanischer Last

Frühere Untersuchungen haben gezeigt, dass mechanische Spannungen das Rekristallisationsverhalten vom kaltgewalzten Material deutlich beeinflussen können [Auld 1957; Thornton 1960; Winning 2006]. Insbesondere wurde gefunden, dass selbst sehr kleine elastische Spannungen die Rekristallisation in Aluminium verlangsamen [Winning 2006]. Deshalb wurde untersucht, ob eine zusätzlich aufgebrachte mechanische Belastung die thermische Stabilität der ultrafeinkörnigen Werkstoffe verbessern kann. Dazu wurden die AA3103 ECAP-Proben unterschiedlicher Durchgangszahlen unter einer konstanten Zuglast, die sowohl im rein elastischen wie auch im elastisch-plastischen Bereich des Materials lag, isotherm gegläht. Anschließend wurden die Gefügeänderungen analysiert.

Die unterschiedlichen Zugbelastungen wurden in einer am IMM selbst entwickelten elektromechanischen Druck-Zug-Maschine aufgebracht, die mit einem durch Heizpatronen beheizbaren Gestänge und einer 2 kN Kraftmessdose ausgestattet wurde (Abb. 4.11). Aus dem ECAP-Material unterschiedlicher Durchgangszahlen wurden funkenerosiv 1 mm dicke Zugproben angefertigt. Dabei lag die Längsachse der Zugproben parallel zur ECAP-

Pressrichtung. Die Probengeometrie ist in Abb. 4.12 dargestellt. Die Glühungen wurden bei einer Temperatur von 320 °C durchgeführt. Die Zeit zum Erreichen der Temperatur in der Probe lag dabei bei etwa 7 Minuten. Im Anschluss an diese thermomechanische Behandlung wurden die Proben in Wasser abgeschreckt.

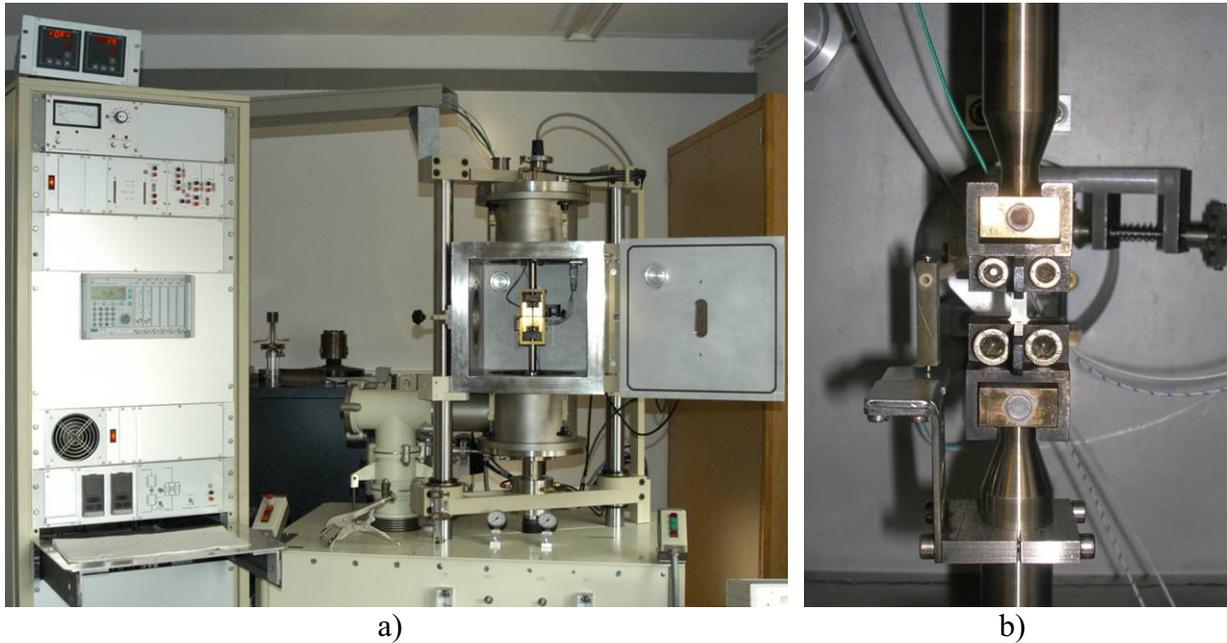


Abb. 4.11: Druck-Zug-Maschine (a) und beheizbares Zuggestänge mit eingebauter Probe (b).

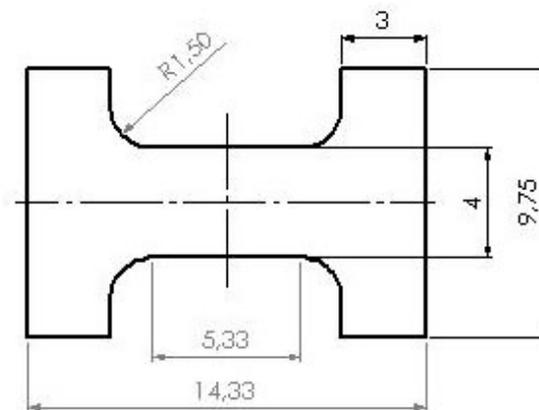


Abb. 4.12: Geometrie der Zugproben.

## 4.3 Untersuchungsmethoden

### 4.3.1 Mikrostrukturmessung

Die Mikrostruktur der verformten und geglähten Proben wurde mittels lichtoptischer Mikroskopie, REM/EBSD sowie TEM untersucht.

#### 4.3.1.1 Optische Mikroskopie

Die lichtoptischen Untersuchungen wurden an einem Leica Mikroskop mit einer DXM1200 Digitalkamera vorgenommen. Hierzu wurden die Aluminiumproben zunächst geschliffen, mechanisch poliert, elektroliert und anschließend nach Barker anodisch oxidiert. Die Einstellungen sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst. Die Kupferproben wurden zur lichtmikroskopischen Untersuchung zunächst geschliffen, mechanisch poliert und anschließend in Klemm-Lösung farbgeätzt (40 g Kaliumdisulfit, 100 ml destilliertes Wasser, 11 ml Stammlösung). Die Ätzzeit variierte in Abhängigkeit vom Material und Gefügestand zwischen 4 und 5 Minuten.

Tabelle 4.3: Parameter für das Elektropolieren und Barkern der Aluminiumproben.

	Elektropolieren	Barkern
Fläche	1 cm <sup>2</sup>	1 cm <sup>2</sup>
Temperatur	22 °C	25 °C
Elektrolyt	A2 ohne H <sub>2</sub> O	Barker
Spannung	30 V	30 V
Flussrate	15	7
Zeit	15 s	90 s

#### 4.3.1.2 Rasterelektronenmikroskopie

Eine weitere Untersuchungsmethode in der vorliegenden Arbeit stellte Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) dar, womit im Rasterelektronenmikroskop automatisierte Orientierungsmessungen – auch Mappings genannt - durchgeführt werden können.

Das Prinzip der Messung basiert darauf, dass ein auf die Probe treffender Elektronenstrahl in der Probe sowohl elastisch als auch inelastisch gestreut wird. Ein Teil der einfallenden Elektronen wird diffus im Material gestreut und trifft nun aus praktisch allen Richtungen auf die Netzebenen der Probe. Ein Teil dieser Elektronen erfüllt dann stets die Braggsche Gleichung und die Elektronen werden gebeugt. Die starke Wechselwirkung mit dem Probenmaterial hat zur Folge, dass die freie Weglänge der Elektronen in der Probe sehr gering ist. Um die Anzahl

an Elektronen, welche die Probe nach der Beugung wieder verlassen, zu erhöhen, wird die gesamte Probe um  $70^\circ$  gegen den Primärstrahl verkippt. Das Beugungsbild der Elektronen wird mit Hilfe eines Phosphorschirms aufgefangen. Da jede Netzebenenschar von beiden Seiten unter allen möglichen Winkeln bestrahlt wird, erzeugt diese zwei so genannte Kosselkegel mit einem Öffnungswinkel von  $180^\circ - 2\theta$  (Abb. 4.13).

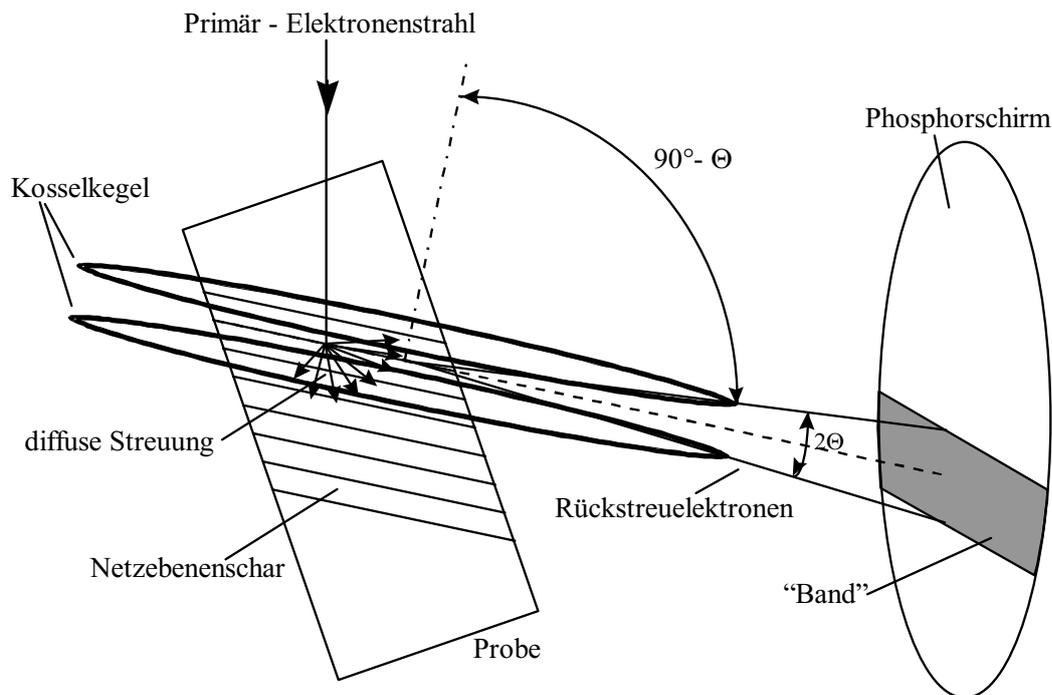


Abb. 4.13: Entstehung eines EBSD-Pattern [Crumbach 1999].

Auf dem Phosphorschirm wird für jede Netzebenenschar ein Schnitt durch die beiden Kegel abgebildet, der als ein gerades Band erscheint, da  $\theta$  relativ klein ist. Die Gesamtheit aller Bänder liefert ein Muster, das als Pattern bezeichnet wird (Abb. 4.14). Aus diesem Muster kann die Orientierung des bestrahlten Volumenbereiches ermittelt werden.

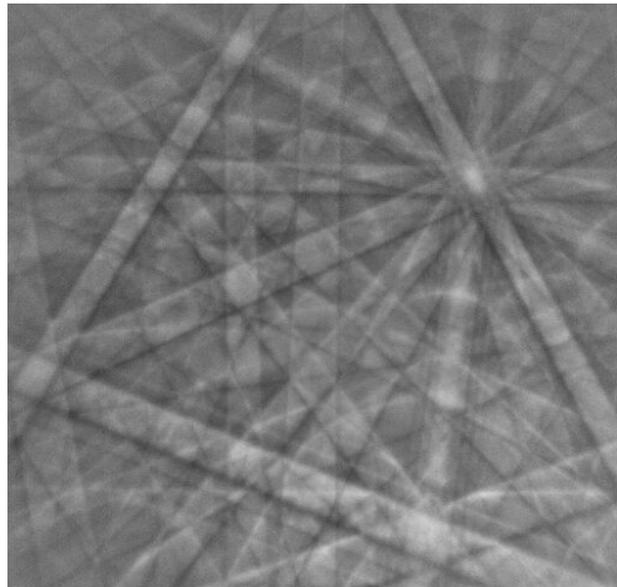


Abb. 4.14: EBSD-Pattern.

Die auf einem Phosphorschirm sichtbar gemachten Pattern werden mit einer hochempfindlichen TV-Kamera aufgenommen. Über einen Bildverstärker und einen Bildprozessor wird die Bildinformation zu einem PC weitergeleitet, wo diese anschließend weiter bearbeitet und ausgewertet werden kann.

Die EBSD-Messungen wurden an einem Feldemissionsrasterelektronenmikroskop vom Typ Leo 1530 mit entsprechender EBSD-Ausstattung und HKL Channel 5 Software [HKL 2001] durchgeführt. Aluminiumproben wurden zunächst geschliffen und anschließend bei einer Spannung von 11 V ca. 60 s bei einer Temperatur von  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  elektropoliert. Eine Mischung aus 80 % Ethanol und 20 % Perchlorsäure diente dabei als Elektrolyt. Kupferproben wurden geschliffen, mechanisch poliert und anschließend mit einem Elektrolyten EP4 (60 % Methanol + 40 % 85 %iger Phosphorsäure) bei einer Spannung von 33 V für Reinkupfer und 18 V für CuZr 20 s elektropoliert. Zur EBSD-Messung wurden die so präparierten Proben elektrisch leitend in den Probenhalter eingebaut und um  $70^{\circ}$  verkippt. Der Arbeitsabstand betrug 10 mm, die Beschleunigungsspannung des FE-REMs 20 kV. Für die Fokussierung wurden Blenden zwischen 60 und 90  $\mu\text{m}$  verwendet. Abhängig vom Material und Gefügestand lagen die Schrittweiten der EBSD-Messung zwischen 0.04 und 1  $\mu\text{m}$ . Die anschließende Auswertung und die Korngrößenbestimmung wurden mit HKL Channel 5 Software vorgenommen, wobei Körner, die weniger als 3 Pixel aufwiesen, von der Statistik ausgeschlossen wurden [HKL 2001].

### 4.3.1.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Um detaillierte Informationen über die Struktur der ultrafeinkörnigen Proben zu erhalten, waren TEM (Transmissionselektronenmikroskopie)-Untersuchungen unerlässlich. Der grundsätzliche Aufbau eines TEMs ähnelt dem eines Lichtmikroskops (Abb.4.15). Dabei geht ein monochromatischer Elektronenstrahl durch ein dünnes Kristallvolumen und es kommt zur Elektronenbeugung.

Das zu untersuchende Material muss für die TEM-Messung sehr dünn sein, damit dieses für den Elektronenstrahl durchlässig ist. In der vorliegenden Arbeit wurden die TEM-Proben elektrolytisch gedünnt. Dafür wurden zunächst aus ausgewählten Proben funkenerosiv Scheiben eines Durchmessers von 3 mm und einer Dicke von 1 mm angefertigt. Diese wurden zunächst auf eine Dicke von ca. 10  $\mu\text{m}$  geschliffen. Anschließend wurden die Proben in einem Struers TenuPol-5 elektroliert bis diese ein kleines Loch aufwiesen. Als Elektrolyt diente dabei bei den Aluminiumlegierungen A2, der auf  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  herabgekühlt wurde. Für die Präparation der TEM-Kupferproben wurde der Elektrolyt D2 bei  $0\text{ }^\circ\text{C}$  verwendet. Die TEM-Messungen wurden an einem JEM 2000 FX bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

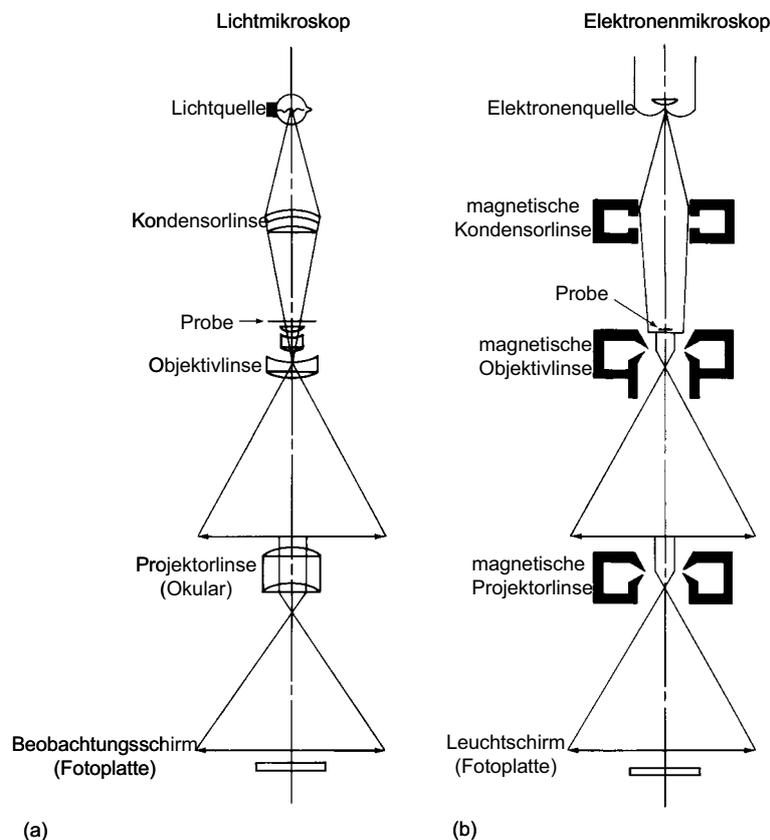


Abb. 4.15: Strahlengang eines Lichtmikroskops (a) und eines TEMs (b) [Gottstein 1998].

### 4.3.2 Härtemessung

Um mehr Aufschlüsse über den verformten Zustand und das Entfestigungsverhalten der Materialien zu erhalten, wurde an allen Proben die Härte mit dem Vickers-Härteprüfverfahren ermittelt. Die Messungen wurden an einem Leitz-Kleinlasthärteprüfer vorgenommen. Die Prüfbelastung lag bei 100 g für Aluminiumlegierungen und 200 g für Reinkupfer und Kupferzirkonium. Die Einwirkzeit der Prüflast betrug 10 s. An jeder Probe wurden 10 Eindrücke gemacht und daraus der Mittelwert berechnet.

### 4.3.3 Makrotexturmessung

Neben Mikrostrukturuntersuchungen und Härtemessungen wurden an ECAP hergestellten Materialien Makrotexturmessungen durchgeführt. Wie bereits im Kapitel 2 angesprochen, sind Texturuntersuchungen an durch starke plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien sehr rar und zudem oft widersprüchlich. Noch seltener sind Texturstudien bei anschließender Wärmebehandlung von ultrafeinkörnigen Materialien. Deshalb erfolgte in der vorliegenden Arbeit eine systematische Untersuchung der kristallographischen Textur während der ECAP Verformung sowie bei anschließender Glühung.

Für die Texturmessung wurden die Proben zunächst geschliffen. Die Aluminiumproben wurden anschließend in einer 20 %igen NaOH etwa 10 Minuten gebeizt, um die restliche Verformungsschicht zu entfernen. Die Kupferproben wurden nach dem Schleifen kurz in einer konzentrierten  $\text{HNO}_3$  abgeätzt.

Die Messung der Textur erfolgte mit einem vollautomatischen Siemens-Lücke Texturgoniometer [Hirsch 1986] mit einer Co-Röntgenstrahlung ( $\lambda_{\text{Co}}=1.79 \text{ \AA}$ ). Die Anlage besteht aus einer Röntgenstrahlungsquelle, einem Goniometer mit 6 Probenhaltern, einem Strahlungsdetektor, und ist an eine elektronische Datenverarbeitung angeschlossen (Abb. 4.16). Das Goniometer ist drehbar gelagert. So kann die Probe in jeden Winkel zu Strahlungsquelle und Detektor gebracht werden, um eine Polfigur zu messen.

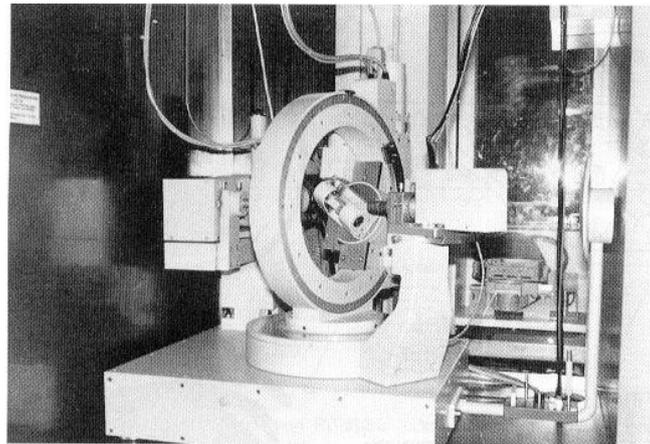


Abb. 4.16: Röntgentexturgoniometer.

Um die Polfiguren messen und daraus die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) berechnen zu können, müssen zunächst die Reflexionswinkel der entsprechenden  $\{hkl\}$ -Netzebenen bestimmt werden. Dies wird mit einem Diffraktogramm (Thetascan) gemacht. Dazu wird die Probe mit monochromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt (Abb. 4.17). Der Detektor fährt den gesamten Reflexionswinkelbereich ab. Die dabei von einem Szintillationszähler unter einem Winkel von  $2\theta$  aufgenommene Intensität wird über  $\theta$  aufgetragen (Abb. 4.18). Bei bestimmten Werten von  $\theta$  treten peakförmige Intensitäten auf. Diese Peaks stehen für die Netzebenen, die bei der verwendeten Strahlung das Braggsche Gesetz erfüllen:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (4.1)$$

mit  $n$ -Ordnungszahl,  $\lambda$ - Wellenlänge der Röntgenstrahlung,  $d$ -Netzebenenabstand,  $\theta$ - Reflexionswinkel.

Mit der Kenntnis der Gitterkonstanten und unter Verwendung der Auslöschungsbedingung können die Millerindizes der reflektierenden Netzebenenschar bestimmt werden.

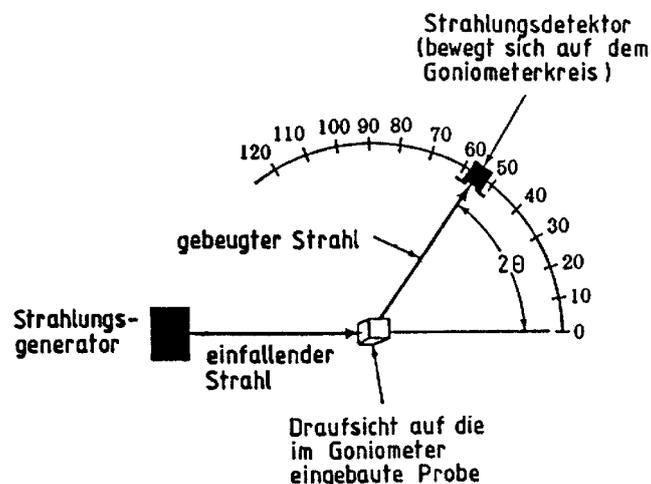


Abb. 4.17: Schematischer Aufbau eines Goniometers [Gottstein 1998].

Bei der Polfigurmessung wird der für eine Netzebenenschar charakteristische  $2\theta$ -Winkel zwischen Detektor und Strahlungsquelle fest eingestellt (Abb. 4.18). Die Intensität, die vom Detektor aufgenommen wird, ist ein Maß dafür, wie viele Körner die Bragg-Bedingung erfüllen. Durch Kippen der Probe um den Kippwinkel  $\alpha$  und Drehen um den Azimut  $\beta$  jeweils in  $5^\circ$ -Schritten wird die gewählte Netzebene in allen Körnern in Reflexionsstellung gebracht und dabei die Intensität aufgenommen. Zur Verbesserung der Statistik führt die Probe oszillierende Auf- und Abbewegungen aus, die zur Erhöhung der Anzahl an gemessenen Körnern führen. Die Höhe der aufgenommenen Intensitäten wird in einer Polfigur über  $\alpha$  und  $\beta$  dargestellt. Für die Berechnung der OVF wurden insgesamt vier Polfiguren aufgenommen.

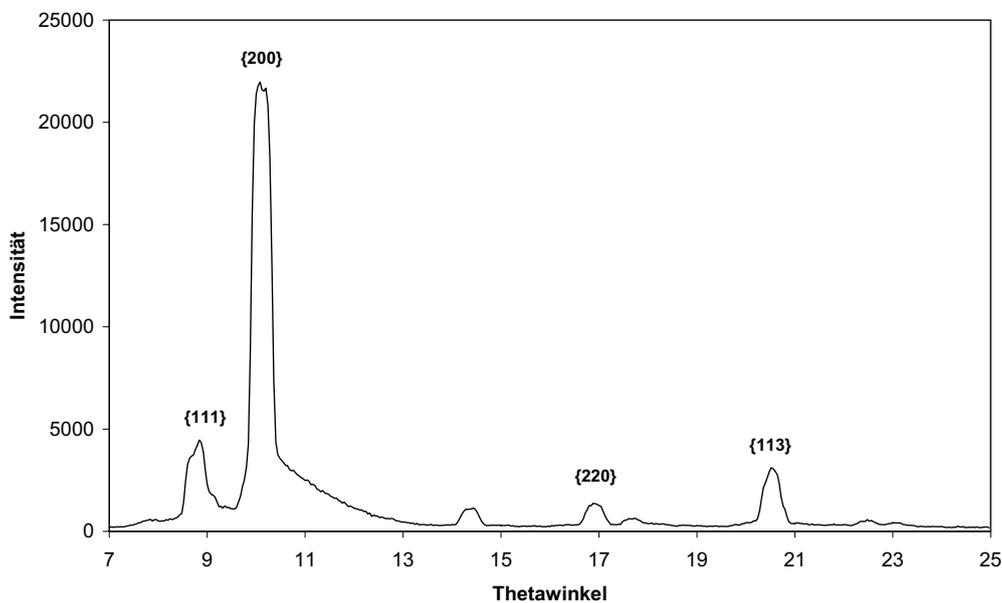


Abb. 4.18: Thetascan einer Aluminiumprobe.

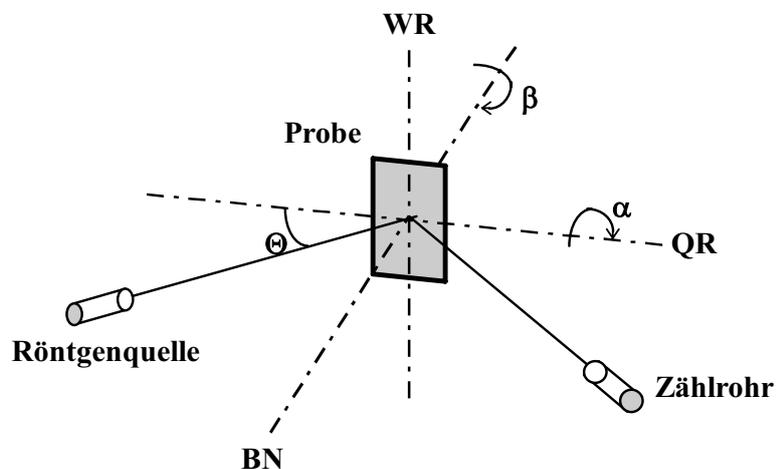


Abb. 4.19: Schema der Polfigurmessung, WR-Walzrichtung, QR-Querrichtung, BN-Blechnormale,  $\theta$ -Reflexionswinkel,  $\alpha$ -Kippwinkel,  $\beta$ -Drehwinkel [Crumbach 1999].

Um eine Polfigurmessung auswerten zu können, muss eine Korrektur durchgeführt werden. Zunächst muss die Defokussierung der reflektierten Röntgenstrahlung mit zunehmendem Kippwinkel  $\alpha$  berücksichtigt werden. Weiterhin ist die Subtraktion der Untergrundstrahlung von den Intensitätspeaks notwendig. Die beiden Korrekturfaktoren werden experimentell an regellosen Pulverproben ermittelt und zu einer Korrekturdatei zusammengefasst, die zur Auswertung aller Daten verwendet wird.

Zur Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) aus den gemessenen Polfiguren können verschiedene iterative Reihenentwicklungsmethoden, z.B. nach Dahms oder Bunge angewandt werden [Bunge 1981; Dahms 1988; Dahms 1989]. In der vorliegenden Arbeit erfolgte die Auswertung nach Dahms, wobei zur Bestimmung der ungeraden Koeffizienten der OVF ein Positivitätskriterium benutzt wurde [Dahms 1989].

## 5 Beschreibung der Struktur nach hochgradiger plastischer Verformung

Im Folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der Mikrostruktur- sowie Texturuntersuchungen der durch ECAP hergestellten Proben während der Verformung und anschließender thermischer Behandlung dargestellt. Zunächst wird auf die Strukturbildung und -Stabilität von Reinkupfer-Proben eingegangen. Als nächstes wird der Einfluss von Zr auf die Ausbildung der Struktur und im Besonderen auf die thermische Stabilität vorgestellt. Nachfolgend werden die Ergebnisse einer AlMgMn-Modelllegierung und einer kommerziellen AlMn-Legierung dargestellt. In diesem Zusammenhang wird der Einfluss des Verformungspfades bzw. der verwendeten ECAP-Route beschrieben. Letztlich soll geklärt werden, wie eine optimale ultrafeinkörnige Struktur erzielt werden kann, welche Bedingungen zu einer optimalen thermischen Stabilität führen und welche Mechanismen und Gesetzmäßigkeiten die mikrostrukturellen Änderungen beherrschen.

### 5.1 Reinkupfer

#### 5.1.1 Verformter Zustand

##### 5.1.1.1 Mikrostruktur

Die Reinkupfer-Proben wurden, wie bereits im Kapitel 4 beschrieben, in ECAP unter Verwendung der Route B<sub>c</sub> bis zu 12 Durchgängen bei Raumtemperatur hergestellt. Die Abb. 5.1 zeigt die mittels Orientierungsmikroskopie bestimmte Mikrostrukturentwicklung der Reinkupfer-Proben während der ECAP-Umformung. Als Farbcodierung wurde die inverse Polfigur benutzt, in der die Lage der Pressrichtung (x-Richtung) bezüglich des Kristallkoordinatensystems dargestellt wird (Abb. 5.1f). Zusätzlich wurden Bereiche unterschiedlicher Orientierung durch Linien – Korngrenzen – getrennt. In der vorliegenden Arbeit wurden (sofern nicht explizit darauf hingewiesen) Korngrenzen mit Desorientierungen zwischen 2° und 5° grün, zwischen 5° und 15° rot und mit Desorientierungen größer als 15° schwarz eingezeichnet.

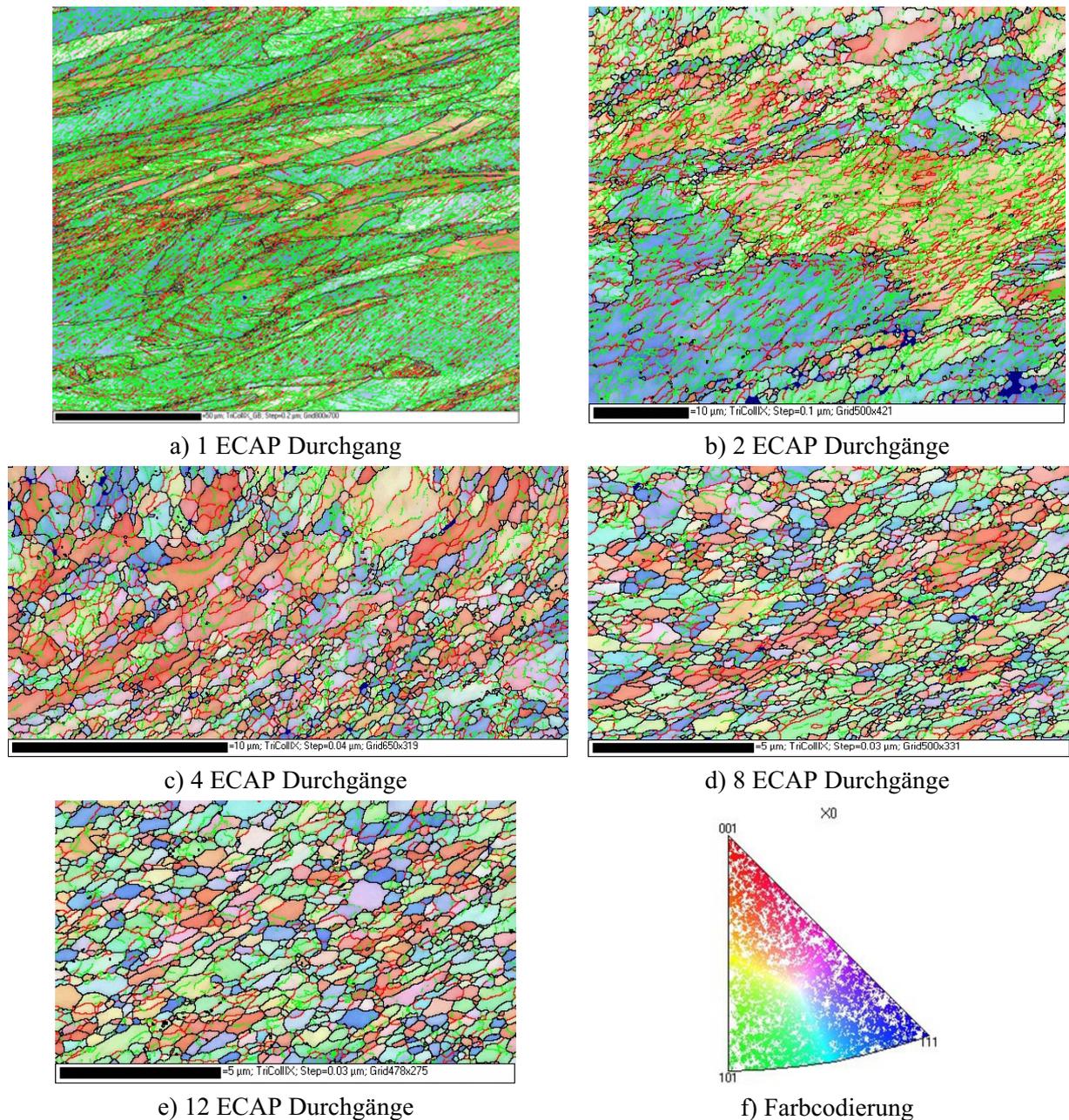


Abb. 5.1: Mikrostruktur von Reinkupfer nach einem (a), 2 (b), 4 (c), 8 (d), 12 ECAP-Durchgängen (e) und Farbcodierung der Orientierungsmessung (f).

Nach dem ersten Durchgang entsprechend einer Walzverformung von etwa 70 % wurde eine langgestreckte Struktur mit sehr vielen Kleinwinkelkorngrenzen beobachtet (Abb.5.1a). Im Laufe der weiteren Umformung wurde die Mikrostruktur feiner. Nach 4 bzw. 8 ECAP Durchgängen wurde teilweise eine globulare „Kornstruktur“ ausgebildet, allerdings war diese noch sehr inhomogen. Schließlich nach 12 Durchgängen lag ein fast globulares Gefüge mit einer mittleren Korngröße von etwa 440 nm vor. Der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen nahm im Laufe der Umformung ab. Jedoch selbst nach 12 Durchgängen lag dieser noch sehr hoch und betrug etwa 50% (Abb. 5.2).

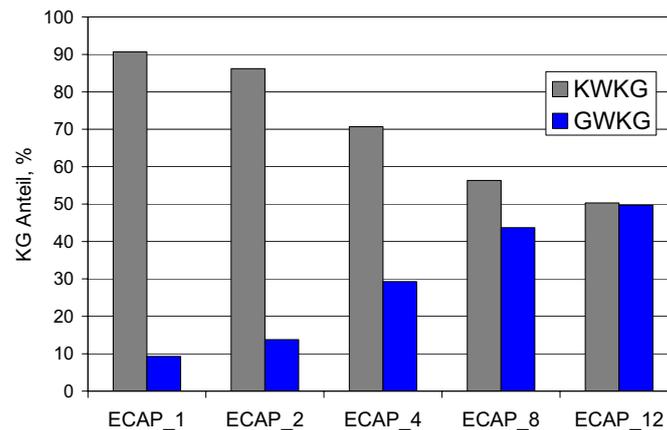


Abb. 5.2: Anteile der Großwinkelkorngrenzen (GWKG) bzw. Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) in Reinkupfer in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

Um detaillierte Informationen über die Struktur des verformten Zustandes zu bekommen, waren TEM-Untersuchungen unerlässlich. Nach einem Durchgang wurde ähnlich zu EBSD-Untersuchungen (Abb. 5.1a) eine feinschichtige Struktur bestehend aus fast parallelen langgestreckten Subkörnern beobachtet (Abb. 5.3). Diese Struktur zeichnete sich zudem durch eine hohe Versetzungsdichte aus. Nach 12 ECAP-Durchgängen wurde diese Sub- bzw. Zellstruktur feiner und globularer (Abb. 5.4). Allerdings zeigten sich weiterhin partiell deutlich langgestreckte Strukturen. Insgesamt war das verformte Gefüge sehr inhomogen. Die Versetzungsdichte blieb hoch. Die Versetzungen waren sehr inhomogen verteilt und wurden nicht nur an den „Korngrenzen“ sondern auch innerhalb der „Körner“ vorgefunden. Stellenweise konnte mechanische Zwillingbildung beobachtet werden, wie in Abb. 5.4d zu sehen ist.

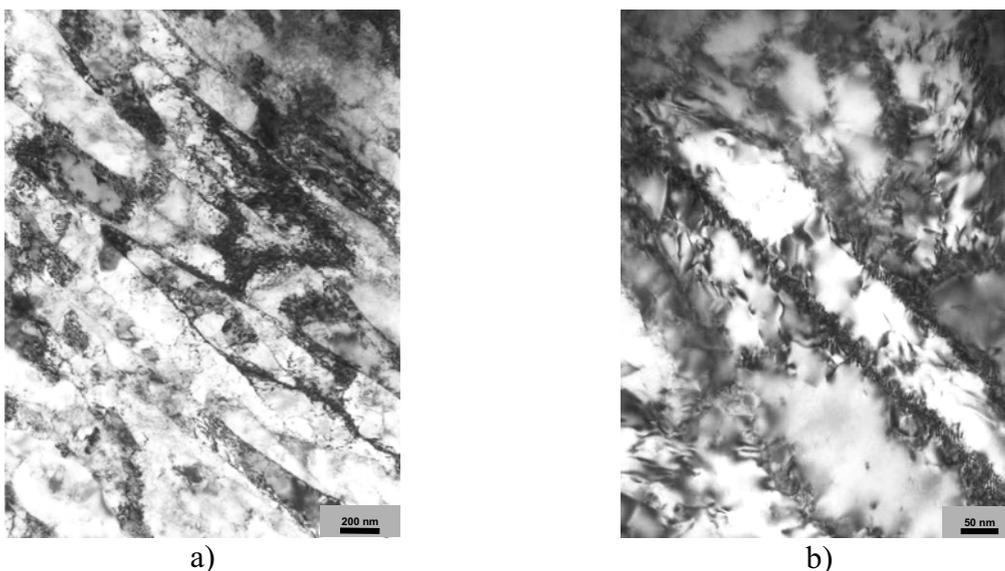


Abb. 5.3: TEM-Aufnahmen von Reinkupfer nach einem ECAP-Durchgang bei unterschiedlicher Vergrößerung.

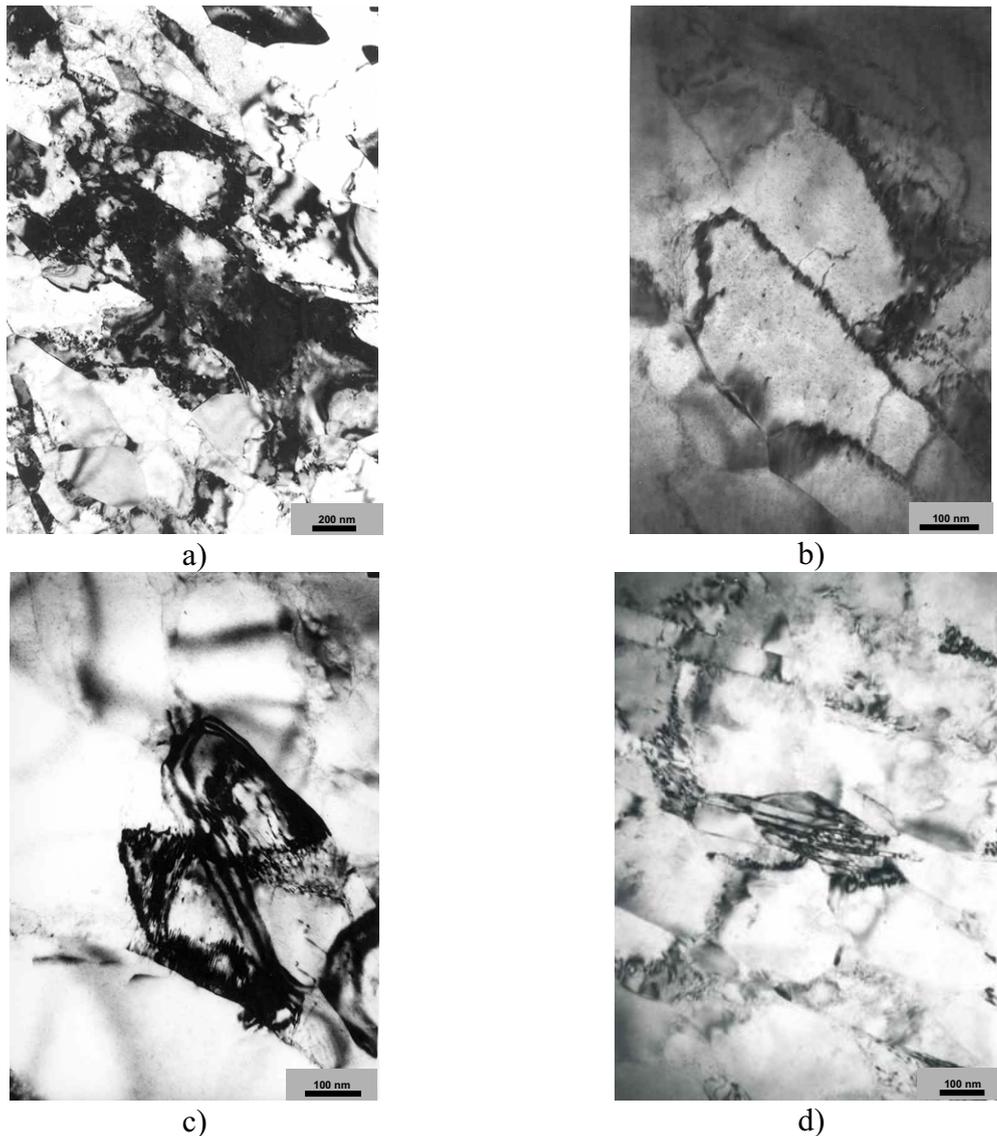


Abb. 5.4: TEM-Aufnahmen von Reinkupfer nach 12 ECAP-Durchgängen bei unterschiedlicher Vergrößerung.

Insgesamt lässt sich feststellen, dass die mittels ECAP eingestellte ultrafeinkörnige Reinkupfer-Struktur, die im Bild der Orientierungsmikroskopie wie eine geglähte polykristalline Mikrostruktur aussieht, sich in Wirklichkeit in ganz wesentlichen Merkmalen von einer herkömmlichen unverformten Struktur unterscheidet. Sie zeigt alle typischen Charakteristika eines hochverformten Gefüges, wie eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte sowie einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen.

#### 5.1.1.2 Mikrohärtete

Die Abb. 5.5 zeigt die Entwicklung der Mikrohärtete von Reinkupfer mit zunehmender ECAP-Verformung. Die Härte nahm in den ersten Durchgängen sehr stark zu und schien nach 4

Durchgängen in die Sättigung zu gehen. Nach 12 Durchgängen wiesen Reinkupfer-Proben eine Härte von ca. 125 HV auf.

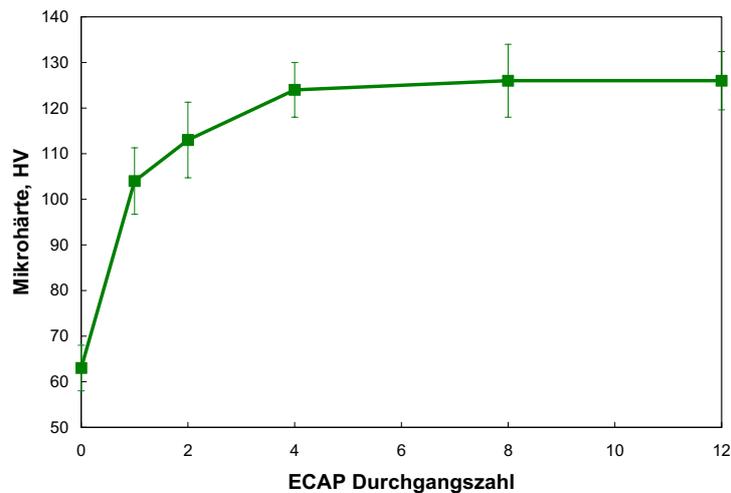


Abb. 5.5: Mikrohärteentwicklung von Reinkupfer während ECAP-Verformung.

### 5.1.1.3 Makrotextur

Die Makrotextur von Reinkupfer nach dem ersten ECAP-Durchgang ist in Abb. 5.6 dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die ECAP-Textur wesentliche Merkmale einer Scher-  
 textur aufweist, auch wenn leichte Abweichungen von  $5\text{-}10^\circ$  von den idealen Schertextur-  
 komponenten (Abb. 5.7a, Tabelle 5.1) wie z. B. für die  $A_1^*$ -Orientierung festzustellen waren.

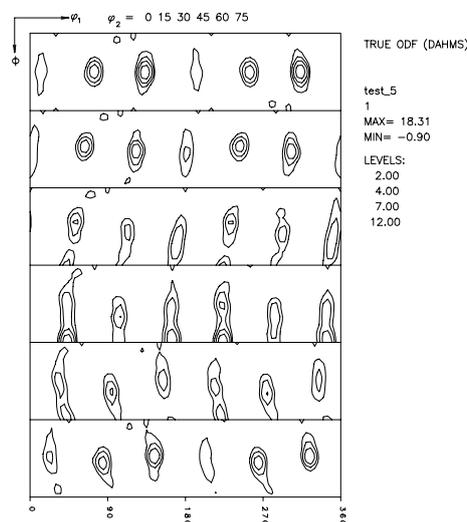


Abb. 5.6: Makrotextur von Reinkupfer nach dem ersten ECAP-Durchgang.

Die Entwicklung der Makrotextur von Reinkupfer mit steigender Durchgangszahl ist in Abb. 5.7 dargestellt. Um die aufwendigen ECAP-Texturen übersichtlich darzustellen, wird im Folgenden nur ein Schnitt der Orientierungsverteilungsfunktion (OVF)  $\varphi_2 = 45^\circ$  präsentiert. Die Darstellung dieses Schnittes reicht vollkommen aus, um alle idealen Lagen einer Scher-  
 textur abzubilden (Tabelle 2.2). Nachfolgend werden die ECAP-Texturkomponenten mit

einem Index E versehen, um diese von den idealen Schertexturkomponenten zu unterscheiden (Tabelle 2.3).

Die stärkste Texturkomponente nach dem ersten Durchgang war die  $C_E$ -Lage  $\{100\} \langle 011 \rangle$  (rotierte Würfellage) mit einer maximalen Intensität von etwa 18 (Abb. 5.7a, 5.8). Nach zwei ECAP-Durchgängen in Route  $B_c$  wurde eine deutliche Veränderung der Textur beobachtet. Die Haupttexturkomponenten verschoben sich innerhalb der Faser entlang von  $\Phi$ . Die maximale Texturintensität nahm auf etwa 30 zu und lag in der leicht verschobenen  $\bar{B}_E$ -Lage ( $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ ) = (225°, 45°, 45°). Mit steigender Durchgangszahl blieb der Texturtyp bestehen. Nach vier Durchgängen allerdings wurde eine deutliche Abschwächung von typischen Texturkomponenten sichtbar, deren Intensitäten aber im Laufe der weiteren Umformung wieder leicht zunahm (Abb. 5.8). Nach 12 ECAP-Durchgängen bildete schließlich die Orientierung zwischen  $B_E$ - und  $C_E$ -Komponenten die stärkste Texturlage mit einer Intensität von etwa 20 (Abb. 5.7e).

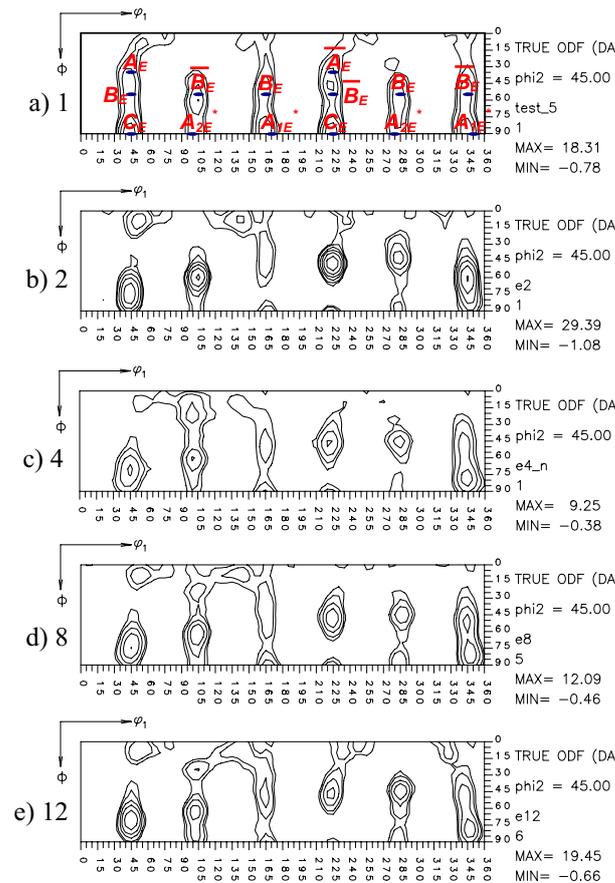


Abb. 5.7.  $\varphi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF nach a) 1, b) 2, c) 4, d) 8, und e) 12 ECAP Durchgängen von Reinkupfer.

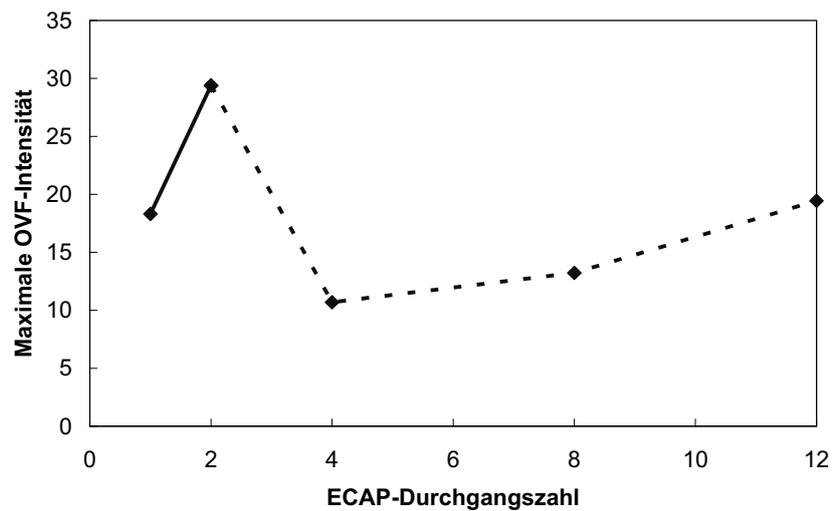


Abb. 5.8: Entwicklung der maximalen Texturintensität von Reinkupfer in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

## 5.1.2 Geglühter Zustand

### 5.1.2.1 Mikrostruktur

Unabhängig vom ECAP-Durchgang wurde eine ähnliche Mikrostrukturentwicklung bei einer anschließenden Wärmebehandlung beobachtet. Während der Glühung traten im verformten Gefüge neue größere, versetzungsfrei Körner auf (Abb. 5.9, 5.11). Im Laufe der Glühung nahm der Anteil an diesen neuentstandenen Körnern auf Kosten des verformten Gefüges zu, bis dieses schließlich vollständig aufgezehrt war (Abb. 5.10). Mit steigender ECAP-Verformung und Glühstemperatur wurde dieser Vorgang beschleunigt. Die mittlere Korngröße des geglühten Gefüges nahm mit steigender Durchgangszahl von 4.5  $\mu\text{m}$  nach einem Durchgang auf 1.4  $\mu\text{m}$  nach 12 Durchgängen deutlich ab (Abb. 5.10, Tabelle 5.1).

