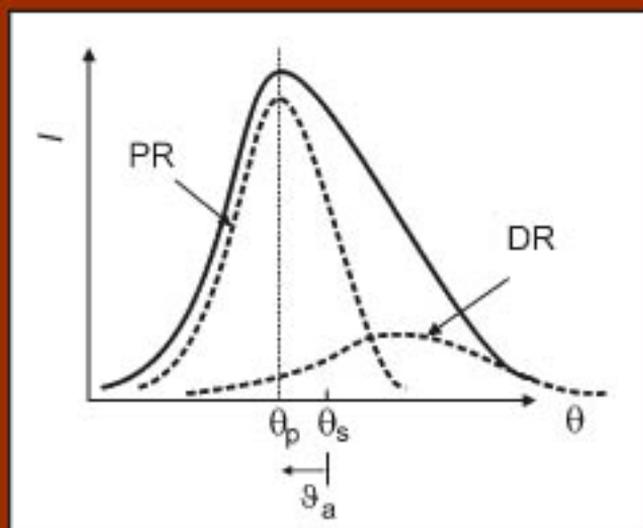


**Analyse von Bragg-Beugungsprofilen zur  
Charakterisierung der Mikrostruktur und  
des Verformungsverhaltens von  
ein- und vielkristallinem Nickel**



# **Analyse von Bragg-Beugungsprofilen zur Charakterisierung der Mikrostruktur und des Verformungsverhaltens von ein- und vielkristallinem Nickel**

Habilitationsschrift  
zur Erlangung des akademischen Grades  
Dr. rer. nat. habil.

vorgelegt an der  
Fakultät Mathematik und Naturwissenschaften der TU Dresden

von  
Ellen Hieckmann

geboren am 25. 08. 1956 in Dresden

Gutachter: Prof. Dr. Carl Holste  
Prof. Dr. Hael Mughrabi  
Prof. Dr. Jan Kratochvil

Eingereicht: 16. 01. 2007

Tag des wissenschaftlichen Vortrags und der Probevorlesung:  
13. 07. 2007

Probevorlesung zum Thema:  
„Zeitaufgelöste Experimente mit hochenergetischen Photonen“

### **Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek**

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

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2007

Zugl.: (TU) Dresden, Habil., Diss., 2007

978-3-86727-347-3

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2007

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, 2007

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86727-347-3

## VORWORT

In den Dresdner Forschungsgruppen, denen ich im Zeitraum der Entstehung der vorliegenden Arbeit angehörte, haben Untersuchungen zur zyklischen Plastizität von ein- und mehrphasigen kfz und krz Metallen eine mehr als 35jährige Tradition. Die damit verbundenen reichen experimentellen Erfahrungen und bis ins Detail gehenden theoretischen Überlegungen haben die Anfertigung dieser Habilitationsschrift erst möglich gemacht. Mein erster Dank gilt daher allen ehemaligen Angehörigen der Forschungsthemengruppe „Metallermüdung“ der Pädagogischen Hochschule Dresden und dabei vor allem deren Leiter, Herrn Prof. Dr. G.K. Schmidt, in dem ich meinen wissenschaftlichen Lehrer sehe.

Der Hauptteil der experimentellen Untersuchungen entstand dann im Institut für Physikalische Metallkunde der TU Dresden unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. C. Holste. Ihm verdanke ich die Möglichkeit, die begonnenen röntgendiffraktometrischen Untersuchungen eigenständig fortsetzen und immer einen überaus intensiven und anregenden Diskurs über die Folgerungen aus den Experimenten für das Verständnis der Zyklusplastizität führen zu können.

An der Durchführung der röntgenographischen Messungen, an deren numerischer Auswertung und physikalischer Interpretation haben vor allem Herr Dr. M. Hecker und Herr Dr. R. Klemm entscheidend mitgewirkt, denen ich dafür wirklich sehr herzlich danke. Mein Dank gilt darüber hinaus Herrn Dr. Lutz Hollang, Herrn Dr. A. Schwab, Herrn Dr. C. Buque und Herrn Dr. M. Hollmann, die vor allem durch Verformungsexperimente, Atom-Kraft- und Elektronenmikroskopie-Untersuchungen wesentliche Beiträge für diese Arbeit geleistet haben. Für die technische Unterstützung bin ich besonders Frau G. Siemroth, Frau B. Pätzelt, Herrn J. Isert sowie Herrn H.-T. Reiter dankbar.