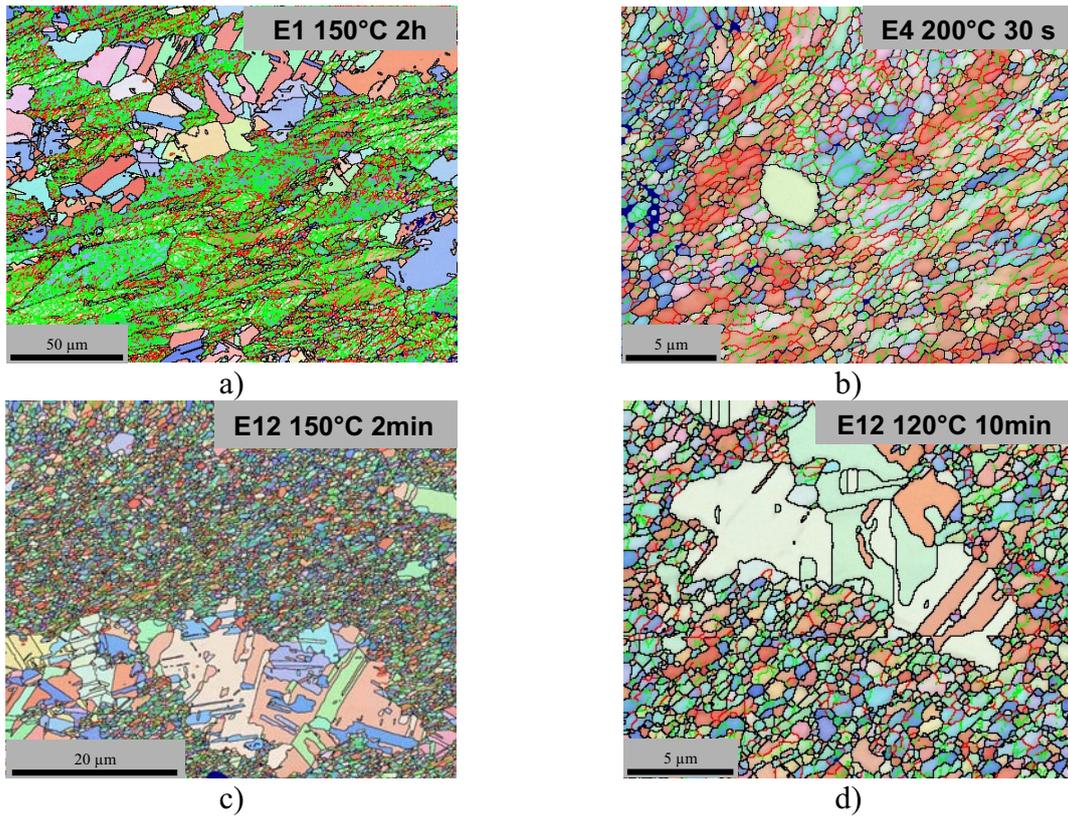


Abb. 5.9: Mikrostruktur von Reinkupfer nach einem ECAP-Durchgang und anschließender Glühung bei 150 °C 2h (a), vier ECAP-Durchgängen bei 200 °C 30s (b), zwölf ECAP-Durchgängen bei 150 °C 2min (c) und 120 °C 10min (d).

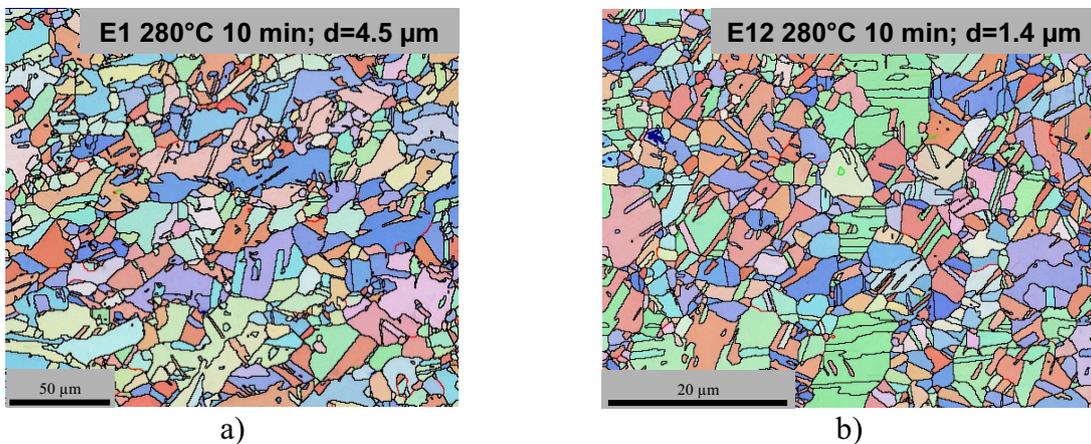


Abb. 5.10: Mikrostruktur von Reinkupfer nach einem ECAP-Durchgang (a) und 12 ECAP-Durchgängen (b) und Glühung bei 280 °C für 10 Minuten (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

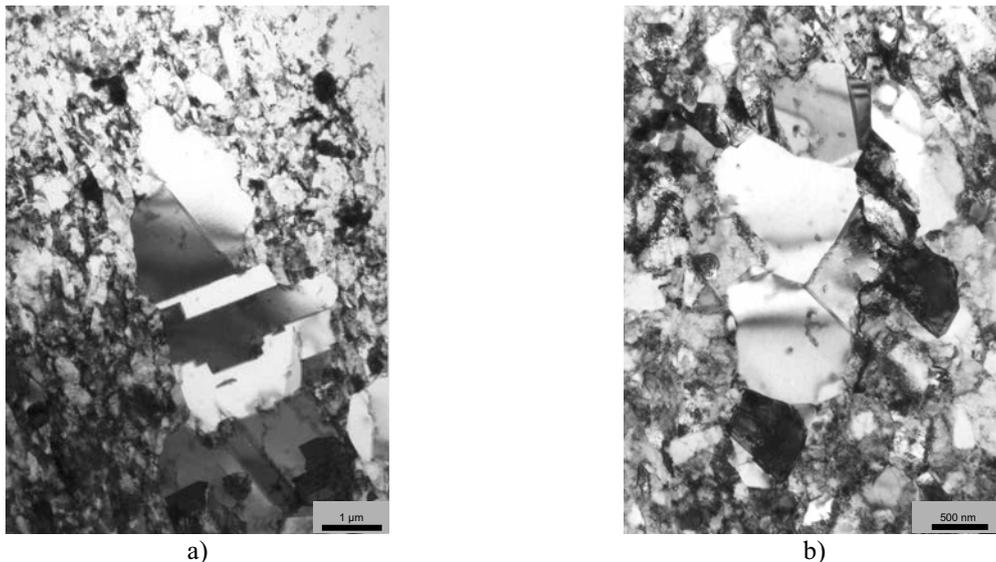


Abb. 5.11: TEM-Aufnahmen von Reinkupfer nach 12 ECAP-Durchgängen und einer Glühung bei 120 °C für 10 Minuten bei unterschiedlicher Vergrößerung.

Tabelle 5.1: Korngröße des geglühten Gefüges nach einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 280 °C und 10 Minuten in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

ECAP-Durchgangszahl	Korngröße, µm
1	4.5
2	2.9
4	1.8
8	1.5
12	1.4

### 5.1.2.2 Mikrohärte

Der Einfluss einer Wärmebehandlung auf die Mikrohärte der ECAP verformten Proben ist in Abb. 5.12 dargestellt. Wegen der besseren Übersichtlichkeit wird auf die Darstellung der Messbalken verzichtet. Je nach Zustand der Proben lag der Fehler der Härtemessung innerhalb von  $\pm 6\%$ .

Grundsätzlich nahm die Härte im Laufe der Glühung unabhängig von der ECAP-Durchgangszahl stark ab. Mit steigender Durchgangszahl fiel die Temperatur, bei der die Erweichung des Materials begann, von etwa 170 °C nach dem ersten Durchgang auf 100 °C nach 12 Durchgängen ab (Abb. 5.12a). Die Proben nach 8 bzw. 12 Durchgängen zeigten eine ähnliche Entwicklung. Ein Vergleich des ECAP-Materials mit dem 86.9 % kaltgewalzten Material, was einem Umformgrad von etwa 2 entspricht und somit mit dem Material nach 2 Durchgängen vergleichbar ist, ergab, dass die starke Härteabnahme der kaltgewalzten Proben bei etwas niedrigeren Glühtemperaturen als die des Materials nach einem ECAP-Durchgang einsetzte. Zum anderen war zu erkennen, dass das Härteplateau, welches nach der starken

Entfestigung bei höheren Glühtemperaturen erreicht wurde, mit steigender Durchgangszahl deutlich zunahm. Bei den Temperaturen, bei denen das Härteplateau erreicht wurde, änderte sich die Korngröße des Gefüges nach einem Durchgang von  $4.1 \mu\text{m}$  auf  $4.9 \mu\text{m}$  zwischen  $230 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ , während nach 12 Durchgängen die mittlere Korngröße des Gefüges sich von  $1.2 \mu\text{m}$  auf  $1.4 \mu\text{m}$  zwischen  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $280 \text{ }^\circ\text{C}$  änderte.

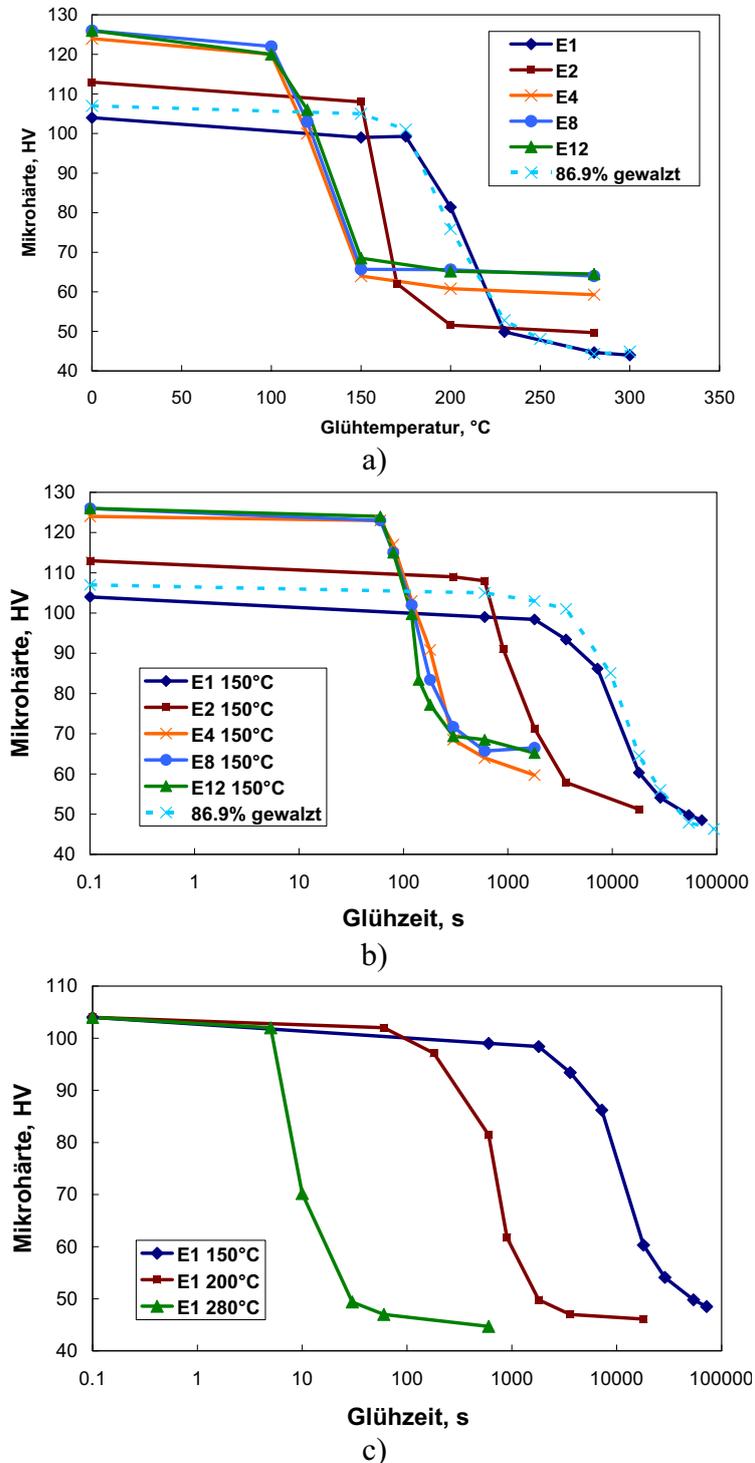


Abb. 5.12: Entwicklung der Mikrohärtigkeit von Reinkupfer bei isochroner Glühung für 10 Minuten (a), isothermer Glühung bei  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  (b) und 3 unterschiedlichen Glühtemperaturen für das ECAP-Material nach einem Durchgang (c).

Während isothermer Glühungen bei 150 °C, 200 °C und 280 °C wurde eine ähnliche Entwicklung der Härte festgestellt. Die Härte nahm mit steigender ECAP-Durchgangszahl deutlich schneller ab (Abb. 5.12b). Mit zunehmender Glüh­temperatur wurde die Entfestigung beschleunigt, wie es am Beispiel der Proben nach einem ECAP-Durchgang in Abb. 5.12c demonstriert wird.

### 5.1.2.3 Makrotextur

Die typischen Texturkomponenten des ECAP verformten Reinkupfer (vgl. Abb. 5.7) wurden im Laufe der Glühung zunehmend abgebaut. Die Abb. 5.13a zeigt die Entwicklung der Textur der Proben nach einem ECAP-Durchgang während der anschließenden Glühung bei 200 °C. Nach einer Glühdauer von 3 Minuten wurde keine wesentliche Änderung der Textur außer einer leichten Abschwächung der bereits vorhandenen Texturkomponenten beobachtet. Mit Erhöhung der Glühdauer wurde die Textur noch regelloser und schließlich nach 5 Stunden wurden die typischen ECAP-Texturkomponenten fast vollständig abgebaut. Nach 2 bzw. 4 Durchgängen war eine ähnliche Texturentwicklung zu verzeichnen. Es wurde kein Auftreten ausgeprägter neuer Orientierungen während der Glühung beobachtet.

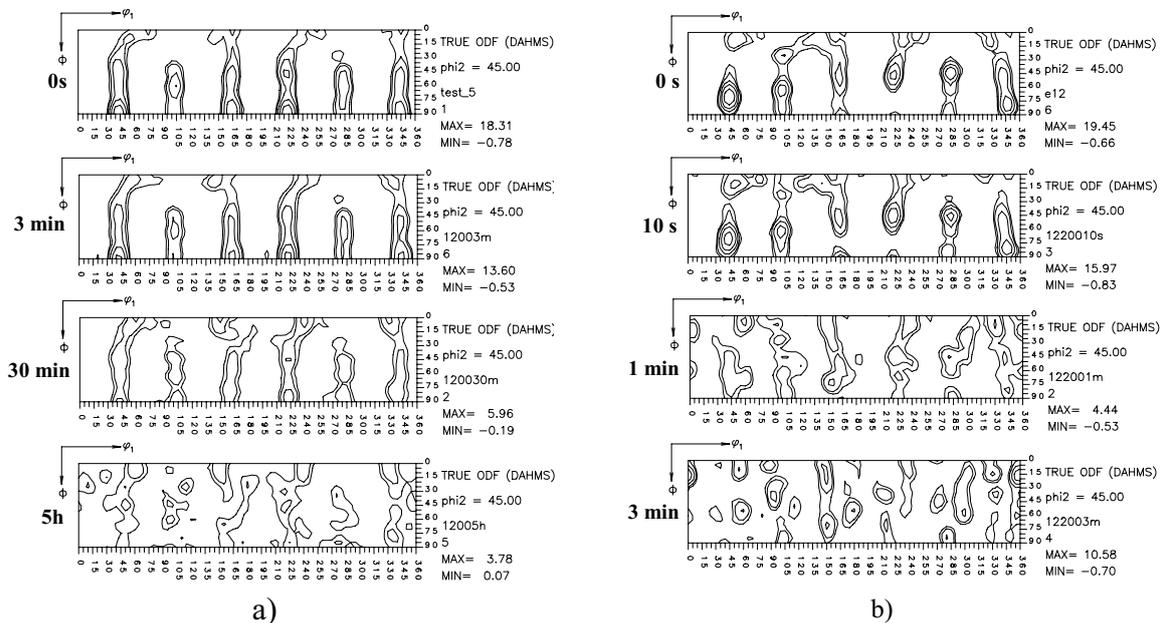


Abb. 5.13:  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF von Reinkupfer nach einem Durchgang (a) und 12 Durchgängen (b) und isothermer Glühung bei 200 °C.

Nach 8 bzw. 12 Durchgängen wurden die Texturkomponenten des verformten Zustandes im Laufe der Glühung ebenfalls stark abgebaut (Abb. 5.13b). Aber nach langen Glühzeiten trat eine neue Orientierung bei  $(\phi_1, \Phi, \phi_2) = (0^\circ, 15^\circ, 45^\circ)$  auf. Weiterhin war auffällig, dass mit

steigender Durchgangszahl die typischen Texturkomponenten des verformten Zustandes schneller abgebaut wurden.

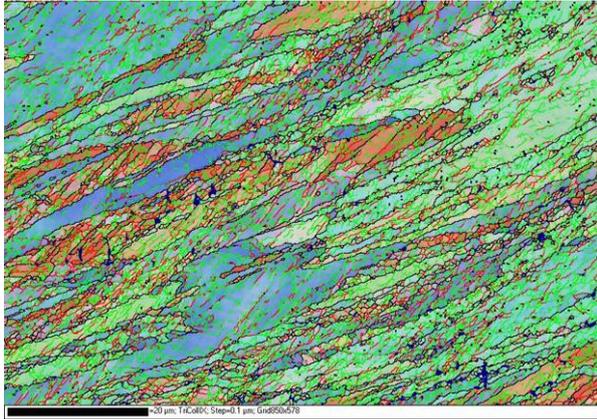
Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass mittels ECAP in Reinkupfer nach 12 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> eine ultrafeinkörnige Struktur mit einer mittleren Korngröße von etwa 440 nm eingestellt werden konnte. Allerdings ist anzumerken, dass die Mikrostruktur sich in wesentlichen Merkmalen von einer gewöhnlichen polykristallinen Struktur unterschied. Es wurde eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte und ein hoher Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen selbst nach höheren Durchgangszahlen im Material beobachtet. Eine anschließende Glühung führte zu entscheidenden strukturellen und texturellen Veränderungen und einer dramatischen Abnahme der Härte im ECAP-Material, die mit steigender Durchgangszahl schneller abliefen.

## 5.2 Kupferzirkonium

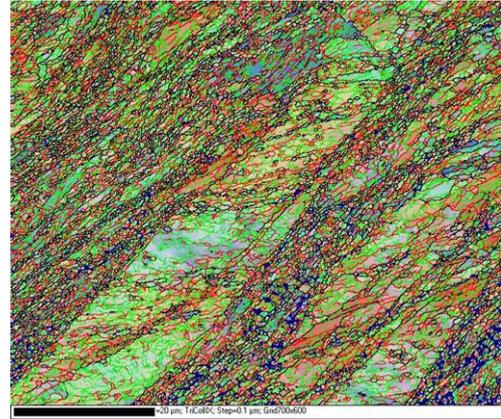
### 5.2.1 Verformter Zustand

#### 5.2.1.1 Mikrostruktur

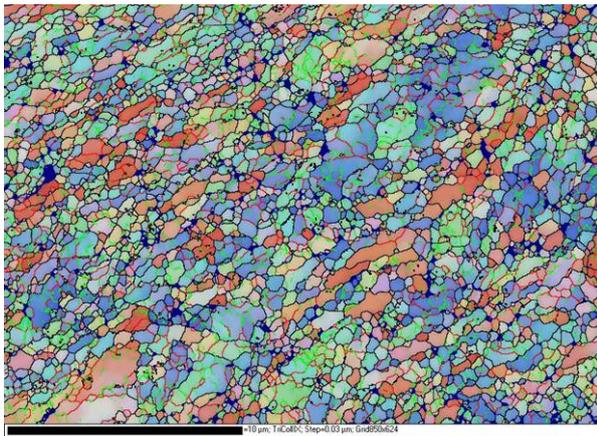
Die CuZr-Proben wurden wie Reinkupfer in ECAP unter der Verwendung der Route B<sub>c</sub> bis zu 12 Durchgängen bei Raumtemperatur hergestellt. Die Entwicklung der Mikrostruktur mit steigender ECAP-Durchgangszahl war der von Reinkupfer (Abb. 5.1) sehr ähnlich. Nach dem ersten Durchgang wurde eine langgestreckten Struktur mit einem hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen sichtbar (Abb. 5.14a, 5.15). Nach 2 Durchgängen konnte stellenweise die Entstehung von sehr feinen Körnern zwischen den größeren gestreckten Strukturen beobachtet werden (Abb. 5.14b). Nach 4 bzw. 8 Durchgängen hat eine erhebliche Kornfeinung stattgefunden. Der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen nahm ab und lag nach 8 Durchgängen bei etwa 50 % (Abb. 5.14 c, d, 5.15). Schließlich nach 12 Durchgängen schien die mittels Orientierungsmikroskopie bestimmte Mikrostruktur homogen und globular zu sein. Die mittlere Korngröße lag dabei bei etwa 370 nm und war damit etwas feiner im Vergleich zu 440 nm in Reinkupfer. Der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen war mit 45 % zwar etwas niedriger als in Reinkupfer nach 12 ECAP-Durchgängen (~50 %), aber insgesamt noch sehr hoch (Abb. 5.14e, 5.15).



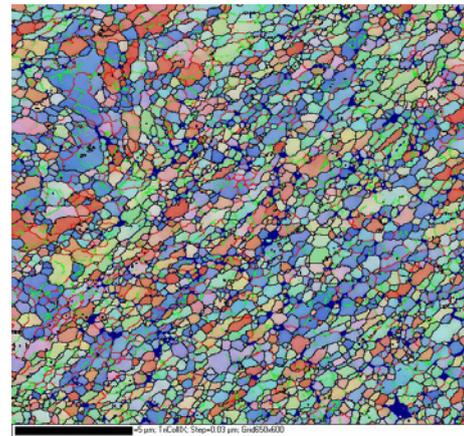
a) 1 ECAP Durchgang



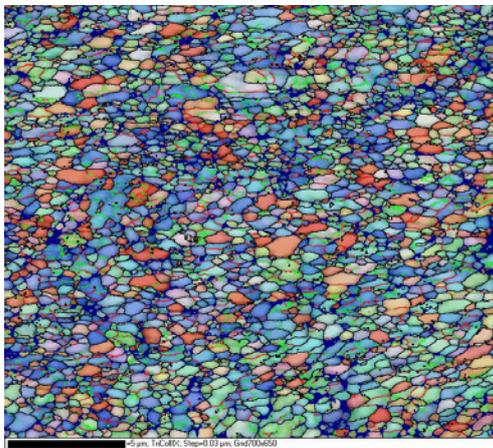
b) 2 ECAP Durchgänge



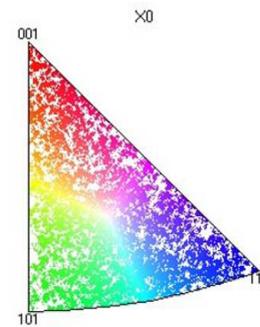
c) 4 ECAP Durchgänge



d) 8 ECAP Durchgänge



e) 12 ECAP Durchgänge



f) Farbcodierung

Abb. 5.14: Mikrostruktur von CuZr nach einem (a), 2 (b), 4 (c), 8 (d), 12 ECAP-Durchgängen (e) und Farbcodierung der Orientierungsmessung (f).

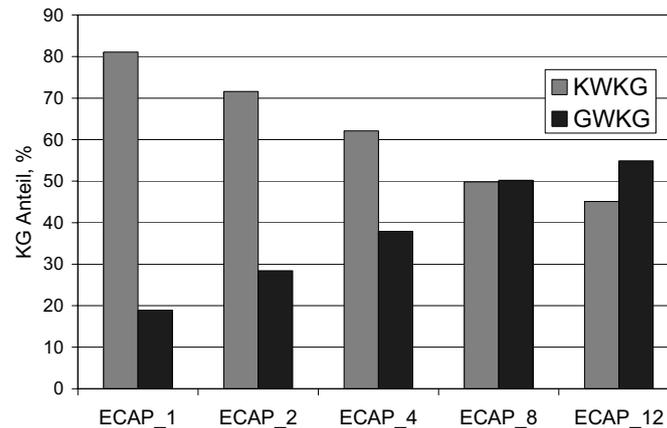


Abb. 5.15: Anteile der Großwinkelkorngrenzen (GWKG) bzw. Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) in CuZr in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

Um detailliertere Informationen über die Mikrostruktur bzw. Versetzungsstruktur von ECAP hergestellten CuZr-Proben zu erhalten, wurden TEM-Untersuchungen durchgeführt. Die Abb. 5.16 zeigt CuZr nach dem ersten ECAP-Durchgang. Wie schon bereits mittels Orientierungsmikroskopie festgestellt (Abb. 5.14a), war eine deutlich langgestreckte Struktur bzw. Zellstruktur zu erkennen. Die Versetzungsdichte war sehr hoch und inhomogen verteilt. Nach 12 Durchgängen wurde die Struktur deutlich feiner, blieb aber weiterhin inhomogen (Abb. 5.17). An manchen Stellen wurden globulare „Körner“ vorgefunden (Abb. 5.17a), während andere noch deutlich langgestreckte Strukturen aufwiesen (Abb. 5.17b). Die Versetzungsdichte blieb hoch und war inhomogen verteilt, auch wenn Bereiche gefunden werden konnten, die eine relativ gut ausgeprägte „Substruktur“ mit schärferen Subkorngrenzen und weniger Versetzungen innerhalb der Subkörner aufwiesen (Abb. 5.17c). Weiterhin wurde oft mechanische Zwillingsbildung beobachtet, wie in Abb. 5.17d zu erkennen ist.

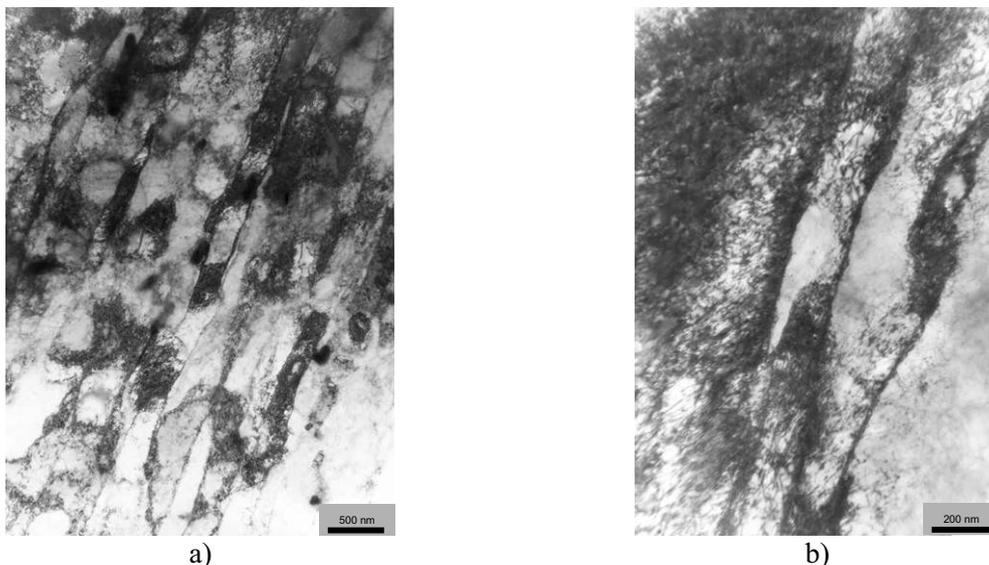


Abb. 5.16: TEM-Aufnahmen von CuZr nach einem ECAP-Durchgang bei unterschiedlicher Vergrößerung.

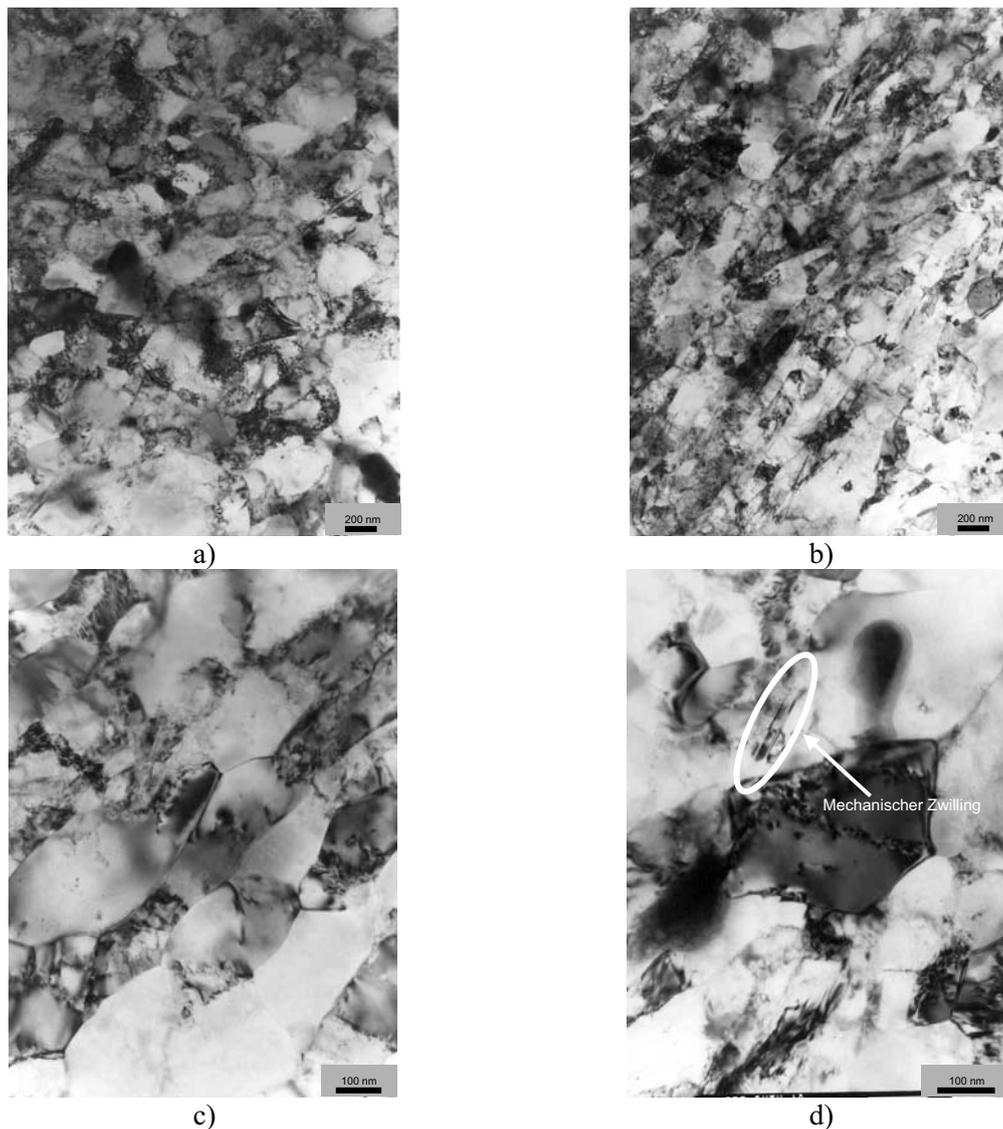


Abb. 5.17: TEM-Aufnahmen von CuZr nach 12 ECAP-Durchgängen bei unterschiedlicher Vergrößerung.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, dass die CuZr-Mikrostruktur, die mittels ECAP eingestellt wurde, zwar ultrafeinkörnig ist, aber ganz deutlich von einer gewöhnlichen geglähten polykristallinen Mikrostruktur zu unterscheiden ist. Denn sie weist selbst nach hohen ECAP-Durchgangszahlen eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte und einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen auf.

### 5.2.1.2 Mikrohärte

Die Härte von CuZr nahm mit steigender ECAP-Verformung deutlich zu. Nach der starken Zunahme besonders im ersten Durchgang schien die Härte nach 4 ECAP-Durchgängen langsam in die Sättigung zu gehen. Die Härte des Materials nach 12 ECAP-Durchgängen lag bei etwa 140 HV (Abb. 5.18).

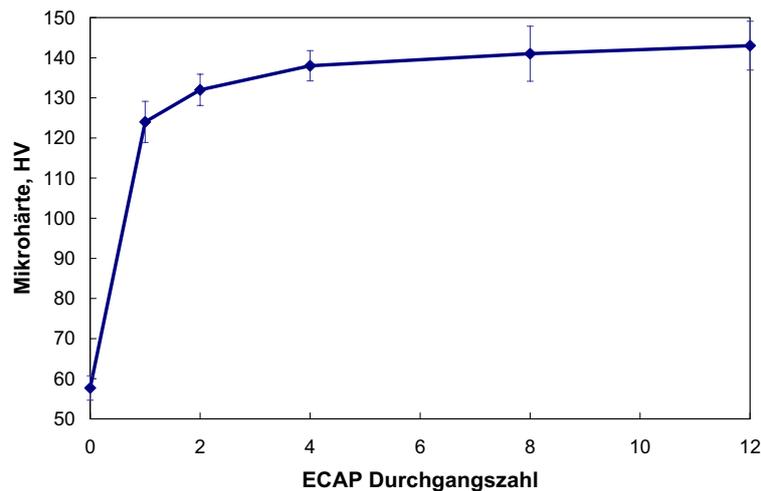


Abb. 5.18: Mikrohärteentwicklung von CuZr während ECAP-Verformung.

### 5.2.1.3 Makrotextur

Bei Betrachtung der Textur von CuZr nach dem ersten ECAP-Durchgang ist zu erkennen, dass alle typischen ECAP-Texturkomponenten, auch wenn mit leichten Abweichungen um  $5^\circ$ , bereits vorhanden waren (Abb. 5.19a). Die maximale Texturintensität betrug etwa 14 und lag bei  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (45^\circ, 70^\circ, 45^\circ)$  zwischen der  $B_E$ - und  $C_E$ -Orientierung. Nach 2 Durchgängen verschoben sich die typischen Lagen leicht entlang von  $\Phi$ . Die Textur wies nicht mehr monokline sondern triklinen Symmetrie auf. Die stärkste Texturkomponente blieb bei  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (45^\circ, 70^\circ, 45^\circ)$ . Nach 4 ECAP-Durchgängen fand eine deutliche Abschwächung der Textur statt (Abb. 5.20). Die stärkste Komponente bildete immer noch die Lage bei  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (45^\circ, 70^\circ, 45^\circ)$  mit einer maximalen Intensität von etwa 8. Mit weiterer Verformung blieb der Texturtyp erhalten, nur die Intensitäten der einzelnen Texturkomponenten variierten etwas. Nach 12 Durchgängen konnte insgesamt ein leichter Anstieg der maximalen Texturintensität verzeichnet werden. Die stärkste Lage blieb bestehen, jetzt mit einer Texturintensität von etwa 10 (Abb. 5.19e, 5.20).

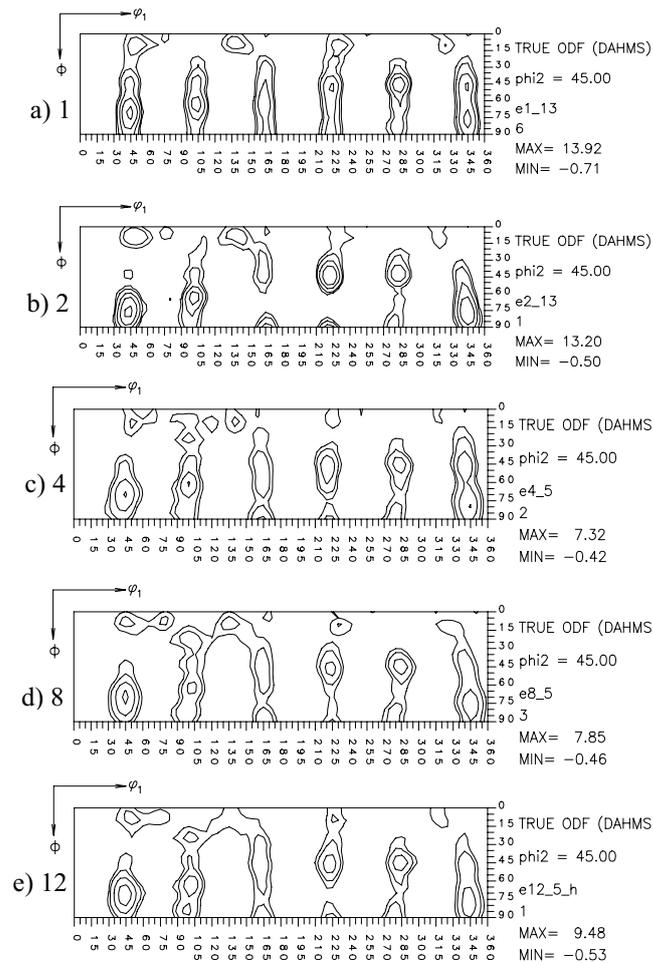


Abb. 5.19.  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF nach a) 1, b) 2, c) 4, d) 8, und e) 12 ECAP Durchgängen von CuZr.

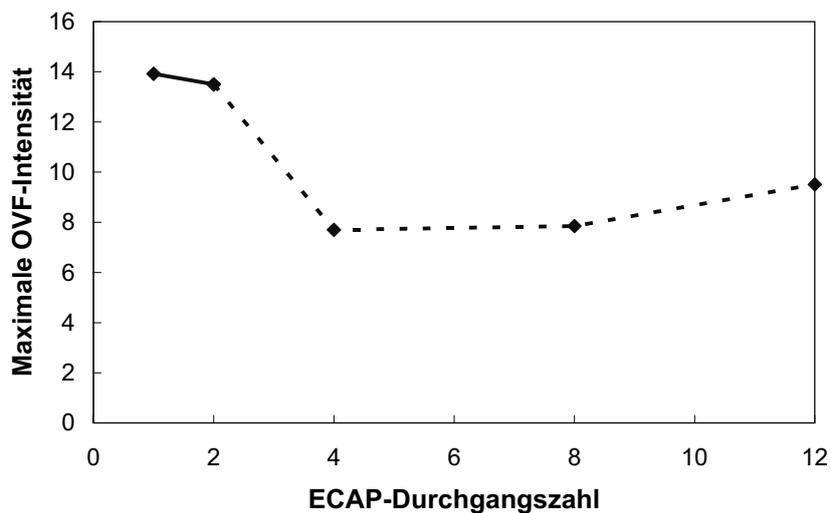


Abb. 5.20: Entwicklung der maximalen Texturintensität von CuZr in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

## 5.2.2 Geglühter Zustand

### 5.2.2.1 Mikrostruktur

Bei anschließender Glühung von ECAP-verformten CuZr-Proben bei Temperaturen unter 550 °C und einer Zeit bis zu 5 Stunden konnte keine nennenswerte mikrostrukturelle Veränderung festgestellt werden. Während einer anschließenden Wärmebehandlung über 600 °C wurde unabhängig von der Durchgangszahl eine ähnliche Mikrostrukturentwicklung beobachtet. Es traten neue größere, substrukturfreie Körner auf, wie es beispielsweise an der Probe nach 4 ECAP-Durchgängen und Glühung bei 650 °C für 10 s in Abb. 5.21 demonstriert wird.

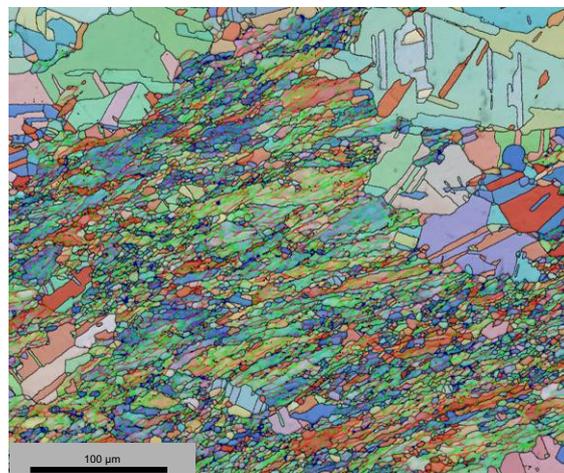


Abb. 5.21: Mikrostruktur von CuZr nach 4 ECAP-Durchgängen und Glühung bei 650 °C für 10s.

Im Laufe der Glühung nahm der Anteil an diesen neugebildeten Körnern auf Kosten des verformten Gefüges zu, bis dieses schließlich vollständig aufgezehrt wurde (Abb. 5.22; 5.23). Die TEM-Untersuchungen an den entsprechenden Proben bestätigten das Auftreten von größeren, zunächst globularen, versetzungsfreien Körnern in der verformten Umgebung mit einer hohen Versetzungsdichte (Abb. 5.24). Die neu entstandenen Körner verzwilligten zudem sehr schnell. Das verformte Gefüge wurde mit steigender Glühtemperatur und zunehmender ECAP-Verformung schneller beseitigt. Bemerkenswert war weiterhin die Abnahme der geglühten Korngröße mit steigender Durchgangszahl (Abb. 5.23).

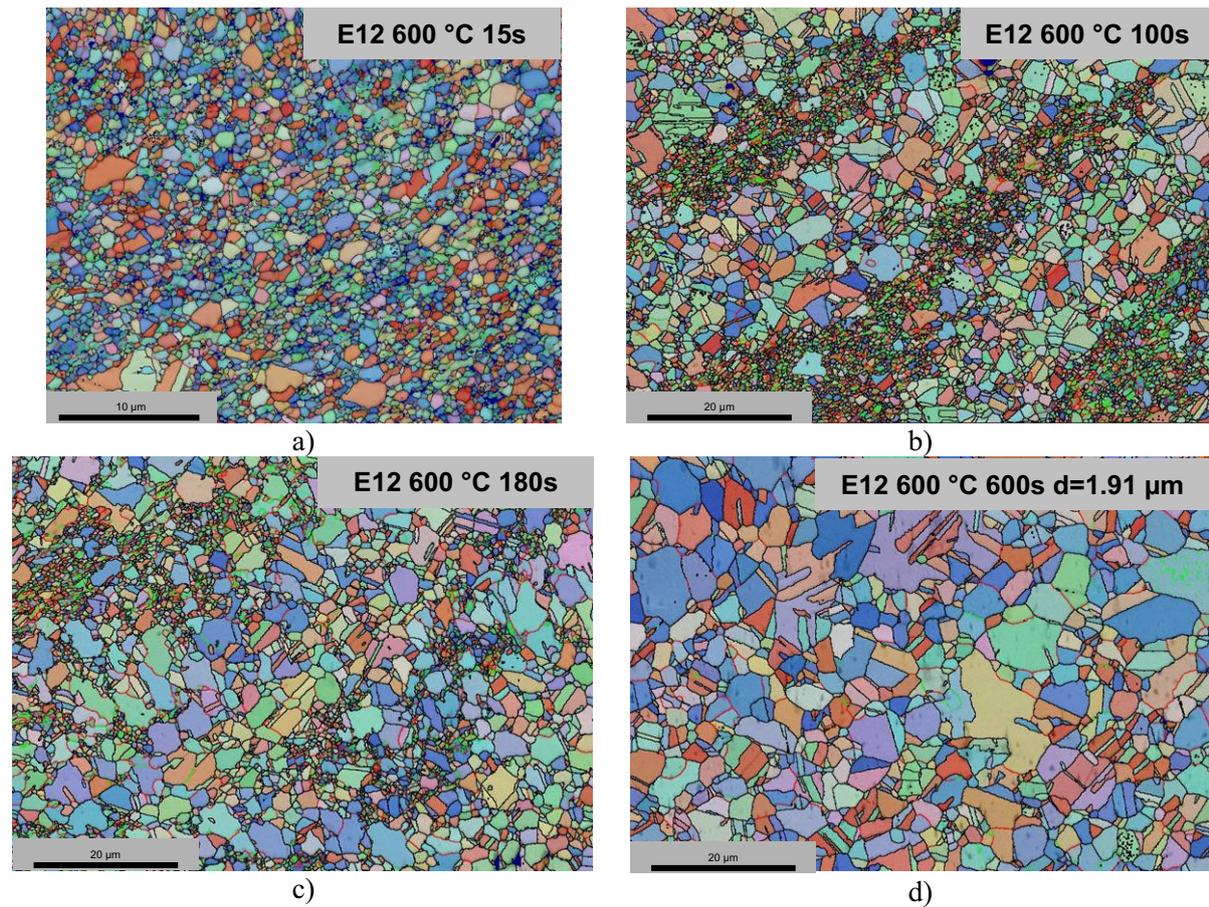


Abb. 5.22: Mikrostrukturentwicklung von CuZr nach 12 ECAP-Durchgängen und Glühung bei 600 °C für 15 s (a), 100s (b), 180 s (c) und 600s (d).

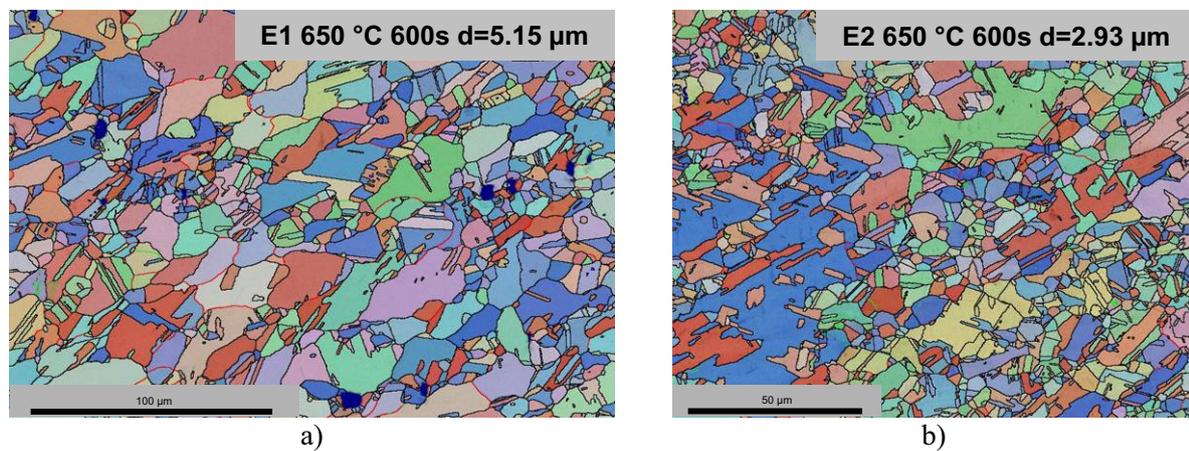


Abb. 5.23: Mikrostruktur von CuZr nach einem ECAP-Durchgang (a) und 2 ECAP-Durchgängen (b) und Glühung bei 600 °C für 10 Minuten (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

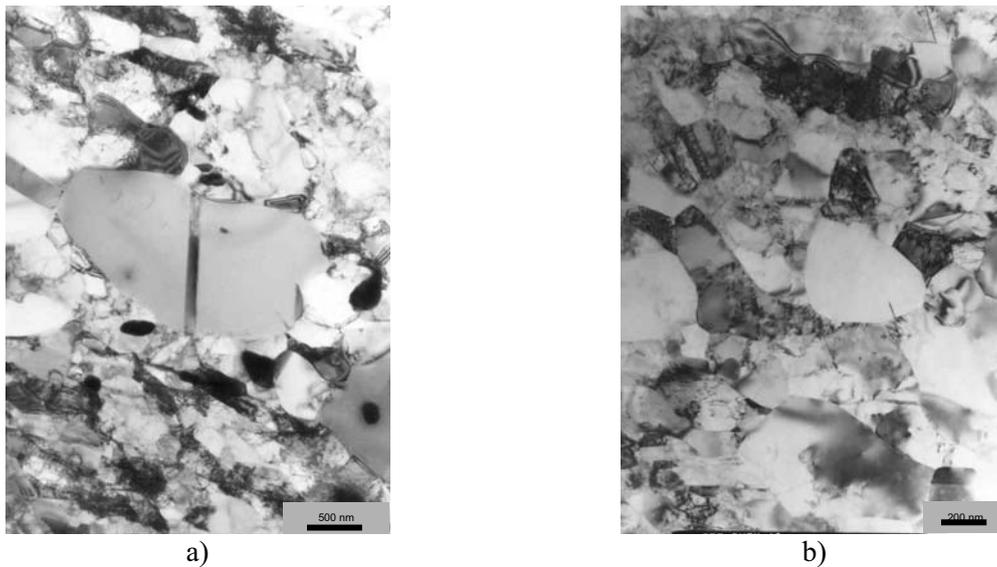


Abb. 5.24: TEM-Aufnahmen von CuZr nach 12 ECAP-Durchgängen und einer Glühung bei 600 °C 15 s bei unterschiedlicher Vergrößerung.

### 5.2.2.2 Mikrohärte

Während der Glühung von ECAP hergestellten CuZr-Proben wurde eine deutliche Entfestigung beobachtet (Abb. 5.25). Allerdings waren Glühtemperaturen ab 600 °C notwendig, um eine Änderung der Härte in sinnvoller Zeit hervorzurufen. Grundsätzlich nahm die Härteabaurate mit steigender Durchgangszahl zu (Abb. 5.25a). Die Proben nach 8 bzw. 12 ECAP-Durchgängen zeigten einen fast identischen Verlauf. Die 84.8 % kaltgewalzten Proben, entsprechend einem Umformgrad von etwa 2, waren stabiler im Vergleich zum ECAP-Material nach 2 Durchgängen. Das Härteplateau bei längeren Glühzeiten nahm mit steigender Durchgangszahl zu. Mit zunehmender Glühtemperatur wurde die Entfestigung beschleunigt, wie es am Beispiel der Proben nach einem ECAP-Durchgang dargestellt wird (Abb. 5.25b).

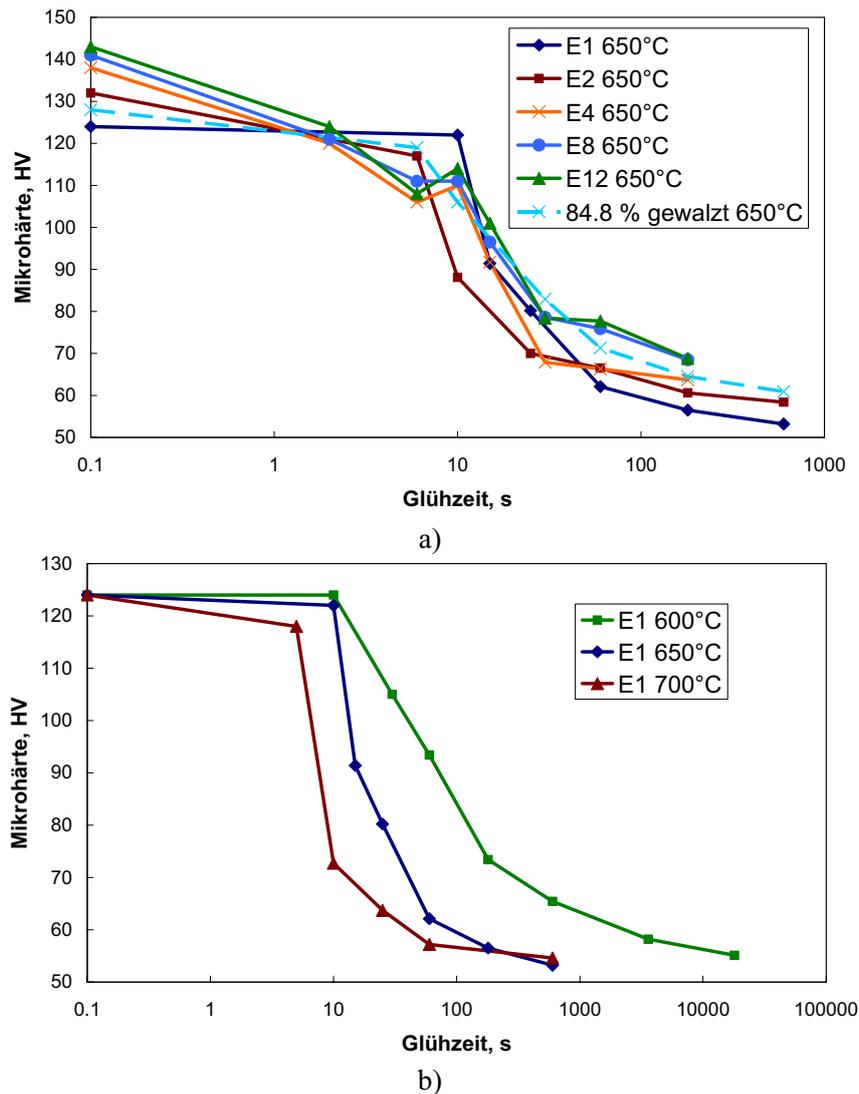


Abb. 5.25: Entwicklung der Mikrohärtigkeit von CuZr bei isothermer Glühung bei 650 °C (a) und 3 unterschiedlichen Glühtemperaturen für das ECAP-Material nach einem Durchgang (b).

### 5.2.2.3 Makrotextur

Während einer anschließenden Glühung von CuZr-Proben nach einem ECAP-Durchgang wurde eine deutliche Abschwächung der bestehenden Texturkomponenten beobachtet (Abb. 5.26a). Bereits nach 10 s bei 650 °C wurde die maximale Texturintensität, die zwischen  $B_E$ - und  $C_E$ -Orientierung lag, von 14 auf etwa 9 reduziert. Mit weiterer Erhöhung der Glühdauer wurde die Textur noch regelloser. Die typischen Texturkomponenten des verformten Zustandes waren nach 180 s nur noch schwach vorhanden. Nach 2 bzw. 4 ECAP-Durchgängen war die Texturentwicklung ähnlich. Nach 8 bzw. 12 Durchgängen dagegen wurde eine davon abweichende Texturentwicklung beobachtet, die am Beispiel der Proben nach 12 ECAP-Durchgängen und Glühung bei 650 °C in Abb. 5.26b dargestellt wird. Nach einer anfänglichen leichten Abnahme der Texturintensität wurde eine Verstärkung der bestehenden Texturkomponenten sichtbar. Besonders deutlich nahm die Intensität der stärksten Orientierung bei

$(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (45^\circ, 70^\circ, 45^\circ)$  von etwa 10 auf etwa 18 nach 180 s zu. Ein Auftreten neuer Texturkomponenten wurde nicht beobachtet.

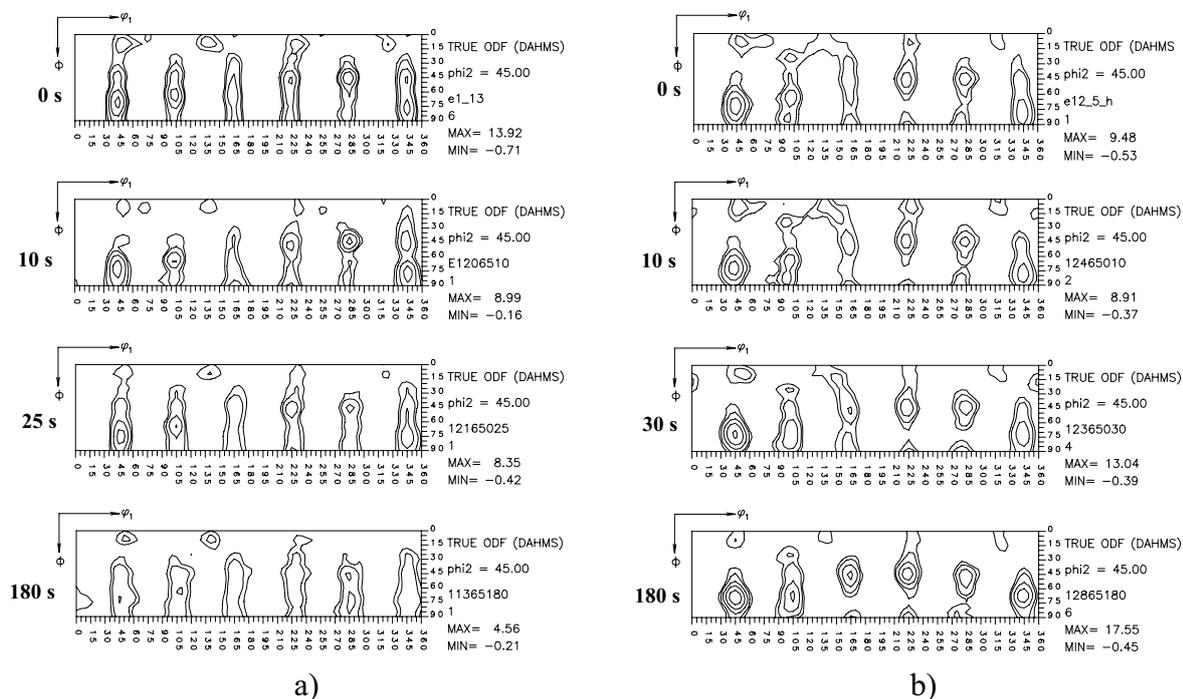


Abb. 5.26:  $\varphi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF von CuZr nach einem Durchgang (a) und 12 Durchgängen (b) und isothermer Glühung bei  $650^\circ\text{C}$ .

Insgesamt lässt sich festhalten, dass mittels ECAP in CuZr eine Struktur mit einer mittleren Korngröße von etwa 380 nm eingestellt werden konnte. Allerdings zeichnet sich diese Struktur durch eine sehr hohe Versetzungsdichte und einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen aus. Während einer anschließenden Wärmebehandlung blieb die Mikrostruktur bis zu einer Temperatur von  $550\text{--}600^\circ\text{C}$  weitgehend stabil. Bei höheren Temperaturen traten wesentliche mikrostrukturelle und texturale Veränderungen auf, die mit steigender Glühetemperatur und ECAP-Durchgangszahl deutlich beschleunigt wurden.

### 5.2.3 Vergleich von Reinkupfer und Kupferzirkonium

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass mittels ECAP in Reinkupfer sowie CuZr ultrafeinkörnige Struktur nach 12 Durchgängen eingestellt werden konnte. CuZr wies eine etwas feinere Struktur mit einer mittleren Korngröße von etwa 380 nm im Vergleich zu 440 nm in Reinkupfer auf (5.1, 5.14). Es war allerdings auffällig, dass die ECAP-Mikrostruktur in beiden Fällen nicht einer gewöhnlichen geglähten polykristallinen Mikrostruktur entsprach. Denn nach der ECAP-Verformung wurden in Reinkupfer so wie in CuZr typische Merkmale einer verformten Struktur wie eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte (5.4, 5.17) als

auch ein hoher Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen ( $\sim 50\%$ ) selbst nach höheren ECAP-Durchgangszahlen vorgefunden (Abb.5.2, 5.15).

Mit steigender ECAP-Verformung nahm die Härte des Materials in den ersten Durchgängen stark zu und schien nach etwa 4 Durchgängen in die Sättigung zu gehen. Die CuZr-Proben wiesen dabei eine etwas höhere Härte im Vergleich zu Reinkupfer auf (Abb. 5.27). Die Härte des zu einer Dickenabnahme von etwa 90 % gewalzten Materials, entsprechend einer ECAP-Verformung von 2 Durchgängen, lag zwischen den Härtewerten von einem und zwei ECAP-Durchgängen.

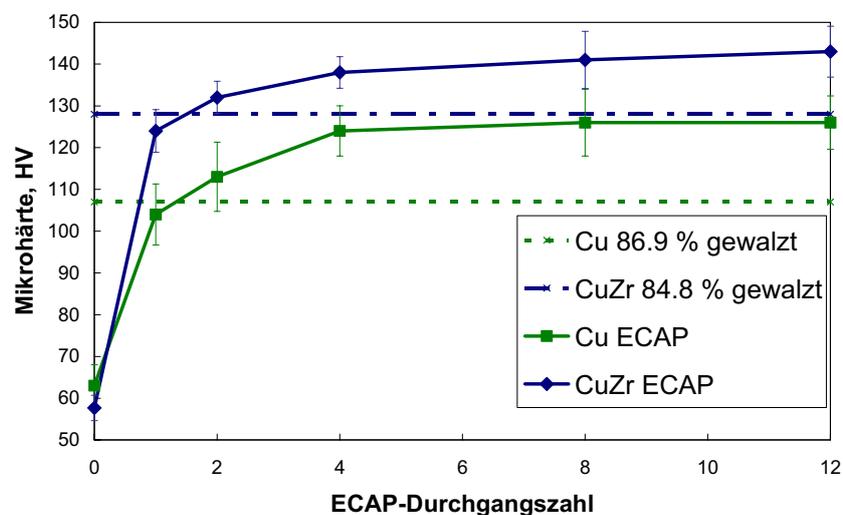


Abb. 5.27: Mikrohärteentwicklung von Reinkupfer und CuZr während ECAP-Verformung und nach Walzen.

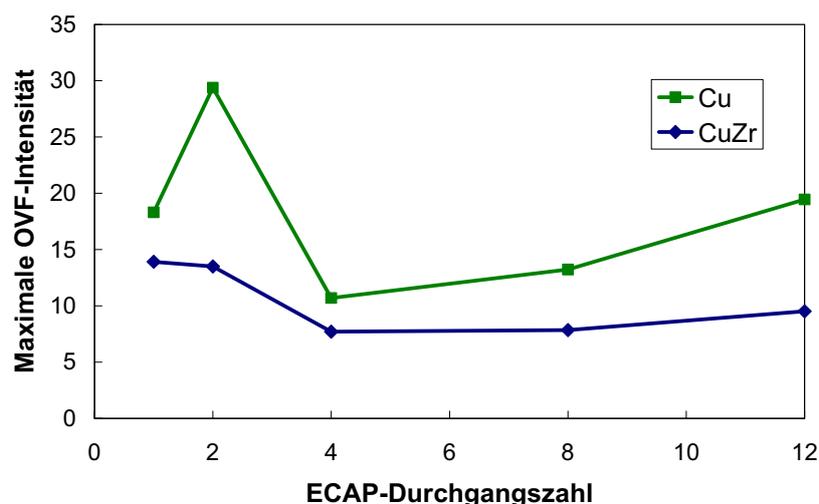


Abb. 5.28: Entwicklung der maximalen Texturintensität von Reinkupfer und CuZr in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

Die Textur des ECAP- Materials entsprach im Wesentlichen der nach einer Scherverformung. Für beide Materialien fand nach 4 ECAP-Durchgängen eine deutliche Abschwächung der

Textur statt (Abb. 5.28). Nach 12 Durchgängen setzte sich die Orientierung, die zwischen  $B_E$ - und  $C_E$ -Orientierung lag, als stärkste Texturkomponente durch (Abb. 5.7, 5.19). Die Textur von CuZr war deutlich schwächer im Vergleich zur Textur von Reinkupfer-Proben.

Bei anschließender Wärmebehandlung traten im verformten Gefüge neue größere, versetzungsfreie Körner auf, deren Anteil im Laufe der Glühung auf Kosten des verformten Gefüges zunahm, bis dieses schließlich vollständig aufgezehrt war (Abb. 5.9-5.11, 5.21-5.24). Es ist allerdings anzumerken, dass für CuZr im Vergleich zu Reinkupfer-Proben wesentlich höhere Glühtemperaturen notwendig waren (600 °C-700 °C im Vergleich zu 150 °C-280 °C), um diese Mikrostrukturänderung hervorzurufen. Die mikrostrukturelle Veränderung ging mit einer deutlichen Entfestigung des Materials einher (Abb. 5.12, 5.25).

Die typischen ECAP-Texturkomponenten wurden im Verlauf der Glühbehandlung deutlich abgebaut. Ein Auftreten neuer Texturkomponenten wurde nicht beobachtet. Eine Ausnahme bildeten die Proben nach 8 bzw. 12 ECAP-Durchgängen. Nach langen Glühzeiten trat bei den Reinkupfer-Proben neben der starken Abschwächung der bestehenden Texturkomponenten eine neue Orientierung bei  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (0^\circ, 15^\circ, 45^\circ)$  auf. Die CuZr-Proben nach 8 und 12 Durchgängen zeigten während der Glühbehandlung nach einer anfänglichen leichten Abschwächung der Textur eine wesentliche Verstärkung der bereits bestehenden Texturkomponenten (Abb. 5.13, 5.26).

## 5.3 Technische AlMgMn-Legierung

### 5.3.1 Verformter Zustand

#### 5.3.1.1 Mikrostruktur

Es soll an dieser Stelle zunächst angemerkt werden, dass die Orientierungsmikroskopiemessungen an hochverformten Proben der AlMgMn-Legierung nicht möglich waren, weshalb die Mikrostrukturcharakterisierung der Proben im verformten Zustand sich auf optische Mikroskopie und TEM beschränken wird.

Nach dem ersten Pressdurchgang wurde die ursprüngliche Kornstruktur mit der mittleren Korngröße von etwa 130  $\mu\text{m}$  deutlich langgestreckt wie anhand der optischen Mikroskopie in

Abb. 5.29 zu erkennen ist. Mit zunehmender Verformung in Route A, also ohne Drehung der Probe zwischen zwei aufeinander folgenden ECAP-Durchgängen, wurden die gestreckten Strukturen deutlich feiner und richteten sich parallel zur Pressrichtung aus. Nach 8 ECAP-Durchgängen waren neben feinen Strukturen etwa  $45^\circ$  zur Pressrichtung geneigte Bänder – Scherbänder - zu beobachten, die sich über die gesamte Probenoberflächen erstreckten (Abb. 5.29b).

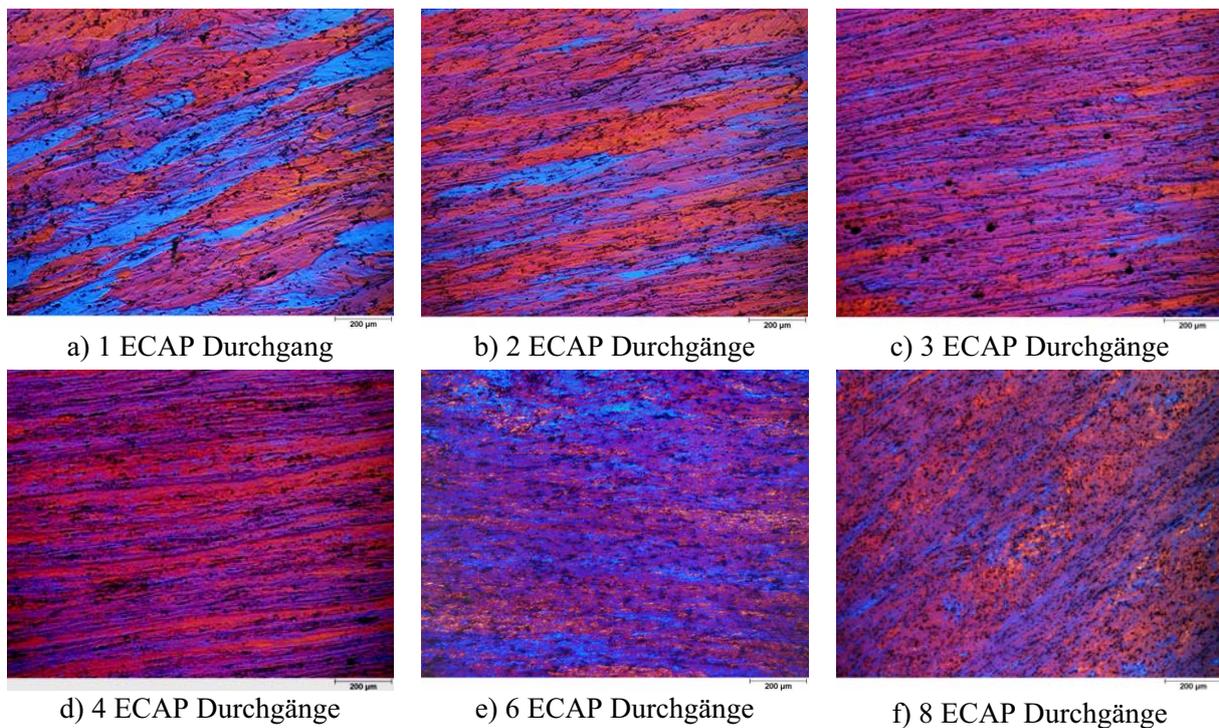


Abb. 5.29: Mikrostruktur der AlMgMn-Legierung nach einem (a), 2 (b), 3 (c), 4 (d), 6 (e) und 8 ECAP-Durchgängen (f) in Route A.

Um genaue Informationen über die Versetzungsstruktur des verformten Gefüges zu bekommen, waren TEM-Untersuchungen auch in dieser Al-Legierung unverzichtbar. Wie bereits mit optischer Mikroskopie gezeigt, bildeten sich nach dem ersten ECAP-Durchgang langgestreckte Strukturen mit einer sehr hohen Versetzungsdichte aus (Abb. 5.30).

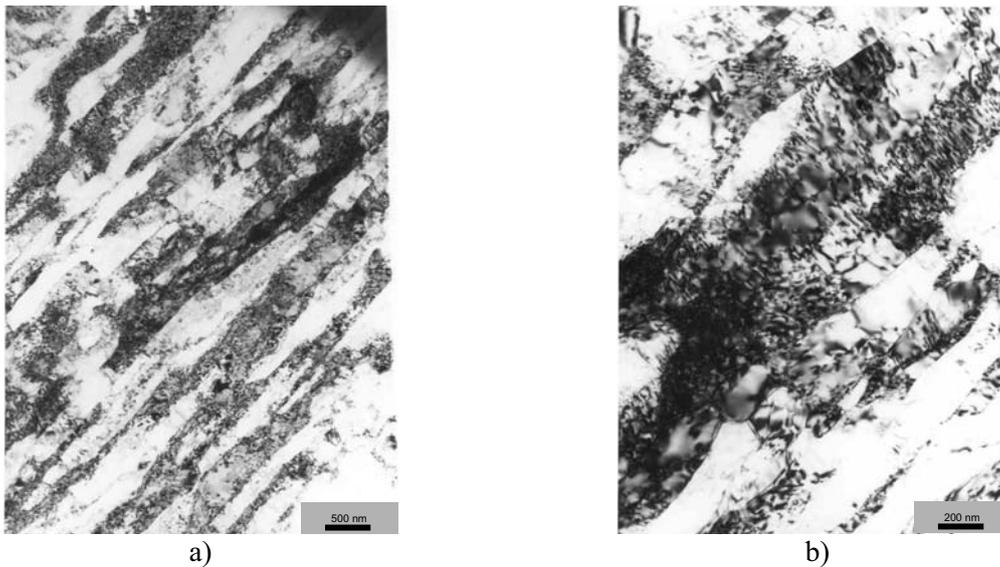


Abb. 5.30: TEM-Aufnahmen der AlMgMn-Legierung nach einem ECAP-Durchgang bei unterschiedlicher Vergrößerung.

Mit zunehmender Verformung wurde die Mikrostruktur deutlich feiner, blieb aber weiterhin sehr inhomogen (Abb. 5.31). Nach 6 ECAP-Durchgängen in Route A war das Gefüge weit davon entfernt, globular zu sein, sondern bestand aus deutlich langgestreckten Körnern bzw. Subkörnern. Die Versetzungsdichte blieb hoch und inhomogen verteilt auch innerhalb der Körner, auch wenn teilweise Bereiche gefunden wurden, die weitgehend versetzungsfrei waren (Abb. 5.32).

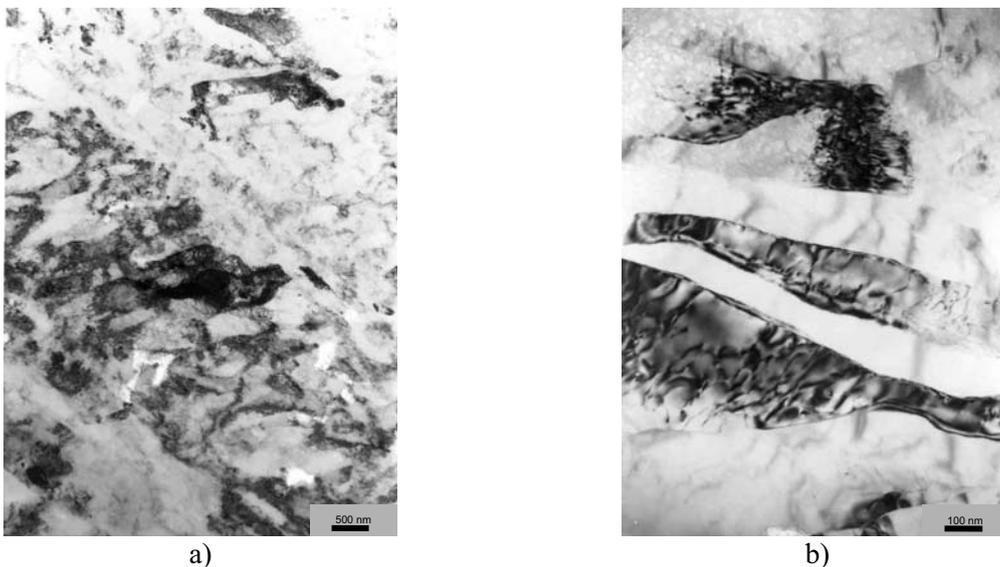


Abb. 5.31: TEM-Aufnahmen der AlMgMn-Legierung nach 2 ECAP-Durchgängen in Route A bei unterschiedlicher Vergrößerung.

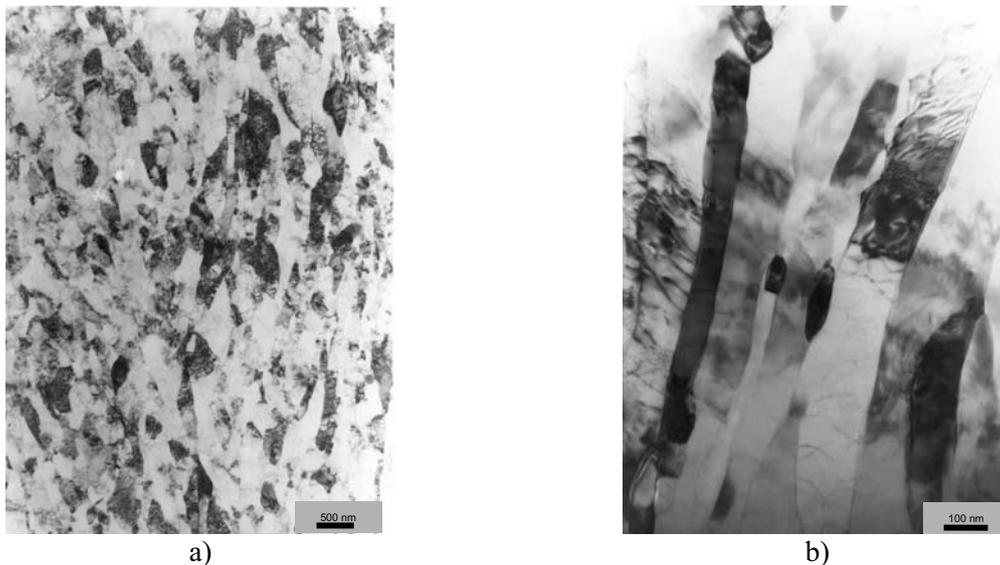


Abb. 5.32: TEM-Aufnahmen der AlMgMn-Legierung nach 6 ECAP-Durchgängen in Route A bei unterschiedlicher Vergrößerung.

Um den Einfluss des Verformungspfades auf die Entwicklung der Mikrostruktur zu untersuchen, wurden die AlMgMn-Proben neben Route A auch in Route B<sub>c</sub> umgeformt. Die Route B<sub>c</sub>-Proben zeigten im Vergleich zur Route A eine etwas andere mikrostrukturelle Entwicklung. Die strukturellen Einheiten wurden im Laufe der ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub> nicht nur länger und feiner wie es in Route A beobachtet wurde, sondern brachen in der Länge ab, wodurch das Gefüge insgesamt auch etwas globularer wurde (Abb. 5.33).

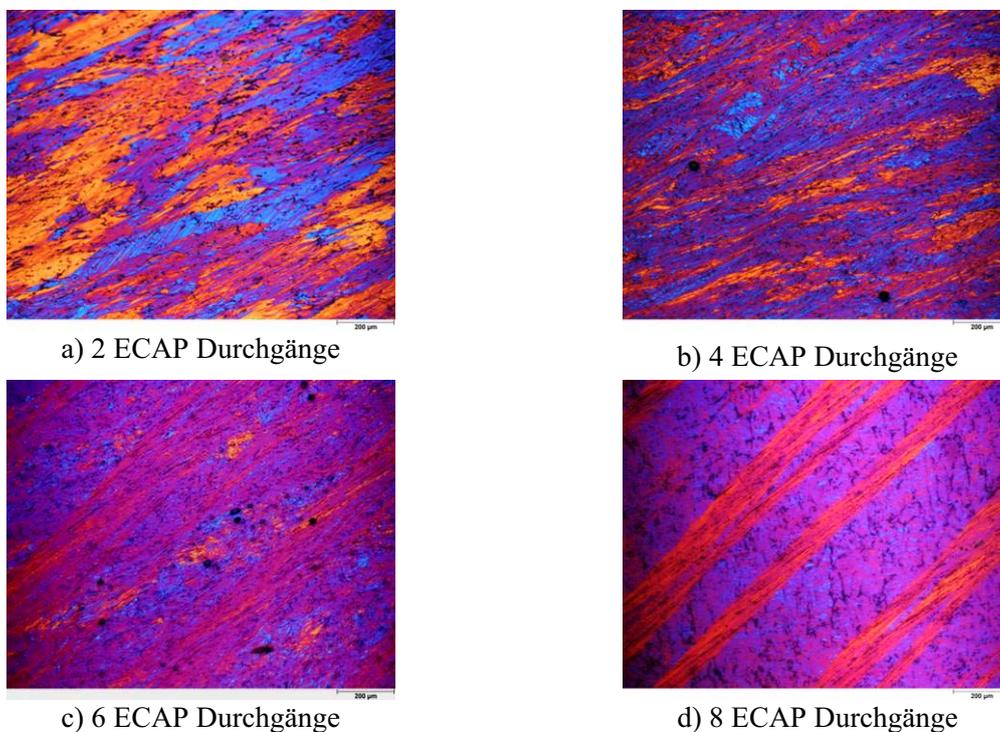


Abb. 5.33: Mikrostruktur der AlMgMn-Legierung nach 2 (a), 4 (b), 6 (c), und 8 ECAP-Durchgängen (d) in Route B<sub>c</sub>.

Nach 6 Durchgängen konnte die Bildung von Scherbändern beobachtet werden, die nach 8 Durchgängen noch deutlicher wurden und sich streifenförmig über die gesamte Probenoberfläche erstreckten (Abb. 5.33c, d). Zwischen den Scherbändern lag eine sehr feine Struktur vor, die mittels optischer Mikroskopie nicht aufgelöst werden konnte.

Die TEM-Aufnahmen der Proben nach 4 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> zeigten eine langgestreckte Struktur (Abb. 5.34a). Teilweise lagen aber auch rundere Einheiten vor (Abb. 5.34b). Es war zu erkennen, dass die Versetzungsdichte hoch und inhomogen verteilt war; die Versetzungen befanden sich nicht nur an den „Korngrenzen“, sondern waren auch innerhalb der „Körner“ zu finden. Auch nach 6 Durchgängen war das Gefüge sehr inhomogen ausgebildet. Manche Stellen wiesen dünne, langgestreckte Körner bzw. Subkörner auf, wie Abb. 5.35a zeigt. Es wurden aber auch stellenweise Bereiche mit globularen „Körnern“ gefunden (Abb. 5.35b). Die Versetzungsdichte war auch hier sehr hoch und inhomogen verteilt (Abb. 5.35d), auch wenn Bereiche existierten, die eine ausgeprägte Substruktur mit versetzungsarmen Subkörnern und scharfen Subkorngrenzen aufwiesen (Abb. 5.35c).

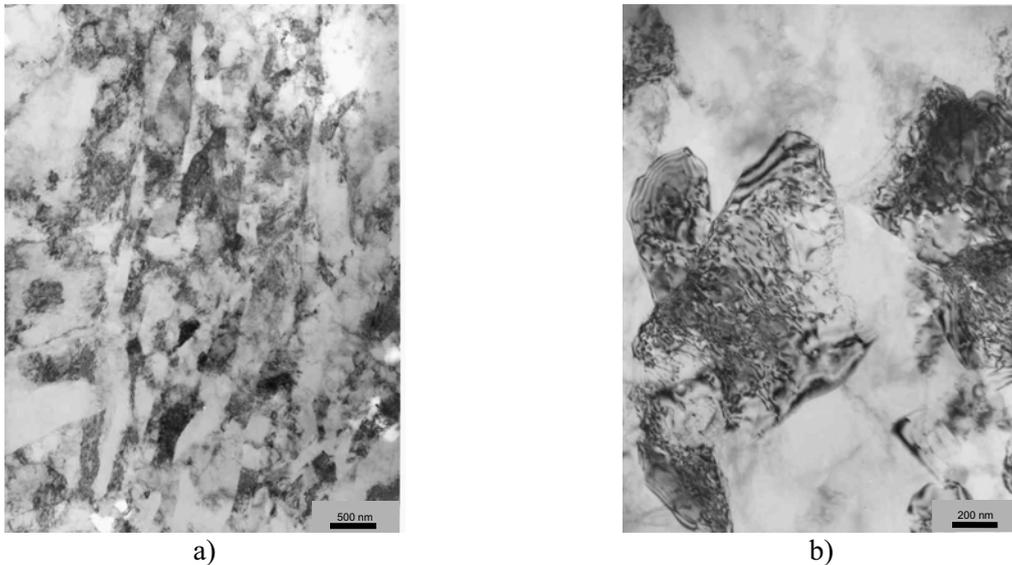


Abb. 5.34: TEM-Aufnahmen der AlMgMn-Legierung nach 4 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> bei unterschiedlicher Vergrößerung.

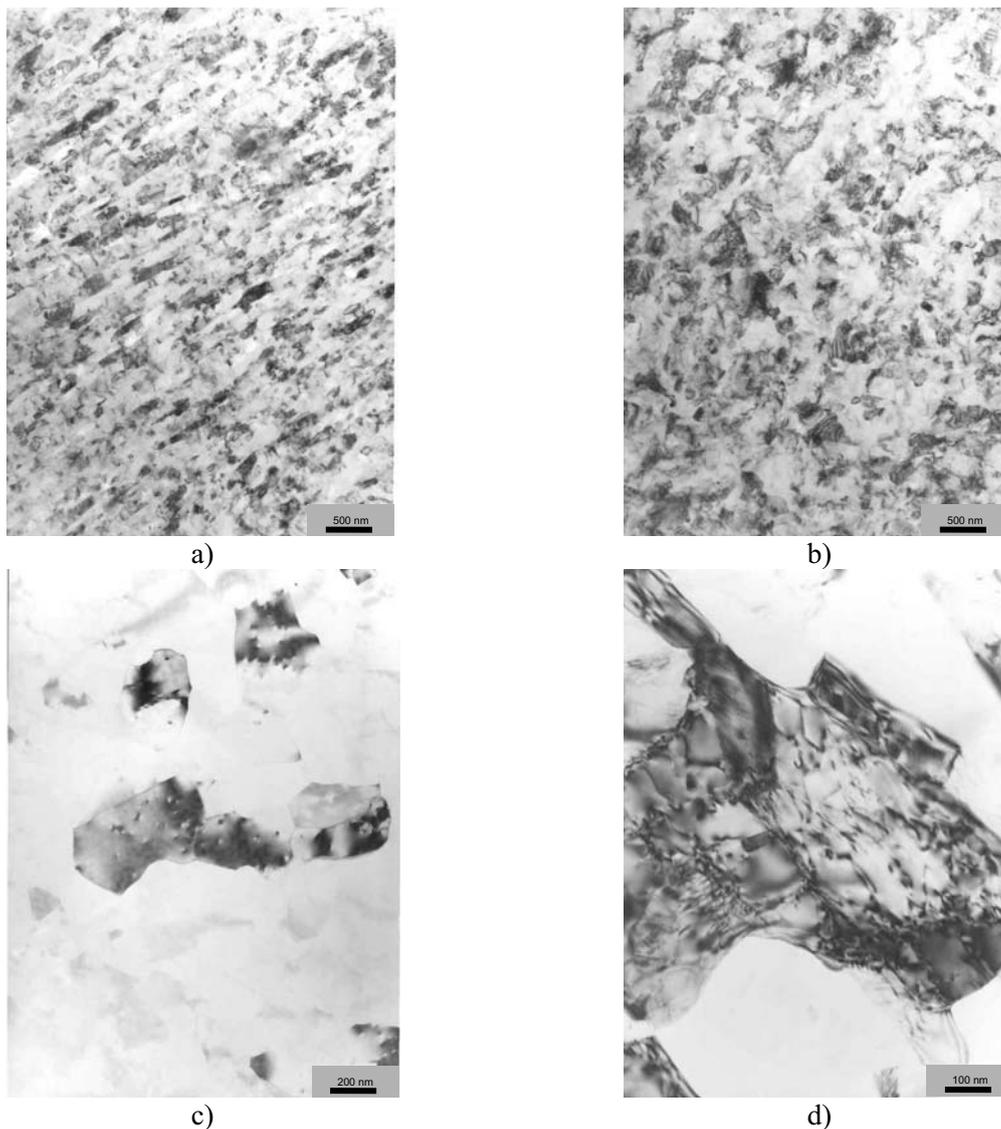


Abb. 5.35: TEM-Aufnahmen der AlMgMn-Legierung nach 6 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> bei unterschiedlicher Vergrößerung.

Insgesamt kann also festgehalten werden, dass die Mikrostruktur der untersuchten AlMgMn-Modelllegierung, die mittels ECAP eingestellt wurde, deutlich von einer gewöhnlichen polykristallinen geglähten Struktur abzugrenzen ist. Unabhängig von der gewählten ECAP-Route enthielt das Material generell eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte und einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen. Die Proben der Route B<sub>c</sub> wiesen insgesamt eine etwas feinere sowie globularere Struktur im Vergleich zu Route A-Proben, die selbst nach 6 Durchgängen deutlich langgestreckt blieb. Auffällig war auch die Scherbandbildung bei höheren ECAP-Durchgangszahlen, die bei Route B<sub>c</sub> früher einsetzte und ausgeprägter zu sein schien.

### 5.3.1.2 Mikrohärtete

Die Mikrohärtete des Materials nahm mit steigender ECAP-Verformung zu. Es wurden keine wesentlichen Unterschiede zwischen den beiden gewählten Verformungsrouten festgestellt. Die Härte im Ausgangszustand betrug etwa 38 HV. Nach dem ersten Durchgang hat die Härte deutlich zugenommen auf etwa 70 HV. Nach etwa 2 ECAP-Durchgängen schien die Härte in die Sättigung zu gehen, auch wenn noch ein leichter Anstieg der Härte bei höheren Durchgangszahlen zu verzeichnen war. Nach 8 ECAP-Durchgängen lag die Härte bei etwa 90 HV (Abb. 5.36).

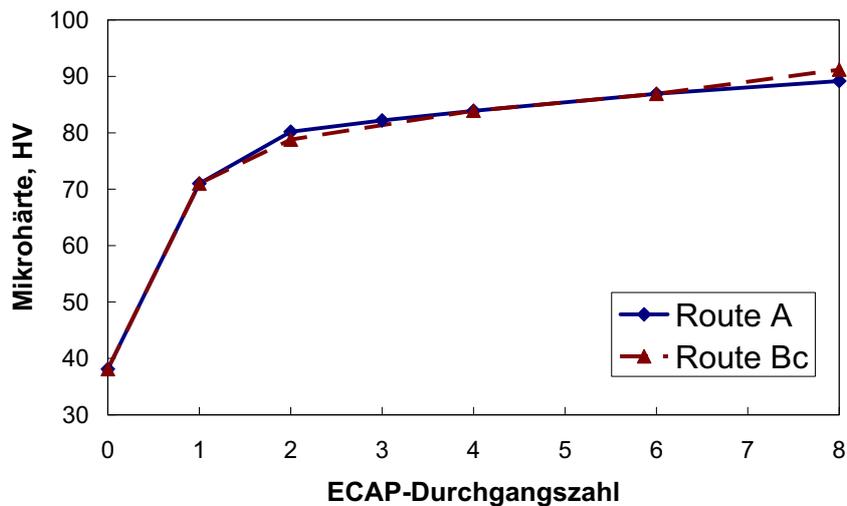


Abb. 5.36: Mikrohärteteentwicklung von AlMgMn-Legierung während der ECAP-Verformung.

### 5.3.1.3 Makrotextur

Für eine bessere Übersichtlichkeit werden die Makrotexturen wie bereits bei Reinkupfer und CuZr nur anhand eines Schnittes der OFV  $\varphi_2=45^\circ$  dargestellt. Die Darstellung dieses Schnittes ist ausreichend, um alle idealen Lagen von Schertexturen und somit von ECAP-Texturen abzubilden.

In Route A wurde eine oszillierende Texturentwicklung beobachtet (Abb. 5.37). Die maximale Texturintensität nahm nach 3 ECAP-Durchgängen ab, wurde stärker bis zu 6 Durchgängen und wieder deutlich schwächer nach 8 Durchgängen (Abb. 5.39). Insgesamt blieb die Textur während der Verformung sehr schwach. Abgesehen vom ersten und letzten Durchgang bildete die stärkste Texturkomponente die leicht verschobenen  $A_{IE}^*$ -Orientierung (Abb. 5.37a). Nach dem ersten bzw. achten ECAP-Durchgang stellte dagegen die  $C_E$ -Komponente die stärkste Texturlage dar.

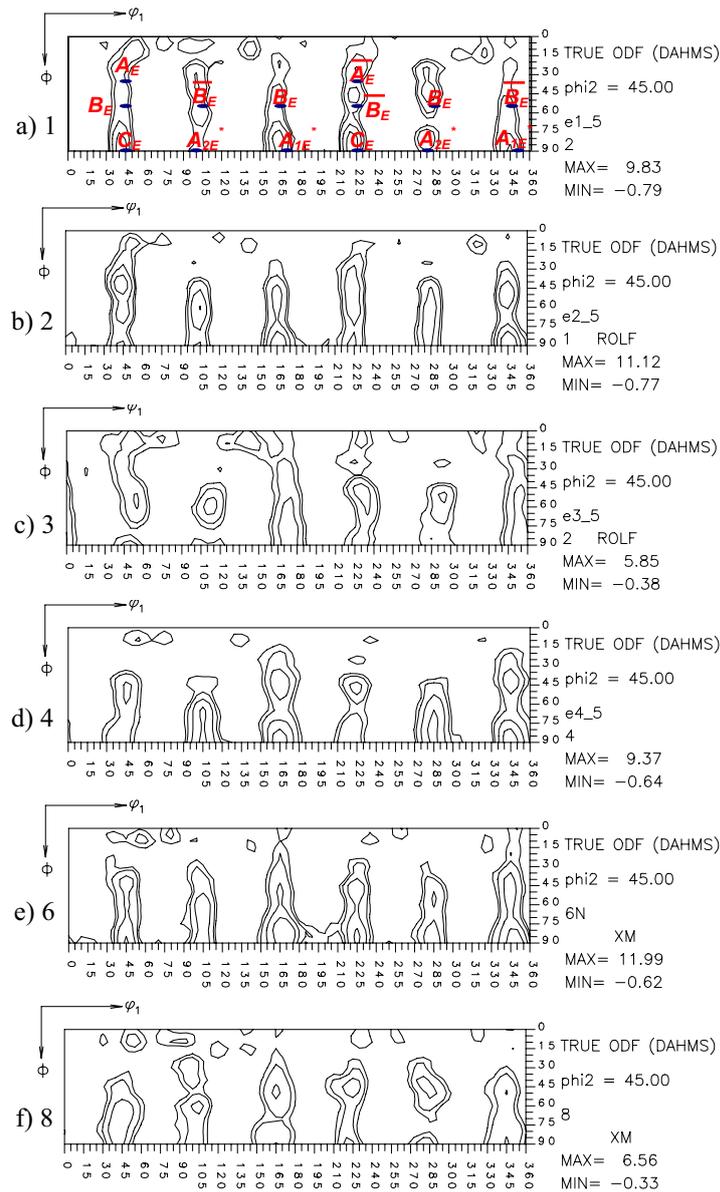


Abb. 5.37.  $\phi_2=45^\circ$  Schnitt der OVF nach a) 1, b) 2, c) 3, d) 4, e) 6 und f) 8 ECAP Durchgängen in Route A von AlMgMn-Legierung.

Die Verformung in Route B<sub>c</sub>, in der nach jedem Durchgang eine Rotation der Probe um  $90^\circ$  um die Längsachse erfolgt, führte zur Ausbildung einer etwas anderen Textur (Abb. 5.38). Die auftretenden Komponenten waren gegenüber idealen Texturkomponenten entlang von  $\Phi$  verschoben. Insgesamt wies die Textur eine triklinische Symmetrie auf. Nach 2 und mehr Durchgängen in Route B<sub>c</sub> bildete die Orientierung zwischen B<sub>E</sub>- und C<sub>E</sub>-Komponenten ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ )=( $45^\circ, 70^\circ, 45^\circ$ ) die stärkste Lage, die nach 2 Durchgängen eine Texturintensität von etwa 20 aufwies. Nach 4 ECAP-Durchgängen fand eine Abschwächung der bereits bestehenden Texturkomponenten statt, die nach 6 Durchgängen noch ausgeprägter wurde. Nach 8 Durchgängen blieb die Textur mit einer maximalen Intensität von etwa 10 relativ schwach (Abb. 5.39).

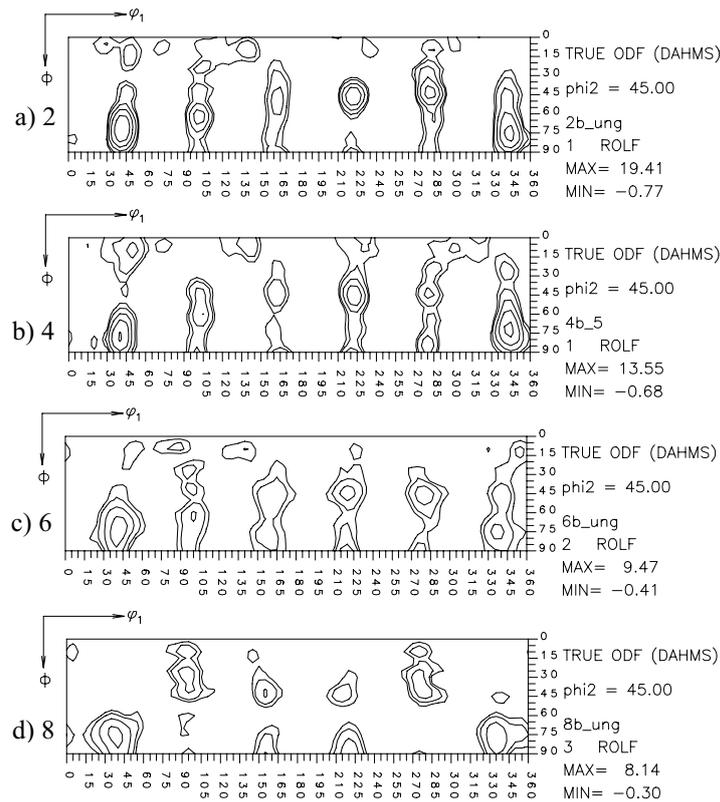


Abb. 5.38.  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF nach a) 2, b) 4, c) 6 und d) 8 ECAP Durchgängen in Route B<sub>c</sub> von AlMgMn-Legierung.

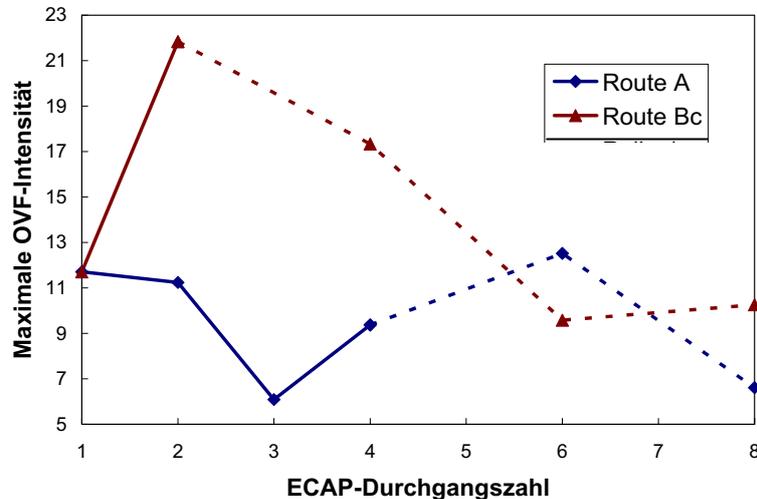


Abb. 5.39: Entwicklung der maximalen Texturintensität von AlMgMn-Legierung in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl für zwei ECAP-Routen.

## 5.3.2 Geglühter Zustand

### 5.3.2.1 Mikrostruktur

Unabhängig von Pressdurchgang und Route wurde bei den ECAP hergestellten AlMgMn-Proben eine ähnliche Entwicklung während einer anschließenden Glühung beobachtet. In der verformten Struktur tauchten größere, substrukturfreie Körner auf (Abb. 5.40a, 5.41a). Der

Anteil an diesen neugebildeten Körnern nahm im Laufe der Glühung zu, bis das gesamte ursprüngliche verformte Gefüge aufgezehrt wurde (Abb. 5.40, 5.41). Die Beseitigung der verformten Struktur lief mit steigender Durchgangszahl schneller ab und war für Proben der Route B<sub>c</sub> beschleunigt. Die Abb. 5.40c, d zeigen die Proben nach 2 Durchgängen in Route A und B<sub>c</sub> nach der gleichen Glühbehandlung bei 300 °C für eine Stunde. Die ursprüngliche verformte Struktur der Route B<sub>c</sub>-Probe war dabei vollständig verschwunden, während die entsprechende Probe der Route A noch erhebliche Reste des verformten Gefüges aufwies.

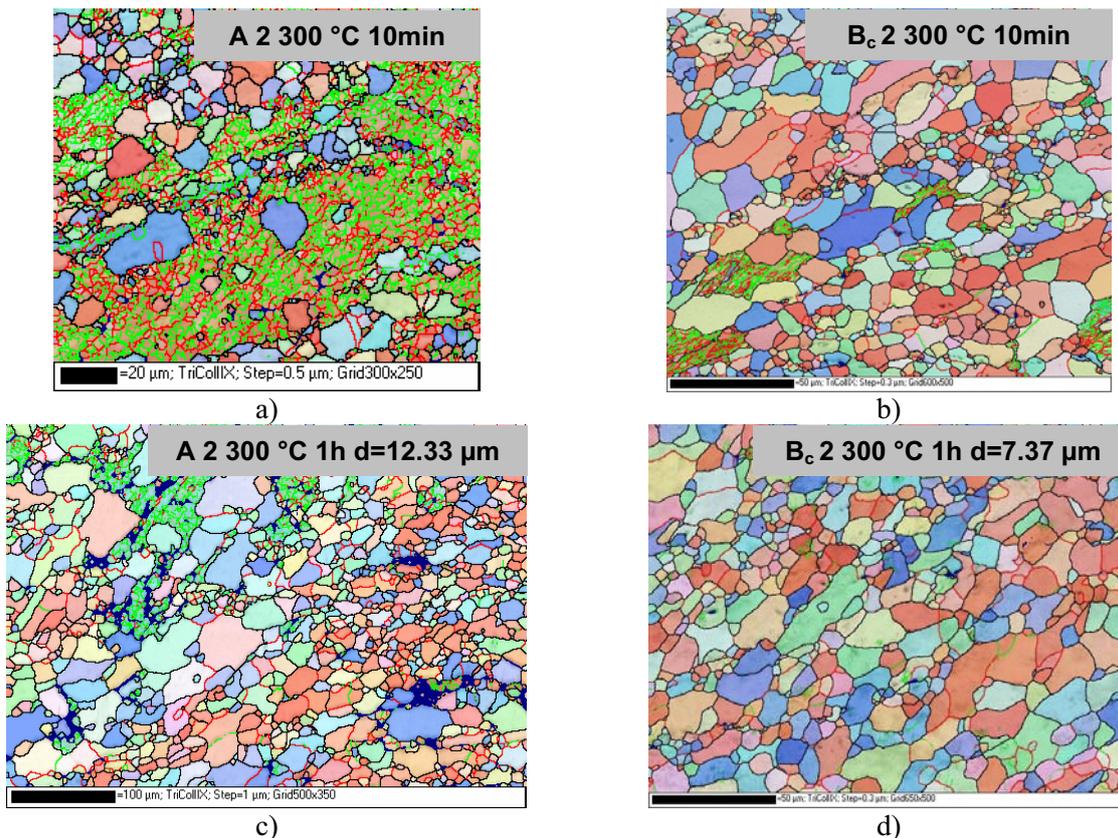


Abb. 5.40: Mikrostrukturentwicklung von AlMgMn-Legierung nach 2 ECAP-Durchgängen in Route A nach einer Glühung bei 300 °C für 10 min (a) und 1 h (c) und in Route B<sub>c</sub> nach 10 min (b) und 1h (d) (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

Die geglühte Korngröße nahm mit steigender Durchgangszahl ab. So änderte sich die mittlere Korngröße des Gefüges der Route B<sub>c</sub>-Proben nach 2 ECAP-Durchgängen von 7.4 μm auf 2.8 μm nach 6 Durchgängen bei anschließender einstündiger Glühung bei 300 °C (5.40d, 5.41d). Zudem war die geglühte Korngröße der Proben der Route B<sub>c</sub> deutlich feiner im Vergleich zu den Route A-Proben. So wiesen die Proben der Route A nach 6 Durchgängen und einstündiger Glühung bei 300 °C eine mittlere Korngröße von etwa 5.3 μm auf, während die Proben in Route B<sub>c</sub> mit einer mittleren Korngröße von 2.8 μm deutlich feinkörniger waren (Abb. 5.41c, d).