Einen besonderen Dank möchte ich all denjenigen aussprechen, die mir die Erlaubnis zur Verwendung von z.T. unveröffentlichten Ergebnissen und Abbildungen erteilt haben und die damit vor allem die experimentelle Grundlage meiner Arbeit erweitern. Stellvertretend für alle sollen dabei Herr Dr. W. Tirschler, Herr Dr. K.-H. Weile und Herr Prof. H.-D. Schumann genannt werden. Von spezieller Bedeutung für die Interpretation der Röntgenmessungen haben sich auch die Untersuchungen der Leitfähigkeit an plastisch verformtem Nickel erwiesen, die ich gemeinsam mit Herrn Prof. W. Schmidt, Herrn Dr. W. Kleinert und Herrn Dr. R. Franke ausführte.

Danken möchte ich an dieser Stelle auch allen, mit denen ich im Laufe vieler Jahre einen engen wissenschaftlichen Kontakt hatte, der für die Herausbildung und Akzeptanz von Modellvorstellungen in der wissenschaftlichen Gemeinschaft, aber auch für die unmittelbare experimentelle Arbeit unverzichtbar ist. An erster Stelle bedanke ich mich hier bei Herrn Prof. Dr. H. Mughrabi, der mich auch entscheidend darin bestärkt hat, diese Arbeit anzufertigen und immer für eine fachliche Diskussion bereit war. Darüber hinaus danke ich Herrn Prof. R. Hempelmann und Herrn Dr. H. Natter (Universität des Saarlandes), Herrn Dr. V.I. Kopylov (Minsk) und Herrn Prof. R.Z. Valiev (Ufa) für die Bereitstellung von Probenmaterial und ihr Interesse am Fortgang der Arbeiten.

Herrn Prof. Dr. R. Krause-Rehberg (MLU Halle) bin ich sehr zu Dank verpflichtet für die Ausführung der Positronen-Annihilationsmessungen an einer Vielzahl von Untersuchungsproben und die gemeinsame Publikationstätigkeit. Mein besonderer Dank gilt auch Herrn Dr. N. Schell (FZ Rossendorf) für die überaus engagierte Betreuung bei der Durchführung von Messungen an der beam-line ROBL an der ESRF/Grenoble.

Die Deutschen Forschungsgemeinschaft hat wesentliche Teile der durchgeführten Arbeiten gefördert, wofür ich aufrichtig danke. Der Dank gilt auch der ESRF/Grenoble, durch die die mehrfachen Messperioden am Synchrotron ermöglicht wurden.

Zu ganz besonderem Dank bin ich Herrn Dr. J. Bretschneider verpflichtet für sein stetes Engagement bei der Diskussion der Ergebnisse und für seinen Beistand während des gesamten Zeitraums der Abfassung der Arbeit.

Danken möchte ich an dieser Stelle auch den Angehörigen des Instituts für Angewandte Physik/Halbleiterphysik der TU Dresden für ihr Entgegenkommen, Verständnis und die angenehme Arbeitsatmosphäre.

Meiner Familie gebührt allerdings der größte Dank für ihre jahrelange Geduld und Unterstützung, ohne die diese Schrift nicht zustande gekommen wäre.