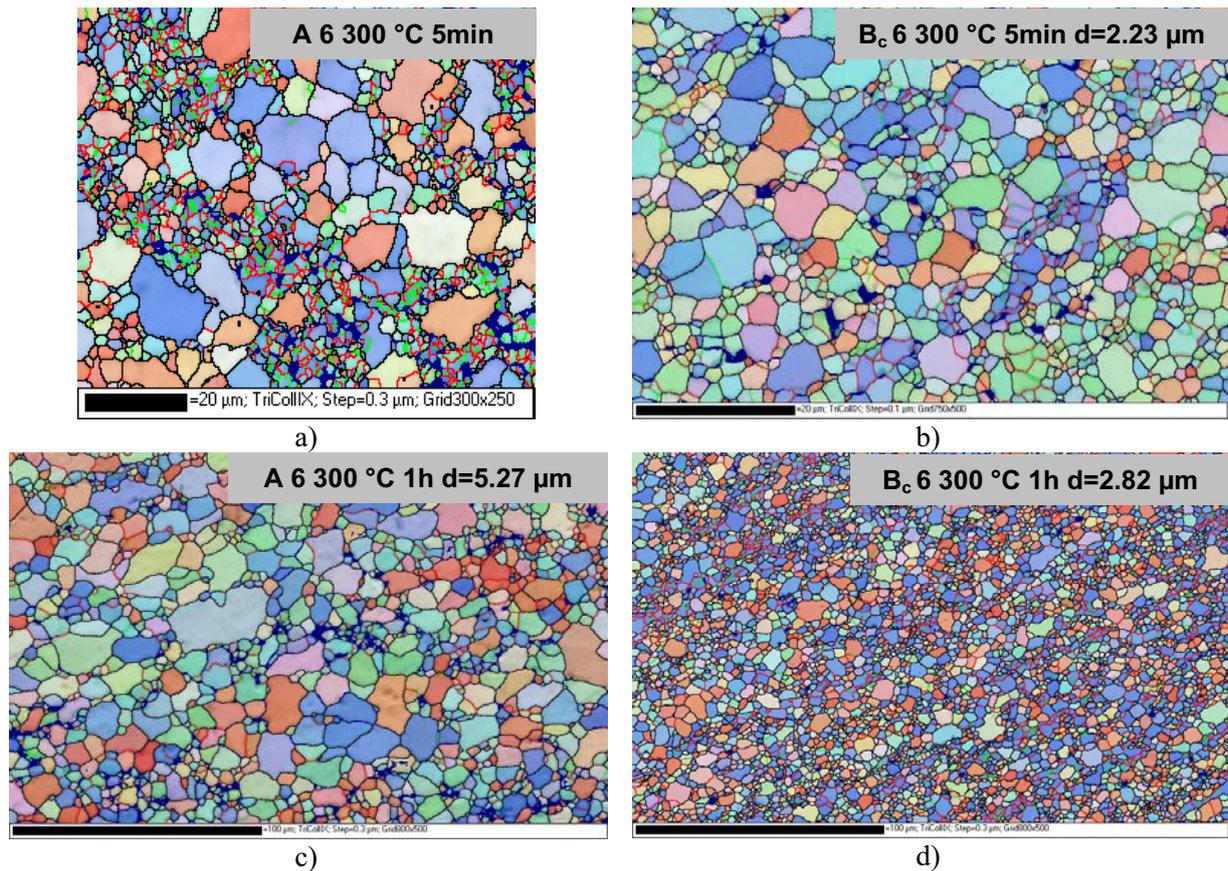


Abb. 5.41: Mikrostrukturentwicklung von AlMgMn-Legierung nach 6 ECAP-Durchgängen in Route A nach einer Glühung bei 300 °C für 5 min (a) und 1 h (c) und in Route B<sub>c</sub> nach 5 min (b) und 1 h (d) (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

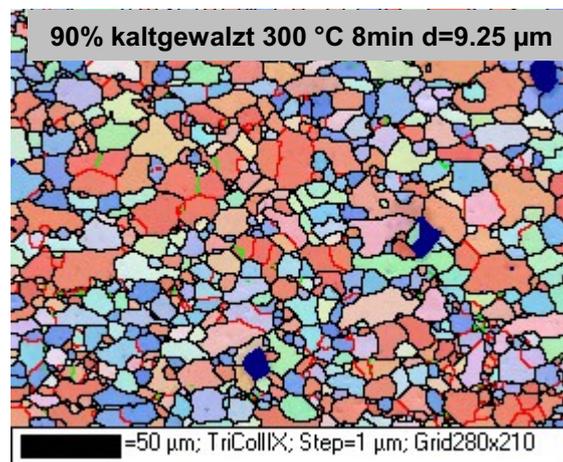


Abb. 5.42: Mikrostruktur von 90 % kaltgewalzten AlMgMn-Legierung nach Glühung bei 300 °C für 8 Min.

Ein Vergleich des ECAP hergestellten Materials mit dem 90 % kaltgewalzten Material, entsprechend einem Umformgrad nach 2 ECAP-Durchgängen, zeigt, dass in ECAP-Proben noch deutliche Reste des verformten Gefüges vorhanden waren (Abb. 5.40a, b), während das Gefüge des gewalzten Materials nach ähnlicher Wärmebehandlung (gleiche Glüh-temperatur von

300 °C, aber etwas kürzere Glühzeit von 8 Minuten) bereits vollständig aus neugebildeten Körnern bestand (Abb. 5.42).

### 5.3.2.2 Mikrohärtete

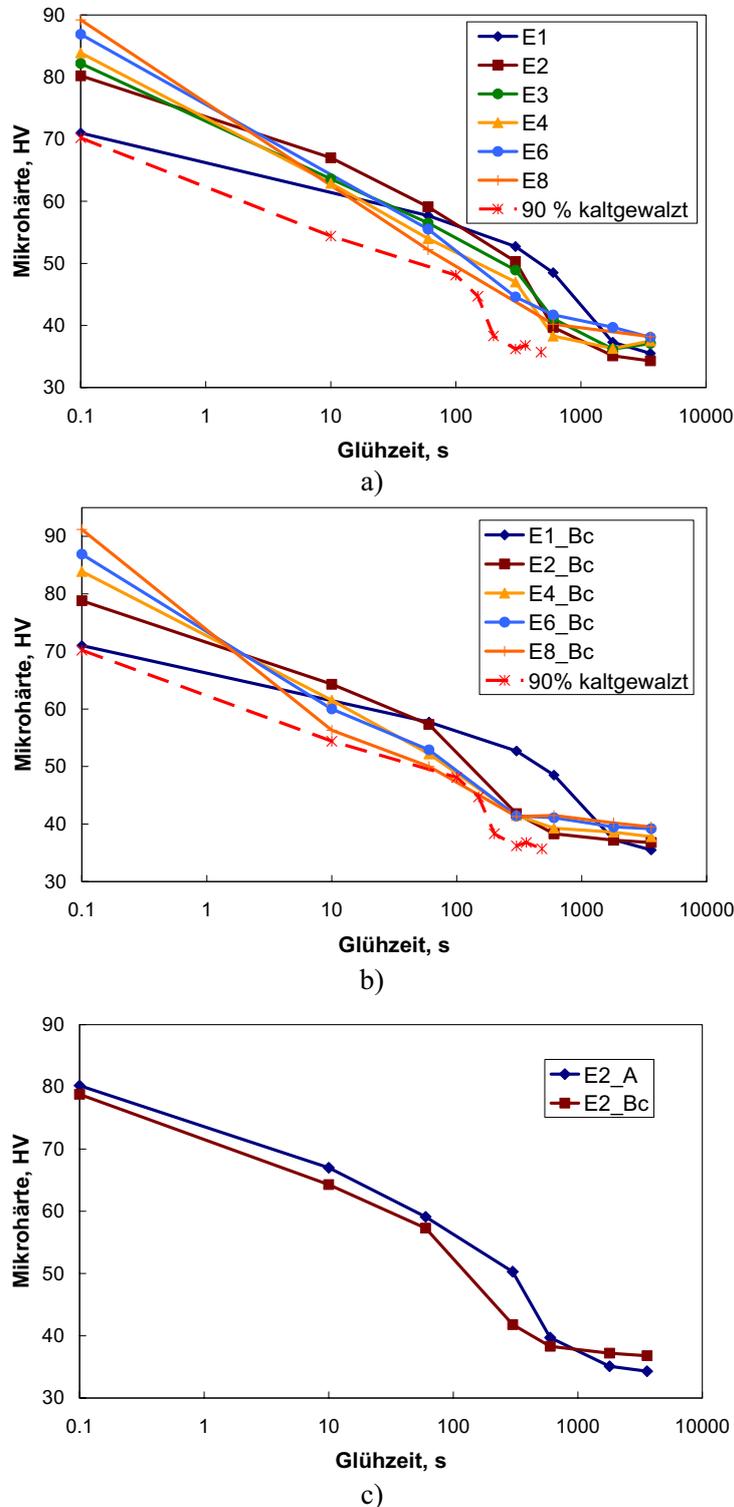


Abb. 5.43: Entwicklung der Mikrohärtete von AlMgMn-Legierung während isothermer Glühung bei 300 °C nach ECAP-Verformung in Route A (a) und Route B<sub>c</sub> (b). (c) zeigt den Einfluß der Route auf die Mikrohärtete der Proben nach 2 ECAP-Durchgängen.

Für beide Verformungsrouten wurde eine Erweichung des ECAP-Materials während der Glühung beobachtet (Abb. 5.43). Die Abnahme der Härte wurde mit steigender Durchgangszahl beschleunigt. Nach einstündiger Glühung bei 300 °C wurde eine Härte von etwa 35-40 HV erreicht. Es war auffällig, dass mit steigender Durchgangszahl das Härteplateau bei langen Glühzeiten etwas zunahm. Weiterhin wurde festgestellt, dass die Härte der Proben, die in Route B<sub>c</sub> verformt wurde, schneller abgebaut wurde und bei langen Glühzeiten etwas höher lag im Vergleich zu Route A-Probe, wie es anhand der Proben nach 2 ECAP-Durchgängen in Abb. 5.43c demonstriert wird. Ein Vergleich mit dem Verhalten der 90 % gewalzten Proben, was in etwa dem Umformgrad nach 2 ECAP-Durchgängen entspricht, ergab, dass der steile Härteabfall der gewalzten Proben bei deutlich kürzeren Glühzeiten im Vergleich zum ECAP hergestellten Material stattfand (Abb. 5.43a, b).

### 5.3.2.3 Makrotextur

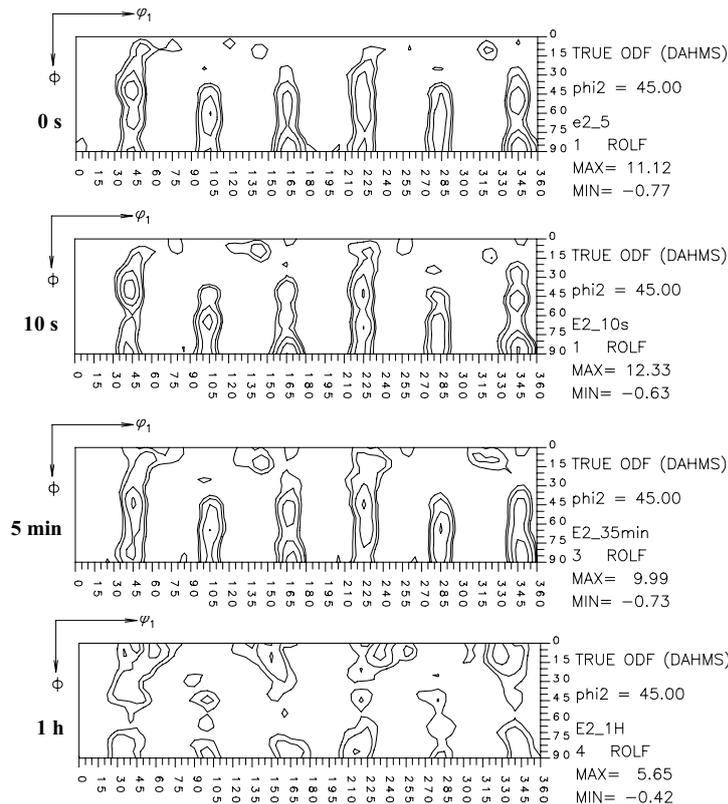


Abb. 5.44:  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF von AlMgMn-Legierung nach 2 ECAP-Durchgängen in Route A und isothermer Glühung bei 300 °C.

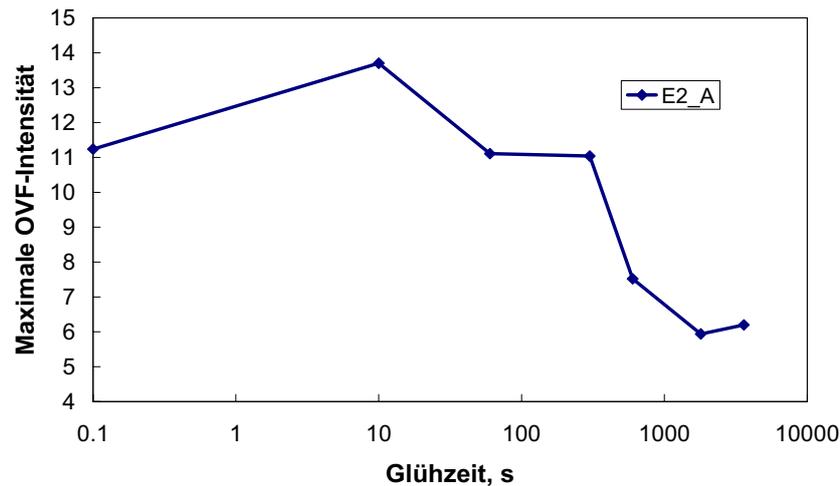


Abb. 5.45: Entwicklung der maximalen Texturintensität von AlMgMn-Legierung nach 2 ECAP-Durchgängen in Route A und isothermer Glühung bei 300 °C.

Während der Glühung von in Route A hergestellten AlMgMn-Proben konnte die Texturentwicklung in zwei Bereiche eingeteilt werden. Die Proben aller Durchgänge haben eine ähnliche Entwicklung gezeigt, die am Beispiel der Proben nach 2 ECAP-Durchgängen dargestellt wird (Abb. 5.44, 5.45). Zunächst hat die Intensität von typischen Texturkomponenten des verformten Zustandes etwas zugenommen. Bei längeren Glühzeiten wurde dann aber eine deutliche Abschwächung der bestehenden Texturkomponenten beobachtet, wie es in Abb. 5.45 gezeigt wird. Nach einer einstündigen Glühung bei 300 °C waren die typischen Texturkomponenten des verformten Zustandes der Probe nach 2 ECAP-Durchgängen in Route A noch kaum zu erkennen (Abb. 5.44). Das Auftreten von markanten neuen Texturkomponenten während der Glühung wurde nicht festgestellt.

Während der Glühung von in Route B<sub>c</sub> bis zu 4 Durchgängen hergestellten AlMgMn-Proben wurde eine ähnliche Texturentwicklung, wie bereits für Route A-Proben beschrieben, beobachtet. Zunächst wurde die Textur insgesamt etwas schärfer und bei längeren Glühzeiten setzte ein ausgeprägter Abbau der bereits vorhandenen Texturkomponenten ein, wie es anhand der Entwicklung der Proben nach 2 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> in Abb. 5.46a und 5.47 demonstriert wird. Für Proben nach 6 bzw. 8 Durchgängen wurde dagegen eine drastische Änderung in der Texturentwicklung festgestellt. Bei langen Glühzeiten wurde hier die Textur nicht regelloser, wie es für Proben nach niedrigeren Durchgangszahlen beobachtet wurde, sondern nahm deutlich an Intensität zu (Abb. 5.46b, 5.47). Dabei entstanden keine neuen markanten Texturkomponenten, sondern die typischen Orientierungen der verformten Textur, vor allem die Lage zwischen B<sub>E</sub>- und C<sub>E</sub>-Orientierung, wurden ausgeprägter.

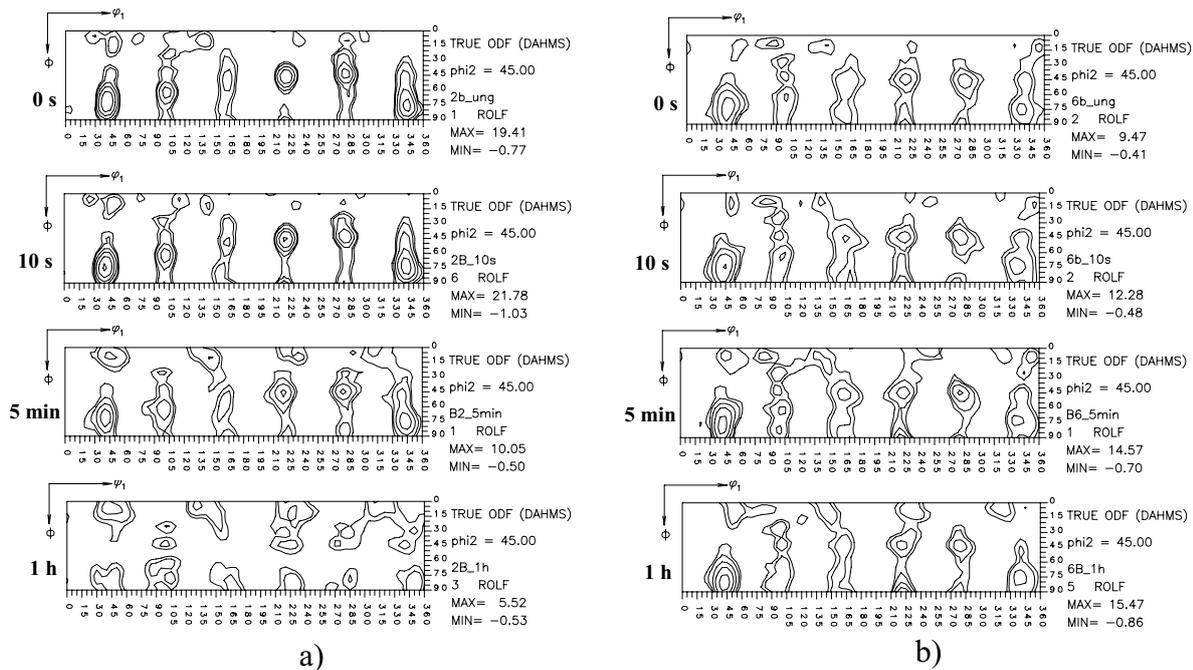


Abb. 5.46:  $\varphi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF von AlMgMn-Legierung nach 2 (a) und 6 (b) ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und isothermer Glühung bei 300 °C.

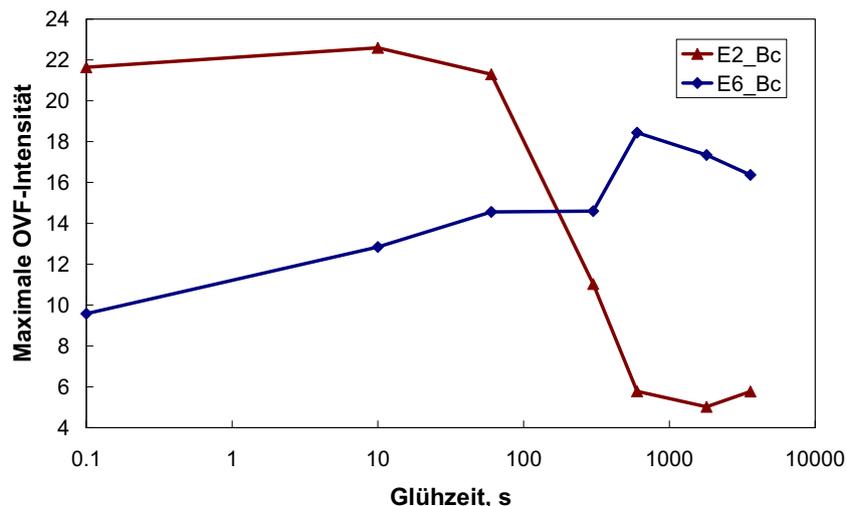


Abb. 5.47: Entwicklung der maximalen Texturintensität von AlMgMn-Legierung nach 2 und ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und isothermer Glühung bei 300 °C.

### 5.3.3 Routenvergleich

Um den Einfluss des Verformungspfades auf die Strukturbildung und -stabilität zu untersuchen, wurden die Proben der AlMgMn-Modelllegierung in Route A und B<sub>c</sub> hergestellt. Insgesamt lässt sich feststellen, dass ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub> zur Ausbildung eines feinkörnigeren und globulareren Gefüges im Vergleich zu Route A, für die deutlich langgestreckte Strukturen charakteristisch waren, geführt hatte. Allerdings zeichneten sich Gefüge beider Routen durch eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte selbst nach höheren Durchgangszahlen aus (Abb. 5.32, 5.35). Auffällig war weiterhin die massive Scherbandbildung

nach höheren ECAP-Durchgangszahlen, die bei Proben der Route B<sub>c</sub> deutlich früher einsetzte (Abb. 5.29, 5.33).

Die Härte nahm im Laufe der ECAP-Verformung deutlich zu und schien unabhängig von der ECAP-Route nach 2 Durchgängen in die Sättigung zu gehen, auch wenn bei höheren Durchgangszahlen noch ein leichter Härteanstieg zu verzeichnen war. Nach 8 Durchgängen wurde ein Härtewert von etwa 90 HV erreicht (Abb. 5.36).

Die ECAP-Route schien einen großen Einfluss auf die Texturentwicklung zu haben. In beiden Fällen entsprach die Textur im Wesentlichen einer Schertextur. Allerdings dominierte in Route die A<sub>1E</sub>\*-Orientierung, während in Route B<sub>c</sub> die Orientierung zwischen B<sub>E</sub>- und C<sub>E</sub>-Komponente sich durchsetzte. Insgesamt blieb die Textur in Route A während der Verformung sehr schwach. In Route B<sub>c</sub> fand nach 4 bzw. 6 Durchgängen eine starke Texturabschwächung statt (Abb. 5.37-5.39).

Während der Glühung wurde unabhängig von der gewählten Verformungsrouten eine ähnliche mikrostrukturelle Entwicklung verzeichnet. Es bildeten sich im verformten Gefüge neue größere substrukturfreie Körner, deren Anteil im Laufe der Glühung auf Kosten der verformten Struktur zunahm. Dieses Aufzehren des verformten Gefüges schien für Proben der Route B<sub>c</sub> schneller abzulaufen. Zudem war die geglühte Korngröße der Route B<sub>c</sub>-Proben etwas feiner im Vergleich zu den geglühten Proben nach ECAP-Verformung in Route A (Abb. 5.40, 5.41).

Die mikrostrukturelle Änderung wurde durch eine Erweichung des Materials begleitet. Die Härte nahm allerdings genauso wie das Beseitigen der verformten Struktur durch größere substrukturfreie Körner schneller für Proben der Route B<sub>c</sub> ab (Abb. 5.43). Weiterhin wurde für beide Routen ein leichter Anstieg der Härte bei langen Glühzeiten mit steigender Durchgangszahl beobachtet. Ein Vergleich mit 90 % gewalzten Material ergab, dass das ECAP-Material stabiler war. So zeigte auch die Mikrostruktur des gewalzten Materials keine Reste des verformten Gefüges, während das ECAP hergestellte Material nach ähnlicher Glühbehandlung noch deutlich verformte Bereiche aufwies (Abb. 5.40a, b, 5.42).

Die Textur der Route A-Proben wurde unabhängig von der Durchgangszahl während der Glühung nach einer anfänglichen Zunahme der Texturintensität regelloser. Die Proben der

Route B<sub>c</sub> zeigten bis zu 4 Durchgängen eine ähnliche Entwicklung. Allerdings wurde für Proben nach 6 bzw. 8 Durchgängen eine komplett abweichende Texturentwicklung verzeichnet. Die bestehenden Texturkomponenten nahmen an Intensität während der Glühung zu und nicht ab, wie es für Proben niedrigerer ECAP-Durchgangszahlen typisch war (Abb. 5.44-5.47).

## **5.4 Kommerzielle AlMn-Legierung**

Neben den bereits vorgestellten Kupferwerkstoffen und der AlMgMn-Modelllegierung wurde das Materialspektrum um eine kommerzielle AlMn-Legierung (AA3103) erweitert. Auch hier wurden zwei ECAP-Routen, A und B<sub>c</sub>, verwendet, um den Einfluss des Verformungspfades auf die Strukturbildung und schließlich –Stabilität zu untersuchen.

### **5.4.1 Verformter Zustand**

#### **5.4.1.1 Mikrostruktur**

Das Ausgangsgefüge der Aluminiumlegierung 3103 mit einer mittleren Korngröße von etwa 125 µm wurde nach dem ersten ECAP-Durchgang merklich langgestreckt, wie anhand der optischen Mikroskopie in Abb. 5.48a zu sehen ist. Mit steigender ECAP-Verformung unter Verwendung der Route A wurde die Struktur deutlich feiner, wies aber weiterhin eine ausgeprägte Längsstreckung auf. Nach 6 bzw. 8 Durchgängen ließ sich eine sehr feine Struktur vermuten, allerdings konnte diese nicht ausreichend mit der optischen Mikroskopie aufgelöst werden (Abb. 5.48d, e). Hinzu war auffällig, dass mit steigender Durchgangszahl die Körner sich zunehmend parallel zur Pressrichtung ausgerichtet haben.

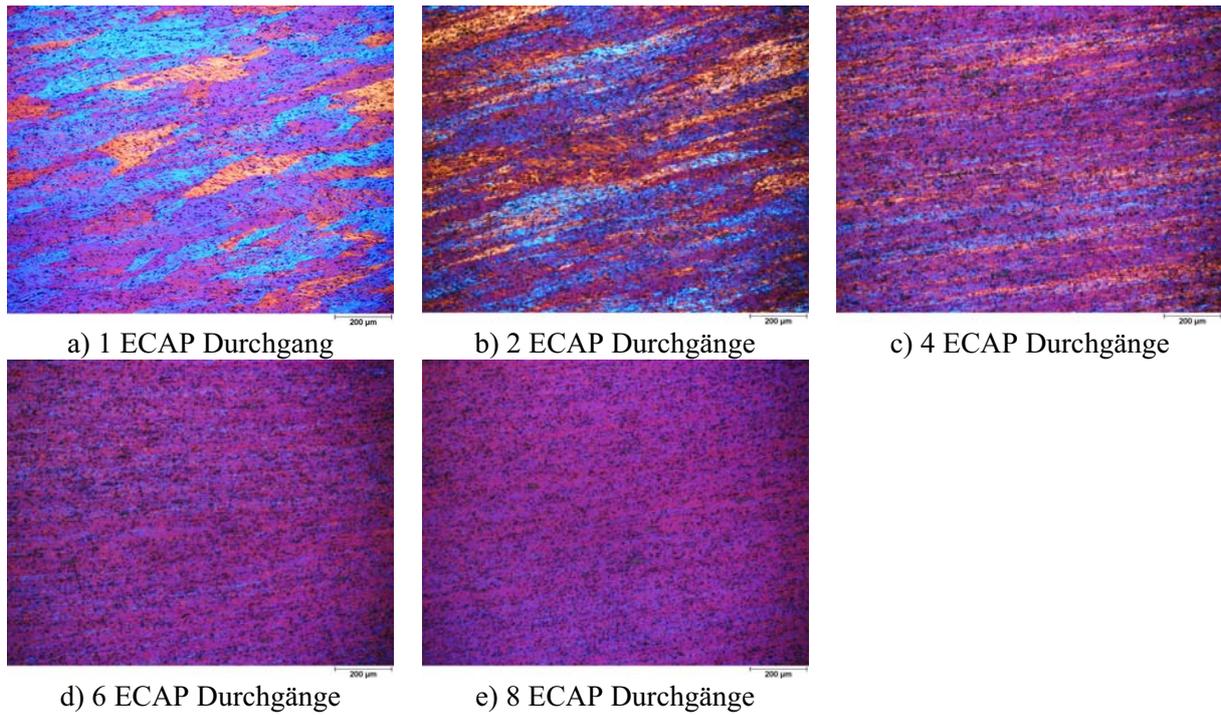


Abb. 5.48: Mikrostruktur von Aluminiumlegierung 3103 nach einem (a), 2 (b), 4 (c), 6 (d) und 8 ECAP-Durchgängen (e) in Route A.

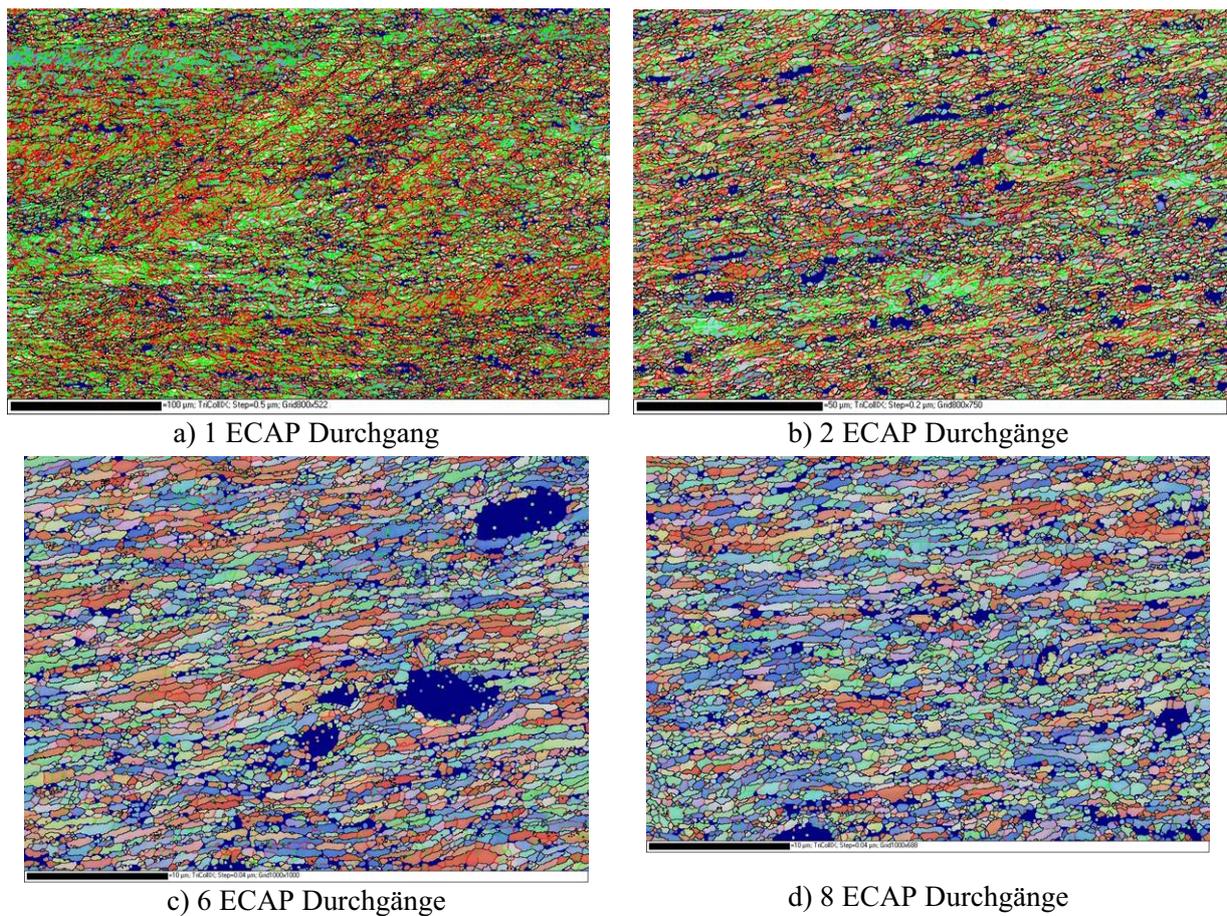


Abb. 5.49: Mikrostruktur von Aluminiumlegierung 3103 nach einem (a), 2 (b), 6 (c) und 8 ECAP-Durchgängen (d) in Route A.

Die mittels Orientierungsmikroskopie bestimmte Mikrostruktur der in ECAP-Route A hergestellten AlMn-Proben ist in Abb. 5.49 gezeigt. Die blauen Flecken stellen die nichtindizierten Bereiche bzw. die Ausscheidungen dar. Die Farbcodierung ist der Abb. 5.51d zu entnehmen. Zusätzlich wurden Bereiche unterschiedlicher Orientierung durch Linien – Korngrenzen – getrennt. In der vorliegenden Arbeit wurden wie bereits bei den vorhergehenden Orientierungsmikroskopieaufnahmen Korngrenzen mit Desorientierungen zwischen  $2^\circ$  und  $5^\circ$  grün, zwischen  $5^\circ$  und  $15^\circ$  rot und mit Desorientierungen größer als  $15^\circ$  schwarz eingezeichnet. Allerdings ist an dieser Stelle anzumerken, dass die EBSD-Messung der besonders in Route A verformten Proben dieser Legierung sich als äußerst schwierig erwies. Die Indizierung der Messung nach 6 bzw. 8 ECAP-Durchgängen überstieg kaum 50 %. Deshalb soll auf die quantitative Auswertung der Korngrenzenanteile in diesem Fall verzichtet werden. Die Angaben zur mittleren Korngröße der in Route A verformten Proben sollen nur als Richtwert dienen.

Nach dem ersten bzw. zweiten ECAP-Durchgang in Route A bildete sich wie bereits mittels optischer Mikroskopie festgestellt (Abb. 5.48) eine langgestreckte Struktur aus, die sehr viele Kleinwinkelkorngrenzen aufwies (Abb. 5.49a, b). Nach 6 Durchgängen wurde eine deutliche Kornfeinung des Gefüges erzielt. Die mittlere Korngröße betrug etwa 530 nm. Allerdings blieb die Struktur weit davon entfernt globular zu sein, sondern bestand aus feinen deutlich langgestreckten Körnern bzw. Subkörnern. Mit weiterer Verformung änderte sich das Gefüge kaum. Es konnte lediglich eine leichte Abnahme der mittleren Korngröße auf etwa 500 nm verzeichnet werden. Der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen blieb hoch und betrug etwa 50 %.

Im Vergleich zu Route A führte die Verformung in Route B<sub>c</sub>, bei der nach jedem Durchgang eine  $90^\circ$ -Rotation der Probe um die Längsachse erfolgt, nicht nur zu einer ausgeprägten Längsstreckung der Körner, sondern das Gefüge schien wesentlich globularer zu sein (Abb. 5.50). Nach 8 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> deuteten sich neben einer sehr feinen Struktur, die mittels optischer Mikroskopie nicht genügend aufgelöst werden konnte, streifenförmige Bänder – Scherbänder, die etwa  $45^\circ$  zur Pressrichtung geneigt sich über die gesamte Probenoberfläche erstreckten, an.

Anhand der Orientierungsmikroskopie wurde deutlich, dass die ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub> nach 6 Durchgängen zu einer auffällig globulareren Struktur im Vergleich zu Route A (Abb. 5.51) führte. Dabei lag die mittlere Korngröße bei 510 nm. Nach 8 Durchgängen wurde die Mikrostruktur etwas homogener und mit 470 nm auch etwas feiner.

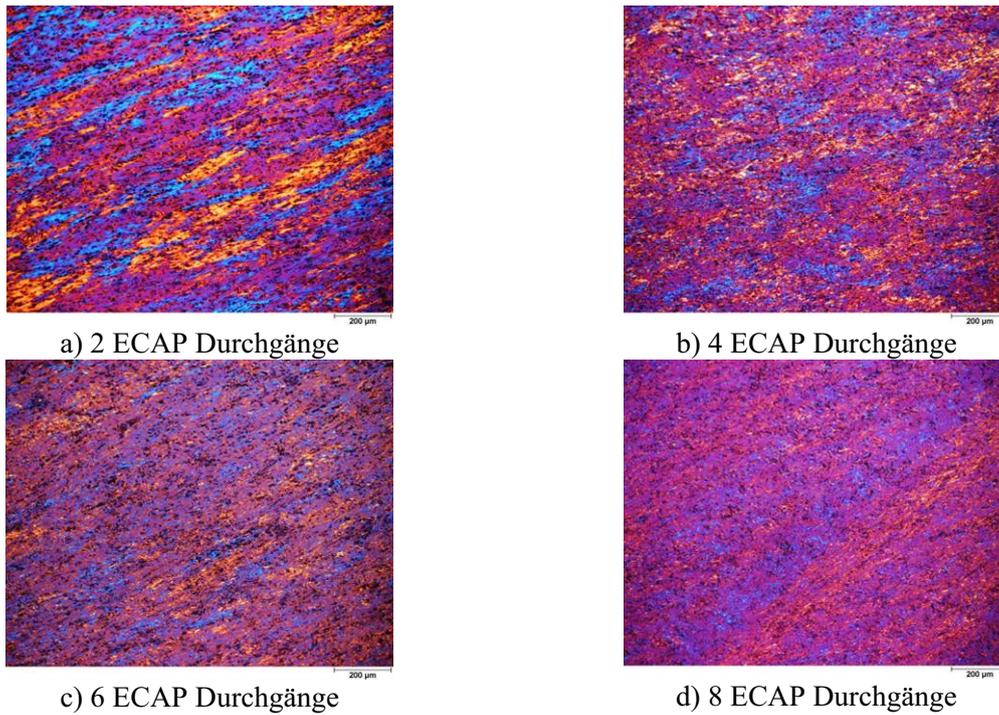


Abb. 5.50: Mikrostruktur von Aluminiumlegierung 3103 nach 2 (a), 4 (b), 6 (c) und 8 ECAP-Durchgängen (d) in Route B<sub>c</sub>.

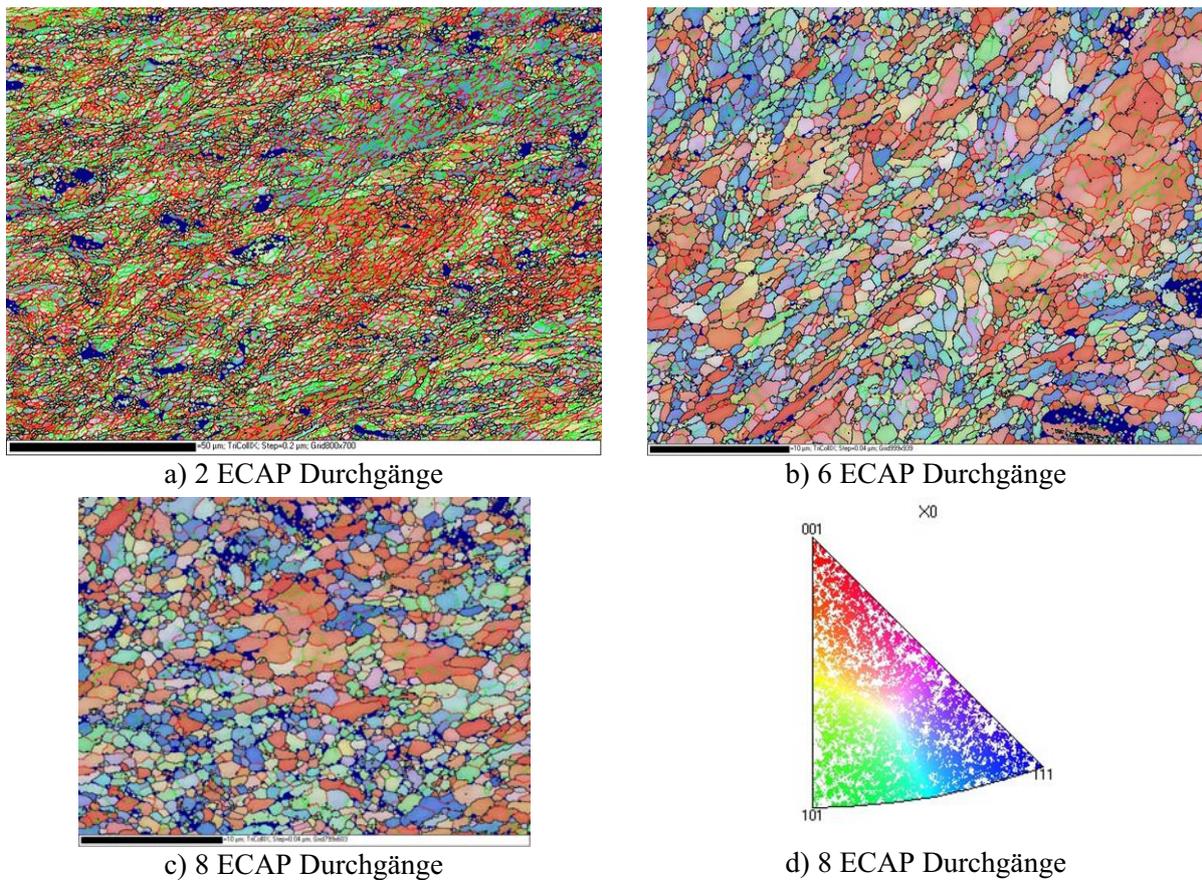


Abb. 5.51: Mikrostruktur von Aluminiumlegierung 3103 nach 2 (a), 6 (b), 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> (c) und Farbcodierung der Orientierungsmessung (d).

Im Laufe der ECAP-Verformung nahm der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen ab, aber selbst nach höheren Durchgangszahlen betrug dieser noch etwa 50 %, wie aus der Abbildung 5.52 zu erkennen ist.

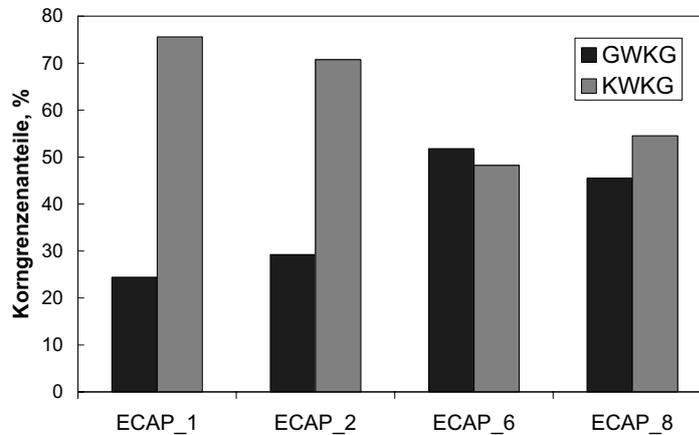


Abb. 5.52: Anteile der Großwinkelkorngrenzen (GWKG) bzw. Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) der Aluminiumlegierung 3103 in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl in Route B<sub>c</sub>.

Insgesamt lässt sich feststellen, dass die ECAP-Verformung der kommerziellen Aluminiumlegierung 3103 zur Ausbildung einer ultrafeinkörnigen Struktur mit einer mittleren Korngröße um 500 nm geführt hatte. Allerdings ist diese Struktur von einer gewöhnlichen polykristallinen geglähten Mikrostruktur zu unterscheiden. Denn diese weist selbst nach höheren Durchgangszahlen eine inhomogene, mit einem hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen versehene Struktur auf. Die Anwendung der Route B<sub>c</sub> führte insgesamt im Vergleich zu Route A zur Ausbildung eines globulareren sowie feineren Gefüges. Auffällig war weiterhin die Bildung von Scherbändern nach der hohen ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub>.

#### 5.4.1.2 Mikrohärte

Die Härte des Materials nahm im Laufe der ECAP-Verformung zu. Dabei wurde kein großer Unterschied zwischen den einzelnen Routen festgestellt. Die in Route A verformten Proben wiesen lediglich eine etwas höhere Härte nach 4 bzw. 6 Durchgängen auf. Für beide Routen schien die Härte nach 2 Durchgängen in die Sättigung zu gehen, wobei nach höheren Durchgangszahlen noch ein leichter Härteanstieg zu beobachten war. Nach 8 ECAP-Durchgängen betrug die Härte etwa 60 HV (Abb. 5.53).

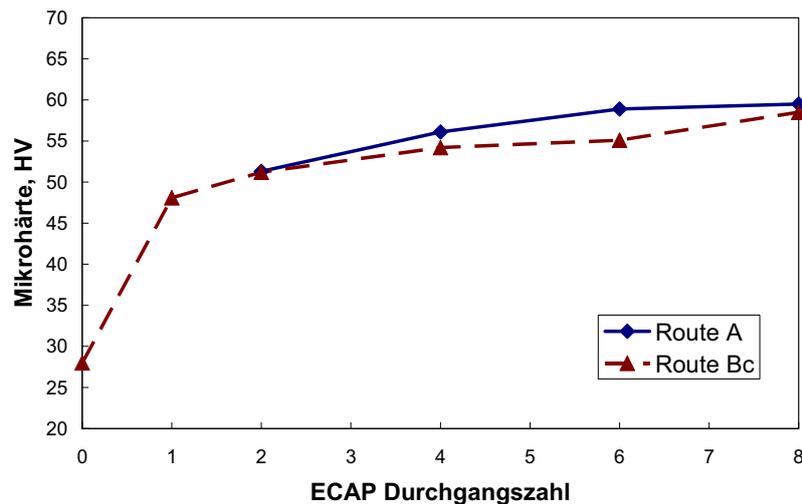


Abb. 5.53: Mikrohärteentwicklung der Aluminiumlegierung 3103 während ECAP-Verformung.

### 5.4.1.3 Makrotextur

Für eine bessere Übersichtlichkeit werden die Makrotexturen wie bereits bei hervorgehenden Materialien nur anhand eines Schnittes der OFV  $\varphi_2=45^\circ$  dargestellt. Die Darstellung dieses Schnittes ist ausreichend, um alle idealen Lagen von Schertexturen und somit von ECAP-Texturen abzubilden.

Nach dem ersten ECAP-Durchgang wurde die Bildung typischer ECAP-Texturkomponenten beobachtet. Allerdings war die Textur mit einer maximalen Texturintensität von etwa 4, die in der  $A_{1E}^*$ -Orientierung lag, sehr schwach ausgeprägt. Die Textur während der Verformung in Route A blieb sehr schwach und überstieg kaum eine maximale Intensität von 5 (Abb. 5.54, 5.56). Die stärkste Lage bei allen Durchgängen bildete die Orientierung  $A_{1E}^*$ .

Während der Verformung in Route  $B_c$  wurde eine andere Texturentwicklung beobachtet. Zum einen war die Textur um einiges schärfer im Vergleich zur Textur, die sich in Route A entwickelte (Abb. 5.55, 5.56). Zum anderen wurden etwas andere Haupttexturkomponenten verzeichnet. Nach dem zweiten dominierte wie bereits nach dem ersten ECAP-Durchgang die etwas entlang von  $\Phi$  verschobene  $A_{1E}^*$ -Orientierung bei  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)=(350^\circ, 80^\circ, 45^\circ)$  mit einer Texturintensität von etwa 11. Allerdings hat die Orientierung zwischen  $B_E$ - und  $C_E$ -Komponenten bei  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)=(45^\circ, 75^\circ, 45^\circ)$  deutlich auf eine Intensität von etwa 9 zugenommen. Nach 4 Durchgängen in Route  $B_c$  fand eine leichte Abschwächung der Textur statt. Die Orientierung zwischen der  $B_E$ - und  $C_E$ -Komponente blieb allerdings relativ ausgeprägt mit einer Intensität von 9 und bildete die stärkste Lage (Abb. 5.55b). Die leicht verschobene  $A_{1E}^*$ -Orientierung hat dagegen deutlich an Intensität verloren. Nach 6 Durchgängen wurde

die Textur insgesamt noch schwächer, wobei die stärkste Lage mit knapp 8 wieder in der verschobenen  $A_{IE}^*$ -Orientierung lag, dicht gefolgt von der Orientierung zwischen der  $B_E$ - und  $C_E$ -Komponente. Schließlich nach 8 Durchgängen haben diese beiden Texturkomponenten, die während der Verformung in Route  $B_c$  dominierten und abwechselnd die stärkste Lage bildeten, eine ähnliche Intensität von etwa 6 erreicht (Abb. 5.55d). Insgesamt war auffällig, dass nach 2 ECAP-Durchgängen in Route  $B_c$  die maximale Texturintensität stark zugenommen hatte, aber nach 4, 6 und 8 Durchgängen immer schwächer wurde.

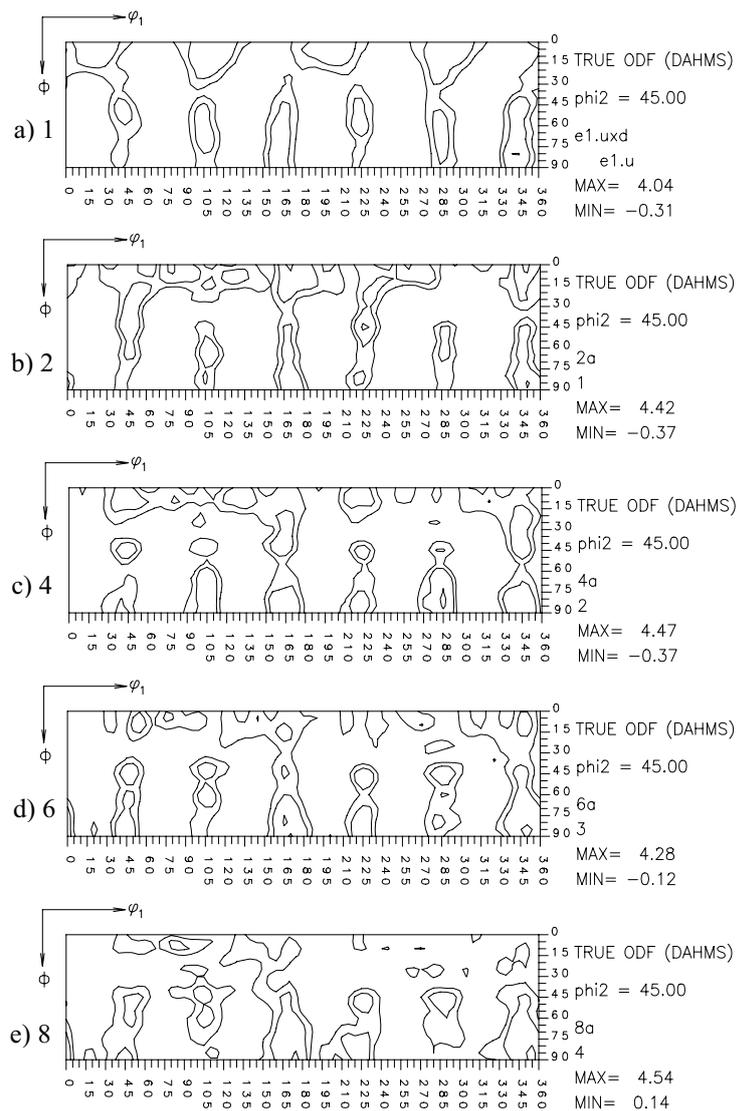


Abb. 5.54.  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF nach a) 1, b) 2, c) 4, d) 6 und e) 8 ECAP Durchgängen in Route A der Aluminiumlegierung 3103.