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>VORWORT .....</b>	<b>I</b>
<b>INHALTSVERZEICHNIS .....</b>	<b>III</b>
<b>SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN .....</b>	<b>VI</b>
<b>1 EINLEITUNG .....</b>	<b>1</b>
<b>2 EINSINNIGE UND ZYKLISCHE PLASTISCHE VERFORMUNG VON KFZ EIN- UND VIELKRISTALLEN .....</b>	<b>5</b>
<b>2.1 Kennfunktionen für das mechanische Verhalten.....</b>	<b>5</b>
<b>2.2 Heterogene Anordnungen verformungsinduzierter Gitterdefekte.....</b>	<b>9</b>
<b>2.3 Heterogenität der plastischen Verformung und weitreichende     Eigenspannungen.....</b>	<b>12</b>
<b>2.4 Zielsetzung .....</b>	<b>23</b>
<b>3 ANALYSE VON BRAGG-BEUGUNGSPROFILIEN .....</b>	<b>27</b>
<b>3.1 Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften und Merkmale von Bragg-     Beugungsprofilen.....</b>	<b>27</b>
3.1.1 Kinematische Theorie der Röntgenstrahlbeugung an gestörten Kristallen.	27
3.1.2 Beschreibung der Eigenschaften von Bragg-Beugungsprofilen.....	31
3.1.3 Physikalische Interpretation der Merkmale von Bragg-Beugungsprofilen.	34
<b>3.2 Auswertelgorithmen.....</b>	<b>35</b>
3.2.1 Profilverschiebung.....	36
3.2.2 Profilverbreiterung .....	39
3.2.3 Profilsymmetrie .....	47
<b>3.3 Ein Konzept zur Analyse von Bragg-Beugungsprofilen für plastisch verformte     einphasige kfz Metalle .....</b>	<b>50</b>
3.3.1 Grundsätzliches Vorgehen .....	50
3.3.2 Modellsituationen.....	51
3.3.2.1 Einkristalle und Einzelkristallite in grobkristallinen Proben mit verformungsinduzierten Versetzungsstrukturen.....	52
3.3.2.2 Feinkristalline Proben mit verformungsinduzierten Versetzungsstrukturen, deren mesoskopische Abmessungen deutlich kleiner als die mittlere Kristallitgröße sind .....	56
3.3.2.3 Vielkristalline Proben mit herstellungsbedingten und verformungsinduzierten Versetzungsanordnungen, die wesentlich durch die Kristallitgröße determiniert sind (nano- bis mikrokristalline Proben) .....	66

<b>4</b>	<b>EXPERIMENTELLE METHODEN</b> .....	<b>73</b>
<b>4.1</b>	<b>Messung von Bragg-Beugungsprofilen</b> .....	<b>73</b>
4.1.1	Hochaufgelöste Messung von Bragg-Beugungsprofilen mit Röntgenstrahlung.....	75
4.1.2	Messung von Bragg-Beugungsprofilen mit Synchrotronstrahlung.....	78
<b>4.2</b>	<b>Elektronenmikroskopische Untersuchungen</b> .....	<b>80</b>
4.2.1	Rasterelektronenmikroskopie .....	81
4.2.2	Transmissionselektronenmikroskopie .....	83
<b>5</b>	<b>EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE, DEREN ANALYSE UND INTERPRETATION</b> .....	<b>87</b>
<b>5.1</b>	<b>Einkristalle</b> .....	<b>87</b>
5.1.1	Zugverformung .....	87
5.1.2	Zug-Druck-Wechselverformung .....	94
5.1.2.1	Zum Einfluss der Verformungstemperatur auf röntgenographisch ermittelbare Mikrostrukturparameter .....	94
5.1.2.2	Zur Abhängigkeit röntgenographisch ermittelbarer Mikrostrukturparameter von der kristallographischen Orientierung der Lastachse .....	116
5.1.2.3	Zum Verhalten röntgenographisch bestimmbarer Mikrostrukturparameter innerhalb eines mechanisch stabilisierten Lastzyklus .....	137
<b>5.2</b>	<b>Feinkristalline Vielkristalle</b> .....	<b>144</b>
5.2.1	Mittlere weitreichende Eigenspannungsbeiträge auf makroskopischem, kristallinem und mesoskopischem Strukturniveau.....	144
5.2.2	Versetzungsanordnung auf mesoskopischem Strukturniveau.....	150
5.2.3	Spektren weitreichender Schubeigenspannungen .....	154
<b>5.3</b>	<b>Vielkristalle mit mikro- bis nanokristallinem Korngefüge</b> .....	<b>156</b>
5.3.1	Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur im Ausgangszustand .....	157
5.3.1.1	Bestimmung von mittleren Strukturlängen mit unterschiedlichen experimentellen Methoden.....	157
5.3.1.2	Elektronenmikroskopische Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur.....	159
5.3.1.3	Röntgenographische Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur.....	160
5.3.2	Zugverformung.....	164
5.3.2.1	Korngrößenabhängigkeit der Fließspannung $\sigma_{0,2\%}$ .....	164
5.3.2.2	Änderung röntgenographisch bestimmbarer Mikrostruktur- und Gefügeparameter durch Zugverformung.....	171
5.3.3	Zug-Druck-Wechselverformung .....	175
5.3.3.1	Transformation von Gefüge und Mikrostruktur bei zyklischer plastischer Verformung .....	175
5.3.3.2	Zum Einfluss von Mikrostruktur und Gefüge auf die ZSD-Kurven .....	181
5.3.3.3	Änderung der Spektren weitreichender Eigenspannungen im Lastzyklus .....	186