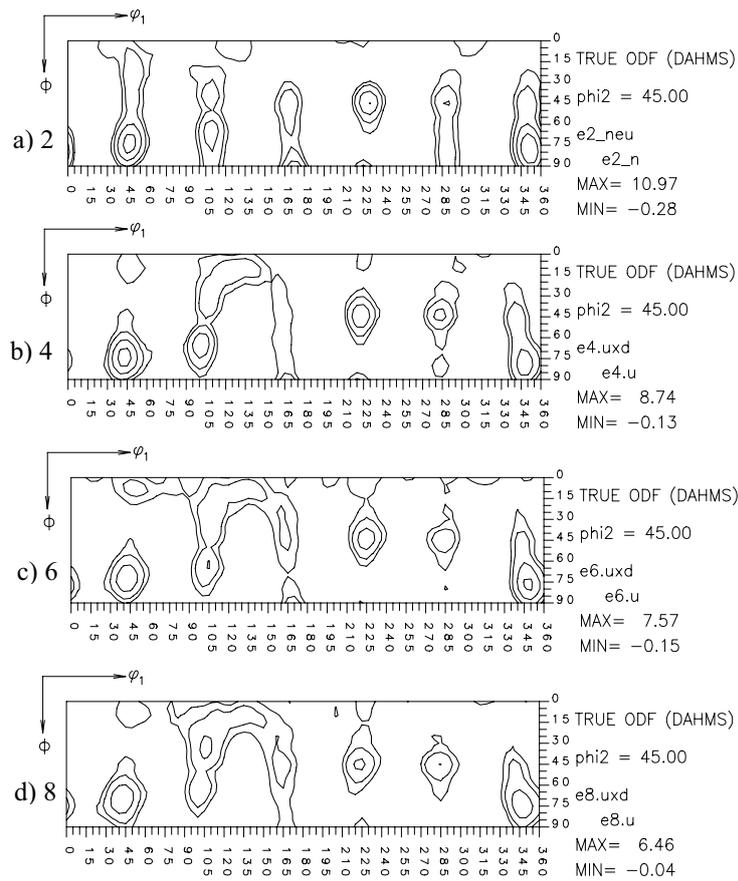


Abb. 5.55.  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF nach a) 2, b) 4, c) 6 und d) 8 ECAP Durchgängen in Route Bc der Aluminiumlegierung 3103.

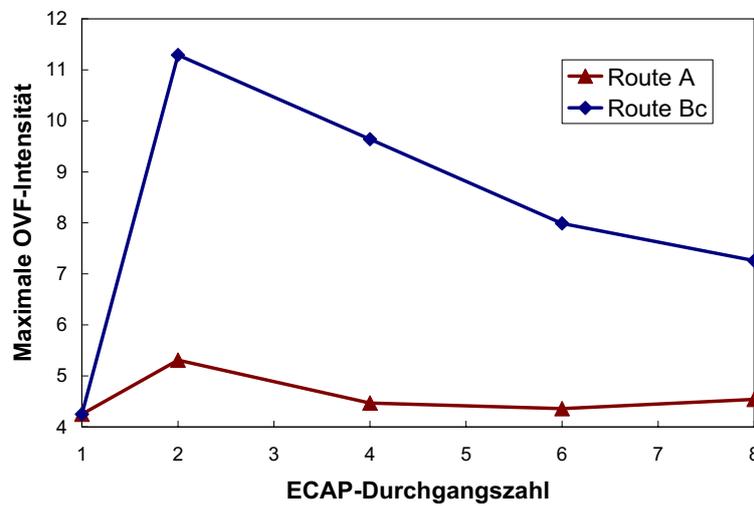


Abb. 5.56: Entwicklung der maximalen Texturintensität der Aluminiumlegierung 3103 in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl für zwei ECAP-Routen.

## 5.4.2 Geglühter Zustand

### 5.4.2.1 Mikrostruktur

Während der Glühung des ECAP verformten Materials traten im Gefüge unabhängig von der Durchgangszahl größere substrukturfreie Körner auf, wie es in Abb. 5.57 stellvertretend für alle Durchgänge anhand einer EBSD-Messung von nach 2 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> bei 330 °C für eine Minute geglähter Probe gezeigt wird. Der Anteil an diesen neuentstandenen Körnern nahm im Laufe der Glühung zu. So wies die gleiche Probe nach fünfminütiger Glühung bei 330 °C nur noch kleine verformte Bereiche auf (Abb. 5.59c) und die Probe nach einem ECAP-Durchgang und einstündiger Glühung bei 400 °C bestand ausschließlich aus solchen neugebildeten Körnern (Abb. 5.58).

Es fiel allerdings auf, dass das Beseitigen der verformten Struktur mit steigender ECAP-Durchgangszahl im Gegensatz zu Reinkupfer, CuZr und AlMgMn-Modelllegierung überraschenderweise deutlich verzögert wurde. Die Proben nach 6 Durchgängen und fünfminütiger Glühung bei 330 °C zeigten die Entstehung von den ersten größeren substrukturfreien Körnern in der ursprünglichen ultrafeinkörnigen Umgebung, während das Gefüge der Proben nach 2 ECAP-Durchgängen und gleicher Glühbehandlung fast ausschließlich aus solchen neuen Körnern bestand (Abb. 5.59).

Selbst nach sehr langen Glühzeiten wiesen die Proben nach 4, 6 bzw. 8 Durchgängen noch eine bimodale Mikrostruktur auf. So lag die mittlere Korngröße des Gefüges nach 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und einer Glühung bei 300 °C für 23 Stunden und 20 Minuten bei etwa 3.5 µm. Dabei wiesen die größeren Körner, deren Anteil etwa 53 % betrug, eine Korngröße von etwa 6.3 µm auf. Die Größe der feineren Körner lag bei etwa 2.5 µm (Abb. 5.60a). Zudem zeichnete sich die Umgebung dieser Körner durch einen erhöhten Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen aus, die grün bzw. rot dargestellt werden. Erst nach einer einstündigen Glühung bei einer Temperatur von 400 °C wurde das Gefüge homogener, wobei die feinen Körner, deren Anteil nun auf 5-10 % abgenommen hatte, noch deutlich zu erkennen waren (Abb. 5.60b).

Weiterhin ist anzumerken, dass mit steigender Durchgangszahl die geglähte Korngröße abnahm. So betrug die mittlere Korngröße der Probe nach einem ECAP-Durchgang und einstündiger Glühung bei 400 °C etwa 10.5 µm (Abb. 5.58), während die Probe nach 8 Durch-

gängen und gleicher Glühbehandlung eine mittlere Korngröße von etwa  $5.3 \mu\text{m}$  aufwies (Abb. 5.60b).

Es war auffällig, dass das Beseitigen der ursprünglichen Struktur für Proben der Route B<sub>c</sub> beschleunigt war. So zeigte die Probe nach 2 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und fünfminütiger Glühung bei  $330 \text{ }^\circ\text{C}$  nur noch kleine Reste des verformten Gefüges, die in der Abb. 5.59c rot markiert sind. Das Gefüge der Probe nach 2 Durchgängen in Route A dagegen wies noch erhebliche Reste der verformten Struktur auf (Abb. 5.59a). Ähnliches Verhalten wurde auch bei Proben nach 6 Durchgängen beobachtet. In Route A betrug der Anteil an neuentstandenen Körnern nach einer fünfminütiger Glühung bei  $330 \text{ }^\circ\text{C}$  etwa 10 %, während nach Verformung in Route B<sub>c</sub> und gleicher Glühbehandlung dieser bereits bei über 20 % lag (Abb. 5.59b, d).

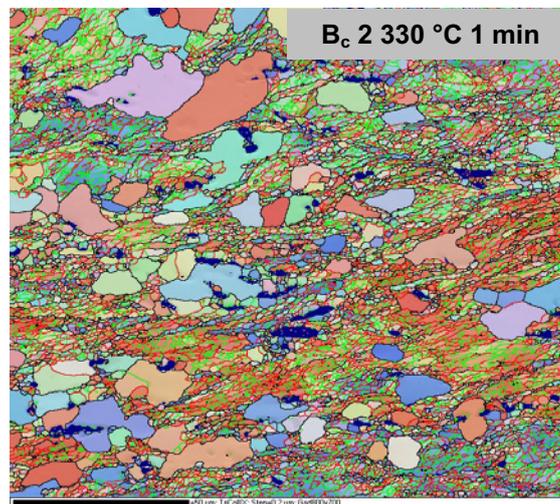


Abb. 5.57: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach 2 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und einer Glühbehandlung bei  $330 \text{ }^\circ\text{C}$  für 1 Minute.

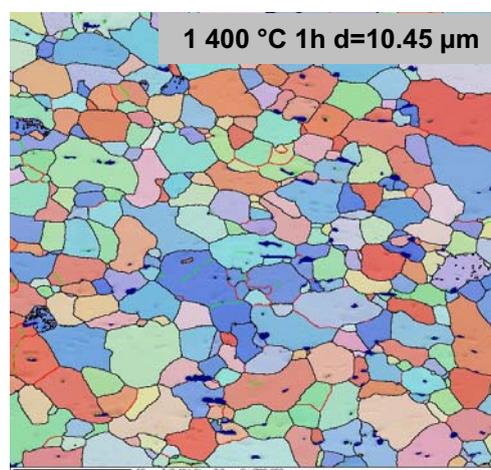


Abb. 5.58: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach einem ECAP-Durchgang und einer einstündigen Glühung bei  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ .

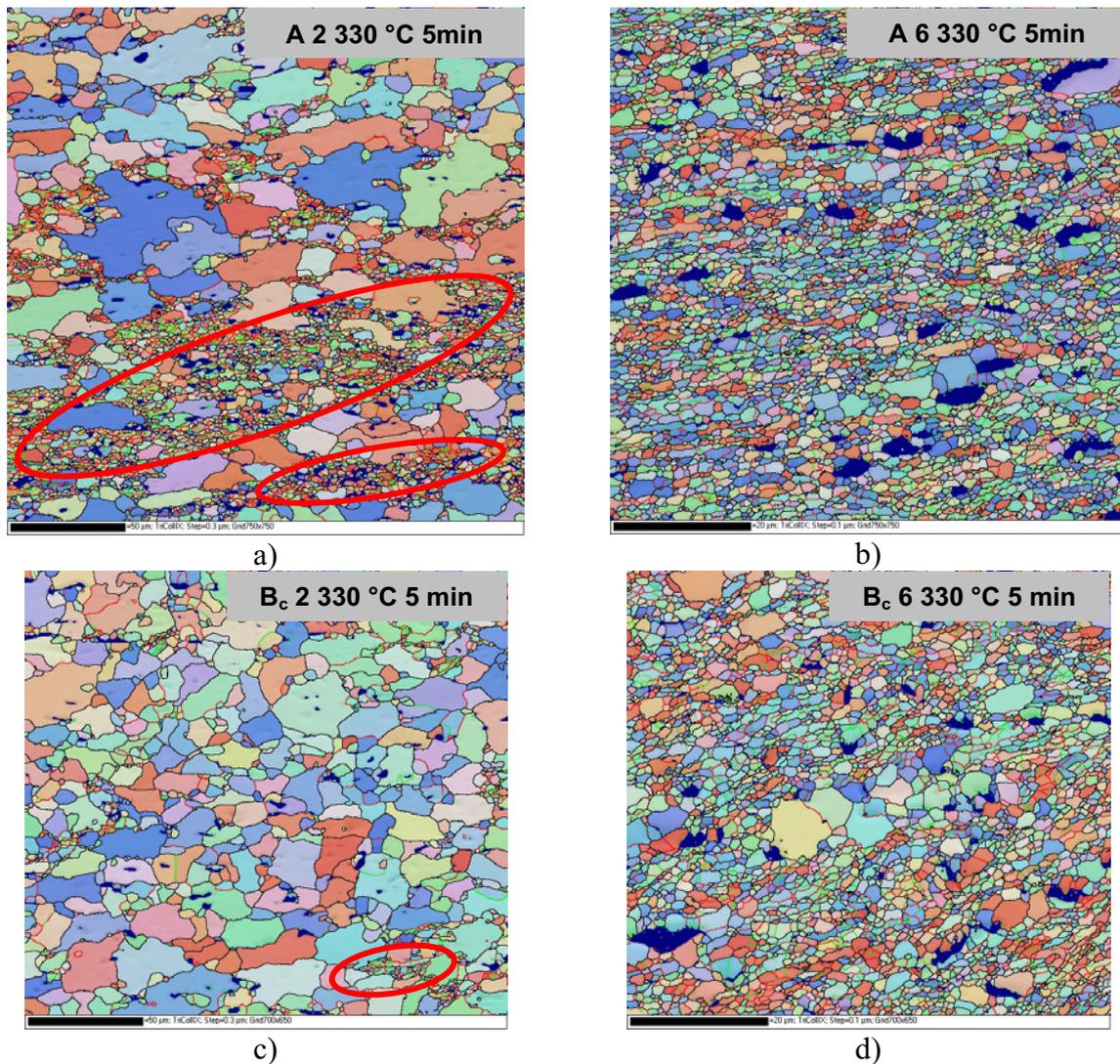


Abb. 5.59: Mikrostrukturentwicklung der Aluminiumlegierung 3103 nach 2 (a) und 6 ECAP-Durchgängen (b) in Route A und B<sub>c</sub> (c), (d) und einer fünfminütigen Glühung bei 330 °C (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

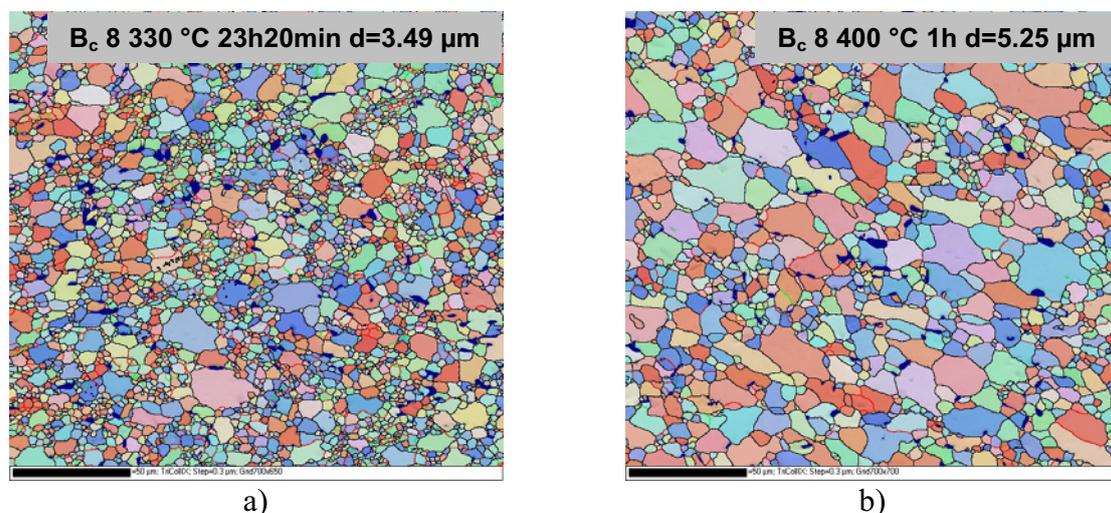
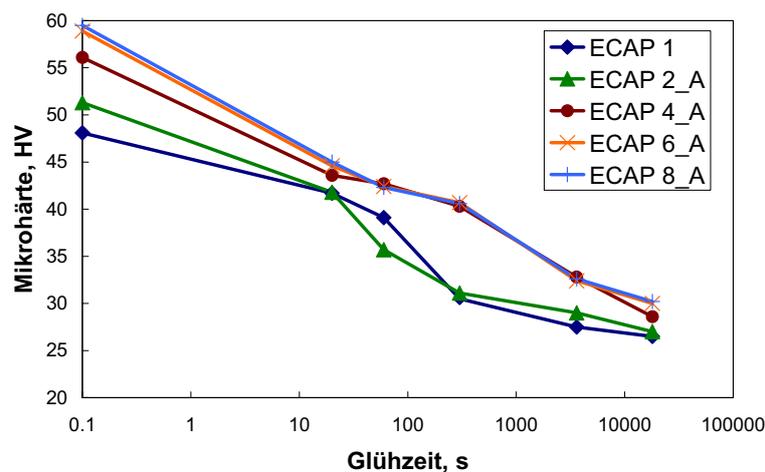


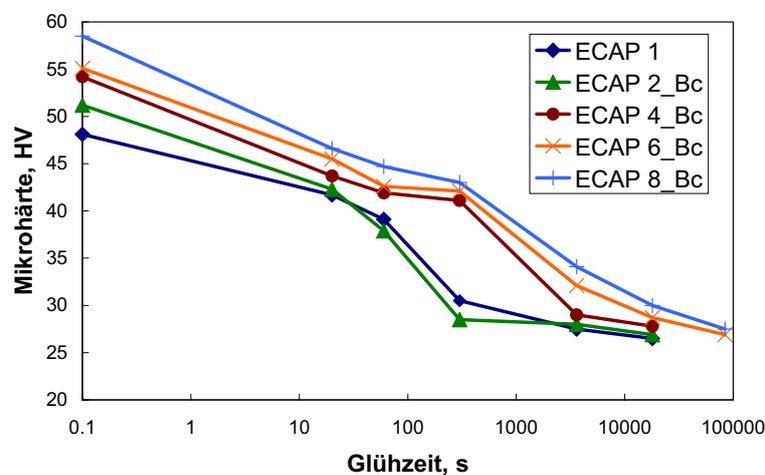
Abb. 5.60: Mikrostrukturentwicklung der Aluminiumlegierung 3103 nach 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und einer Glühung bei 330 °C für 23 Stunden und 20 Minuten (a) und 400 °C für 1 Stunde (b).

### 5.4.2.2 Mikrohärte

Während der Glühung des ECAP-Materials trat unabhängig von der Durchgangszahl eine Erweichung des Materials ein (Abb. 5.61). Es wurde beobachtet, dass die Härte der Proben nach 2 Durchgängen zwar etwas schneller abgebaut wurde als die der Proben nach einem ECAP-Durchgang, aber mit weiterer Zunahme der Verformung wurde die Härteabnahme stark verzögert. Die Härte ging zwischen 1 und 10 Minuten bei 330 °C in ein Plateau über und wurde erst bei längeren Glühzeiten wieder abgebaut. Bei langen Glühzeiten wurde ein leichter Anstieg der Härte mit steigender Durchgangszahl verzeichnet.



a)



b)

Abb. 5.61: Entwicklung der Mikrohärte der Aluminiumlegierung 3103 während isothermer Glühung bei 330 °C nach ECAP-Verformung in Route A (a) und Route B<sub>c</sub> (b).

Beim Vergleich der Härteentwicklung in Abhängigkeit von der Verformungsrouten wurde kein deutlicher Unterschied festgestellt (Abb. 5.62). So zeigten die Proben nach 2 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> lediglich eine etwas schnellere Härteabnahme (Abb. 5.62a), während für Proben nach 6 Durchgängen kaum ein Unterschied im Härteverlauf im Laufe der Glühung zu beobachten war (Abb. 5.62b).

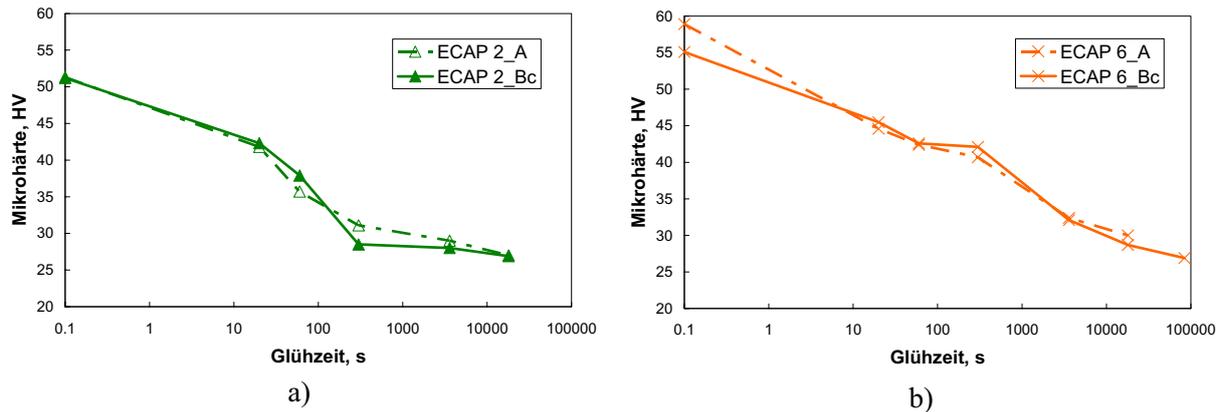


Abb. 5.62: Einfluss der Verformungsrouten auf die Mikrohärteentwicklung der Proben nach 2 (a) und 6 ECAP-Durchgängen (b).

### 5.4.2.3 Makrotextur

Die Texturentwicklung während der anschließenden Glühung war sehr stark von der ECAP-Durchgangszahl abhängig. Für alle Durchgangszahlen unabhängig von der Route nahm die maximale Texturintensität zunächst etwas zu (Abb. 5.63-5.65). Die typischen Komponenten einer ECAP-Textur wurden dabei etwas ausgeprägter. Daraufhin fand bei längerer Glühung nach einem bzw. 2 Durchgängen in Route A ein starker Abbau der Texturkomponenten des verformten Zustandes statt. Nach 5 Stunden bei 330 °C waren die typischen ECAP-Texturkomponenten in der Probe nach 2 Durchgängen in Route A fast komplett verschwunden. Auffällig blieben nur die bei  $\Phi=0^\circ$  liegenden und entlang von  $\varphi_1$  ausgeschmierten Orientierungen (Abb. 5.63a). Nach 4, 6 und 8 Durchgängen in Route A war allerdings eine abweichende Texturentwicklung zu beobachten. Bei kurzen Glühzeiten wurden wie nach niedrigeren Durchgangszahlen die vorhandenen Texturkomponenten etwas stärker, aber auch im weiteren Verlauf der Glühung wurden diese ausgeprägter und nicht schwächer wie nach einem bzw. 2 Durchgängen (Abb. 5.63b, 5.65a).

In ECAP-Route B<sub>c</sub> wurde für 2 und 4 Durchgänge eine ähnliche Texturentwicklung beobachtet wie bereits für niedrige Durchgangszahlen in Route A. Nach einer anfänglichen Zunahme der Intensität wurde eine deutliche Abschwächung der bereits vorhandenen Texturkomponenten festgestellt (Abb. 5.64a, 5.65b). Nach 2 Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und fünfständiger Glühung bei 330 °C wurden die typischen Texturkomponenten des verformten Zustandes fast komplett abgebaut. Die Textur war mit einer maximalen Intensität von etwa 3 sehr schwach. Bildung neuer Texturkomponenten wurde nicht beobachtet. Nach 6 bzw. 8 Durchgängen nahm die Intensität der ECAP-Texturkomponenten im Laufe der Glühung dagegen deutlich zu (Abb. 5.64b, 5.65). Erst bei Glühzeiten länger als eine Stunde setzte eine leichte Abschwä-

chung der Textur ein. Insgesamt wurde deutlich, dass mit steigender Durchgangszahl in Route B<sub>c</sub> die maximale Texturintensität zunächst stärker zugenommen hatte und auch erst bei längeren Glühzeiten wieder abnahm (Abb. 5.65b).

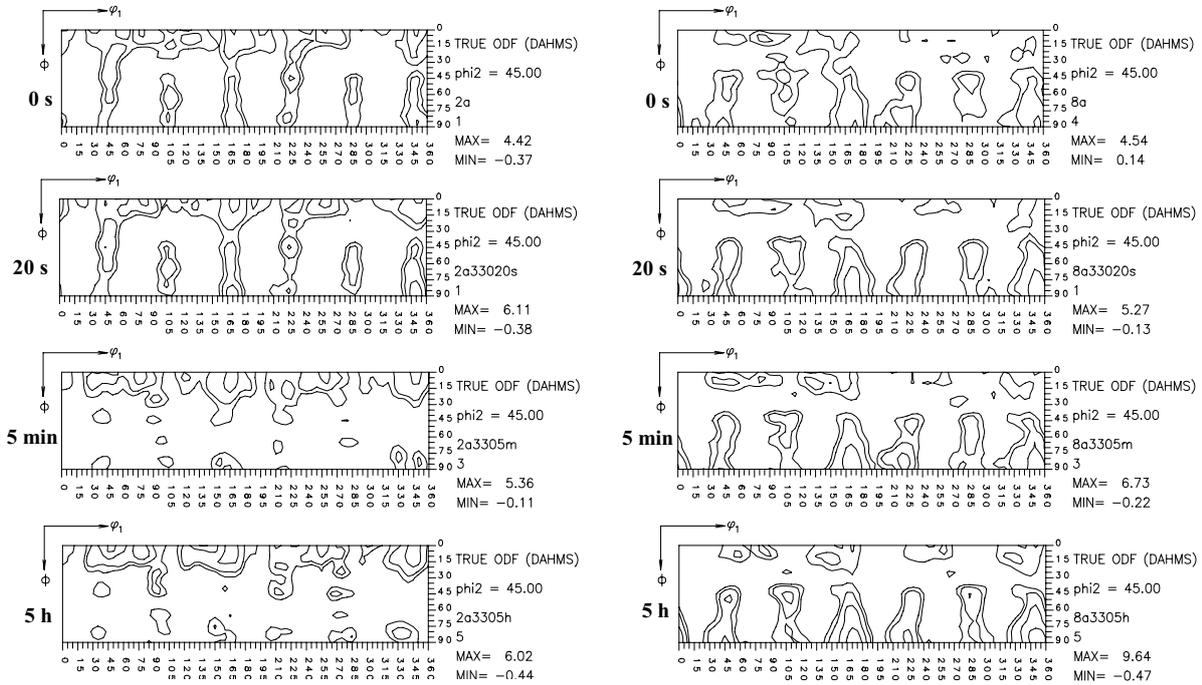


Abb. 5.63:  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF der Aluminiumlegierung 3103 nach 2 (a) und 8 (b) ECAP-Durchgängen in Route A und isothermer Glühung bei 330 °C.

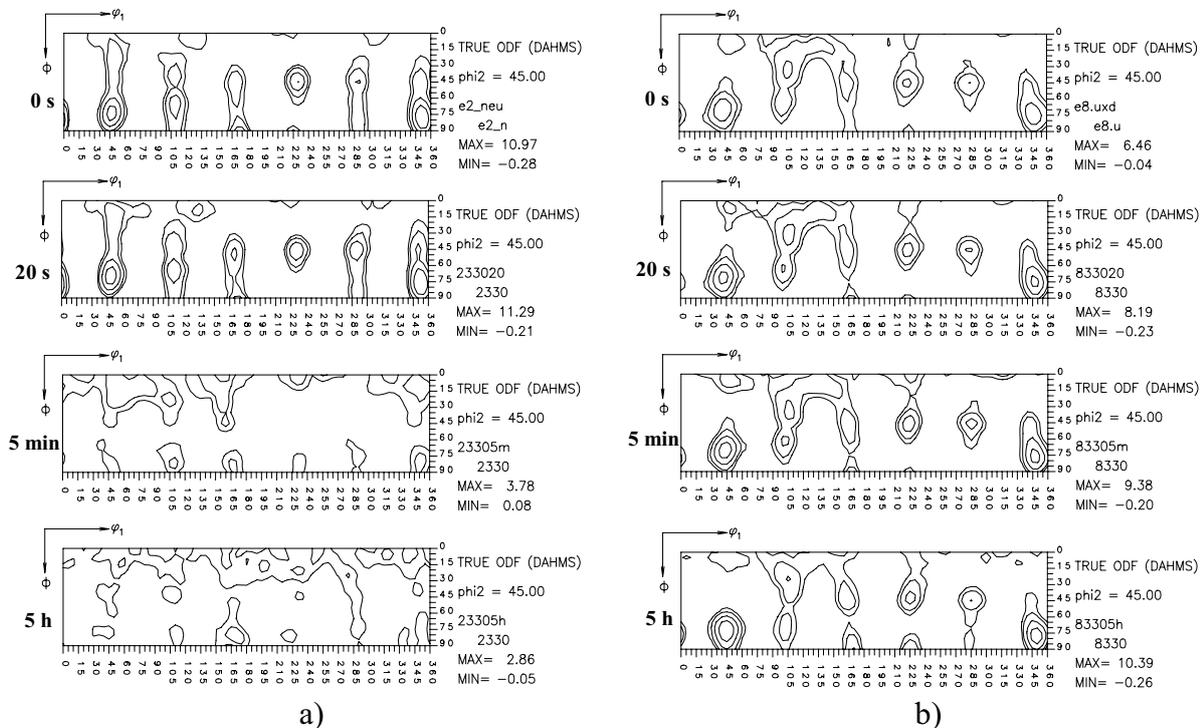


Abb. 5.64:  $\phi_2 = 45^\circ$  Schnitt der OVF der Aluminiumlegierung 3103 nach 2 (a) und 8 (b) ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und isothermer Glühung bei 330 °C.

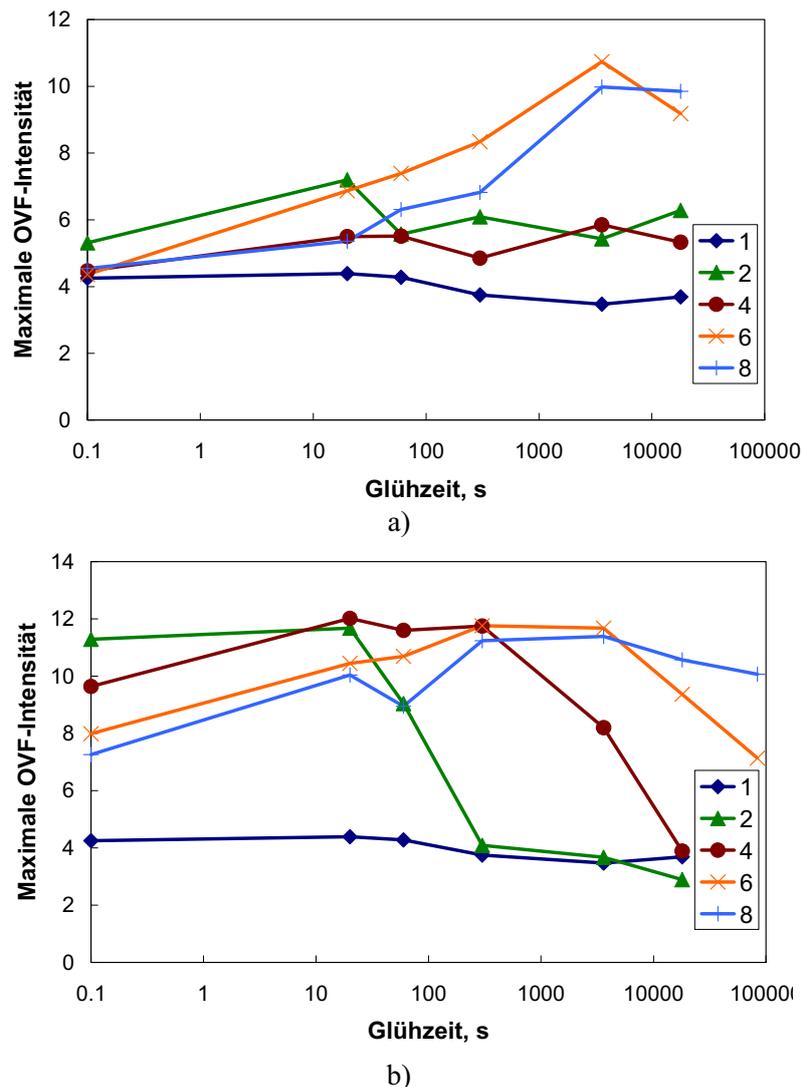


Abb. 5.65: Entwicklung der maximalen Texturintensität der Aluminiumlegierung 3103 nach ECAP-Verformung in Route A (a) und B<sub>c</sub> (b) und isothermer Glühung bei 330 °C.

### 5.4.3 Routenvergleich

Die ECAP-Verformung der kommerziellen AlMn-Legierung (AA 3103) hat zur Ausbildung einer ultrafeinkörnigen Struktur mit einer mittleren Korngröße um 500 nm geführt (Abb. 5.48-5.51). Dabei wurde der Einfluß der ECAP-Route sehr deutlich. In Route A, bei der keine Drehung der Proben zwischen aufeinanderfolgenden Pressungen erfolgt, hat sich eine langgestreckte Struktur ausgeprägt, die selbst bei höheren Durchgangszahlen nicht globularer wurde (Abb. 5.49). In Route B<sub>c</sub> dagegen, in der zwischen den Pressdurchgängen eine 90°-Drehung der Probe um die Längsachse stattfindet, entstand ein globulares und zudem etwas feineres Gefüge (Abb. 5.51). Allerdings zeichnete sich die in beiden Routen entstandene Struktur durch einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen aus, der selbst bei höheren Durchgangszahlen bei etwa 50 % lag (Abb. 5.52). Damit unterschied sich das ECAP-Gefüge erheb-

lich von einer gewöhnlichen geglähten polykristallinen Mikrostruktur. Auffällig war weiterhin in Route B<sub>c</sub> die Bildung von Scherbändern nach 8 Durchgängen (Abb. 5.50).

Die Härte nahm im Laufe der ECAP-Verformung zu. Dabei war kein wesentlicher Unterschied zwischen den Routen festzustellen. Die Härte schien nach 2 Durchgängen in die Sättigung zu gehen, wobei bei höheren Durchgangszahlen noch eine leichte Härtezunahme zu verzeichnen war. Nach 8 Durchgängen unabhängig von der Route wurde ein Härtewert von etwa 60 HV erreicht (Abb. 5.53).

Die gewählte ECAP-Route hatte dagegen einen starken Einfluß auf die Entwicklung der Textur. In Route A wurde eine sehr schwache Textur ausgebildet. Dabei dominierte die A<sub>IE</sub>\*-Orientierung (Abb. 5.54). Die Route B<sub>c</sub> führte zu einer deutlich ausgeprägteren Textur, die allerdings nach 4 Durchgängen schwächer wurde. Mit weiterer ECAP-Verformung setzte die Texturabschwächung fort (Abb. 5.56). Die leicht entlang von  $\Phi$  verschobene A<sub>IE</sub>\*-Orientierung und die Lage zwischen der B<sub>E</sub>- und C<sub>E</sub>-Komponente bildeten dabei die stärksten Lagen (Abb. 5.55).

Bei einer anschließenden Wärmebehandlung entstanden in der verformten Struktur unabhängig von der ECAP-Route und -Durchgangszahl größere, substrukturfreie Körner, deren Anteil im Laufe der Glühung zunahm. Die geglähte Korngröße nahm mit steigender Durchgangszahl ab. Weiterhin war auffällig, dass die mikrostrukturellen Änderungen in Proben der Route B<sub>c</sub> wesentlich schneller abliefen (Abb. 5.57-5.60).

Die mikrostrukturelle Änderung bei anschließender Glühung ging mit einem Erweichen des ECAP-Materials einher (Abb. 5.61). Überraschenderweise wurde die Härteabnahme mit steigender ECAP-Durchgangszahl stark verzögert. Der Härteverlauf bei Glühung war für beide Routen sehr ähnlich. Es konnte lediglich stellenweise ein leicht schnellerer Härteabbau für Proben der Route B<sub>c</sub> verzeichnet werden (Abb. 5.62).

Die Entwicklung der Textur bei anschließender Glühung hing sehr stark von der ECAP-Durchgangszahl ab (Abb. 5.63-5.65). Für beide Routen nahm die Intensität der typischen ECAP-Texturkomponenten nach einer anfänglichen leichten Zunahme für Proben niedriger Durchgangszahlen deutlich ab. Die Textur wurde insgesamt regelloser, Bildung neuer ausgeprägter Texturkomponenten wurde nicht beobachtet (Abb. 5.63). Nach 6 bzw. 8 Durchgängen

unabhängig von der Route fand dagegen eine Verstärkung der bereits bestehenden Texturkomponenten statt. Erst bei sehr langen Glühzeiten setzte eine Abschwächung ein (Abb. 5.64, 5.65).

## **6 Strukturbildung und –Stabilität nach hochgradiger plastischer Verformung**

### **6.1 Kupferwerkstoffe**

#### **6.1.1 Strukturcharakteristika nach hochgradiger plastischer Verformung**

##### **6.1.1.1 Mikrostruktur**

Mittels ECAP-Verformung unter Verwendung der Route B<sub>c</sub> wurde in Reinkupfer sowie CuZr zunächst eine langgestreckte Struktur ausgebildet und schließlich nach hoher Umformung (N>8) eine fast globulare ultrafeinkörnige Struktur eingestellt. Dabei wies CuZr nach 12 Durchgängen eine etwas feinere Struktur mit einer mittleren Korngröße von etwa 380 nm im Vergleich zu 440 nm in Reinkupfer auf (Abb. 5.1, 5.14). Es wurde jedoch festgestellt, dass die mittels ECAP eingestellte ultrafeinkörnige Struktur, die im Bild der Orientierungsmikroskopie wie eine geglühte polykristalline Mikrostruktur aussah, sich in Wirklichkeit in ganz wesentlichen Merkmalen von einer herkömmlichen unverformten Struktur unterschied. Sie zeigte unabhängig vom Material alle typischen Charakteristika eines hochverformten Gefüges. So wurde im Material eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte beobachtet (Abb. 5.4, 5.17). Der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen nahm zwar im Laufe der ECAP-Verformung ab, blieb aber selbst nach 12 ECAP-Durchgängen mit etwa 50 % sehr hoch (Abb. 5.2, 5.15). Solche verformten Strukturen, deren Entstehung mit dem klassischen Konzept der Kristallplastizität erklärt werden kann, sind dafür bekannt, dass sie während einer anschließenden Wärmebehandlung eine hohe Neigung zur diskontinuierlichen Rekristallisation aufweisen, worauf später noch ausführlich eingegangen wird.

##### **6.1.1.2 Mikrohärtete**

Stellenweise und in CuZr häufiger als in Reinkupfer wurde mechanische Zwillingsbildung nach hohen ECAP-Durchgangszahlen vorgefunden (Abb. 5.4 d, 5.17d), was darauf schließen lässt, dass im Material hohe Festigkeit erzielt wurde, so dass die kritische Spannung zur Zwillingsbildung überschritten wurde. Tatsächlich nahm die Härte des Materials mit steigen-

der ECAP-Verformung beträchtlich zu und lag für CuZr etwas höher im Vergleich zu Reinkupfer, was auf die Mischkristall- bzw. Ausscheidungshärtung zurückzuführen ist (Abb. 5.27). Insgesamt tendierte die Härte nach etwa 4 Durchgängen in die Sättigung zu gehen, was dadurch zu erklären ist, dass die Verformungsverfestigung durch Entfestigungsprozesse wie dynamische Erholung kompensiert wird.

### 6.1.1.3 Makrotextur

Die Textur des ECAP-Materials entsprach bereits nach dem ersten Durchgang im Wesentlichen einer Schertextur, auch wenn leichte Abweichungen von  $5\text{-}10^\circ$  von den idealen Schertexturkomponenten (Abb. 5.7a, Tabelle 2.2, 2.3) wie z. B. für die  $A_1^*$ -Orientierung festzustellen waren. Diese Abweichungen wurden bereits oft beobachtet und auf die Geometrie des Verformungsprozesses, Verformungsverfestigung und insbesondere auf den Reibungszustand zurückgeführt [Suwas 2003; Tóth 2004; Li 2004]. Es soll an dieser Stelle erwähnt werden, dass die Texturmessungen sowie alle anderen Untersuchungen aus der Querrichtung vorgenommen wurden (Abb. 4.10). Auf dieser Ebene liegt ein Texturgradient von oben nach unten vor, der sich aus dem Materialfluß in der ECAP-Matrize ergibt. Diese Texturinhomogenität nimmt mit zunehmender ECAP-Verformung ab [Skrotzki 2006]. Allerdings haben die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit gezeigt, dass die Normalebene auch mit einem Texturgradient aufgrund der Reibung in der ECAP-Matrize versehen war, so dass die Textur in der Mitte des ECAP-Stranges etwas ausgeprägter im Vergleich zu den Randpositionen war (Abb. 6.1). Es kann also festgehalten werden, dass unabhängig von der gewählten Messebene immer ein Texturgradient vorliegt und berücksichtigt werden muss.

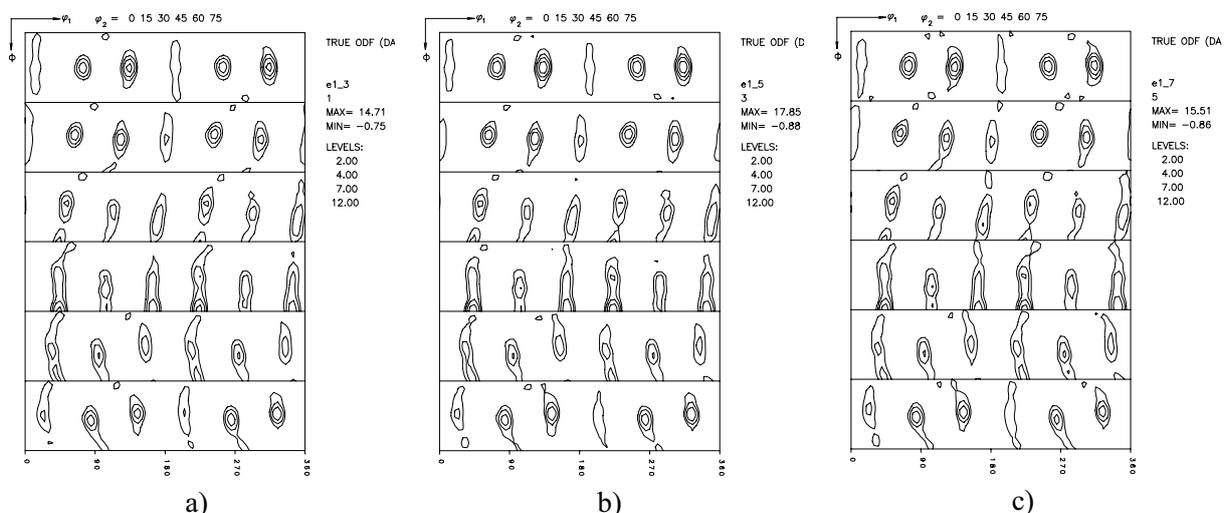


Abb. 6.1: Textur von Reinkupfer nach einem ECAP-Durchgang aufgenommen aus der Querrichtung. (a) vordere, (b) mittlere, (c) hintere Position in der ECAP-Probe (vgl. Abb. 4.9).

Grundsätzlich wurde nach 4 ECAP-Durchgängen unabhängig vom Material eine starke Abschwächung der Textur beobachtet (Abb. 5.28), die im Verformungspfad der Route  $B_c$  begründet ist. In dieser Route, die eine  $90^\circ$ -Drehung um die Längsachse der ECAP-Probe beinhaltet, findet die Scherung auf 2 Ebenen statt (Abb. 6.2). Dabei hebt die Scherung im dritten Durchgang die Scherung des ersten Durchganges (gleiche Scherebene, aber entgegengesetzte Richtung) auf, die Scherung im vierten die des zweiten usw. Somit findet alle 4 ECAP-Durchgänge, d.h. nach einer Rotation von  $360^\circ$ , eine „vollständige“ Umkehrung der aufgebrauchten Scherung statt. Diese kann natürlich nicht perfekt reversibel sein, was zu einer Wiederherstellung der Ausgangstextur führen würde. Diese wurde eindeutig nicht beobachtet, zu sehen war jedoch eine deutliche Abschwächung der Textur nach 4 ECAP-Durchgängen in Route  $B_c$ .

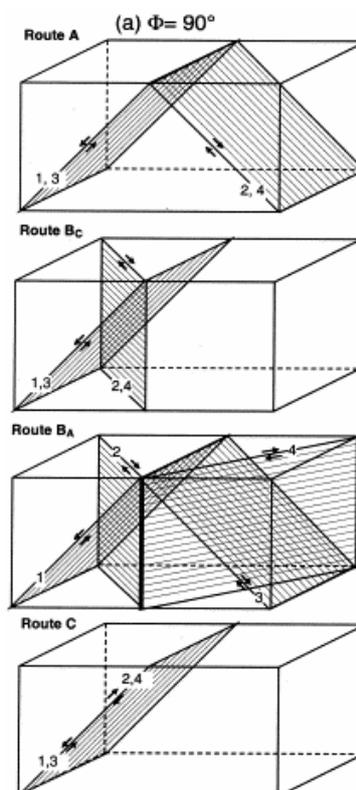


Abb. 6.2: Scherebenen für verschiedene ECAP-Routen [Zhu 2000].

Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zeigen beides, Ähnlichkeiten wie auch grundsätzliche Unterschiede zu anderen Studien der Texturentwicklung in ECAP verformten Kupfer. Gazder et al. [Gazder 2006] beobachteten in 99.98 % reinem Kupfer eine generelle Abschwächung der Textur nach Umformung in Route  $B_c$ . Diese Texturenwicklung wurde auch von Li et al. [Li 2005b] in 99.99 % reinem Kupfer festgestellt, aber deren Texturcharakteristiken waren entscheidend unterschiedlich. In der vorliegenden Arbeit wurde gefunden, dass nach hoher Verformung die Texturkomponente zwischen der  $B_E$ - und  $C_E$ -Orientierung die stärkste Lage

in Reinkupfer sowie CuZr darstellte (Abb. 5.7, 5.19). Li et al. fanden dagegen das Texturmaximum nah der  $A_{1E}^*$ -Orientierung. Die beobachteten Unterschiede sind möglicherweise durch unterschiedliche Reinheit von verwendeten Kupferproben zu erklären. In der vorliegenden Arbeit lag die Reinheit des Materials bei 99.95 %, während Kupfer in der Li-Studie deutlich reiner war. Durch die Reinheit des Materials wird die Stapelfehlerenergie beeinflusst, die wiederum einen Einfluß auf die Texturbildung ausübt. Dabei ändert sich die Haupttexturkomponente mit abnehmender Stapelfehlerenergie von  $A_{1E}^*$  zu  $B_E$  [Skrotzki 2006].

Letztlich wurde festgestellt, dass die Textur von CuZr deutlich schwächer war im Vergleich zur Textur von Reinkupfer-Proben (Abb. 5.28). Dies ist möglicherweise auf die in CuZr vorhandenen primären  $Cu_9Zr_2$ -Ausscheidungen [Massalski 1990] zurückzuführen, die insgesamt zu einer regelloseren Textur nach Verformung führen, da dann insbesondere die Körner um die Ausscheidungen herum eher regellos orientiert sind.

### 6.1.2 Strukturelle Veränderung bei thermischer Behandlung

Unabhängig von Material und Anzahl an ECAP-Durchgängen wurde eine ähnliche Mikrostrukturentwicklung bei einer anschließenden Wärmebehandlung beobachtet. Während der Glühung traten im verformten Gefüge neue, größere versetzungsfreie Körner auf, deren Anteil im Laufe der Glühung auf Kosten des verformtes Gefüges zunahm, bis dieses schließlich vollständig aufgezehrt war (Abb. 5.9-5.11, 5.21-5.24). Dieser Vorgang war generell mit steigender Temperatur und ECAP-Verformung beschleunigt. Es ist an dieser Stelle allerdings anzumerken, dass für CuZr im Vergleich zu Reinkupfer-Proben wesentlich höhere Glühtemperaturen notwendig waren (600 °C-700 °C im Vergleich zu 150 °C-280 °C), um diese Mikrostrukturänderung hervorzurufen. Die mikrostrukturelle Veränderung ging mit einer deutlichen Entfestigung des Materials einher (Abb. 5.12, 5.25). Die typischen ECAP-Texturkomponenten wurden im Laufe der Glühung deutlich abgebaut. Eine Ausnahme bildeten die Proben nach 8 und 12 Durchgängen. CuZr-Proben zeigten nach höheren Durchgangszahlen ( $N > 8$ ) nach einer anfänglichen leichten Abschwächung der Textur eine wesentliche Verstärkung der bereits bestehenden Texturkomponenten (Abb. 5.13, 5.26).

Publikationen zur thermischen Stabilität von durch starke plastische Umformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien sind sehr rare. Dabei wurde oft über die Entstehung einer bimodalen Struktur bei anschließender Glühung berichtet [Morris 2002; Cao 2003; Mughrabi 2003; Poortmans 2004; Yu 2004]. Die mikrostrukturelle Änderung in Reinkupfer, d.h. die

Beseitigung der verformten Struktur durch die Entstehung größerer versetzungsfreier Körnern, kann sogar während Auslagerung bei Raumtemperatur auftreten, wie es von Estrin et al. gezeigt wurde [Estrin 2006]. Ähnlich zu den Beobachtungen in der vorliegenden Arbeit haben Estrin et al. dabei eine beschleunigte Beseitigung der ursprünglichen verformten Struktur mit steigender ECAP-Durchgangszahl festgestellt. Es blieb insgesamt allerdings weitgehend ungeklärt, ob diese mikrostrukturellen Veränderungen sowie die diskontinuierliche Änderung der Härte und Textur auf das kontinuierliche Kornwachstum oder diskontinuierliche Rekristallisation zurückzuführen sind.

Die Interpretation der während der Glühung beobachteten Phänomene auf der Grundlage des Kornwachstums basiert auf der stillschweigenden Annahme, dass die in ECAP verformte Struktur einen perfekten ultrafeinkörnigen Polykristall darstellt. In so einem Fall würde Kornwachstum auftreten und stetiges oder unstetiges durch die Krümmung der Korngrenze verursacht werden. Allerdings ist die in ECAP hergestellte Struktur weit von einem perfekten Polykristall entfernt. Wie es eindeutig demonstriert wurde, enthalten diese Strukturen eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte sowie einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen, was diese als typische verformte Strukturen charakterisiert. Solche verformte Strukturen sind dafür bekannt, während einer anschließenden Wärmebehandlung diskontinuierliche Rekristallisation zu durchlaufen, die sich entscheidend vom (unstetigen oder diskontinuierlichen) Kornwachstum unterscheidet. Denn die treibende Kraft für die diskontinuierliche Rekristallisation ist die in den Versetzungen gespeicherte Verformungsenergie und nicht wie beim Kornwachstum die Krümmung der Korngrenze. Mit einer Versetzungsdichte von  $\rho \cong 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , was ein typischer Wert für hochverformte Materialien ist, ergibt sich für die treibende Kraft

$$p_V = \frac{1}{2} \rho G b^2 \approx 10 \text{ MPa} \quad (6.1)$$

mit  $G_{Cu} \approx 48 \text{ GPa}$  und  $b_{Cu} = 2.5 \cdot 10^{-10} \text{ m}$

Für eine Korngröße  $d=0.5 \text{ }\mu\text{m}$  und die spezifische Korngrenzenenergie  $\gamma \cong 0.5 \text{ J/m}^2$  berechnet sich die treibende Kraft für die unstetige Kornvergrößerung zu

$$p_{KG} = \frac{3\gamma}{d} \approx 3 \text{ MPa} \quad (6.2)$$

und ist somit kleiner aber von der gleichen Größenordnung wie die in den Versetzungen gespeicherte Verformungsenergie.

Während die treibenden Kräfte für diskontinuierliche Rekristallisation und diskontinuierliches Kornwachstum offensichtlich vergleichbar sind, äußert sich der Unterschied der beiden Vorgänge in der Tatsache, dass die diskontinuierliche Rekristallisation nicht von der Korngrenzenkrümmung getrieben wird. Vielmehr bewegen sich die Korngrenzen entgegen ihrer Krümmung (Abb. 5.9b, 5.11, 5.24), was eine Interpretation auf der Basis von unstetigen Kornwachstumsprozessen ausschließt. Es ist daher festzustellen, dass gemäß wesentlicher Eigenschaften der verformten sowie geglühten Struktur, die Mikrostrukturänderung der ECAP verformten Proben bei der Wärmebehandlung auf primäre statische Rekristallisation und nicht auf unstetiges Kornwachstum zurückzuführen ist. Diese Schlussfolgerung ist für die physikalische Deutung der Phänomene und ihre technische Beeinflussung von grundlegender Bedeutung.