---

<b>6</b>	<b>GENERELLE UND ZUSAMMENFASSENGE FOLGERUNGEN .....</b>	<b>193</b>
6.1	Analyse von Bragg-Beugungsprofilen .....	193
6.2	<b>Schlussfolgerungen für die Modellierung des Verformungsverhaltens von kfz Metallen.....</b>	<b>196</b>
6.2.1	Heterogenität der plastischen Verformung und weitreichende Eigenspannungen auf unterschiedlichen Strukturniveaus .....	196
6.2.2	Zum Verhältnis zwischen lokaler Spannung, Versetzungsdichte und geometrischen Abmessungen der Versetzungsanordnung .....	199
6.2.3	Einfluss der Kristallitgröße auf die Verformungsprozesse .....	201
<b>7</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>207</b>
<b>8</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS.....</b>	<b>211</b>
<b>9</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>229</b>

## Symbole und Abkürzungen

$\tau, \tau_a, \tau_{as}$	Schubspannung, Schubspannungsamplitude, Sättigungsschubspannungsamplitude
$\sigma, \sigma_a, \sigma_{as}$	Spannung, Spannungsamplitude, Sättigungsspannungsamplitude
$N$	Zyklenzahl
$\gamma, \gamma_{pa}$	Abgleitung, Abgleitamplitude
$\epsilon, \epsilon_p, \epsilon_{pa}$	Dehnung, plastische Dehnung, Amplitude der plastischen Dehnung
$\sigma_{0,2\%}$	Spannung im Zugversuch nach $\epsilon_p = 0,2\%$
$d$	Korngröße
$M, \mu$	Taylorfaktor, Schmidfaktor
$\alpha$	Faktor
$\Gamma$	Eshelby-Akkommodationsfaktor
$G$	Schubmodul
$E$	Elastizitätsmodul
$\mathbf{b}$	Burgersvektor
$\rho$	Versetzungsdichte
$T$	Temperatur
$f$	Volumenanteil
$\vec{\epsilon}, \vec{\sigma}^E$	Eigenverzerrungs-, Eigenspannungstensor
$\Delta\tau^E$	Schubeigenspannung
$T, v, \omega, \lambda$	Laufzahlen zur Bezeichnung von Größen auf makroskopischem, kristallinem, mesoskopischem und mikroskopischem Strukturniveau
$\mathbf{q}$	Beugungsvektor
$\mathbf{g}$	Reziproker Gittervektor
$\mathbf{n}, \psi, \eta$	Messrichtungsvektor mit Bezugswinkeln zum Probenkoordinatensystem
$hkl$	Miller-Indizes
$\lambda$	Wellenlänge
$L, n$	Fourierlänge, Fourierordnung
$A_n, B_n$	cos- und sin-Fourierkoeffizienten
$\theta$	Bragg-Winkel
$\vartheta_a$	Asymmetrieparameter
$B$	Halbwertsbreite
$\beta$	Integralbreite
$F = \beta/B$	Formparameter
$R_{\text{eff}}$	Äußerer Abschneideradius des Verzerrungsfelds einer begrenzt regellos verteilten Versetzungsanordnung
$C$	Kontrastfaktor
$M_{\text{Wil}} = R_{\text{eff}}$	Wilkins-Parameter
$\rho^{1/2}$	
$D$	Größe kohärent streuender Bereiche
$\langle e_{g,L}^2 \rangle$	Mittleres $L$ -abhängiges Eigenverzerrungsquadrat
$K_\gamma$	Transformationsfaktor zwischen der Dehnung in $\mathbf{n}$ -Messrichtung und $\epsilon_{12}$
$\Omega, \Lambda$	Fitfunktionen für Fourierkoeffizienten
$k_O, k_{HP}$	Anstieg im Orowan- und im Hall-Petch-Plot
$V^*$	Aktivierungsvolumen

---

<i>h</i>	Dipolhöhe
BBP	Bragg-Beugungsprofil
HRXD	High Resolution X-Ray Diffraction
EK, VK	Einkristall, Vielkristall
SG	Einzelkorn
ZSD-Kurve	Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve
PGB	Persistentes Gleitband
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
REM	Rasterelektronenmikroskop
AFM	Raster-Kraft-Mikroskop
sc, cc, fc mc,	einkristallin, grobkristallin, feinkristallin
smc, nc	mikrokristallin, submikrokristallin, nanokristallin
PR, DR	versetzungsarmes Gebiet (dislocation poor region), versetzungsreiches Gebiet (dislocation dense region)
WH	Williamson-Hall
KW	Krivoglaz-Wilkens
WA	Warren-Averbach
EBSD	elektron backscattering diffraction
BSE	back scattered electrons
SE	Strukturelement
fSE	nahezu versetzungsfreies SE
rms	root mean square
PED	Pulsed Electrodeposition
SPD	Severe Plastic Deformation
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
RT	Raumtemperatur
ET	erhöhte Temperatur



# 1 Einleitung

Seit der Realisierung von Laues Idee, durch Beugung von Röntgenstrahlung eine Strukturaufklärung an kristallinen Festkörpern zu ermöglichen, hat die Röntgenbeugungsanalyse entscheidend zur Entwicklung von Festkörperphysik und Werkstoffwissenschaft beigetragen. Sie findet heute vielfältige Anwendung in der materialwissenschaftlichen Praxis als eine zerstörungsfreie und verhältnismäßig einfach ausführbare Methode, die in vielen Fällen zu quantitativen Ergebnissen bei der Materialcharakterisierung führt, die auf keine andere Art erreichbar sind. Das betrifft beispielsweise solche Verfahren wie die Röntgentopographie, die zur ortsauflösenden Detektion von Gitterfehlern bei der Herstellung von Halbleitermaterialien eingesetzt wird, die automatische Phasen- und Texturanalyse an hochkomplexen metallischen und nichtmetallischen Verbindungen oder die routinemäßige quantitative Bestimmung von Spannungen mit makroskopischer Reichweite an besonders bearbeiteten oder geschädigten Bauteilen. In letzter Zeit rückt die Röntgenbeugungsanalyse in den Mittelpunkt als unverzichtbares Hilfsmittel zur Strukturcharakterisierung bei der Herstellung von mikro- und nanostrukturierten Werkstoffen, wo u.a. lokale Strukturparameter wie Schichtdicken und -abfolgen, Korngrößenverteilungen sowie die Dichte und Anordnung der bei der Materialbearbeitung erzeugten Gitterdefekte röntgendiffraktometrisch erfasst werden können.

Darüber hinaus besitzt die Röntgenbeugungsanalyse auch eine herausragende Bedeutung für die Grundlagenforschung im Bereich der Festkörperphysik und der Materialwissenschaften. Die im Detail ausgearbeitete kinematische und dynamische Theorie der Röntgenbeugung gestatten es prinzipiell, die Algorithmen für die Auswertung der gemessenen Röntgenintensitätsverteilungen an die im Probenmaterial zu erwartenden Strukturen derart anzupassen, dass weitreichende Aussagen über die (ideale) Kristallstruktur sowie über davon abweichende Realstruktureigenschaften getroffen werden können. In der vorliegenden grundlagenorientierten Arbeit wird ein geschlossenes Analysekonzept vorgeschlagen, mit dem aus röntgendiffraktometrischen Untersuchungen die Realstruktur plastisch verformter kubisch flächenzentrierter (kfz) Metalle vom Einkristall bis hin zu nanokristallinen Gefügen auf einheitliche Weise möglichst umfassend charakterisiert werden kann. Dabei wird einerseits auf bewährte Auswerte-Formalismen zurückgegriffen, die allerdings unter Anwendung spezieller Verformungs- und Messstrategien auf neuartige Weise miteinander kombiniert werden, andererseits werden auch neue Auswerteprozeduren für die Analyse von Bragg-Beugungsprofilen entwickelt, die ganz bewusst auf die Verhältnisse in plastisch verformten kfz Metallen zugeschnitten sind. Die Umsetzung dieser Konzeption erfolgt an Messdaten, die an ein- und vielkristallinen Nickelproben erhalten wurden. Nickel wurde deshalb als einphasiges, homogenes kfz Modellmaterial gewählt, da erstens auf eine umfangreiche röntgenographische Messdatenbasis zurückgegriffen werden kann, die unter genau bekannten experimentellen Bedingungen gewonnen wurde. Zum zweiten liegen für Nickel auch Erfahrungen und detaillierte Ergebnisse zu transmissions- und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen am Ausgangsgefüge und nach plastischer Verformung vor. Drittens kann bei Nickel als ferromagnetischem Material auch auf die Ergebnisse der Messung magnetischer Kenngrößen Bezug genommen werden, die sensitiv auf die im Blickpunkt stehenden Realstruktureigenschaften sind.