Während der Rekristallisation fand generell eine Abschwächung der typischen ECAP-Texturkomponenten statt. Eine Ausnahme bildeten die Proben nach 8 und 12 Durchgängen. Dabei zeigten CuZr-Proben nach höheren Durchgangszahlen ( $N > 8$ ) nach einer anfänglichen leichten Abschwächung der Textur eine wesentliche Verstärkung der bereits bestehenden Texturkomponenten (Abb. 5.26), die möglicherweise auf die an den Großwinkelkorngrenzen, deren Anteil im Laufe der ECAP-Verformung deutlich zunahm, stattfindende Keimbildung zurückzuführen ist. Denn die Keimbildung an den vorhandenen Großwinkelkorngrenzen kann zur Ausbildung einer Textur führen, die der verformten Textur sehr ähnlich ist.

### 6.1.3 Rekristallisationskinetik

Die dramatische Härteabnahme während der Glühung (Abb. 5.12, 5.25) kann vollständig auf die ablaufende diskontinuierliche Rekristallisation zurückgeführt werden, da Cu wie auch CuZr nur eine zu vernachlässigende Tendenz zur statischen Erholung zeigen. Demnach kann aus dem Härteverlauf der Verlauf des rekristallisierten Bruchteil  $X$  mit der Zeit  $t$  bestimmt werden (Abb. 6.3a), der quantitativ durch die Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK)-Gleichung beschrieben wird [Johnson 1939; Avrami 1940]

$$X = 1 - \exp\left(-\left[\frac{t}{t_R}\right]^q\right) \quad (6.3)$$

dabei ist  $t_R$  die typische Rekristallisationszeit  $X(t_R) \cong 63\%$  und  $q$  der Avrami-Exponent. Da die Rekristallisation thermisch aktivierte Prozesse (Keimbildung und Keimwachstum) bein-

haltet, hängt die Rekristallisationszeit  $t_R$  von der Temperatur über einen Boltzmann-Term ab (Abb. 6.3b)

$$t_R \sim \exp\left(\frac{Q_R}{kT}\right) \quad (6.4)$$

wobei  $Q_R$  die scheinbare Aktivierungsenergie für die diskontinuierliche Rekristallisation darstellt.

Die scheinbare Aktivierungsenergie  $Q_R$ , die aus der Steigung der Geraden in Abb. 6.3b bestimmt wurde, nahm mit fortschreitender ECAP-Verformung auf einen Wert von etwa 0.7 eV deutlich ab (Abb. 6.3c), was auf der Basis klassischer Rekristallisationstheorien nur schwer zu erklären ist. Ähnliche Werte für die Aktivierungsenergie im gewalzten Kupfer ( $\sim 1$  eV) wurden auch von Mengelberg et al. [Mengelberg 1965] gefunden.

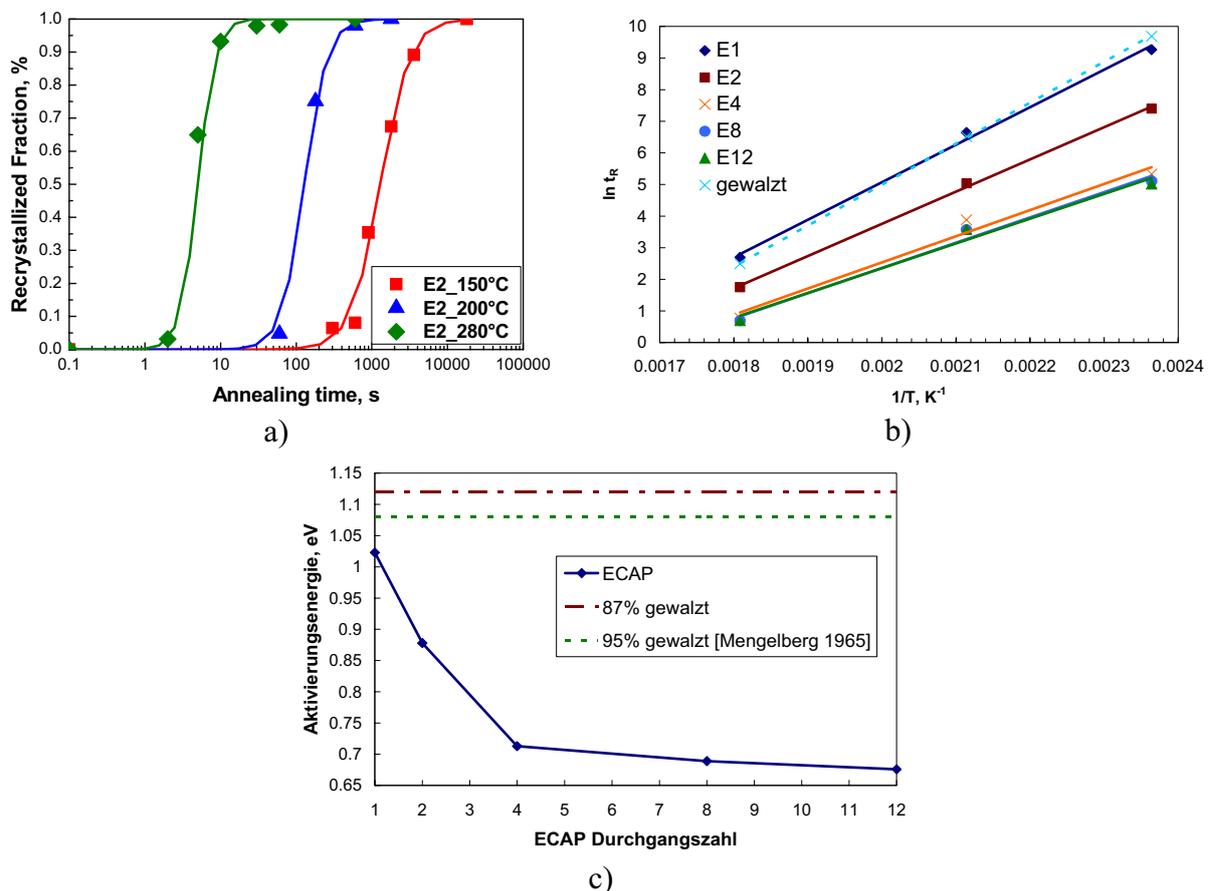


Abb. 6.3: Rekristallierter Bruchteil von Reinkupfer als Funktion der Glühzeit nach 2 ECAP-Durchgängen (a), Rekristallisationskinetik (b) und scheinbare Aktivierungsenergie (c).

Auffällig war speziell die sehr geringe thermische Stabilität von UFG Reinkupfer-Proben im Vergleich zum kaltgewalzten Material. Um die starke Abnahme der Aktivierungsenergie zu verstehen, muss zunächst realisiert werden, dass die scheinbare Aktivierungsenergie für die

diskontinuierliche Rekristallisation ein Mittelwert aus den Aktivierungsenergien für Keimbildung  $Q_{\dot{N}}$  und Keimwachstum  $Q_v$  darstellt. In einem Zeitinkrement  $dt'$ , nimmt das noch nicht rekristallisierte Volumen durch das Wachstum der bereits mit der Keimbildungsrate  $\dot{N}$  gebildeten Keime ab

$$\frac{dX}{1-X} = dt \int_0^{t'} \dot{N}(\tau) v^3 (t' - \tau)^2 d\tau 4\pi \quad (6.5)$$

mit  $X = V_{RX}/V$ , Keimbildungsgeschwindigkeit  $\dot{N} = [(dN/dt)/(1-X)]$ , wobei  $N$  die Anzahl der Keime pro Volumeneinheit und  $v$  Keimwachstumsgeschwindigkeit ( $v = dR/dt$  mit  $R$ -Radius eines Kornes) sind. Nach der Integration folgt

$$X = 1 - \exp\left(-4\pi v^3 \int_0^{t'} \int_0^{t'} \dot{N}(\tau) (t' - \tau)^2 d\tau \cdot dt'\right) \quad (6.6)$$

Liegen alle Keime zum Zeitpunkt  $t=0$  vor (site saturation), d.h.  $\dot{N}(t) = N\delta(t)$ , dann ist

$$\int_0^{t'} \int_0^{t'} N\delta(\tau) (t' - \tau)^2 d\tau \cdot dt' = N \frac{t'^3}{3} \quad (6.7)$$

oder

$$X = 1 - \exp\left(-\frac{4\pi}{3} N v^3 t^3\right) \quad (6.8)$$

Vergleich mit der Gl. 6.3 liefert

$$t_R = \frac{1}{\sqrt[3]{\frac{4\pi}{3} N v^3}} \quad (6.9)$$

und mit der Keimwachstumsgeschwindigkeit

$$v = v_0 \exp\left(-\frac{Q_v}{kT}\right) \quad (6.10)$$

folgt

$$t_R \sim \exp\left(\frac{3Q_v}{3kT}\right) \quad (6.11)$$

und deshalb  $Q_R = Q_v$ . Alle anderen Zeitabhängigkeiten von  $\dot{N}$  können ausgedrückt werden als

$$\dot{N} = A t^n \quad (6.12)$$

und damit

$$\begin{aligned}
X &= 1 - \exp(-4\pi v^3 \int_0^t \int_0^{t'} A \tau^n (t' - \tau)^2 d\tau \cdot dt') = \\
&= 1 - \exp(-4\pi v^3 \int_0^t A t'^{n+3} (\frac{1}{n+1} - \frac{2}{n+2} + \frac{1}{n+3}) dt')
\end{aligned} \tag{6.13}$$

oder

$$X = 1 - \exp\left(-4\pi v^3 \frac{A}{n+4} t^{n+4} \left(\frac{1}{n+1} - \frac{2}{n+2} + \frac{1}{n+3}\right)\right) \tag{6.14}$$

Für  $n=0$ , d.h. konstante Keimbildungsgeschwindigkeit  $\dot{N}$  und mit

$$A = \dot{N}_0 \exp\left(-\frac{Q_{\dot{N}}}{kT}\right) \tag{6.15}$$

folgt

$$t_R \sim \exp\left(\frac{Q_{\dot{N}} + 3Q_v}{4kT}\right) \tag{6.16}$$

oder

$$Q_R = \frac{Q_{\dot{N}} + 3Q_v}{4} \tag{6.17}$$

Typischerweise ist  $Q_v \approx Q_{\dot{N}} \approx 1$  eV in Kupfer, und tatsächlich wird  $Q_R$  in der Größenordnung von  $Q_R \approx 1$  eV gefunden [Mengelberg 1965]. In einem hochgradig verformten Material mit einem hohen Anteil an Großwinkelkorngrenzen, gibt es aber so gut wie keine Notwendigkeit für die thermische Aktivierung des Keimbildungsprozesses, denn die Korngrenzen sind bereits gut beweglich. Für den Grenzfall  $Q_{\dot{N}} \rightarrow 0$  ist  $Q_R \approx 0.75$  eV, was immer noch höher ist als der experimentell bestimmter Wert von  $Q_R = 0.68$  eV in Reinkupfer nach 12 ECAP-Durchgängen (Abb. 6.3c). Die einzige Möglichkeit, die Energie weiter zu senken ist in dieser Betrachtung eine Erhöhung von  $n$ , d.h. eine Beschleunigung der Keimbildungsrate während der Rekristallisation. Allerdings müsste in diesem Fall der Avrami-Exponent  $q$  auch höher sein. Und tatsächlich zeigt der Vergleich der Rekristallisationskinetiken für verschiedene ECAP-Durchgangszahlen, dass der Avrami-Exponent mit steigender ECAP-Durchgangszahl von 1 auf etwa 5 zunimmt, wenn die Entwicklung des rekristallisierten Volumenbruchteils für  $t < t_R$  betrachtet wird, wo die rekristallisierten Körner bzw. Keime gebildet werden und ohne Zusammenstoßen frei wachsen können (Abb. 6.4).

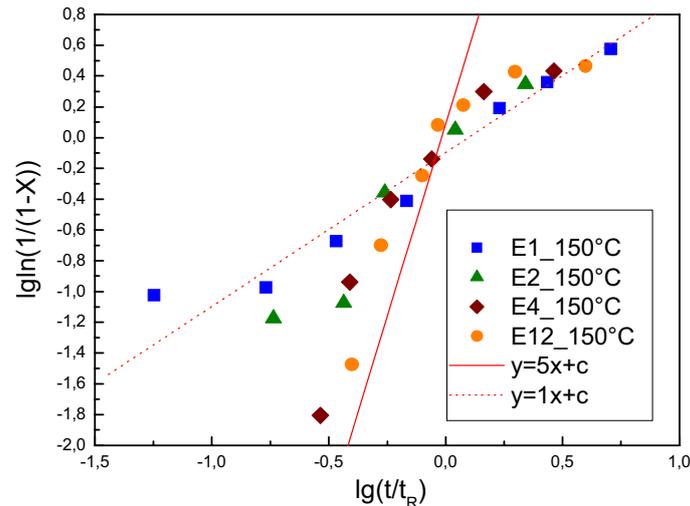


Abb. 6.4: Entwicklung des Avrami-Exponenten  $q$  mit steigender ECAP-Verformung.

Für  $t \gg t_R$  ist der Avrami-Exponent unabhängig von der Durchgangszahl  $n \approx 1$ . Das Zeitintervall  $t < t_R$  scheint passender für die Betrachtung der charakteristischen Prozesse zu sein, da die Aktivierungsenergie  $Q_R$  auch für  $t = t_R$  bestimmt wurde. Für den Grenzfall  $Q_N \rightarrow 0$  und  $n=1$  berechnet sich die scheinbare Aktivierungsenergie zu  $Q_R \approx \frac{3}{5}Q_v = 0.6 \text{ eV}$ . Somit kann generell die sehr niedrige scheinbare Aktivierungsenergie für die diskontinuierliche Rekristallisation auf die zunehmende Begünstigung der Keimbildung im ECAP-Material zurückgeführt werden, die möglicherweise durch die hohe Dichte an Großwinkelkorngrenzen entsteht.

Es soll an dieser Stelle angemerkt werden, dass das natürlich nur eine Hypothese darstellt, die sich aus einigen experimentellen Ergebnissen herleiten ließ. Es muss berücksichtigt werden, dass die Abnahme der scheinbaren Aktivierungsenergie auch aus der Abnahme der Aktivierungsenergie für die Korngrenzenbewegung stammen könnte. Und schon sehr kleine Änderungen von  $Q_v$  würden  $Q_R$  erheblich erniedrigen aufgrund der höheren Gewichtung von  $Q_v$  in Gl. 6.17. Da die Mechanismen der Korngrenzenbewegung noch nicht ausreichend verstanden wurden, ist es fraglich, was den relevanten thermisch aktivierten Prozess steuern und durch die hochgradige plastische Verformung beeinflusst werden könnte. Das ansteigende freie Korngrenzenvolumen während der Versetzungsabsorption oder eine Zunahme der Leerstellenkonzentration könnten dabei eine Rolle spielen. Jedoch ist das soweit nur eine Vermutung ohne jegliche experimentelle und konzeptionelle Unterstützung, und weitere spezielle Experimente werden notwendig sein, um mehr Aufschluss darüber zu geben.

Beim ECAP verformten Reinkupfer fiel im Vergleich zum kaltgewalzten Material mit ähnlichem Umformgrad die sehr niedrige thermische Stabilität auf. Im Hinblick auf die oben stehende Betrachtung könnte dies auf die verbesserten Keimbildungsbedingungen im ECAP-Material zurückgeführt werden. Allerdings kann in anderen Materialien eine verbesserte thermische Stabilität von ECAP-Proben im Vergleich zum gewalzten Material beobachtet werden, was darauf schließen lässt, dass die diskutierten verbesserten Keimbildungsbedingungen nicht das einzige Kriterium sein können, die die Neigung des in ECAP hergestellten ultrafeinkörnigen Materials zur diskontinuierlichen Rekristallisation bestimmen. Darauf wird später noch genauer eingegangen.

#### 6.1.4 Einfluß von Zr auf Rekristallisationskinetik

Wie es bereits angesprochen wurde, zeigte CuZr eine erheblich höhere thermische Stabilität im Vergleich zu Reinkupfer-Proben. Die aus den Härteverläufen (Abb. 5.25) bestimmte scheinbare Aktivierungsenergie für die diskontinuierliche Rekristallisation  $Q_R$  nahm in den ersten zwei ECAP-Durchgängen deutlich ab, blieb aber weitgehend konstant mit weiterer Zunahme der Verformung (Abb. 6.5). Die Aktivierungsenergien  $Q_R$  für 85 % kaltgewalztes Material, entsprechend einem Umformgrad von etwa 2, und die vom ECAP-Material nach 2 Durchgängen waren im Wesentlichen vergleichbar.

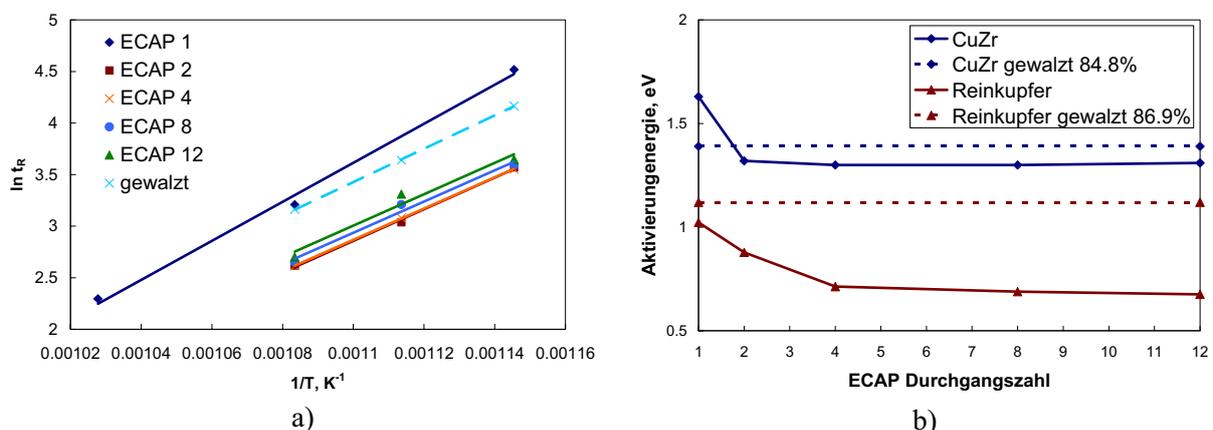


Abb. 6.5: Rekristallisationskinetik von CuZr (a) und scheinbare Aktivierungsenergie (b).

Im Folgenden soll auf die Mechanismen eingegangen werden, die dazu beitragen, dass die Rekristallisationstemperatur von CuZr, die für Reinkupfer bei etwa 150-200 °C lag, auf etwa 600 °C deutlich zunahm.

Legierungselemente können die Keimbildungsrate und/oder Keimwachstumsrate bei der Rekristallisation beeinflussen. Da die Konzentration von Zr (0.17 %) in der vorliegenden

CuZr-Legierung sehr gering ist, was in einem ausgeschiedenen Volumenbruchteil von etwa 0.61 % bei 600 °C resultiert [Massalski 1990], ist es anzunehmen, dass die Keimbildung durch Zr zunächst kaum beeinflusst wird. Auch die verformten Mikrostrukturen von Reinkupfer und CuZr wiesen kaum Unterschiede auf, abgesehen von der etwas feineren Korngröße in CuZr (Abb. 5.1, 5.14). Deshalb ist die beobachtete schleppende Rekristallisationskinetik von CuZr offensichtlich auf die viel kleinere Keimwachstumsrate zurückzuführen. Es gibt zwei grundlegende Prozesse, die sich auf die Korngrenzenbewegung und somit auch die Wachstumsrate von rekristallisierten Körnern in den Legierungen auswirken – Zener drag und solute drag. Um zwischen den beiden Effekten zu unterscheiden und deren Bedeutung für die Verlangsamung der Rekristallisationskinetik abschätzen zu können, wird die Abhängigkeit der Rekristallisationszeit  $t_R$  auf der Grundlage der klassischen JMAK-Theorie [Johnson 1939; Avrami 1940] betrachtet.

$$t_R = \frac{1}{\sqrt[4]{\frac{3\pi\dot{N}\dot{\nu}^3}{3}}} \quad (6.18)$$

Da Keimbildungsrate  $\dot{N}$  und Keimwachstumsrate  $\dot{\nu}$  thermisch aktivierte Prozesse darstellen und mit entsprechenden Aktivierungsenergien  $Q_N$  und  $Q_\nu$ ,

$$\dot{N} = \dot{N}_0 \exp\left(-\frac{Q_N}{kT}\right) \quad (6.19a)$$

$$\dot{\nu} = \dot{\nu}_0 \exp\left(-\frac{Q_\nu}{kT}\right) \quad (6.19b)$$

folgt für die Rekristallisationszeit

$$t_R = \sqrt[4]{\frac{3}{\pi\dot{N}_0\dot{\nu}_0^3}} \exp\left(\frac{Q_N + 3Q_\nu}{4kT}\right) = t_0 \exp\left(\frac{Q_R}{kT}\right) \quad (6.20)$$

Wie es bereits angesprochen wurde, ist es unwahrscheinlich, dass die Keimbildungsrate bei der sehr geringen Konzentration von Zr merklich beeinflusst bzw. herabgesetzt wird. Die Korngrenzengeschwindigkeit kann ausgedrückt werden als

$$\dot{\nu} = mp \quad (6.21)$$

wobei  $m$  die Korngrenzenbeweglichkeit und  $p$  die treibende Kraft beschreiben. Mit

$$m = m_0 \exp\left(-\frac{Q_m}{kT}\right) \quad (6.22)$$

( $Q_m$ -Aktivierungsenthalpie für die Korngrenzenwanderung) folgt

$$v = v_0 \exp\left(-\frac{Q_m}{kT}\right) = m_0 p \cdot \exp\left(-\frac{Q_m}{kT}\right) \quad (6.23)$$

Für ein reines Material [Gottstein 1999]

$$m_0 = \frac{vb^4}{kT} \exp\left(\frac{S_m}{T}\right) \quad (6.24)$$

wobei  $v$  die Debye-Frequenz,  $b$  den Burgersvektor und  $S_m$  die Entropie für die Korngrenzenwanderung beschreiben. Gelöste Atome in fester Lösung (solute drag) bewirken eine Erhöhung der Aktivierungsenthalpie

$$Q_{m,ss} = Q_D + H_i \quad (6.25)$$

wobei  $Q_D$  die Aktivierungsenthalpie für die Volumendiffusion von Zr in Cu,  $H_i$  die Wechselwirkungsenthalpie von gelösten Elementen mit den Korngrenzen, die natürlich von der chemischen Natur des jeweiligen Elementes abhängt, darstellen. Für substitutionell gelöste Atome ist die Aktivierungsenthalpie für die Volumendiffusion in Kupfer in der Größenordnung von  $Q_D = 2$  eV und die Wechselwirkungsenthalpie  $H_i$  typischerweise im Bereich von 0.1 eV [Hoffmann 1996]. Die beobachtete Aktivierungsenthalpie für die Rekristallisation  $Q_R$  (Abb. 6.5b) gemäß Gl. 6.20 ist in guter Übereinstimmung mit dieser Abschätzung.

Wird dem Einfluß von Zr nur die Zunahme der Aktivierungsenthalpie durch die gelösten Atome zugeschrieben, so wird für ein konstantes Verhältnis  $Q_R/T$  die gleiche Rekristallisationszeit  $t_R$  gefunden. Unter Verwendung von Werten für Reinkupfer nach dem ersten ECAP-Durchgang,  $Q_{Cu} = 1.02$  eV,  $T = 276$  °C für  $\ln t_R = 3$ , d.h.  $Q_{Cu} / T_{R,Cu} = 0.00186$  (Abb. 6.3b, c), würde die berechnete Rekristallisationstemperatur für CuZr nach einem Durchgang mit  $Q_{CuZr} = 1.63$  eV  $T_{R,CuZr}^c = Q_{CuZr} / 0.00186 = 1.63 / 0.00186 = 876$  K = 603 °C betragen. Beim Vergleich mit dem gemessenen Wert  $T_{R,CuZr}^m = 665$  °C (Abb. 6.5) wird es offensichtlich, dass die gemessene Rekristallisationstemperatur in CuZr erheblich höher liegt, als nur aus der Erhöhung der Aktivierungsenergie zu erwarten wäre.

Der Vorfaktor in der Gl. 6.23 wird durch den Vorfaktor der Beweglichkeit und die treibende Kraft definiert. In einer festen Lösung hängt der Vorfaktor der Beweglichkeit von der Konzentration an gelösten Atomen  $c$  ab [Gottstein 1999]

$$m_{0,ss} = \frac{\alpha}{ckT} \quad (6.26)$$

wobei  $\alpha$  eine Konstante darstellt. Dadurch wird der absolute Wert der Beweglichkeit erniedrigt. Allerdings, unter der Berücksichtigung der sehr geringen Zr-Konzentration in fester Lösung, wird diese Korrektur sehr klein ausfallen.

Die treibende Kraft  $p$  wird durch die Zener-Kraft beeinflusst. Da der Zr-Gehalt 0.17 % beträgt, was die maximale Löslichkeit von Zr in Cu bei 972 °C ist, enthält das Material unterhalb dieser Temperatur  $\text{Cu}_9\text{Zr}_2$ -Ausscheidungen [Massalski 1999]. Deshalb wird die Korngrenzenwanderung und somit auch die diskontinuierliche Rekristallisation durch die Zener-Kraft gehindert, was insgesamt die treibende Kraft herabsetzt zu

$$p_{\text{net}} = p + p_Z \quad (6.27)$$

mit

$$p_Z = -\frac{3}{2} \frac{f\gamma}{r_T} \quad (6.28)$$

wobei  $\gamma$  die Korngrenzenenergie,  $r_T$  Teilchenradius und  $f$  Volumenbruchteil der Teilchen sind. Gemäß Gl. 6.23 und 6.27 verringert sich der Vorfaktor, wenn  $p_Z < 0$ .

Tatsächlich konnten im Material zwei Typen von Ausscheidungen nachgewiesen werden (Abb. 6.6), nämlich grobe Ausscheidungen ( $r_T \sim 1\text{-}10 \mu\text{m}$ ), die sich bereits während der Erstarrung gebildet hatten und nach der Homogenisierungsbehandlung teilweise verblieben sind (Abb. 6.6a), und feine Ausscheidungen ( $r_T \sim 10\text{-}100 \text{ nm}$ ) (Abb. 6.6b). Letztere sind im Laufe der Rekristallisationsglühung vor der ECAP-Verformung entstanden. Es ist zu erwarten, dass sie die Rekristallisationskinetik im Anschluss an die ECAP-Verformung verlangsamen. Allerdings ist dabei zu berücksichtigen, dass der ausgeschiedene Bruchteil an  $\text{Cu}_9\text{Zr}_2$ -Ausscheidungen aufgrund der geringen Zr-Konzentration sehr klein ist. Zudem wurden die feinen Ausscheidungen nicht nur an den Korngrenzen, was Korngrenzenbewegung und damit Keimwachstum am effektivsten behindern würde, sondern auch im Volumen vorgefunden. Insgesamt führt dies also zum Ergebnis, dass zwar beide, solute drag und Zener-drag, einen Einfluss auf die Rekristallisationskinetik haben, aber aufgrund des relativ geringen ausgeschiedenen Bruchteils dem solute drag die tragende Rolle für die erheblich gesteigerte thermische Stabilität von CuZr zukommt. Das wird auch insbesondere in der wesentlich höheren Aktivierungsenergie für die Rekristallisation deutlich, die durch solute drag verursacht wird.

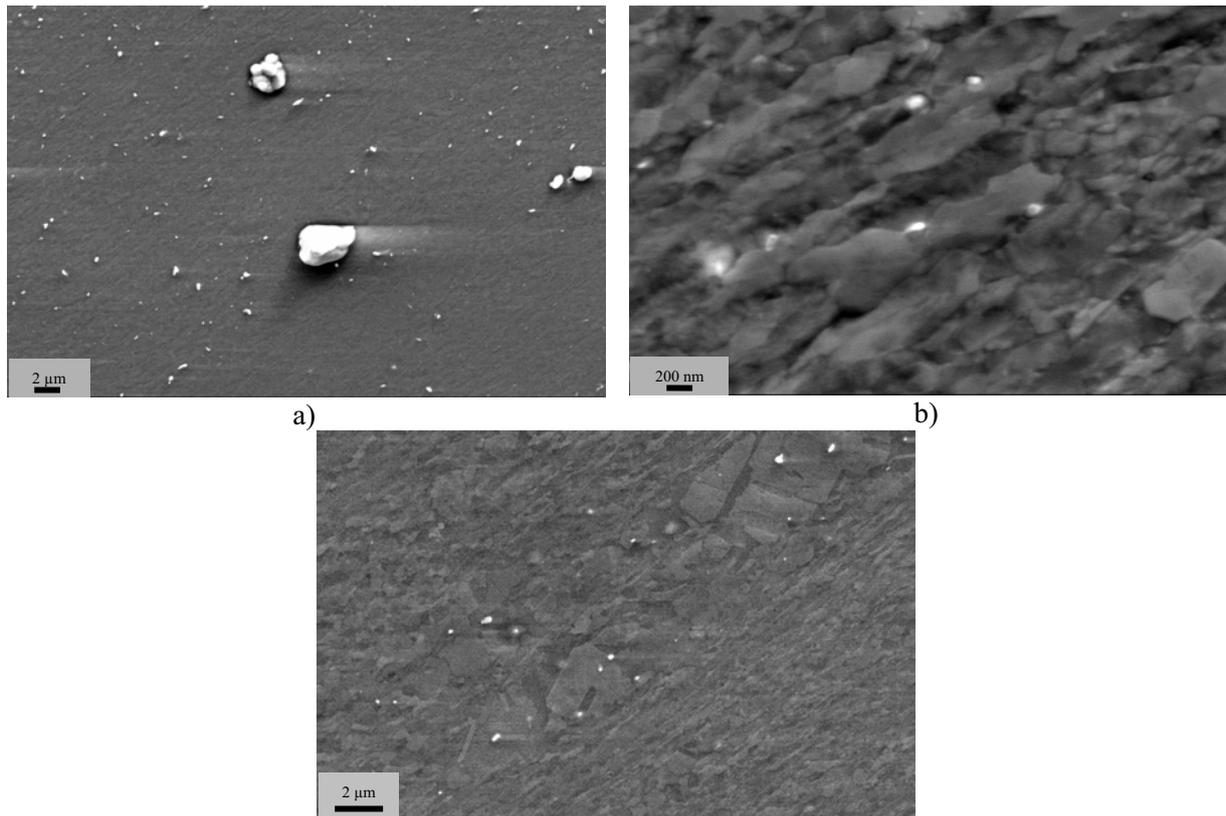


Abb. 6.6: REM-Aufnahmen von CuZr nach 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> bei unterschiedlichen Vergrößerung (a), (b) und anschließender Glühung bei 600 °C für 15s.

Weiterhin war auffällig, dass die Rekristallisationszeit  $t_R$  nach einer anfänglichen deutlichen Abnahme bei höheren Durchgangszahlen ( $N > 4$ ) wieder leicht zunahm (Abb. 6.5a). Diese leichte Verzögerung der Rekristallisation nach hoher ECAP-Verformung ist möglicherweise auf die Fragmentierung der größeren Ausscheidungen zurückzuführen, wodurch der Dispersionsgrad  $f/r_T$  zunimmt und deshalb die Wachstumskinetik gemäß Gl. 6.28 effektiver verlangsamt wird.

Durch Zusatz von Zr wurde eine deutliche Verbesserung der thermischen Stabilität von UFG Proben im Vergleich zum kaltgewalzten Material erzielt (Abb. 6.5b). Auch wenn das kaltgewalzte Material immer noch eine leicht höhere thermische Stabilität im Vergleich zum ECAP-Material aufwies, waren die Unterschiede nicht mehr so prägnant, wie es bei Reinkupfer beobachtet wurde. Die unzureichende thermische Stabilität von Reinkupfer ist möglicherweise wie bereits im Kapitel 6.1.3. diskutiert auf die verbesserten Keimbildungsbedingungen im ECAP-Material zurückzuführen. Es lässt sich vermuten, dass die Verbesserung des thermischen Verhaltens von ECAP CuZr-Proben im Vergleich zum gewalzten Material auf die Änderung der Keimbildungsmechanismen zurückzuführen ist. So findet in CuZr die Keimbildung bei der Rekristallisation nicht nur an den vorhandenen Großwinkelkorngrenzen und

Verformungsinhomogenitäten, wie es bei Reinkupfer der Fall ist, sondern auch an den Ausscheidungen statt. Da sich der Ausscheidungszustand im kaltgewalzten und ECAP-Material kaum unterscheidet, fallen die Unterschiede in der Rekristallisationskinetik auch sehr gering aus. Interessanterweise wurde beobachtet, dass die Keimbildung nicht nur an Ausscheidungen mit der Größe im  $\mu\text{m}$ -Bereich stattfand, sondern auch an Ausscheidungen, deren Größe deutlich darunter lag (Abb. 6.6c). Ähnliche Beobachtungen machten Miura et al. [Miura 2003] und stellten fest, dass PSN (particle stimulated nucleation) in Kupfer auch an feinen Dispersionen, um die herum während der Verformung keine ausgeprägte Verformungszone entsteht, auftreten kann.

Die hohe thermische Stabilität von CuZr hat wichtige Konsequenzen für potentielle Anwendungen von UFG-Kupferwerkstoffen. So können z.B. ultrafeinkörnige Kupferlegierungen überall dort neue Märkte erschließen, wo die Kombination von hoher Festigkeit mit hoher elektrischer und thermischer Leitfähigkeit gefragt ist, bspw. bei Wärmetauschern oder Hochfeldmagneten. Zum anderen sind thermisch stabile UFG-Werkstoffe potentiell superplastisch und eignen sich daher zur einfachen Herstellung von komplex geformten Gegenständen. Denn Superplastizität tritt typischerweise bei Temperaturen auf, die in etwa der halben Schmelztemperatur  $T_s / 2 = 1357 \text{ K} / 2 \approx 400 \text{ }^\circ\text{C}$  (für Kupfer) entsprechen, und die thermische Stabilität von ultrafeinkörnigem CuZr ist bis zu Temperaturen von  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  gewährleistet.

### 6.1.5 Festigkeit des rekristallisierten ECAP-Materials

Die beobachtete Abnahme der rekristallisierten Korngröße mit zunehmender ECAP-Verformung (Abb. 5.10, 5.23, Tab. 5.2) ist auf eine erhöhte Anzahl an Keimbildungsstellen mit steigender Verformung zurückzuführen. Die feinere rekristallisierte Korngröße bewirkt einen Anstieg des Härteplateaus mit steigender ECAP-Durchgangszahl nach der deutlichen Erweichung des Materials aufgrund der ablaufenden diskontinuierlichen Rekristallisation. Die Änderung der Härte mit der Korngröße entspricht der bekannten Hall-Petch-Beziehung die in Abb. 6.7 anhand der rekristallisierten ECAP Reinkupfer-Proben dargestellt ist,

$$H_v = H_0 + Kd^{-1/2} \quad (6.29)$$

dabei sind  $H_v$  die Vickershärte,  $d$  die Korngröße und  $K$  und  $H_0$  Materialkonstanten.

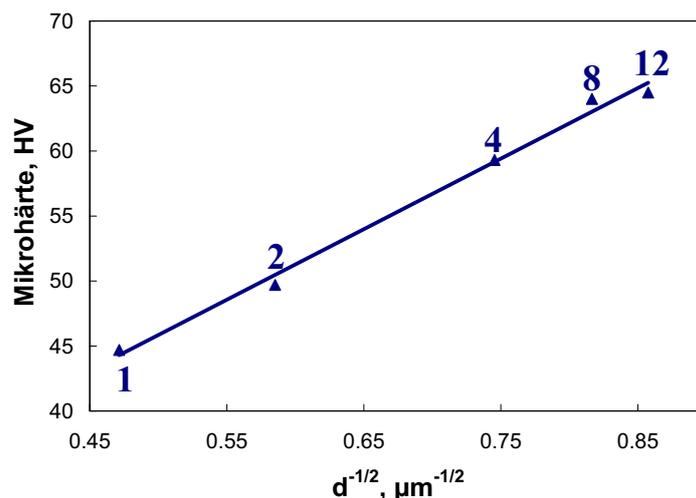


Abb. 6.7: Mikrohärte von ECAP-Reinkupfer als Funktion der bei 280 °C 10 Minuten geglühten Korngröße.

Insgesamt wurde deutlich, dass selbst bei sehr starker Verformung wie bspw. 12 ECAP-Durchgängen keine Mikrostruktur ohne wesentliche Elemente einer verformten Struktur wie eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte und ein hoher Anteil an Kleinwinkelkorn-grenzen eingestellt werden kann. Das scheinbar ultrafeinkörnige Material neigt daher zwangsläufig zur diskontinuierlichen Rekristallisation. Die ECAP Reinkupfer-Proben wiesen dabei eine deutlich niedrigere thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material mit einem ähnlichen Umformgrad aus, was die Verarbeitung und Anwendung von diesen Werkstoffen deutlich einschränkt. Eine Stabilisierung der Struktur läßt sich daher nur durch Eliminierung der Verformungselemente (Versetzungen, Zellgrenzen) z.B. durch massive Erholung bei Niedrigtemperaturglühungen (s. Kap. 7) oder durch Zulegieren mit chemischen Elementen erreichen, die die Wanderung von Korngrenzen stark einschränken, wie es für Zr in CuZr beobachtet wurde. Eine hohe thermische Stabilität ist wiederum eine entscheidende Voraussetzung für potentielle Anwendungen von UFG-Kupferwerkstoffen.

## 6.2 Aluminiumwerkstoffe

### 6.2.1 Strukturcharakteristika nach hochgradiger plastischer Verformung

#### 6.2.1.1 Mikrostruktur

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass die Route B<sub>c</sub>, in der zwischen den Pressdurchgängen eine 90°-Drehung der Probe um die Längsachse erfolgt, im Vergleich zu Route A, bei der dagegen keine Drehung stattfindet, effektiver für die Herstellung eines feinkörnigen Gefüges

ist. Das Material nach der Verformung in Route B<sub>c</sub> wies eine globularere Struktur nach hohen Durchgangszahlen auf, während die Proben der Route A deutlich langgestreckt blieben (Abb. 5.29-5.35, 5.48-5.51). Allerdings zeichnete sich die in beiden Routen entstandene ultrafeinkörnige Struktur (~500 nm) ähnlich wie bei den bereits diskutierten Kupferwerkstoffen durch eine hohe Versetzungsdichte sowie einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen (~50 %) (Abb. 5.52) aus, womit sich diese deutlich von einer gewöhnlichen geglähten polykristallinen Struktur unterscheidet und eine typische hochverformte Struktur darstellt. Daher neigt die so entstandene ultrafeinkörnige Struktur während einer anschließenden Wärmebehandlung zur diskontinuierlichen Rekristallisation (s. Kapitel 6.1.2).

Auffällig war weiterhin in beiden Al-Legierungen die Scherbandbildung nach hohen Durchgangszahlen ( $N > 6$ ), die für Route B<sub>c</sub> und in AlMgMn-Legierung stärker ausgeprägt war (Abb. 5.29, 5.33, 5.50). Scherbänder stellen Gebiete sehr hoher lokaler Verformung dar, die dann auftreten, wenn homogene Verformung durch Gleitung von Versetzungen behindert wird und/oder wenn aufgrund der sich einstellenden Orientierungsverhältnisse nichtkristallographische Scherung der leichter aktivierbare Verformungsmechanismus wird [Gottstein 1984]. Das scheint für die AlMgMn-Legierung aufgrund des höheren Legierungsgehaltes begünstigt zu sein.

### 6.2.1.2 Mikrohärtete

Die Härte nahm im Laufe der ECAP-Verformung zu. Dabei war kein wesentlicher Unterschied zwischen den beiden Routen festzustellen (Abb. 5.36, 5.53). Die Härte schien nach 2 Durchgängen in die Sättigung zu gehen, auch wenn bei höheren Durchgangszahlen noch eine leichte Härtezunahme zu verzeichnen war. Die Sättigung wurde somit für Al-Werkstoffe etwas früher im Vergleich zu den untersuchten Cu-Werkstoffen erreicht, die diese Tendenz nach etwa 4 ECAP-Durchgängen zeigten. Der stationäre Bereich in der Härteentwicklung nach hoher ECAP-Verformung ist dadurch zu erklären, dass die Verformungsverfestigung durch Entfestigungsprozesse wie dynamische Erholung kompensiert wird. Diese sind in Al-Werkstoffen aufgrund der höheren Stapelfehlerenergie und der damit verbundenen geringeren Aufspaltungsweite der Versetzungen im Vergleich zu den Cu-Werkstoffen begünstigt, was insgesamt dazu führt, dass die Sättigung in Al-Werkstoffen früher einsetzt.

Die Härte von der AlMgMn-Legierung nach 8 Durchgängen lag mit 90 HV deutlich höher im Vergleich zu AA 3103, die nach hoher ECAP-Verformung eine Härte von etwa 60 HV auf-

wies, was auf die chemische Zusammensetzung bzw. einen höheren Legierungsgehalt in der AlMgMn-Legierung zurückzuführen ist, wodurch auch die beobachtete verstärkte Scherbandbildung in dieser Legierung zu begründen ist.

### 6.2.1.3 Makrotextur

Die Textur der ECAP umgeformten Al-Legierungen entsprach im Wesentlichen wie schon bei den Kupferproben einer Schertextur mit leichten Abweichungen (s. Kap. 6.1.1). In Route A wurde unabhängig vom Material eine sehr schwache Textur ausgebildet. Dabei dominierte mit Ausnahme des 8 Durchganges die  $A_{1E}^*$ -Orientierung (5.37, 5.54), die auch in kommerziell reinem in Route A hergestellten Aluminium als stärkste Texturkomponente von Suwas et al. [Suwas 2005b] und Arruffat-Massion et al. [Arruffat-Massion 2005] gefunden wurde. Die letzteren haben auch über eine Abschwächung der Textur nach 3 ECAP-Durchgängen berichtet, ähnlich zu den Beobachtungen in der vorliegenden Arbeit (Abb. 5.39). Die beobachtete schwache Textur nach 8 ECAP-Durchgängen in Route A kann zusätzlich auf die einsetzende Scherbandbildung zurückgeführt werden. Denn die in den Scherbändern enthaltenen Körner sind eher zufällig orientiert, was insgesamt zu der beobachteten Abnahme der Texturintensität führt.

In Route  $B_c$  nahm die Texturintensität nach 4 und besonders nach 6 Durchgängen stark ab und blieb sehr schwach nach 8 Durchgängen (Abb. 5.39, 5.56). Diese Texturentwicklung, die schon bei Kupferwerkstoffen beobachtet wurde, ist auf den Verformungspfad in Route  $B_c$  zurückzuführen, der eine  $90^\circ$ -Drehung der ECAP-Probe um die Längsachse zwischen den Durchgängen beinhaltet (s. Kap. 6.1.1). Die schwache Textur nach 6 bzw. 8 ECAP-Durchgängen ist zudem durch die einsetzende Scherbandbildung zu erklären, die generell wie bereits angesprochen für eine Randomisierung der Textur bekannt ist. Die Haupttexturkomponente in der AlMgMn-Legierung war die Orientierung zwischen der  $B_E$ - und  $C_E$ -Komponente und in der AA 3103 zusätzlich die leicht entlang von  $\Phi$  verschobene  $A_{1E}^*$ -Orientierung (Abb. 5.37-5.38; 5.54-5.55). In der Literatur finden sich dazu widersprüchliche Informationen. Suwas et al. [Suwas 2005b] berichteten über eine Dominanz der  $B$ -Orientierungen in kommerziell reinem Aluminium bei der Verformung in Route  $B_c$ . Im Gegensatz dazu fanden Li et al. [Li 2005] für reines Aluminium (99.99 %) die maximale Texturintensität nah der  $A_1^*$ -Orientierung. Die widersprüchlichen Ergebnisse der einzelnen Arbeitsgruppen sind möglicherweise auf die unterschiedliche Reinheit der verwendeten Materialien zurückzuführen.

### 6.2.2 Strukturstabilität

Unabhängig vom Material, ECAP-Route und -Durchgangszahl traten im Gefüge der untersuchten Al-Legierungen während einer anschließenden Wärmebehandlung neue gröbere versetzungsfreie Körner auf, deren Anteil im Laufe der Glühung auf Kosten der verformten Struktur zunahm (Abb. 5.40, 5.41, 5.57-5.60). Gleichzeitig nahm die Härte des Material drastisch ab (Abb. 5.43, 5.61). Typischerweise wurden diese mikrostrukturellen Veränderungen, die zunächst zur Ausbildung eines bimodalen Gefüges führen, mit dem diskontinuierlichen Kornwachstum, getrieben durch die Korngrenzenenergie, begründet. Dabei wurde aber vernachlässigt, dass dies auch aufgrund der diskontinuierlichen Rekristallisation, ausgezeichnet durch die Versetzungsenergie getriebene Keimbildung und –Wachstum, ablaufen kann. Die Versetzungsdichte sowie der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen blieben in der untersuchten Al-Legierungen hoch, selbst nach hoher ECAP-Verformung, was diese ECAP hergestellten Strukturen als typische hochverformte Strukturen charakterisiert, und das ist Lehrbuchwissen, dass solche Strukturen zwangsläufig zur diskontinuierlichen Rekristallisation während einer anschließenden Wärmebehandlung neigen, die auch schon bei den Kupferwerkstoffen beobachtet wurde (s. Kap. 6.1.2).

Die beobachtete Härteabnahme während der Glühung von Al-Legierungen wird sowohl von der diskontinuierlichen Rekristallisation als auch von der ablaufenden Erholung verursacht (Abb. 5.43). Somit unterscheidet sich das vom Verlauf der bereits diskutierten Kupferwerkstoffen, deren Neigung zur statischen Erholung im Allgemeinen vernachlässigt werden kann und die gesamte Härteabnahme durch die diskontinuierliche Rekristallisation zu begründen ist (s. Kap. 6.1.3).

Die Erholungsphase ist auch in der Texturentwicklung sichtbar. Während der Glühung konnten grundsätzlich zwei Etappen in der Texturentwicklung festgestellt werden (Abb. 5.44-5.47, 5.63-5.65). Zunächst nahm die Intensität der typischen ECAP-Texturkomponenten leicht zu. Diese Verschärfung ist typisch für die Erholung, die insgesamt zu einer Abnahme der Versetzungsdichte führt, wodurch die reflektierte Röntgenstrahlung weniger gestreut wird und die Textur daher etwas ausgeprägter erscheint. Anschließend wurde die Intensität der typischen Texturkomponenten des verformten Zustandes stark abgebaut. Diese deutliche Randomisierung der Textur ist auf die diskontinuierliche Rekristallisation zurückzuführen. Eine Ausnahme von dieser Texturentwicklung stellten die in Route B<sub>c</sub> hergestellten Proben der AlMgMn-Legierung sowie unabhängig von der Route die Proben der kommerziellen AlMn-Legierung

nach 6 und 8 ECAP-Durchgängen dar. Diese zeigten eine auffällige Verstärkung der bereits bestehenden Texturkomponenten (5.47, 5.65). Auf diese Beobachtung wird in Kapiteln 6.2.3 bzw. 6.2.4 näher eingegangen.

Mit steigender ECAP-Verformung lief die diskontinuierliche Rekristallisation in der AlMgMn-Legierung wie schon bei den Kupferwerkstoffen schneller ab, was auf die Erhöhung der Keimbildungsrate  $\dot{N}$  und Keimwachstumsrate  $v$  zurückzuführen ist. Allerdings nimmt  $\dot{N}$  mit zunehmender Verformung schneller zu, was zu der beobachteten Abnahme der rekristallisierten Korngröße und dem damit verbundenen leichten Anstieg der Härte bei langen Glühzeiten mit steigender ECAP-Verformung führt (Abb. 5.40, 5.41, 5.43, s. Kap. 6.1.5).

Dagegen wurde in der kommerziellen AA 3103 überraschenderweise eine deutliche Verzögerung der Rekristallisation nach hoher ECAP-Verformung ( $N > 4$ ) festgestellt (Abb. 5.59, 5.61). Auf die Mechanismen, die zu dieser Beobachtung geführt haben, soll im Kapitel 6.2.4 ausführlich eingegangen werden.

### 6.2.3 Einfluß des Verformungspfad auf die Strukturstabilität

Die diskontinuierliche Rekristallisation lief in Proben der Route B<sub>c</sub> wesentlich schneller im Vergleich zu den Proben nach der ECAP-Verformung in Route A ab (Abb. 5.40, 5.41, 5.59). Zudem war die geglühte Korngröße der Route B<sub>c</sub>-Proben deutlich feiner (Abb. 5.41). Da die Versetzungsdichte in Proben beider Routen ähnlich hoch war, kann dies nicht der Grund für das beschleunigte Rekristallisationsverhalten in den Proben der Route B<sub>c</sub> sein (Abb. 5.36, 5.53). Es wurde allerdings festgestellt, dass die Verformung in Route B<sub>c</sub> zur Ausbildung einer feineren und globulareren Mikrostruktur im Vergleich zu Route A geführt hatte (Abb. 5.32, 5.35, 5.49, 5.51), was gleichzeitig bedeutet, dass während der ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub> mehr Korngrenzenflächen in das Material eingebracht wurden. Zum anderen wurde in Proben der Route B<sub>c</sub> verstärkte Scherbandbildung beobachtet (Abb. 5.33, 5.50). Korngrenzen und Scherbänder wie alle übrigen Verformungsinhomogenitäten sind wiederum dafür bekannt, als Keimbildungsstellen bei der Rekristallisation zu agieren. Somit könnte die beschleunigte Rekristallisation in Proben der Route B<sub>c</sub> sowie die feinere rekristallisierte Korngröße auf die erhöhte Anzahl der potentiellen Keimbildungsstellen zurückgeführt werden. Findet die Rekristallisation an den vorhandenen Großwinkelkorngrenzen statt, so besteht die Rekristallisationstextur aus Orientierungen, die der verformten Textur ähnlich sind, was möglicherweise auch der Grund für die Verschärfung der typischen ECAP-Texturkomponenten in den geglüht-

ten Proben der AlMgMn-Legierung nach 6 bzw. 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> sein könnte.

Die thermische Stabilität des ECAP verformten Materials wurde mit der der 90 % gewalzten Proben, was in etwa dem Umformgrad nach 2 ECAP-Durchgängen entspricht, verglichen. Dabei stellte sich heraus, dass das ECAP-Material eine höhere Stabilität aufwies. Die gewalzten Proben wiesen eine deutlich schnellere Rekristallisation aus, was aus den mikrostrukturellen Untersuchungen und dem Härteverlauf zu ersehen war (Abb. 5.40 a, b, 5.42). Offensichtlich haben die unterschiedlichen Substrukturen, die sich im Material während der Verformung ausbilden und stark vom verwendeten Verformungspfad abhängen, eine unterschiedliche Neigung zur diskontinuierlichen Rekristallisation, auch wenn der eingebrachte Verformungsgrad nahezu identisch ist.

#### **6.2.4 Einfluß der Ausscheidungskinetik auf die Strukturstabilität**

Überraschenderweise wurde für die kommerzielle AlMn-Legierung festgestellt, dass die Rekristallisation nach hoher ECAP-Verformung ( $N > 4$ ) unabhängig von der Route deutlich verzögert (Abb. 5.59, 5.61) wurde, im Gegensatz zu den anderen untersuchten Materialien, die der allgemeinen Auffassung entsprachen, dass die Rekristallisation mit steigender Verformung begünstigt wird. Selbst nach langen Glühzeiten bei einer Glühtemperatur von 330 °C, blieb das Gefüge bimodal (Abb. 5.60a). Dabei ist anzunehmen, dass die kleineren Körnern, deren Umgebung sich durch einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen auszeichnete, erholte Bereiche darstellen, während die größeren Körner rekristallisierte Körner sind. Demnach scheint die Rekristallisation nach hoher ECAP-Verformung in dieser Legierung stark eingeschränkt zu sein. Statt dessen finden ausgedehnte Erholungsvorgänge statt. Darauf deutet auch die Texturentwicklung hin. Dabei wurde beobachtet, dass die Intensität der typischen ECAP-Texturkomponenten nach 6 und 8 Durchgängen stark zunahm und erst bei sehr langen Glühzeiten abgebaut wurde (Abb. 5.64, 5.65). Eine ausgeprägte Erholung kann dieses Verhalten verursachen. Erst nach langen Glühzeiten kann sich die Rekristallisation, die in ECAP-Materialien zur Ausbildung eher regelloser Texturen führt, in der Texturentwicklung gegen die Erholung durchsetzen, wodurch die Texturintensität insgesamt abgeschwächt wird. Erst nach einer Erhöhung der Glühtemperatur auf 400 °C konnte die Rekristallisation vollständiger ablaufen, wobei die erholten Bereiche noch deutlich zu erkennen waren (Abb. 5.60b).

Die Ursache für die mit steigender ECAP-Verformung zunehmende Behinderung der Rekristallisation liegt im Ausscheidungszustand bzw. in der Ausscheidungskinetik dieser ECAP verformten AlMn-Legierung. Die durchgeführten REM-Untersuchungen haben gezeigt, dass die im Material vorhandenen groben primären Ausscheidungen ( $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$ ;  $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$ ) im Laufe der ECAP-Verformung brechen, wodurch der Dispersionsgrad  $f/r_T$  in Gl. 6.28 erhöht wird (Abb. 6.8a, b).

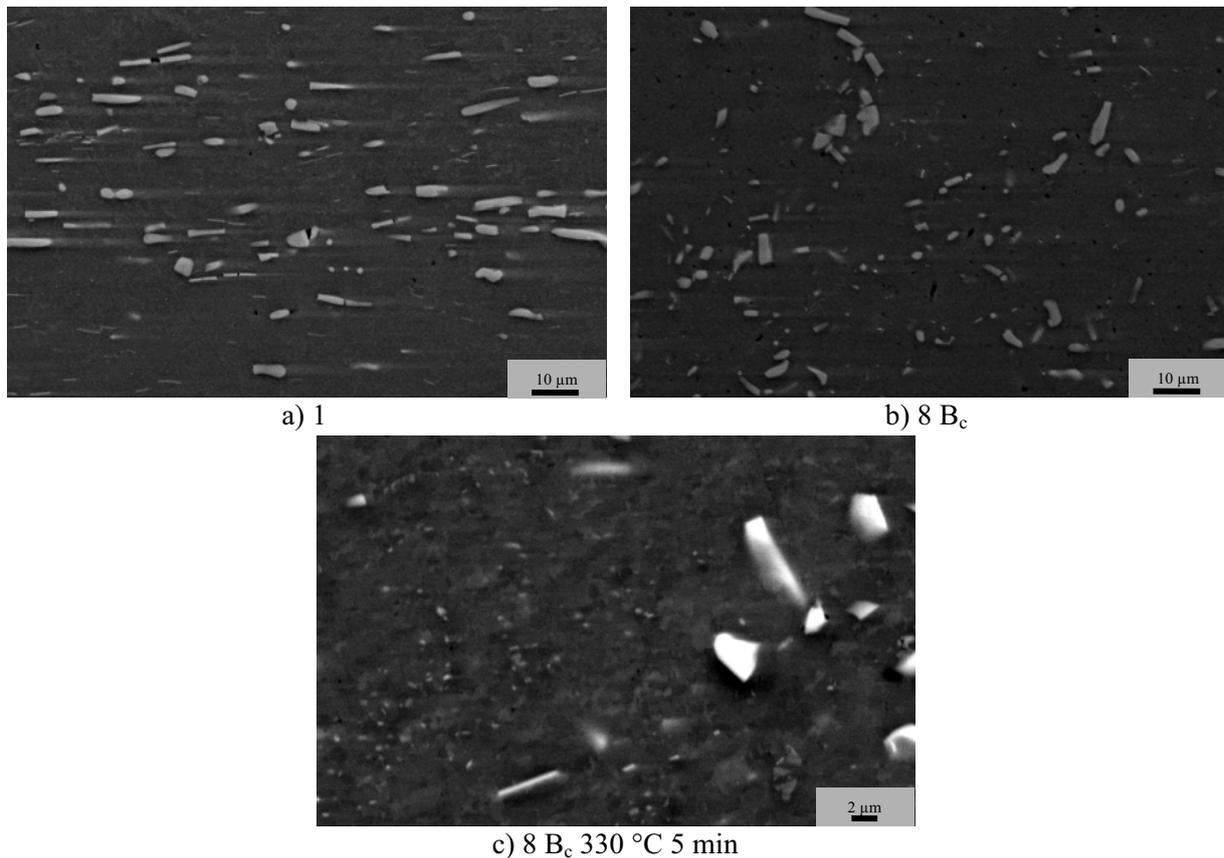


Abb. 6.8: REM-Aufnahmen von Aluminiumlegierung 3103 nach einem (a), 8 ECAP-Durchgängen (b) und 8 ECAP-Durchgängen und fünfminütiger Glühung bei 330 °C (c). Grosse weiße Flecken stellen die primären Ausscheidungen dar. Feine weiße Punkte in (c) sind die während der Glühbehandlung entstandene Dispersoide.

Insbesondere wurde aber festgestellt, dass während der anschließenden Wärmebehandlung im Material nach hohen ECAP-Durchgangszahlen ( $N > 4$ ) feine Ausscheidungen - Dispersoide entstehen (Abb. 6.8c). Offensichtlich ist die Ausscheidungskinetik in Proben nach hohen ECAP-Durchgangszahlen beschleunigt, was höchstwahrscheinlich auf einen hohen Anteil an Großwinkelkorngrenzen ( $\sim 50\%$ ) und die damit verbundenen beschleunigten Diffusionsprozesse zurückzuführen ist. Die feinen Dispersoide erhöhen den Dispersionsgrad und verlangsamen die Korngrenzenwanderung aufgrund der Zener-Kraft (Gl. 6.28), was insgesamt in einer Verzögerung der diskontinuierlichen Rekristallisation resultiert. Somit wird die thermi-

sche Stabilität dieser ECAP hergestellten AlMn-Proben überraschenderweise wesentlich verbessert, was für viele Anwendungen von UFG-Legierungen wünschenswert ist.

Letztlich wurde dadurch deutlich, dass die Kombination von Rekristallisation und Ausscheidungsbildung eine Möglichkeit bietet, die thermische Stabilität und somit auch die Mikrostruktur und Textur des durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materials zu steuern.

### 6.3 Zusammenfassung

Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit demonstrieren, dass durch die ECAP-Verformung in Kupfer- sowie Al-Werkstoffen ein ultrafeinkörniges Gefüge erzeugt wird, welches sich allerdings entscheidend von einer gewöhnlichen geglühten polykristallinen Mikrostruktur unterscheidet und alle typische Merkmale einer hochverformten Struktur hervorbringt. Solche verformten Strukturen, deren Entstehung mit dem klassischen Konzept der Kristallplastizität erklärt werden kann, sind allgemein dafür bekannt, dass sie während einer anschließenden Wärmebehandlung eine hohe Neigung zur diskontinuierlichen Rekristallisation aufweisen. Diese Hypothese wurde durch die Untersuchungen bestätigt. Unabhängig vom Material, Anzahl der ECAP-Durchgänge und –Route wurde eine ähnliche Mikrostrukturentwicklung bei einer anschließenden Wärmebehandlung beobachtet, charakterisiert durch das Auftreten neuer größerer versetzungsfreier Körner, deren Anteil im Laufe der Glühung auf Kosten des verformten Gefüges zunahm. Diese größeren Körner wuchsen unter Vernichtung der verformungsinduzierten Versetzungen in das verformte Material hinein. Die Korngrenzen bewegten sich dabei überwiegend entgegen ihrer Krümmung, was eine Interpretation auf der Basis von unstetigen Kornwachstumsprozessen, die üblicherweise für die mikrostrukturelle Veränderung von SPD hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien angenommen wurden, ausschließt. Es ist also festzuhalten, dass die Mikrostrukturänderung der ECAP verformten Proben bei der Wärmebehandlung, die immer mit einer starken Erweichung des Materials einherging, auf statische Rekristallisation und nicht auf unstetiges Kornwachstum zurückzuführen ist. Diese Information ist für die physikalische Deutung der Phänomene und ihre technische Beeinflussung von enormer Bedeutung.

Die scheinbare Aktivierungsenergie für die Rekristallisation nahm mit zunehmendem Umformgrad drastisch ab. Die Reinkupfer-Proben wiesen dabei eine erheblich niedrigere thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material mit ähnlichem Umformgrad auf, was

den industriellen Einsatz von solch hergestellten Materialien deutlich einschränken würde. Allerdings wurde festgestellt, dass die thermische Stabilität durch Zulegieren (Zr-Zusatz) ganz entscheidend verbessert werden kann. Zum anderen zeigte die AlMgMn-Legierung sogar eine erhöhte thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material, die für viele Anwendungen wünschenswert ist. Letztlich wurde am Beispiel von kommerzieller Al-Legierung 3103 deutlich, dass durch die gezielt gesteuerte Kombination von Rekristallisation und Ausscheidungsbildung die thermische Stabilität bzw. die Mikrostruktur sowie Textur der durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien nach Wunsch eingestellt werden kann.



## **7 Beeinflussung der thermischen Stabilität durch zusätzliche Behandlung**

Es wurde gezeigt, dass eine Glühbehandlung im Anschluß an die ECAP-Verformung zum Einsetzen der statischen primären Rekristallisation führt, was die Verarbeitung und somit Anwendung solcher Werkstoffe deutlich einschränkt. Es soll daher ermittelt werden, ob durch geeignete Maßnahmen wie eine gezielte Erholungsglühung bei niedrigen Temperaturen oder Glühung unter Einfluß äußerer mechanischer Spannungen die Tendenz zur Rekristallisation weitgehend unterdrückt und somit die thermische Stabilität der durch starke plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien verbessert werden kann.

### **7.1 Einfluss einer Erholungsglühung**

Als hochverformte Struktur neigen die durch ECAP hergestellten ultrafeinkörnigen Werkstoffe grundsätzlich zur Entfestigung durch Rekristallisation. Durch die Eliminierung der Verformungselemente (Versetzungen, Zellwände usw.) sollte daher eine Stabilisierung der Struktur möglich sein. Deshalb wird untersucht, ob die Tendenz zur diskontinuierlichen Rekristallisation durch eine Erholungsglühung bei geeignet niedrigen Temperaturen verringert und somit die thermische Stabilität verbessert werden kann.

#### **7.1.1 Ergebnisse**

Zur Untersuchung des Einflusses einer Erholungsglühung auf die thermische Stabilität des ultrafeinkörnigen Materials wurden die in Route B<sub>c</sub> umgeformten Proben der kommerziellen AlMn-Legierung (AA 3103) herangezogen. Die Temperatur der Erholungsglühung wurde so gewählt, dass noch keine wesentliche Vergrößerung der vorhandenen Mikrostruktur stattfand, sondern lediglich Versetzungen in niedrigerenergetische Muster umgelagert wurden.

Anhand der Orientierungsmikroskopie (Abb. 7.1) konnten kaum Unterschiede in der Mikrostruktur der Proben nach einem ECAP-Durchgang und Erholungsglühung bei 225 °C für 22 h im Vergleich zu Proben ohne Erholungsglühung (vgl. Abb. 5.49a) festgestellt werden. Das Gefüge wies typische langgestreckte Strukturen mit einem hohen Anteil an Kleinwinkelkorn-

grenzen, der bei etwa 75 % lag, auf. Anzeichen für das Einsetzen der primären statischen Rekristallisation waren nicht vorhanden.

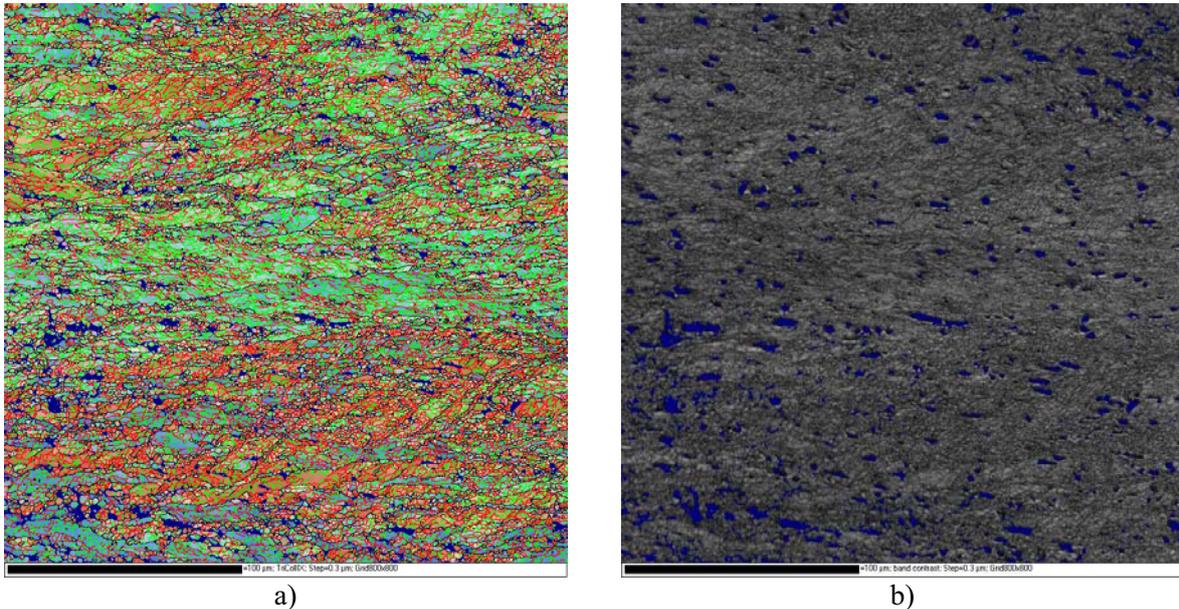


Abb. 7.1: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach einem ECAP-Durchgang und Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden mit inverser Polfigureinfärbung (a) und Bandkontrast (b) als Farbcodierung.

Die Härte wurde während der Erholungsglühung für Proben aller Durchgänge deutlich abgebaut. Der Härteunterschied nahm mit steigender Durchgangszahl von 5 HV nach dem ersten Durchgang auf etwa 10 HV nach 8 Durchgängen ab (Abb. 7.2).

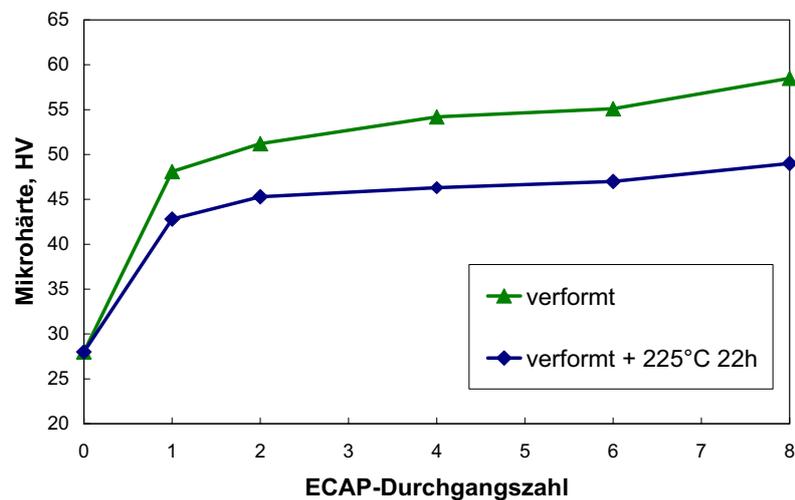


Abb. 7.2: Einfluss der Erholungsglühung bei 225 °C für 22 h auf die Mikrohärte der ECAP verformten Aluminiumlegierung 3103.

Die Textur der Proben nach der Erholungsglühung wurde etwas ausgeprägter wie es stellvertretend für Proben aller ECAP-Durchgängen an der Probe nach 8 Durchgängen in Abb. 7.3 demonstriert wird. So nahm die maximale Texturintensität von etwa 7 auf etwa 9 zu.

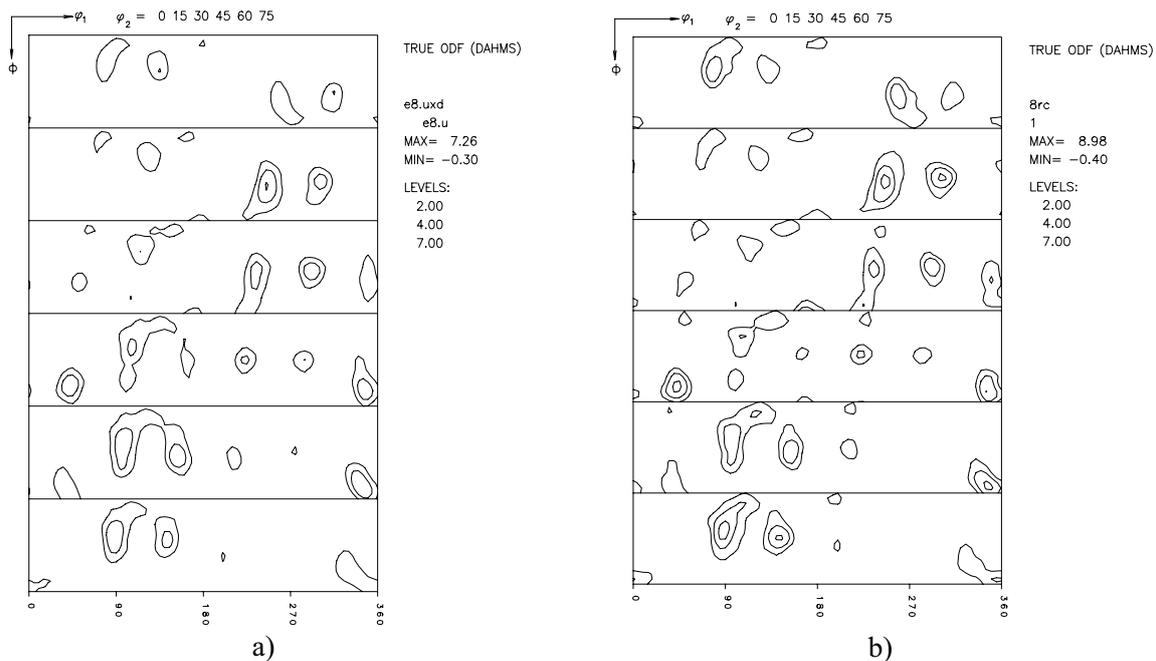


Abb. 7.3: Textur der Aluminiumlegierung 3103 nach 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> (a) und Erholungsglühung bei 225 °C für 22 h (b).

Bei anschließender Glühung bei 330 °C der erholten Proben setzte die primäre statische Rekristallisation ein. Nach einminütiger Glühung der Proben nach 8 Durchgängen konnte die Entstehung der ersten rekristallisierten Körner beobachtet werden (Abb. 7.4a). Nach 5 Minuten war das Gefüge zum größten Teil rekristallisiert, die Reste der ultrafeinkörnigen Struktur waren aber noch deutlich zu erkennen (Abb. 7.4b). Nach einer fünfstündigen Glühung schien das Gefüge vollständig rekristallisiert zu sein. Die mittlere Korngröße betrug dabei etwa 14  $\mu\text{m}$  (Abb. 7.4c). Ein Vergleich mit der nicht erholten Probe nach der gleichen Glühbehandlung bei 330 °C für 5 Stunden machte deutlich, dass die vorgelagerte Erholungsglühung offensichtlich bei Proben nach 8 Durchgängen die Rekristallisation beschleunigte und vollständig ablaufen ließ. Denn die Probe ohne die vorgelagerte Erholungsglühung wies nach 5 Stunden noch erhebliche erholte Bereiche auf (Abb. 7.4d). Zudem war besonders auffällig, dass die rekristallisierte Korngröße der erholten Proben mit etwa 14  $\mu\text{m}$  (Abb. 7.4c) um einiges höher war als die der nicht erholten Proben, die dagegen um etwa 5  $\mu\text{m}$  lag (vgl. Abb. 5.60b).

Die Proben nach einem bzw. 2 ECAP-Durchgängen wiesen allerdings ein abweichendes Verhalten auf. Hier schien die primäre statische Rekristallisation nach der Erholungsglühung deutlich verzögert zu sein. So wurden in der erholten Probe nach 2 Durchgängen und fünfstündiger Glühung bei 330 °C noch viele verformte Bereiche vorgefunden (Abb. 7.5a), während die nichterholte Probe ein fast vollständig rekristallisiertes Gefüge aufwies (Abb. 7.5b).

Und auch in diesem Fall ähnlich wie bei Proben nach 8 Durchgängen war klar zu erkennen, dass die rekristallisierten Körner nach der vorgelagerten Erholungsglühung deutlich größer waren.

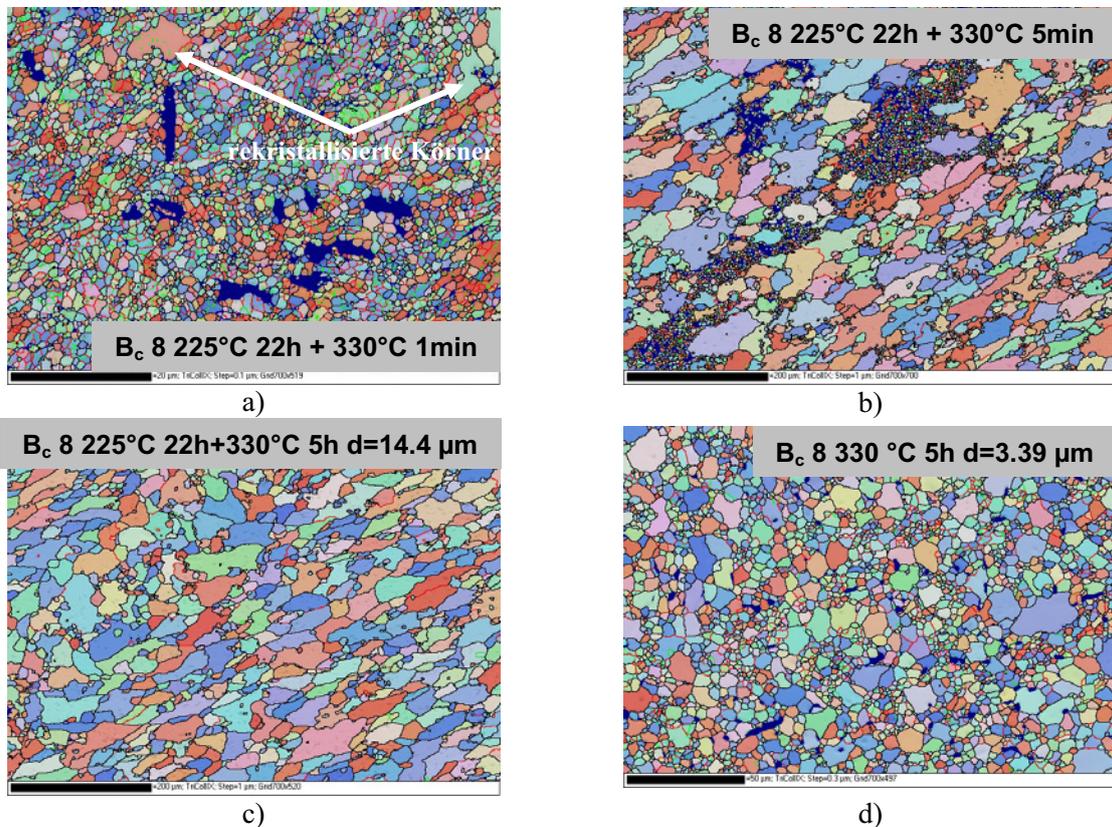


Abb. 7.4: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und Glühung bei 330 °C mit vorgelagerter Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden (a)-(c) und ohne (d) (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

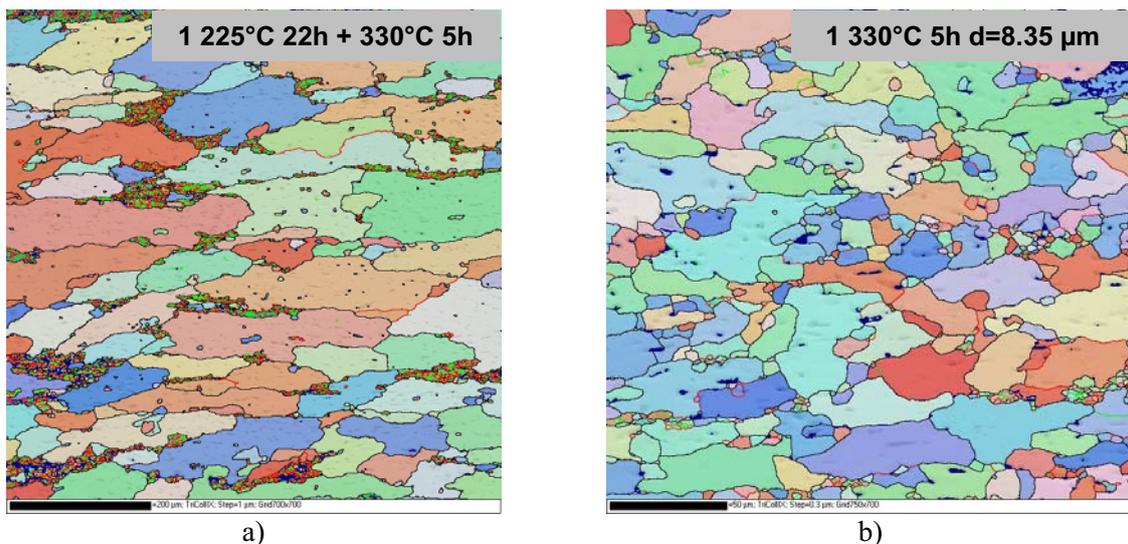
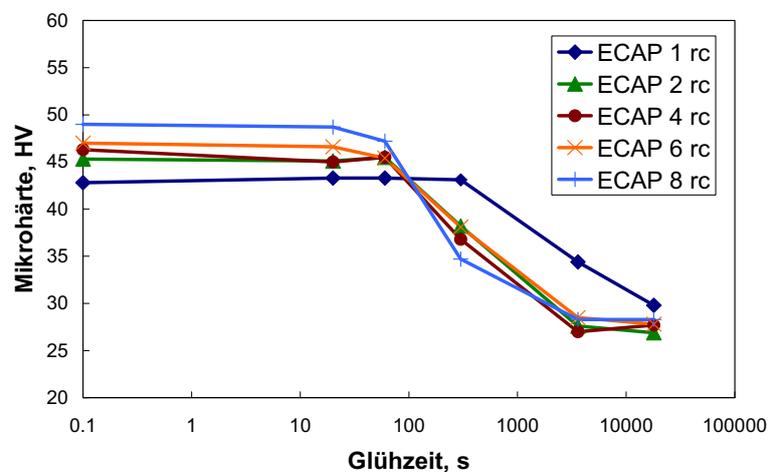
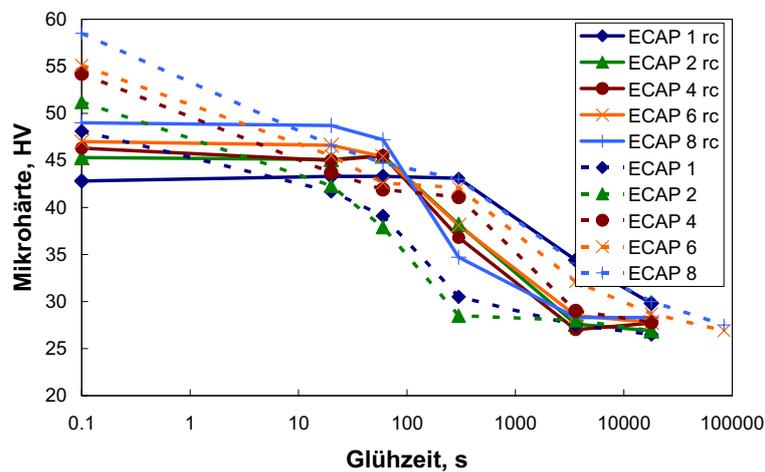


Abb. 7.5: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach einem ECAP-Durchgang und fünfständiger Glühung bei 330 °C mit vorgelagerter Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden und ohne (b) (unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten).

Weiterhin machte die Mikrostrukturuntersuchung deutlich, dass die Rekristallisation der erholten Proben nach höheren Durchgangszahlen schneller ablief als in den Proben bei niedrigen Durchgangszahlen (Abb. 7.4c, 7.5a). Dies wurde auch in der Entwicklung der Härte bestätigt. Die Abb. 7.6a zeigt, dass die Härteabnahme aufgrund der primären statischen Rekristallisation mit steigender ECAP-Durchgangszahl beschleunigt wurde. Ein Vergleich mit dem Härteverlauf der nichterholten Proben belegt, dass die Härteabnahme und somit die Rekristallisation für erholte Proben nach 4, 6 und 8 ECAP-Durchgängen wesentlich beschleunigt wurde. Für Proben nach einem bzw. 2 Durchgängen wurde dagegen eine deutliche Verzögerung der Rekristallisation in den erholten Proben beobachtet (Abb. 7.6b).



a)



b)

Abb. 7.6: Entwicklung der Mikrohärtigkeit von Aluminiumlegierung 3103 während isothermer Glühung bei 330 °C nach ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub> und vorgelagerter Erholungsglühung bei 225 °C für 22 h (a) und Vergleich mit den nicht erholten Proben (b).

Die Texturentwicklung der erholten Proben bei anschließender Glühung verhielt sich für alle Durchgänge sehr ähnlich. Im Laufe der Glühung wurden die typischen ECAP-Texturkomponenten deutlich abgebaut. Die Textur wurde regelloser wie es beispielhaft an der

Probe nach 8 Durchgängen und fünfständiger Glühung bei 330 °C in Abb. 7.7 demonstriert wird. Damit unterschied sich die Texturentwicklung erheblich von der Textur der nichterholten Proben, bei denen nach hohen Durchgangszahlen eine deutliche Verstärkung der Textur beobachtet wurde (vgl. Abb. 5.64).

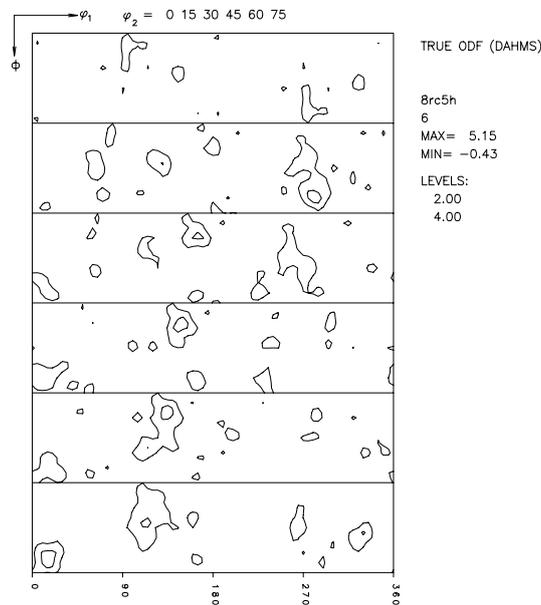


Abb. 7.7: Textur der Aluminiumlegierung 3103 nach 8 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und fünfständiger Glühung bei 330 °C nach vorgelagerter Erholungsglühung bei 225 °C für 22 h.

### 7.1.2 Diskussion

Es wurde untersucht, ob eine vorgeschaltete Erholungsglühung bei niedrigen Temperaturen die thermische Stabilität von durch ECAP hergestellten ultrafeinkörnigen Proben verbessern kann. Dazu wurden die ECAP-Proben der kommerziellen AlMn-Legierung (AA 3103) vor der eigentlichen Glühbehandlung bei 330 °C einer Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden unterzogen. Diese Probenbehandlung sollte dazu führen, dass die treibende Kraft für die primäre Rekristallisation reduziert wird, so dass die Kinetik der Rekristallisation verlangsamt oder gar unterdrückt werden kann. Es wurde sichergestellt, dass während dieser Glühbehandlung bei 225 °C die statische primäre Rekristallisation noch nicht auftrat (Abb. 7.1). Die Härte der erhaltenen Proben wurde allerdings deutlich abgebaut, was darauf schließen lässt, dass im Material ausgeprägte Erholung stattgefunden hatte und die Versetzungsdichte reduziert wurde (Abb. 7.2). Auch die leichte Zunahme der Texturintensität nach der Glühung bei niedriger Temperatur deutete auf eine deutliche Erholung hin (Abb. 7.3).

Es wurde festgestellt, dass die Rekristallisation der erholten Proben nach einem und zwei ECAP-Durchgängen, deren Fortschritt anhand der Mikrostruktur-, Mikrohärte- und Textur-entwicklung beobachtet wurde, deutlich verzögert wurde (Abb. 7.5, 7.6). Die Verzögerung kam offensichtlich dadurch zustande, dass während der vorgelagerten Erholungsglühung eine Abnahme der Versetzungsdichte stattfand, wodurch die treibende Kraft für die Rekristallisation herabgesetzt und somit die Rekristallisationskinetik verlangsamt wurde.

Im Vergleich dazu wurde für Proben nach höheren ECAP-Durchgangszahlen überraschenderweise eine Beschleunigung der Rekristallisation im Vergleich zu den nicht erholten Proben verzeichnet (Abb. 7.4, 7.6). Der Grund dafür kann in den Ausscheidungen bzw. Dispersoiden liegen, die sich während der Glühung bilden.

Tatsächlich wurde beobachtet, dass die Dispersoide nach fünfstündiger Glühung bei 330 °C in der erholten Probe deutlich gröber waren im Vergleich zu der nichterholten Probe nach der gleichen Glühbehandlung (Abb. 7.8 a, b). Es wurde weiterhin festgestellt, dass diese Dispersoide sich bereits während der Erholungsglühung bei 225 °C in Proben aller Durchgänge gebildet haben und bereits dort eine wesentlich größere Größe aufwiesen (Abb. 7.8c, d). Offensichtlich führt die Glühung bei 225 °C ähnlich wie die bereits diskutierte Glühung bei 330 °C (s. Kap. 6.2.2.3) zur Ausbildung von Dispersoiden in der ECAP umgeformten kommerziellen Aluminiumlegierung 3103, die allerdings in der langen Glühzeit von 22 Stunden deutlich vergrößern. Dadurch nimmt der Dispersionsgrad  $f/r_T$  ab, wodurch die bereits besprochene Zener-Kraft kleiner wird und deren Einfluß auf Keimwachstumsgeschwindigkeit und somit die Verzögerung der Rekristallisationskinetik abnimmt.

Auffällig war weiterhin die deutlich größere rekristallisierte Korngröße in den erholten Proben im Vergleich zum nichterholten Material (Abb. 5.60, 7.4, 7.5). Dies ist darauf zurückzuführen, dass es nach der Erholungsglühung im Gefüge aufgrund der zum Teil abgebauten Versetzungsdichte weniger Keimbildungsstellen für die Rekristallisation gibt, was insgesamt in einer größeren rekristallisierten Korngröße resultiert.

Während der Rekristallisation von vorher bei 225 °C erholten Proben wurde die Textur zunehmend regelloser und unterschied sich damit von der Textur-entwicklung der nicht erholungsgelühten Proben nach hohen Durchgangszahlen, die eine deutliche Verstärkung der

Textur zeigten, die wiederum auf die ausgeprägte statische Erholung zurückzuführen ist (s. Kap. 6.2.4).

Es sei letztlich angemerkt, dass ohne die Wirkung von Dispersoiden aufgrund der erheblichen Vergrößerung während der Erholungsglühung die Rekristallisation mit steigender ECAP-Durchgangszahl in AlMn-Legierung schneller ablief (Abb. 7.6), wie es für Reinkupfer, CuZr und AlMgMn-Legierung bereits beobachtet und diskutiert wurde.

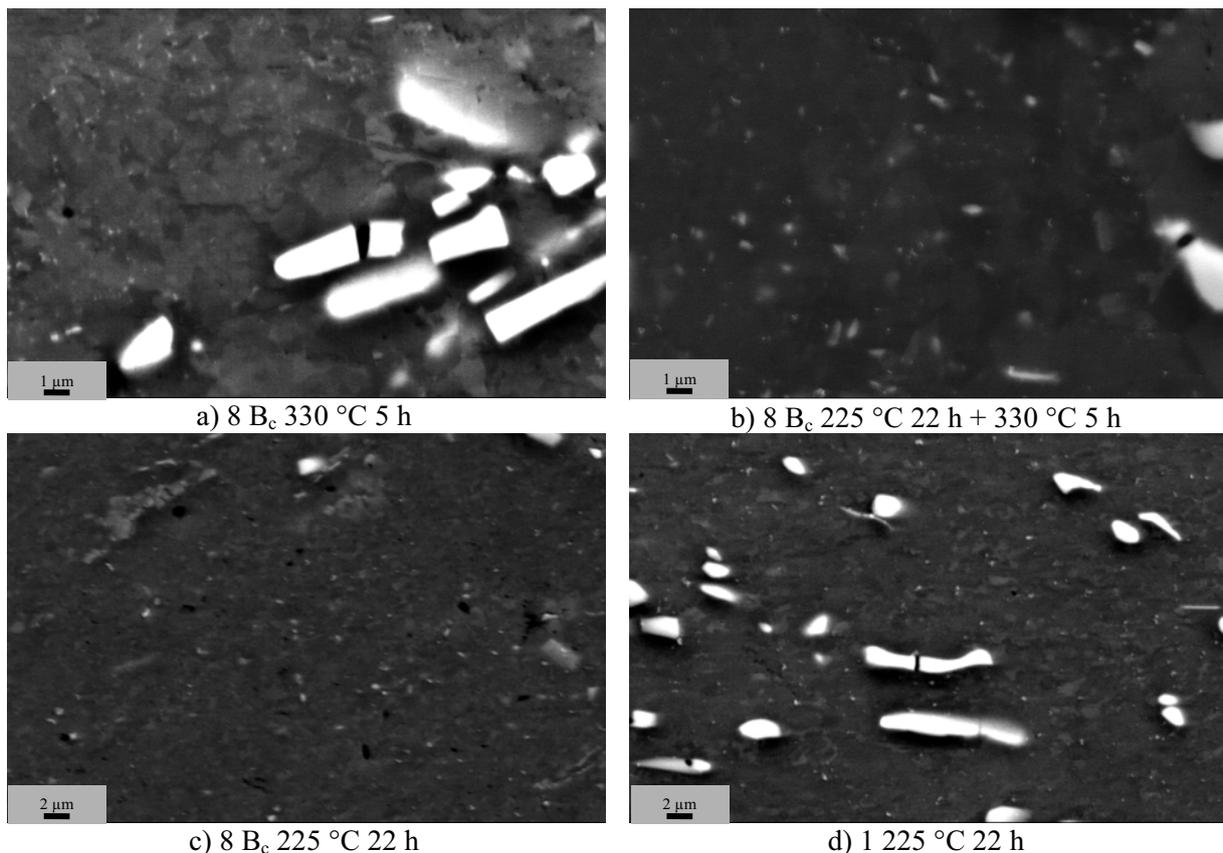


Abb. 7.8: REM-Aufnahmen der Aluminiumlegierung 3103 nach 8 ECAP-Durchgängen und fünfständiger Glühung bei 330 °C (a), Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden und fünfständiger Glühung bei 330 °C (b), nur Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden (c) und nach einem Durchgang und Erholungsglühung bei 225 °C für 22 Stunden (d) (unterschiedliche Vergrößerungen zwischen a, b und c, d sind zu beachten). Grosse weiße Flecken stellen die primären Ausscheidungen dar. Feine weiße Punkte sind die während der Glühbehandlung entstandene Dispersoide.

Insgesamt lässt sich feststellen, dass eine gezielte Erholungsglühung bei niedrigen Temperaturen durchaus effektiv im Verzögern der Rekristallisationskinetik im durch hochgradige plastische Verformung hergestellten Material sein kann, auch wenn die Rekristallisation in der untersuchten kommerziellen AlMn-Legierung nicht ganz unterdrückt werden konnte. Die Beschleunigung der Rekristallisation für erholungsgeglühte Proben nach hohen ECAP-

Durchgangszahlen ( $N > 4$ ) ist auf den Ausscheidungszustand bzw. die Ausscheidungskinetik zurückzuführen und kann ggf. bei anderen Materialien durch geeignete Prozessführung berücksichtigt werden, so dass eine vorgelagerte Erholungsglühung für eine Verzögerung der Rekristallisation auch nach hoher Verformung effektiv wird.

Letztlich wurde deutlich, dass durch das Zusammenspiel der Rekristallisation, Erholung und Ausscheidungsbildung die Mikrostruktur des durch ECAP hergestellten ultrafeinkörnigen Materials gezielt gesteuert werden kann.

## 7.2 Einfluss zusätzlicher mechanischer Spannungen

Es wurde bereits gezeigt, dass mechanische Spannungen das Rekristallisationsverhalten von kaltgewalztem Material deutlich beeinflussen können [Auld 1957; Thornton 1960; Winning 2006]. Insbesondere wurde gefunden, dass selbst sehr kleine elastische Spannungen die Rekristallisation verlangsamen [Winning 2006]. Deshalb wird untersucht, ob eine zusätzlich aufgebrachte mechanische Belastung die thermische Stabilität der durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Werkstoffe verbessern kann.

### 7.2.1 Ergebnisse

Zur Untersuchung des Einflusses zusätzlicher mechanischer Spannungen auf die thermische Stabilität des ultrafeinkörnigen Materials wurden die in Route B<sub>c</sub> umgeformten Proben der kommerziellen AlMn-Legierung (AA 3103) unter einer konstanten Zuglast, die sowohl im rein elastischen wie auch im elastisch-plastischen Bereich lag, bei einer Temperatur von 320 °C isotherm geglüht. Die Streckgrenze des Materials lag bei 320 °C nach einer Stunde bei etwa 15-20 MPa.

Es wurde nachgewiesen, dass die statische primäre Rekristallisation im ECAP-Material bei Glühung unter zusätzlicher Zuglast stark verzögert wurde. So wiesen die Proben nach 2 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> nach einstündiger Glühung bei 320 °C unter 5 N, entsprechend einer Spannung von 1.25 MPa, ein fast vollständig rekristallisiertes Gefüge auf (Abb. 7.9a). Nach Erhöhung der Zuglast auf 20 N bzw. 5 MPa wurde die Rekristallisation stark verzögert, das Gefüge zeigte noch viele verformte bzw. erholte Bereiche (Abb. 7.9b). Mit einer weiteren Erhöhung der Zuglast auf 45 N war es sogar möglich, die Rekristallisation fast vollständig zu unterdrücken (Abb. 7.9c).

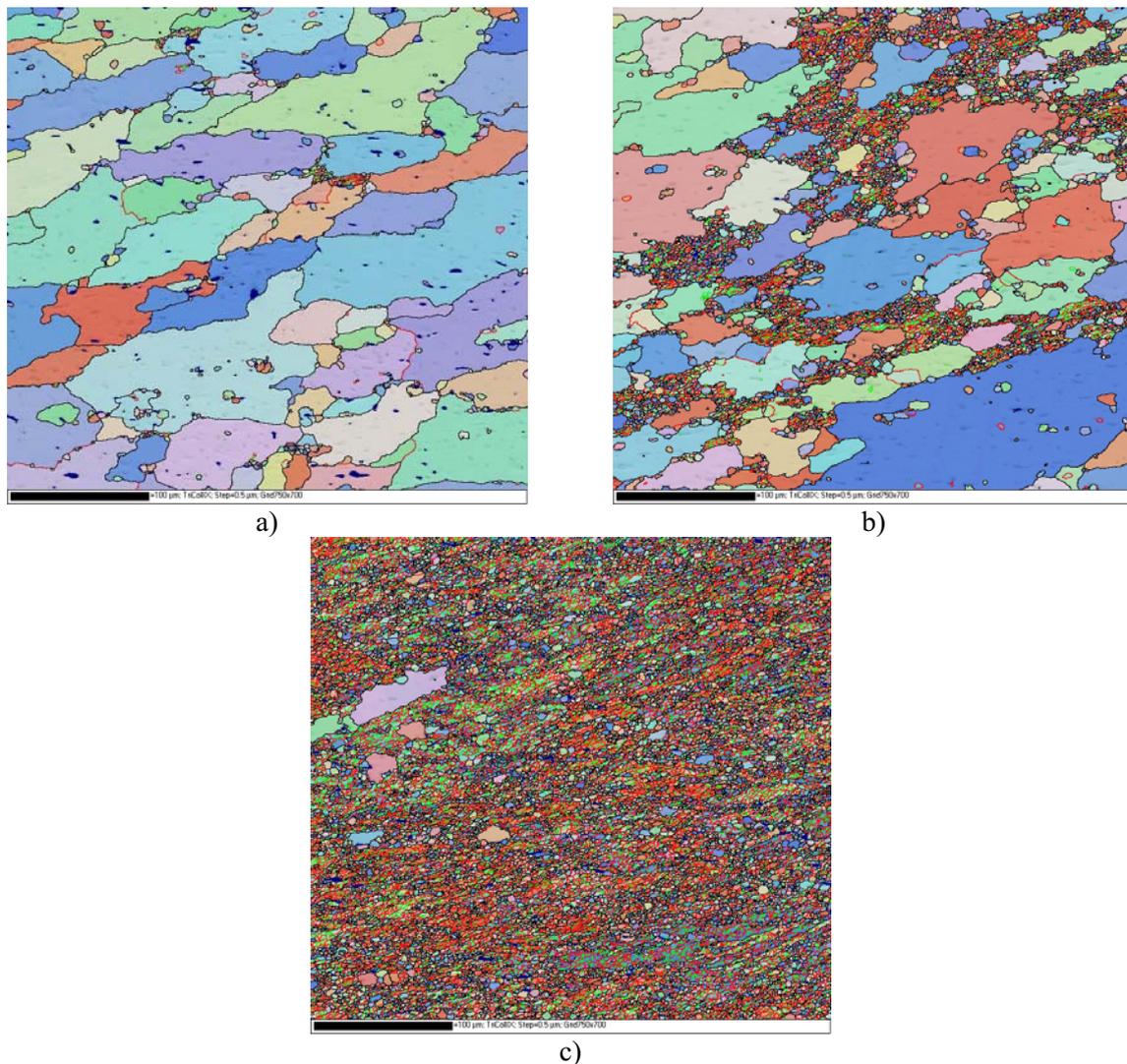


Abb. 7.9: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach 2 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und einstündiger Glühung bei 320 °C unter zusätzlicher mechanischer Zuglast von 5 N (a), 20 N (b) und 60 N (c) entsprechend einer Spannung von 1.25, 5 bzw. 15 MPa.

Ähnliche Tendenz, die jedoch etwas weniger ausgeprägt zu sein schien, wiesen auch die Proben anderer Durchgangszahlen auf. Die Abb. 7.10 zeigt die Proben nach 8 Durchgängen und einstündiger Glühung bei 320 °C unter Wirkung zusätzlicher Zuglast von 5 N, 20 N bzw. 45 N. Alle Proben wiesen ein bimodales Gefüge auf. Der Anteil an größeren substrukturfreien, d.h. rekristallisierten Körnern lag nach Glühung unter 5 N bei etwa 40 %, während die Probe nach Glühung unter 45 N erst zu etwa 28 % rekristallisiert war. Auffällig war weiterhin, dass das verformte/erholte Gefüge nach Glühung unter 45 N eine etwas gröbere Korngröße von 1.7 μm im Vergleich zu 1.4 μm nach Glühung unter 20 N und 1.3 μm unter 5 N aufwies, was deutlicher zu sehen ist, wenn die Mikrostruktur nur mit Bandkontrast als Farbcodierung dargestellt wird (Abb. 7.10b, d, f).

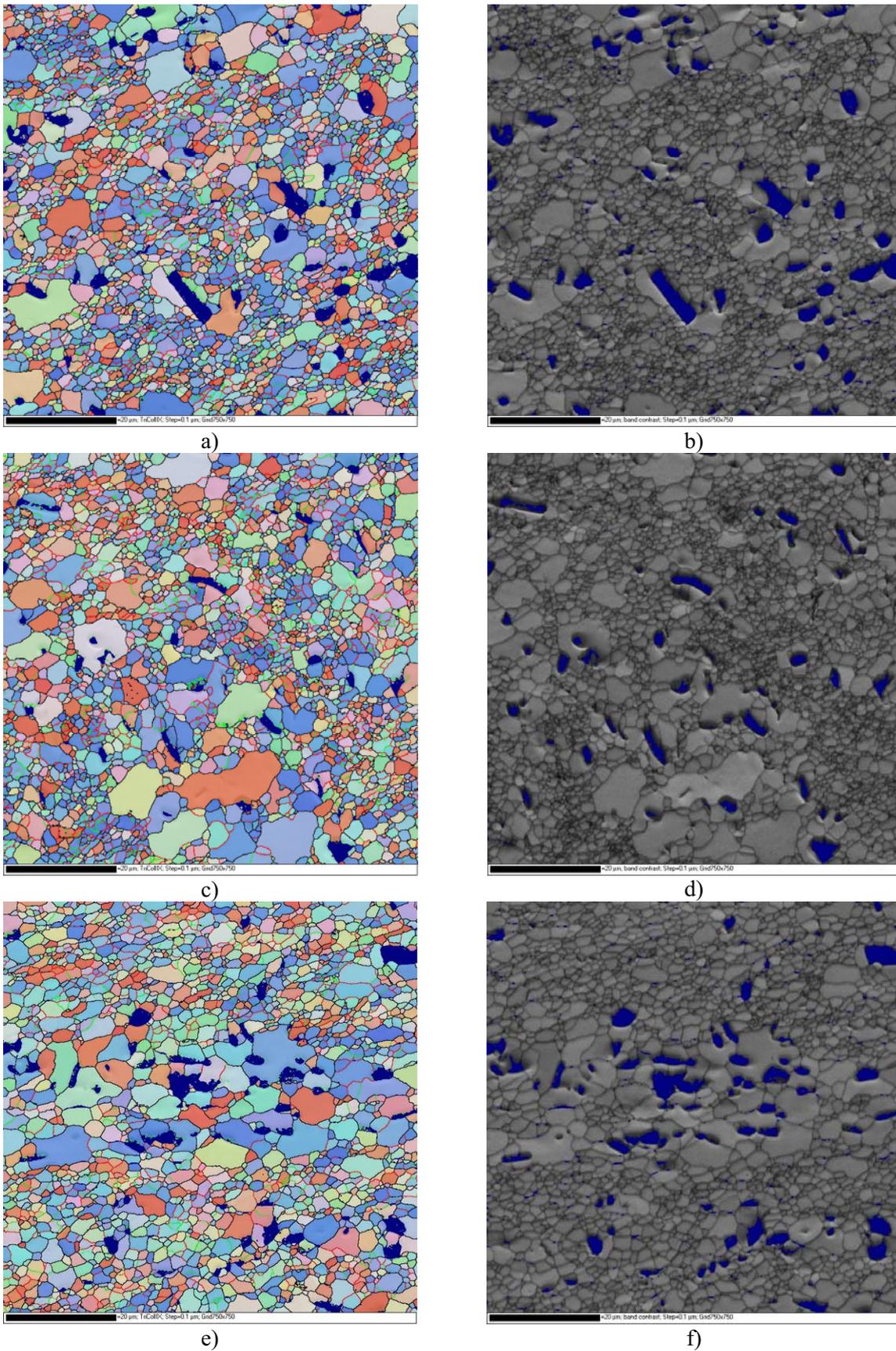


Abb. 7.10: Mikrostruktur der AA 3103 nach 8 ECAP-Durchgängen in Route  $B_c$  und einstündiger Glühung bei 320 °C unter zusätzlicher mechanischer Zuglast von 5 N (a)+(b), 20 N (c)+(d) und 45 N (e)+(f) entsprechend einer Spannung von 1.25, 5 bzw. 11.25 MPa mit inverser Polfigur bzw. Bandkontrast als Farbcodierung.

Noch ausgeprägter wurde der Unterschied in der Korngröße der verformten bzw. erhaltenen Umgebung nach Glühung unter 60 N (15 MPa), wie es anhand der Proben nach 6 ECAP-Durchgängen in Abb. 7.11 demonstriert wird. Die Korngröße der verformten Struktur betrug nach der fünfundzwanzigminütigen Glühung bei 320 °C etwa 1,8 µm. Dieser Wert ist allerdings nur als Richtwert zu sehen, da es bei diesem Gefüge sehr schwierig war, verformte Körner, die merklich größer wurden, von den rekristallisierten zu unterscheiden. Nach Glühung unter 5 N lag die Korngröße der verformten bzw. erhaltenen Struktur dagegen nur bei etwa 1,25 µm.

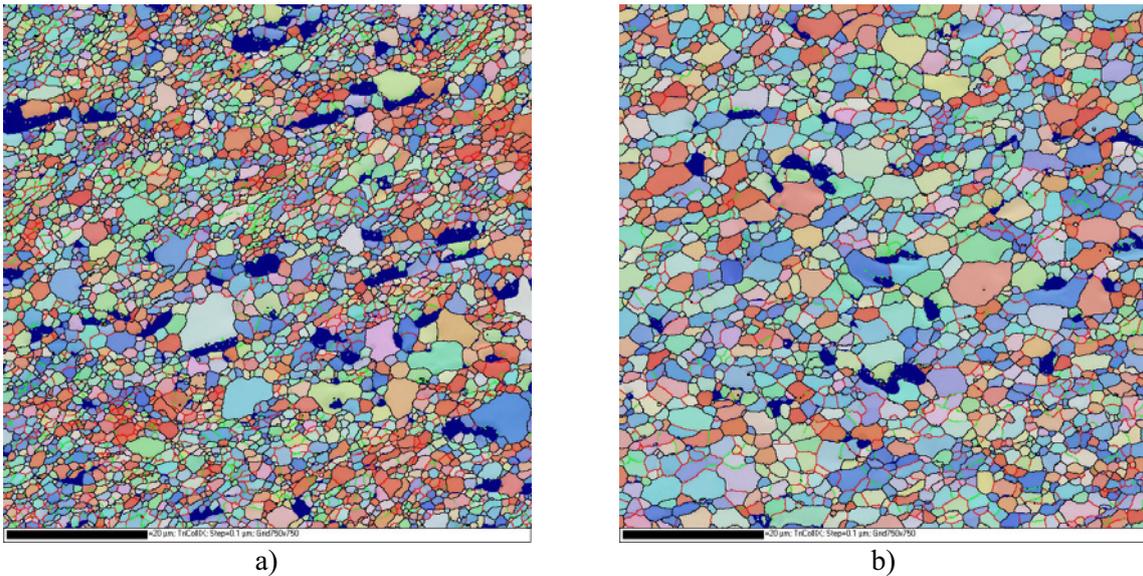


Abb. 7.11: Mikrostruktur der Aluminiumlegierung 3103 nach 6 ECAP-Durchgängen in Route B<sub>c</sub> und fünfundzwanzigminütiger Glühung bei 320 °C unter zusätzlicher mechanischer Zuglast von 5 N (a) und 60 N (b) entsprechend einer Spannung von 1,25 bzw. 15 MPa.

Die Härte der Proben nach einem bzw. 2 ECAP-Durchgängen hat bei Glühung mit zunehmender Zugbelastung, bei der anhand der Mikrostrukturuntersuchung eine starke Verzögerung der Rekristallisation bereits festgestellt wurde (Abb. 7.9), deutlich zugenommen (Abb. 7.12). Die Härte der Proben nach höheren Durchgangszahlen ( $N > 4$ ) änderte sich dagegen in Abhängigkeit von der Zugkraft kaum. Allerdings zeigten die mikrostrukturellen Untersuchungen bereits, dass die statische primäre Rekristallisation auch in diesem Fall gebremst wurde (Abb. 7.10).

Es soll an dieser Stelle weiterhin angemerkt werden, dass während der Glühung unter konstanter mechanischer Last eine zum Teil erhebliche Verlängerung der Proben beobachtet wurde. Die Dehnung nahm dabei mit steigender Zugbelastung und ECAP-Durchgangszahl zu (Abb. 7.13).

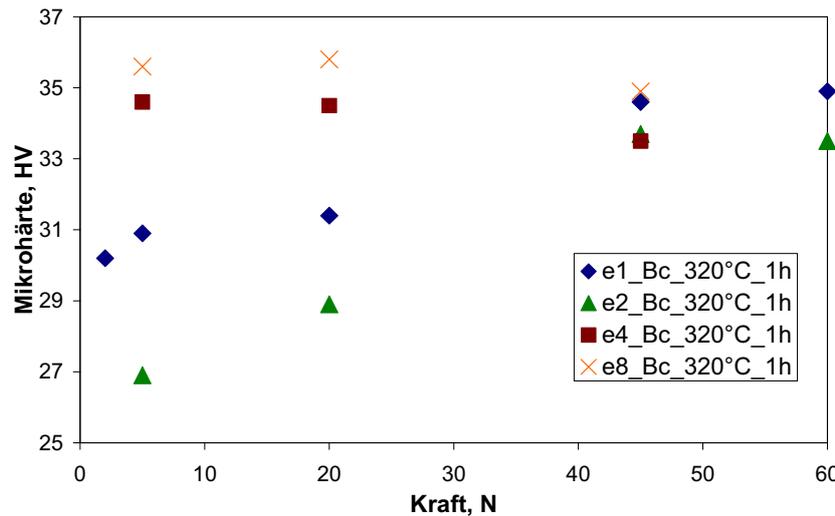


Abb. 7.12: Entwicklung der Mikrohärtigkeit für Proben verschiedener Durchgangszahlen nach einstündiger Glühung bei 320 °C in Abhängigkeit von der Zugkraft.

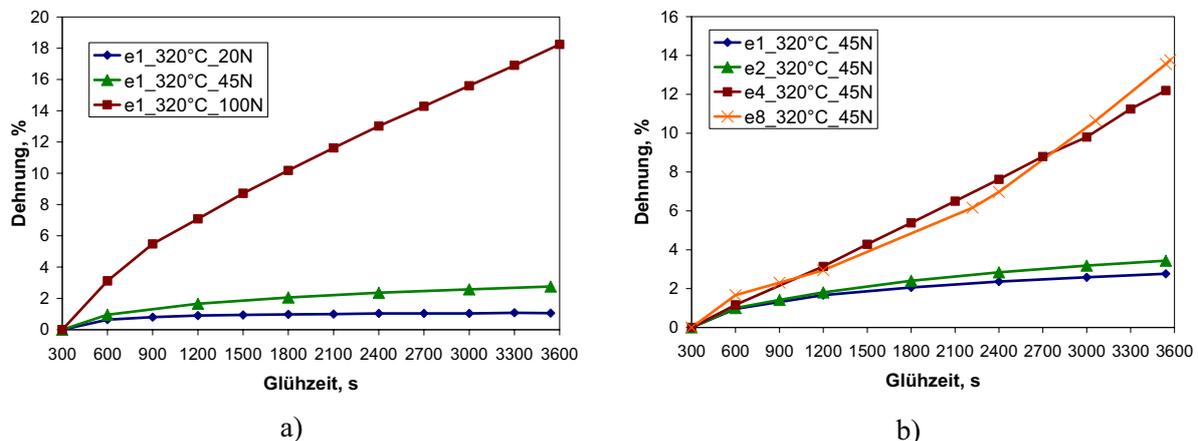


Abb. 7.13: Dehnung der Proben während einstündiger Glühung bei 320 °C unter zusätzlicher mechanischer Zugbelastung. (a) für Proben nach einem ECAP-Durchgang in Abhängigkeit von der Zugbelastung und (b) für Zugbelastung von 45 N in Abhängigkeit von der ECAP-Durchgangszahl.

## 7.2.2 Diskussion

Die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit haben gezeigt, dass eine zusätzliche mechanische Belastung bei Glühung die statische primäre Rekristallisation im ECAP hergestellten Material stark beeinflusst. Dabei wurde die Rekristallisation deutlich verzögert und konnte sogar teilweise fast vollständig unterdrückt werden (Abb. 7.9).

Es wurde bereits beobachtet, dass zusätzliche mechanische Spannungen das Rekristallisationsverhalten beeinflussen [Auld 1957; Thornton 1960; Winning 2006]. Insbesondere wurde vor kurzem festgestellt, dass selbst sehr kleine elastische mechanische Spannungen das Rekristallisationsverhalten von kaltgewalztem Material deutlich verlangsamen [Winning 2006]. Es

wurde darauf zurückgeführt, dass die kleinen Spannungen das Subkornwachstum und die Zunahme an Desorientierung in den vorhandenen Kleinwinkelkorngrenzen und Zellwänden im verformten Material behindern könnten, so dass die Bildung von Großwinkelkorngrenzen stark eingeschränkt wird, und somit ein Keim nicht wachsen kann. Bei höheren Spannungen wurde dagegen vorgeschlagen, dass die dynamische Erholung zunehmend eine Rolle spielt, so dass die Versetzungsdichte abgebaut wird, was insgesamt zu einer Abnahme der treibenden Kraft für die Rekristallisation führt.

In der vorliegenden Arbeit wurde allerdings beobachtet, dass die Subkorngröße mit zunehmender Belastung, die auch im elastischen Bereich lag, deutlich zunahm (Abb. 7.10, 7.11), was dafür sprechen würde, dass die Erholungsprozesse unter und mit steigender Belastung begünstigt werden. Zu diesem Ergebnis kamen auch Auld et al. [Auld 1957] und Thornton und Cahn [Thornton 1960] in ihren Untersuchungen, in denen Rekristallisationsverhalten unter Spannungen analysiert wurde. Auld et al. führten die starke Verzögerung der Rekristallisation im kaltgewalzten Aluminium auf die sogenannte „stress-recovery“, die zur Ausbildung einer groben Substruktur im verformten Material führte, zurück. Die unter Spannung begünstigte Erholung, die letztendlich die treibende Kraft für die Rekristallisation herabsetzt, wurde dabei mit der möglichen Begünstigung des Versetzungskletterns sowie schnelleren Bewegung der einzelnen Versetzungen begründet [Auld 1957]. Thornton und Cahn stellten auch fest, dass die Rekristallisation in Aluminium, speziell die Keimbildung, stark eingeschränkt war und führten dies auf die unter Spannung begünstigte Erholung zurück. Neben Aluminium führten sie die gleichen Experimente an Kupfer durch, wo sie kaum Unterschiede im Rekristallisationsverhalten fanden, was wiederum bestätigt, dass die verzögerte Rekristallisationskinetik in Aluminium auf die begünstigte Erholung, die die treibende Kraft für die Rekristallisation reduziert, zurückzuführen ist [Thornton 1960].

Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zeigen also, dass die Rekristallisation in den ECAP-Proben aller Durchgänge unter dem Einfluss einer zusätzlichen mechanischen Zuglast eingeschränkt wurde. Für Proben nach einem bzw. 2 Durchgängen konnte die Rekristallisation bei hoher Belastung sogar fast vollständig unterdrückt werden (Abb. 7.9), was auch in der deutlichen Zunahme der Härte mit zunehmender Belastung zu beobachten war (Abb. 7.12). Für Proben nach hohen ECAP-Durchgangszahlen ( $N > 4$ ) wurde dagegen kaum eine Änderung in der Härte verzeichnet. Die Mikrostrukturuntersuchungen belegten aber, dass auch hier eine Verzögerung der Rekristallisation stattgefunden hatte (Abb. 7.10). Die Anomalie im Härte-

verlauf kann in diesem Fall möglicherweise dadurch erklärt werden, dass im Material bei Glühung unter Spannung zwar keine bzw. weniger Rekristallisation, aber dafür starke Erholung auftritt, die eine Abnahme der Materialfestigkeit mit sich bringt. Die Härte würde mit abnehmender Rekristallisation zunehmen, wird aber gleichzeitig durch die Erholung abgebaut, was insgesamt zum beobachteten nahezu konstanten Verlauf führt. Schließlich muss berücksichtigt werden, dass die Rekristallisationsvorgänge in Proben nach hohen Durchgangszahlen mit der Dispersoidbildung überlagert werden, die die Rekristallisationskinetik sehr schleppend macht (Kap. 6.2.4) und neben der zusätzlich aufgebrachten mechanischen Belastung einen wichtigen Faktor in deren Beeinflussung darstellt.

Offensichtlich löst die zusätzliche mechanische Zuglast bei der Temperatur von 320 °C, die weit über der halben Schmelztemperatur der untersuchten 3103-Legierung  $T_s / 2 \approx 190^\circ\text{C}$  liegt, dynamische Erholungsprozesse aus, die mit steigender Belastung und ECAP-Verformung begünstigt werden, was auch aus dem Kriechverhalten der Proben ersichtlich wird (Abb.7.13). Das mit steigender ECAP-Durchgangszahl zunehmende Kriechverhalten ist dadurch zu erklären, dass die Proben mit zunehmender ECAP-Verformung, die zur Ausbildung einer deutlich feineren Struktur führt, eine höhere treibende Kraft besitzen, um die einer bestimmten Zuglast entsprechende Gleichgewichtsstruktur bzw. –Korngröße einzustellen. Zudem nimmt mit steigender Durchgangszahl der Anteil an Großwinkelkorngrenzen beträchtlich zu, so dass die Korngrenzengleitung begünstigt wird [Sklenicka 2005].

Durch die ablaufende dynamische Erholung wird aufgrund der abnehmenden treibenden Kraft die Rekristallisation zunehmend behindert oder gar unterdrückt und somit die thermische Stabilität des Materials deutlich verbessert. Abschließend lässt sich also festhalten, dass diese thermomechanische Behandlung eine weitere Möglichkeit zur Kontrolle des thermischen Verhaltens und somit der Mikrostrukturentwicklung von durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien bietet.



## 8 Abschließende Zusammenfassung

Ultrafeinkörnige Materialien zeichnen sich oft durch exzellente mechanische Eigenschaften aus. Dieser Vorzug ginge allerdings verloren, wenn bei Herstellung, Verarbeitung oder Anwendung dieser Werkstoffe infolge eines Wärmeeintrages, bspw. beim Fügen, eine Strukturvergrößerung einsetzt. Daher ist eine stabile UFG-Mikrostruktur von hohem Interesse für die Anwendung.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Mikrostruktur- und Texturentwicklung von Cu- und Al-Werkstoffen während der ECAP-Verformung und anschließender Glühbehandlung untersucht. Dabei wurden zunächst die Phänomene beschrieben, die in der bisherigen Literatur oft sehr widersprüchlich dargestellt wurden. Insbesondere wurde aber auf die metallkundlichen Mechanismen und deren Gesetzmäßigkeiten eingegangen. Denn nur ein tieferes Verständnis der dabei ablaufenden metallphysikalischen Vorgänge erlaubt das Einsetzen optimaler prozesstechnischer und werkstoffchemischer Maßnahmen zur Einstellung einer optimalen Struktur und somit das vollständige Ausschöpfen des großen Potentials von UFG-Werkstoffen.

Die Ergebnisse haben gezeigt, dass während der ECAP-Verformung ein ultrafeinkörniges Gefüge in Abhängigkeit vom Material mit einer mittleren Korngröße um 400-500 nm eingestellt werden kann. Dabei war die Route B<sub>c</sub> effektiver für die Kornfeinung und brachte ein wesentlich homogeneres und globulareres Gefüge hervor. Allerdings wurde eindeutig demonstriert, dass die ECAP-Strukturen, die mittels Orientierungsmikroskopie wie gewöhnliche geglühte polykristalline Strukturen aussahen, in Wirklichkeit eine hochverformte Struktur darstellen, die sich durch eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte sowie einen erheblichen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen selbst nach hoher ECAP-Verformung auszeichnet, und deren Entstehung im Wesentlichen mit dem klassischen Konzept der Kristallplastizität begründet werden kann. Solche verformten Strukturen sind allgemein dafür bekannt, dass sie während einer anschließenden Wärmebehandlung eine hohe Neigung zur diskontinuierlichen Rekristallisation aufweisen. Diese Hypothese wurde durch die Untersuchungen bestätigt. Unabhängig vom Material, Anzahl der ECAP-Durchgänge und –Route wurde eine ähnliche Mikrostrukturentwicklung bei einer anschließenden Wärmebehandlung beobachtet, charakte-

risiert durch das Auftreten neuer größerer versetzungsfreier Körner, deren Anteil im Laufe der Glühung auf Kosten des verformtes Gefüges zunahm. Diese größeren Körner wuchsen unter Vernichtung der verformungsinduzierten Versetzungen in das verformte Material hinein. Die Korngrenzen bewegten sich dabei überwiegend entgegen ihrer Krümmung, was eine Interpretation auf der Basis von unstetigen Kornwachstumsprozessen, die üblicherweise für die mikrostrukturelle Veränderung von SPD hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien angenommen wurden, ausschließt. Es ist daher festzustellen, dass die Mikrostruktur- sowie Texturänderung der ECAP verformten Proben bei der Wärmebehandlung, die immer mit einer starken Erweichung des Materials einhergingen, auf statische Rekristallisation und nicht auf unstetiges Kornwachstum zurückzuführen ist. Diese Schlussfolgerung ist für die physikalische Deutung der Phänomene und ihre technische Beeinflussung von enormer Bedeutung.

Die scheinbare Aktivierungsenergie für die Rekristallisation nahm mit zunehmendem Umformgrad drastisch ab, was auf der Basis klassischer Rekristallisationstheorie nur schwer zu erklären ist. Die Reinkupfer-Proben wiesen dabei eine erheblich niedrigere thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material mit ähnlichem Umformgrad auf, was möglicherweise auf die verbesserten Keimbildungsbedingungen im ECAP-Material zurückzuführen ist und den industriellen Einsatz von solch hergestellten Materialien deutlich einschränken würde. Allerdings wurde festgestellt, dass die thermische Stabilität durch Zulegieren (Zr-Zusatz) ganz entscheidend verbessert werden kann, wobei im vorliegenden Fall dem solute drag die tragende Rolle für die erheblich gesteigerte thermische Stabilität von CuZr zukommt. Eine hohe thermische Stabilität hat wiederum wichtige Konsequenzen für potentielle Anwendungen von UFG-Kupferwerkstoffen. So können z.B. ultrafeinkörnige Kupferlegierungen überall dort neue Märkte erschließen, wo die Kombination von hoher Festigkeit mit hoher elektrischer und thermischer Leitfähigkeit gefragt ist, bspw. bei Wärmetauschern oder Hochfeldmagneten. Zum anderen sind thermisch stabile UFG-Werkstoffe potentiell superplastisch und eignen sich daher zur einfachen Herstellung von komplex geformten Gegenständen.

Die untersuchte AlMgMn-Legierung zeigte sogar eine erhöhte thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material, die für viele Anwendungen wünschenswert ist. Somit wurde erneut deutlich, dass die verbesserten Keimbildungsbedingungen, wie es für Reinkupfer-Proben diskutiert wurde, nicht das einzige Kriterium darstellen, die die Neigung des ECAP-Materials zur diskontinuierlichen Rekristallisation bestimmen. Weiterhin wurde festgestellt, dass die Verformung in Route B<sub>c</sub> die anschließende Rekristallisation beschleunigt,

was durch die erhöhte Anzahl an Keimbildungsstellen im Material nach ECAP-Verformung in Route B<sub>c</sub> zu begründen ist und insgesamt zu einer feineren rekristallisierten Korngröße führt. Letztlich wurde am Beispiel der kommerziellen Al-Legierung 3103 deutlich, dass durch die Wechselwirkung von Rekristallisation und Ausscheidungsbildung, die nach hohen ECAP-Durchgangszahlen begünstigt war, die thermische Stabilität bzw. die Mikrostruktur- sowie Texturentwicklung der durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien gezielt eingestellt werden kann.

Es wurde gezeigt, dass eine gezielte Erholungsglühung bei niedrigen Temperaturen effektiv im Verzögern der Rekristallisation im durch hochgradige plastische Verformung hergestellten Material sein kann. Eine weitere Option zur Verbesserung der thermischen Stabilität stellen die bei Glühung zusätzlich aufgebrachten mechanischen Spannungen dar, die somit eine weitere Möglichkeit zur Kontrolle des thermischen Verhaltens und daher der Mikrostruktur-entwicklung von durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien bieten.

Insgesamt wurde deutlich, dass selbst bei sehr starker Verformung wie bspw. 12 ECAP-Durchgängen keine Mikrostruktur ohne wesentliche Elemente einer verformten Struktur, wie eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte und ein hoher Anteil an Kleinwinkelkorn-grenzen, eingestellt werden kann. Das scheinbar ultrafeinkörnige Material neigt daher zwangsläufig zur diskontinuierlichen Rekristallisation. Eine Stabilisierung der Struktur läßt sich daher nur durch Eliminierung der Verformungselemente (Versetzungen, Zellgrenzen) z.B. durch massive Erholung bei Niedrigtemperaturglühungen oder durch Zulegieren mit chemischen Elementen erreichen, die die Wanderung von Korngrenzen stark einschränken, wie es für Zr in CuZr beobachtet wurde. Dabei stellt die Temperaturführung ein wichtiges Steuerungselement für die thermische Stabilität dar, in dem Ausscheidungsprozesse und Erholungsvorgänge gezielt eingesetzt werden können, um die Entfestigung im erheblichen Maße zu beeinflussen. Eine hohe thermische Stabilität ist wiederum eine entscheidende Voraussetzung für potentielle Anwendungen von UFG-Werkstoffen.



## 9 Literaturverzeichnis

- [Agnew 1998] Agnew, S.R.; Weertman, J.R.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A244, 1998, S. 145.
- [Agnew 1999] Agnew, S.R.; Vinogradov, A.Y.; Hashimoto, S.; Weertman, J.R.: *J. Electron. Mater.*, Vol. 28, 1999, S. 1038.
- [Arruffat-Massion 2005] Arruffat-Massion, R.; Suwas, S.; Tóth, L.S.; Skrotzki, W.; Fundenberger, J.-J.; Eberhardt, A.: *Mat. Sci. Forum*, Vol. 495-497, 2005, S. 839.
- [Auld 1957] Auld, J.H, Garrod, R.I.; Thomson, T.R.: *Acta Metal.*, Vol. 5, 1957, S. 741.
- [Avrami 1940] Avrami, M.: *Chem. Phys.* Vol. 8, 1940, S. 212.
- [Bacroix 1988] Bacroix, B.; Jonas, J.J.: *Proc. 8<sup>th</sup> Int. Conf. on Textures of Materials (ICOTOM 8)* (J.S. Kallend and G. Gottstein (eds.), The Metallurgical Society, 1988, S. 403.
- [Baik 2003] Baik S.C.; Hellmig, R.J.; Estrin Y.; Kim H.S.: *Z. Metallkd.*, Vol. 94, 2003, S. 754.
- [Barrett 1940] Barrett, C.S; Levenson, L.H.: *Trans. AIME*, Vol. 137, 1940, S. 112.
- [Bridgman 1952] Bridgman, P.W.: *Studies in Large Plastic Flow and Fracture*, McGraw-Hill, New York, 1952.
- [Bunge 1981] Bunge H.-J.; Esling C.: *J. Appl. Cryst.*, Vol. 14, 1981, S. 253.
- [Cao 2003] Cao, W.Q.; Godfrey, A.; Liu, W.; Liu, Q.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol., A360, 2003, S. 420.
- [Cao 2006] Cao, H.; Min, J.Y.; Wu, S.D.; Xian, A.P.; Shang, J.K.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. S431, 2006, S. 86.
- [Cerri 2005] Cerri, E.; Leo, P.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A410, 2005, S. 226.
- [Crumbach 1999] Crumbach, M.: *Diplomarbeit, Institut für Metallkunde und Metallphysik RWTH Aachen*, 1999.
- [Dahms 1988] Dahms, M; Bunge H.-J.: *Texture and Microstructures*, Vol. 10, 1988, S. 21.
- [Dahms 1989] Dahms, M; Bunge H.-J.: *J. Appl. Cryst.*, Vol. 22, 1989, S. 439.
- [Estrin 1998] Estrin, Y.; Tóth, L.S. ; Molinari, A. ; Brechet, Y. : *Acta Mater.*, Vol. 46, 1998, S. 5509.

- [Estrin 2002] Estrin, J.; Hellmig, R.; Baik, C.B.: <http://www.tu-clausthal.de/presse/tucontact/2002/Okttober/tuc1/10b.pdf>
- [Estrin 2006] Estrin, J.; Isaev, N.V.; Lubenets, S.V.; Malykhin, S.V.; Pugachov, A.T.; Pustovalov, V.V.; Reshetnyak, E.N.; Fomenko, V.S.; Fomenko, L.S.; Shumilin, S.E.; Janecek, M.; Hellmig, R.J.: *Acta Mater.*, Vol. 54, 2006, S. 5581.
- [Ferrasse 2004] Ferrasse, S.; Segal, V.M.; Alford, F.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A372, 2004, S. 235.
- [Fukuda 2006] Fukuda, Y.; Oh-ishi, K.; Furukawa, M.; Horita, Z.; Langdon, T.G.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A420, 2006, S. 79.
- [Furukawa 1998] Furukawa, M.; Iwahashi, Y.; Horita, Z.; Nemoto, M.; Langdon, T.G.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A257, 1998, S. 328.
- [Furukawa 2002] Furukawa, M.; Horita, Z.; Langdon, T.G.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A332, 2002, S. 97.
- [Gabor 2007] Gabor, P.; Canadinc, D.; Maier, H.J.; Hellmig, R.J.; Zuberova, Z.; Estrin, J.: *Metall. Mater. Trans.*, Vol. A38, 2007, S. 1916.
- [Gazder 2006] Gazder, A.A.; Dalla Torre, F.; Gu, C.F.; Davies, C.H.J.; Pereloma, E.V.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A415, 2006, S. 126.
- [Gottstein 1984] Gottstein, G.: *Rekristallisation metallischer Werkstoffe*, DGM Verlag, Oberursel, 1984.
- [Gottstein 1998] Gottstein, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer Verlag, Berlin, 1998.
- [Gottstein 1999] Gottstein, G.; Shvindlerman, L.S.: *Grain boundary migration in metals*, CRC Press, Baton Ponge, 1999.
- [Gudmundsson 1991] Gudmundsson, H.; Brooks, D.; Wert, J.A.: *Acta Metall. Mater.*, Vol. 39, 1991, S. 19.
- [Hall 1951] Hall, E.O.: *Proc. Phys. Soc. Lond.*, 1951, Vol. B64, S. 747.
- [Hansen 1986] Hansen, N.; Kuhlmann-Wilsdorf, D.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. 81, 1986, S. 141.
- [Hansen 1995] Hansen, N.; Hughes, D.A.: *Phys. Stat. Sol. (b)*, Vol. 149, 1995, S. 155.
- [Hansen 2007] Hansen, N.: *Mat. Sci. Forum*, Vol. 550, 2007, S. 169.
- [Hirsch 1986] Hirsch, J.; Burmeister, G.; Hoenen, L.; Lücke, K.: *Experimental Techniques of Texture Analysis*, DGM-Verlag, Oberursel, 1986, S. 63.
- [HKL 2001] *Handbuch: EBSD-Software der Firma HKL-Technology*, Channel 5, 2001.

- [Hoffmann 1996] Hoffmann, S.; Lejcek, P.: *Interface Science*, Vol. 3, 1996, S. 241.
- [Höppel 2002] Höppel, H.W.; Valiev, R.Z.: *Z. Metallkd.*, Vol. 93, 2002, S. 641.
- [Hughes 1995] Hughes, D.A.; Hansen, N.: *Scripta Metall. Mater.*, Vol. 33, 1995, S. 315.
- [Hughes 1996] Hughes, D.A.; Hansen, N.: *Acta Mater.*, Vol. 45, 1996, S. 3871.
- [Hughes 1997] Hughes, D.A.; Liu, Q.; Chrzan, D.C.; Hansen, N.: *Acta Mater.*, Vol. 45, 1997, S. 105.
- [Hughes 1998] Hughes, D.A.; Chrzan, D.C.; Liu, Q.; Hansen, N.: *Physical Review Letters*, Vol. 81, 1998, S. 4664.
- [Ilschner 1973] Ilschner, B.: *Hochtemperatur-Plastizität*, Springer Verlag, Berlin, 1973.
- [Iwahashi 1998] Iwahashi, Y.; Horita, Z.; Nemoto, M.; Langdon, T.G.: *Acta Mater.*, Vol. 46, 1998, S. 3317.
- [Johnson 1939] Johnson, W.A.; Mehl, R.F.: *Trans. AIME* Vol. 135, 1939, S. 416.
- [Langdon 2007] Langdon, T.G.: *Mat. Sci. Eng.*, Vol. A462, 2007, S. 3.
- [Langford 1978] Langford, G.; Cohen, M.: *Metall. Trans.*, Vol. 6A, 1978, S. 901.
- [Li 2004] Li, S.; Beyerlein, I.J.; Necker C.T.; Alexander, D.J.; Bourke, M.: *Acta Mater.*, Vol. 52, 2004, S. 4859.
- [Li 2005] Li, S.; Beyerlein, I.J.; Alexander, D.J.; Vogel, S.C.: *Scripta Mater.*, Vol. 52, 2005, S. 1099.
- [Li 5005b] Li, S.; Beyerlein, I.J.; Alexander, D.J.; Vogel, S.C.: *Acta Mater.*, Vol. 53, 2005, S. 2111.
- [Massalski 1990] Massalski, B.: *Binary alloy phase diagrams*, Vol. 2, Second Edition, published by William W. Scott, 1990.
- [Mengelberg 1965] Mengelberg, H.D.; Meixner, M.; Lücke, K.: *Acta Metall.*, Vol. 13, 1965, S. 835.
- [Miura 2003] Miura, H.; Sakai, T.; Belyakov, A.; Gottstein, G.; Crumbach, M.; Verhasselt, J.: *Acta Mater.*, Vol. 51, 2003, S. 1507.
- [Morris 2002] Morris, D.G.; Muños-Morris, M.A.: *Acta Mater.*, Vol. 50, 2002, S. 4047.
- [Mughrabi 2003] Mughrabi, H.; Höppel, H.W.; Kautz, M.; Valiev, R.Z.: *Z. Metallkd.*, Vol. 94, 2003, S. 1079.
- [Niendorf 2007] Niendorf, T.; Canadinc, D.; Maier, H.J.; Karaman, i.; Yapici, G.G.: *Acta Mater.*, Vol. 55, 2007, S. 6596.
- [Orowan 1934] Orowan, E.: *Zeitschrift für Physik*, Vol. 89, 1934, S. 634.
- [Orowan 1940] Orowan, E.: *Proc. Phys. Soc.*, Vol. 52, 1940, S. 8.

- [Petch 1953] Petch, N.J.: J. Iron Steel Inst., 1953, Vol. 174, S. 25.
- [Polanyi 1934] Polanyi, M.: Zeitschrift für Physik, Vol. 89, 1934, S. 660.
- [Poortmans 2004] Poortmans, S.; Verlinden, B.: Mat. Sci. Forum, Vol. 467-470, 2004, S. 1319.
- [Rosen 1995] Rosen, G.I.; Juul Jensen, D.; Hughes, D.A.; Hansen, N.: Acta Mater., Vol. 43, 1995, S. 2563.
- [Rossard 1960] Rossard, C.: Metaux, Vol. 35, 1960, S. 102, 140, 190.
- [Saito 1998] Saito, Y.; Tsuji, N.; Utsinomiya, H.; Sakai, T.; Hong, R.G.: Scripta Mater., Vol. 399, 1998, S. 1221.
- [Saito 1999] Saito, Y.; Utsinomiya, H.; Tsuji, N.; Sakai, T.: Acta Mater., Vol. 472, 1999, S. 579.
- [Sevillano 1980] Sevillano, J.G.; van Houtte, P.; Arnoudt, E.: Prog. Mater. Sci., Vol. 25, 1980, S. 69.
- [Sevillano 1993] Sevillano, J.G.: Mughrabi (Hrsg.), Plastic Deformation and Fracture of Materials. Weinheim: VCH, 1993 (Materials Science and Technology 6), Kapitel 2.3.
- [Sklenicka 2005] Sklenicka, V.; Dvorak, J.; Kral, P.; Stonawska, Z.; Svoboda, M.: Mat. Sci. Eng., Vol. A410-411, 2005, S. 408.
- [Skrotzki 2005] Skrotzki, W.; Scheerbaum, N.; Oertel, C.-G.; Brokmeier, H.-G.; Suwas, S.; Tóth, L.S.: Mat. Sci. Forum, Vol. 495-497, 2005, S. 821.
- [Skrotzki 2006] Skrotzki, W.; Scheerbaum, N.; Oertel, C.-G.; Brokmeier, H.-G.; Suwas, S.; Tóth, L.S.: Mat. Sci. Forum, Vol. 503-504, 2006, S. 99.
- [Stüwe 2005] Stüwe, P.S.: Z. Metallkd., Vol. 96, 2005, S. 4.
- [Suwas 2003] Suwas, S.; Tóth, L.S.; Fundenberger, J.; Eberhardt, A.; Skrotzki, W.: Scripta Mater., Vol. 49, 2003, S. 1203.
- [Suwas 2005a] Suwas, S.; Tóth, L.S.; Fundenberger, J.-J.; Grosdidier, T.; Skrotzki, W.: Solid State Phen., Vol. 105, 2005, S. 345.
- [Suwas 2005b] Suwas, S.; Tóth, L.S.; Fundenberger, J.-J.; Eberhardt, A.: Solid State Phen., Vol. 105, 2005, S. 357.
- [Takayama 2008] Takayama, A.; Yang, X.; Miura, H.; Sakai, T.: Mat. Sci. Eng., Vol. A478, 2008, S. 221.
- [Thornton 1960] Thornton, P.H.; Cahn R.W.: Journal of the Institute of Metals, Vol. 89, 1960-61, S. 455.
- [Taylor 1934] Taylor, G.I.: Proc. Roy. Soc., Vol. A145, 1934, S. 362, 388.
- [Tóth 2004] Tóth, L.S.; Massion, R.A.; Fundenberger, J.J.; Eberhardt A.: Acta Mater., Vol. 52, 2004, S. 1885.

- [Tsuji 2003] Tsuji, N.; Saito, Y.; Lee, S.-H.; Minamino, Y.: Adv. Eng. Mater., Vol. 5, 2003, S. 338.
- [Valiev 1997] Valiev, R.Z.: Mater. Sci. Eng., Vol. A234-236, 1997, S. 59.
- [Valiev 2000] Valiev, R.Z.; Islamgaliev R.K.; Alexandrov, I.V.: Prog. Mater. Sci., Vol. 45, 2000, S. 103.
- [Valiev 2004] Valiev, R.: Nature Materials, Vol. 3, 2004, S. 511.
- [Vinogradov 1998] Vinogradov, A.; Kaneko, Y.; Kitagawa, K.; Hashimoto, S.; Valiev, R.: Mat. Sci. Forum, Vol. 987, 1998, S. 269.
- [Vinogradov 2002] Vinogradov, A.; Patlan, V.; Suzuki, Y.; Kitagawa, K.; Kopylov, V.I.: Acta Mater., Vol. 50, 2002, S. 1639.
- [Wang 2002] Wang, Y.M.; Chen, M.W.; Sheng, H.W.; Ma, E.: J. Mater. Res., Vol. 17, 2002, S. 3004.
- [Werenskiold 2005] Werenskiold, J.C.; Roven, H.J.: Mat. Sci. Eng., Vol. A410-411, 2005, S. 174.
- [Winning 2006] Winning, M.; Schäfer, C.: Mater. Sci. Eng. Vol A419, 2006, S. 18.
- [Yu 2004] Yu, C.Y.; Sun, P.L.; Kao, P.W.; Chang, C.P.: Mat. Sci. Eng., Vol. A366, 2004, S. 310.
- [Zhu 2000] Zhu, Y.T.; Lowe T.C.: Mat. Sci. Eng., Vol. A291, 2000, S. 46.



---

## Zusammenfassung

Ultrafeinkörnige Materialien zeichnen sich durch verbesserte mechanische Eigenschaften aus. Dieser Vorzug ginge allerdings verloren, wenn bei Herstellung, Verarbeitung oder Anwendung dieser Werkstoffe infolge eines Wärmeeintrages, bspw. beim Fügen, eine Strukturvergrößerung einsetzt. Daher ist eine stabile UFG-Mikrostruktur von hohem Interesse für die Anwendung.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Mikrostruktur- und Texturentwicklung von Cu- und Al-Werkstoffen während der ECAP-Verformung und anschließender Glühbehandlung untersucht. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass während der ECAP-Verformung ein ultrafeinkörniges Gefüge in Abhängigkeit vom Material mit einer mittleren Korngröße um 400-500 nm eingestellt werden kann. Allerdings wurde eindeutig demonstriert, dass die ECAP-Strukturen, die mittels Orientierungsmikroskopie wie gewöhnliche geglühte polykristalline Strukturen aussahen, in Wirklichkeit eine hochverformte Struktur darstellen, die sich durch eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte sowie einen hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen selbst nach hoher ECAP-Verformung auszeichnet, und deren Entstehung im Wesentlichen mit dem klassischen Konzept der Kristallplastizität begründet werden kann. Solche verformten Strukturen sind allgemein dafür bekannt, dass sie während einer anschließenden Wärmebehandlung eine hohe Neigung zur diskontinuierlichen Rekristallisation aufweisen.

Diese Hypothese wurde durch die Untersuchungen auch bestätigt. Die Mikrostruktur- sowie Texturänderung der ECAP verformten Proben bei der Wärmebehandlung, die immer mit einer starken Erweichung des Materials einhergingen, ist eindeutig auf statische Rekristallisation und nicht wie üblicherweise angenommen auf un stetiges Kornwachstum zurückzuführen. Diese Schlußfolgerung ist für die physikalische Deutung der Phänomene und ihre technische Beeinflussung von enormer Bedeutung.

Es wurde festgestellt, dass die Reinkupfer-Proben eine erheblich niedrigere thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material mit ähnlichem Umformgrad aufwiesen, was möglicherweise auf die verbesserten Keimbildungsbedingungen im ECAP-Material zurückzuführen ist, und den industriellen Einsatz von solch hergestellten Materialien deutlich einschränken würde. Allerdings wurde gezeigt, dass die thermische Stabilität durch Zulegieren (Zr-Zusatz) ganz entscheidend verbessert werden kann, wobei im vorliegenden Fall dem solute drag die tragende Rolle für die erheblich gesteigerte thermische Stabilität von CuZr zukommt. Eine hohe thermische Stabilität hat wiederum wichtige Konsequenzen für potentielle Anwendungen von UFG-Kupferwerkstoffen. So können z.B. ultrafeinkörnige Kupferlegierungen überall dort neue Märkte erschließen, wo die Kombination von hoher Festigkeit mit hoher elektrischer und thermischer Leitfähigkeit gefragt ist, bspw. bei Wärmetauschern oder Hochfeldmagneten. Zum anderen sind thermisch stabile UFG-

---

Werkstoffe potentiell superplastisch und eignen sich daher zur einfachen Herstellung von komplex geformten Gegenständen.

Die untersuchte AlMgMn-Legierung zeigte sogar eine erhöhte thermische Stabilität im Vergleich zum kaltgewalzten Material, die für viele Anwendungen wünschenswert ist. Somit wurde erneut deutlich, dass die verbesserten Keimbildungsbedingungen, wie es für Reinkupfer-Proben diskutiert wurde, nicht das einzige Kriterium darstellen, die die Neigung des ECAP-Materials zur diskontinuierlichen Rekristallisation bestimmen. Letztlich wurde am Beispiel der kommerziellen Al-Legierung 3103 deutlich, dass durch die Wechselwirkung von Rekristallisation und Ausscheidungsbildung, die nach hohen ECAP-Durchgangszahlen begünstigt war, die thermische Stabilität bzw. die Mikrostruktur- sowie Texturentwicklung der durch hochgradige plastische Verformung hergestellten ultrafeinkörnigen Materialien gezielt eingestellt werden kann.

Weiterhin wurde gezeigt, dass das thermische Verhalten der verformungsinduzierten ultrafeinkörnigen Strukturen durch geeignete Maßnahmen, wie eine gezielte vorgeschaltete Erholungsglühung bei niedrigen Temperaturen oder Glühbehandlung unter der Wirkung zusätzlich aufgebrachtener mechanischer Belastung deutlich verbessert und zudem gesteuert werden kann.

Insgesamt wurde deutlich, dass selbst bei sehr starker Verformung wie bspw. 12 ECAP-Durchgängen keine Mikrostruktur ohne wesentliche Elemente einer verformten Struktur, wie eine hohe inhomogen verteilte Versetzungsdichte und ein hoher Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen, eingestellt werden kann. Das scheinbar ultrafeinkörnige Material neigt daher zwangsläufig zur diskontinuierlichen Rekristallisation. Eine Stabilisierung der Struktur läßt sich daher nur durch Eliminierung der Verformungselemente (Versetzungen, Zellgrenzen) z.B. durch massive Erholung bei Niedrigtemperaturglühungen oder durch Zulegieren mit chemischen Elementen erreichen, die die Wanderung von Korngrenzen stark einschränken, wie es für Zr in CuZr beobachtet wurde. Dabei stellt die Temperaturführung ein wichtiges Steuerungselement für die thermische Stabilität dar, in dem Ausscheidungsprozesse und Erholungsvorgänge gezielt eingesetzt werden können, um die Entfestigung im erheblichen Maße zu beeinflussen. Eine hohe thermische Stabilität ist wiederum eine entscheidende Voraussetzung für potentielle Anwendungen von UFG-Werkstoffen.

---

## Summary

Ultra fine grained (UFG) materials are well known for their improved mechanical properties. However, this advantage would be lost when a coarsening of the microstructure would appear during processing or service of these materials. Therefore, a thermally stable microstructure is of particular importance for many applications of UFG alloys.

In the current study the microstructure and texture evolution of Cu and Al based materials were investigated during ECAP (Equal Channel Angular Pressing) and subsequent heat treatment. The results revealed that ECAP deformation generated an ultra fine grained microstructure with a mean grain size of about 400-500 nm. However, it was clearly demonstrated that the ECAP structure, which appears like an annealed polycrystalline aggregate in an orientation imaging map, is in reality a typical deformed structure. As a matter of fact, it contains a high dislocation density and comprises a high fraction of low angle grain boundaries and its evolution can be explained by the classical concept of the crystal plasticity. Such structures are known to undergo discontinuous recrystallization during subsequent annealing.

This hypothesis was confirmed by the experiments. The microstructure and texture changes of ECAP deformed samples during annealing, which were always accompanied by a distinct softening of the material, are definitely to attribute to discontinuous recrystallization and not as often assumed to discontinuous grain growth. This conclusion is of enormous importance for the physical interpretation of the observed phenomena as well as their technical impact.

It was found that ECAP deformed pure Cu samples showed a lower thermal stability than cold rolled material with the same total strain that is likely due to improved nucleation conditions in the ECAP material and would essentially confine the industrial application of such materials. However, the thermal stability can be significantly improved by alloying (Zr addition). In the present case the remarkable increase of the thermal stability was mainly caused by the solute drag and only to a minor extent by Zener drag. A high thermal stability has in turn important consequences for potential applications of UFG copper alloys. Thus, ultra fine grained copper materials can develop markets all over, where a combination of high strength and high electrical and thermal ductility is demanded, e.g. in heat exchangers or high field magnets. Moreover, thermally stable UFG materials are potentially superplastic and hence qualify for the simple fabrication of complex shaped objects.

The investigated AlMgMn-alloy even showed a higher thermal stability compared to the rolled material, which is desirable for many applications. Thus, it became again obvious that the improved nucleation conditions as discussed for ECAP processed pure Cu is not the only criterion that controls the propensity for recrystallization. Finally, as it was shown for

---

commercial aluminium alloy 3103, the interplay of recrystallization and dispersoid formation, which was favoured at higher number of ECAP passes, can significantly affect the thermal stability and therefore control the microstructure and texture development of the severely deformed UFG materials.

Furthermore, it was demonstrated that the thermal behavior of deformation induced UFG structures can be significantly improved and controlled by such measures as a prior recovery treatment at low temperatures or an annealing under a mechanical load.

In summary, the current study clearly revealed that even after severe plastic deformation as 12 ECAP passes it is not possible to generate a microstructure without typical features of a deformed microstructure such as a high inhomogeneously distributed dislocation density and a high fraction of low angle grain boundaries. Hence, the apparently ultra fine grained material unavoidably tends towards discontinuous recrystallization. A stabilization of the structure can only be achieved by the elimination of the deformed state features (dislocations, cell boundaries), e.g. by recovery treatment at low temperatures or by alloying with chemical elements, which hinder the grain boundary migration as observed for Zr in CuZr. Thereby, the temperature control is an effective tool, where the precipitation and recovery processes can be regulated to influence the softening of the material. The superior thermal stability is in turn an essential condition for potential applications of UFG materials.

---

## Danksagung

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

Mein besonderer Dank gilt dem Direktor des Institutes, Herrn Prof. Dr. rer. nat. G. Gottstein für die Betreuung dieser Arbeit, die stetige Unterstützung, wertvolle Anregungen und nicht zuletzt das entgegengebrachte Vertrauen und den mir gewährten wissenschaftlichen Freiraum und die Möglichkeit, diese Arbeit weltweit vorzustellen und dort viele neue Anregungen zu bekommen.

Herrn Prof. Dr.-Ing. H. J. Maier danke ich für die Übernahme des Korreferats und zahlreiche hilfreiche und interessante Diskussionen während der diversen Tagungen und Treffen der Forschergruppe.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. D.A. Molodov und Frau Dipl.-Ing. S. Bhaumik gilt mein aufrichtiger Dank für die kritische Durchsicht des Manuskriptes und viele hilfreiche Anmerkungen.

Allen Mitarbeitern des Institutes danke ich für die angenehme Arbeitsatmosphäre. Insbesondere gilt mein Dank den Kollegen des technischen Dienstes und der Metallographie Herrn A. Ziemons, Herrn D. Beckers, Herrn T. Burlet, Frau B. Eigelshoven und der Besetzung der feinmechanischen Werkstatt (Herr D. Fuchs, Herr G. Schütz, Herr A. Teschner und Herr M. Didden) für die konstruktive Hilfe bei allen Vorhaben. Herrn M. Loeck und Herrn S. Laiko danke ich für die Unterstützung bei den bei mir doch oft auftretenden Computerproblemen jeglicher Art. Frau H. Linckens, Frau I. Zeferer, Frau M. Wulfes und Frau S. Lakrache danke ich für die ständige Hilfsbereitschaft, die zum erfolgreichen Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat. Ausserdem bedanke ich mich bei Herrn Dr.-Ing. W. Hu für die Unterstützung bei der Transmissionselektronenmikroskopie, Herrn Dipl. Phys. D. Kirch für die Hilfestellung bei der nicht immer pflegeleichten Elektronenmikroskopie und Herrn Dr.-Ing. M. Crumbach und Herrn Dipl.-Min. I. Lischewski für zahlreiche Problembehandlungen und schließlich - Behebungen bei den Texturmessungen.

An meine Diplom-, Master- und Studienarbeiter, Dipl.-Ing. R. Berghammer, M. Sc. A. Khorashadizadeh, cand. Ing. S. Kovacs und cand. Ing. T. Seibel, die zu den verschiedenen Aspekten dieser Arbeit beigetragen haben, richte ich einen ganz herzlichen Dank.

An dieser Stelle sei weiterhin der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Unterstützung im Rahmen der Forschergruppe „Mechanische Eigenschaften und Grenzflächen ultrafeinkörniger Werkstoffe“ und Hydro Aluminium Deutschland AG für die Bereitstellung

---

der in dieser Arbeit verwendeten kommerziellen Aluminiumlegierung gedankt. Außerdem möchte ich mich bei allen meinen Kollegen innerhalb der bereits erwähnten Forschergruppe für die hervorragende interdisziplinäre und unkomplizierte Zusammenarbeit sowie viele persönliche Begegnungen bedanken.

Frau Dipl.-Ing. S. Bhaumik, Herrn Dr. rer. nat. D.M. Kirch, Herrn Dipl.-Ing. C. Bollmann, Herrn Dipl.-Min. I. Lischewski, Herrn Dipl.-Ing. R. Berghammer und Herrn Dr.-Ing. M. Crumbach danke ich schließlich nicht nur für die enge fachliche Zusammenarbeit und Unterstützung, sondern auch für das private Unterhaltungs- und Abendprogramm.

Meiner langjährigen Büromitbewohnerin Sheila Bhaumik danke ich für ihre Geduld, Verpflegung, Büroshuttleservice und vor allem zahlreiche Bespaßungen („Housten“, bald haben wir wirklich ein Problem...). In unseren „italienischen“ kostenintensiven Mittagspausen, an denen auch Ulrike Meyer beteiligt war, sind aus oft lauten Diskussionen kreativste Ideen entstanden...

Ganz besonders bedanke ich mich bei meinem Mann, Dipl.-Ing. Christian Trappmann, der es mit mir teilweise nicht ganz einfach hatte und viel ertragen und erleiden mußte; Du hast, und das nicht nur durch die nächtlichen und wochenendlichen „Spaziergänge“ zum Institut, einen erheblichen Teil zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen!

Letztlich gilt mein größter Dank meiner Familie: meinen Eltern, die mir immer alles ermöglicht haben, meinem Bruder und auch meinen Schwiegereltern; ohne Eure Unterstützung wäre das alles nicht möglich gewesen!!!

---

# Lebenslauf

## Persönliche Daten

Name Xenia Molodova  
Geburtsdatum 20.05.1979  
Geburtsort Saporosche, ehem. UdSSR  
Staatsangehörigkeit deutsch  
Familienstand verheiratet mit Dipl.-Ing. C. Trappmann

## Berufstätigkeit

02/2000-04/2000 Praktikum bei Schwermetall Halbzeugwerk in Stolberg  
03/2001-06/2003 studentische Hilfskraft am Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen  
07/2003-11/2003 Auslandspraktikum bei ALCOA Technical Center in Pittsburgh, USA  
seit 01/2004 wissenschaftliche Angestellte am Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen

## Ausbildung

Schule:  
01/1985-05/1993 Allgemeinbildende Schule in Moskau  
05/1993-06/1997 Allgemeinbildende Schule bei der Russischen Botschaft in Bonn  
Abschluss: russisches Abitur  
05/1993-06/1998 Geschwister-Scholl-Gymnasium in Aachen  
Abschluss: Abitur  
Studium:  
10/1998-11/2003 Metallurgie- und Werkstofftechnik an der RWTH Aachen  
Diplomarbeit : Rekristallisationsverhalten technischer AlMgMn-Legierungen  
Abschluß: Diplom-Ingenieur  
01/2004-08/2008 Promotion  
Thema: Thermische Stabilität verformungsinduzierter ultrafeinkörniger Werkstoffe