Die vorliegenden experimentellen Untersuchungen sind neben der Charakterisierung der Realstruktur im Ausgangszustand vor allem gerichtet auf die Erfassung von verformungsinduzierten Änderungen des Gefüges und der Mikrostruktur. Diese scheinbar einfache Aufgabe wird dadurch erschwert, dass die plastische Verformung von kfz Metallen stets zu räumlich heterogenen Anordnungen von Gitterdefekten führt. Es zeigt sich, dass diese heterogenen Defektanordnungen auf ganz unterschiedlichen Maßstabsskalen von einem makroskopischen bis hinunter zu einem mikroskopischen beschrieben werden können. Bei den benutzten Verformungstemperaturen, Verformungsgeschwindigkeiten und äußeren Spannungen sowie für die eingesetzten ein- und vielkristallinen Gefüge sind letztlich Versetzungen diejenigen Gitterdefekte, die den Charakter der heterogenen Defektanordnungen bestimmen und die ablaufenden Verformungsmechanismen dominieren [1]. Neben der Heterogenität der Versetzungsanordnung ist das Auftreten von Verformungslokalisationen, z.B. in Form der sog. Persistenten Gleitbänder bei zyklischer plastischer Verformung [2] oder der plastischen Zonen in der Umgebung von Rissspitzen [3] ebenfalls ein typisches Phänomen bei der plastischen Verformung von kfz Metallen. Der Effekt der Verformungslokalisierung in einphasigen Materialien kann ganz allgemein als eine erste Stufe der Materialschädigung betrachtet werden. Inwieweit die Heterogenität der Versetzungsanordnung jedoch grundsätzlich mit einer Inhomogenität der plastischen Verformung auf den unterschiedlichen Maßstabsniveaus von Beginn an einhergeht, und ob dies auch mit der Herausbildung weitreichender innerer Spannungen verbunden ist, die zu einer Abweichung der lokal wirksamen Spannung von der äußeren Spannung führen, ist bislang weder aus experimenteller noch aus theoretischer Sicht entschieden. In jedem Fall wäre der experimentelle Nachweis von weitreichenden inneren Spannungen auf den verschiedenen Maßstabsniveaus wichtig für den Grundansatz bei der Modellierung des mechanischen Verhaltens kubisch flächenzentrierter Metalle von der Entstehung der heterogenen Versetzungsanordnung, ggf. über eine Phase ihrer zeitweiligen Stabilisierung bis hin zum Materialversagen.

Damit können folgende drei Schwerpunkte für diese Arbeit abgeleitet werden:

Erstens ist eine Strategie zur Analyse der Intensitätsverteilung von Bragg-Beugungs-Reflexen (im Folgenden kurz: Bragg-Beugungsprofile BBP) zu entwickeln, die an die Realstruktur in den zu untersuchenden Verformungszuständen der plastisch verformten Ni-Ein- und -Vielkristalle bis hin zum nanokristallinen Gefüge angepasst ist. Die Profilverbreiterung soll dabei vor allem mit den räumlich heterogen angeordneten Versetzungen und bei Vielkristallen auch mit den sog. Teilchengrößeneffekten korreliert werden. Grundsätzlich wird immer beachtet, dass auf unterschiedlichen Maßstabsskalen auch weitreichende Eigenspannungen auftreten könnten, die Folge heterogener plastischer Verformung von Strukturelementen eines Strukturniveaus sind, und dann in spezieller Weise die Lage, Breite und Form der BBP beeinflussen. Bei der Klassifizierung der für die Verformungsprozesse bedeutsamen Strukturniveaus unter Berücksichtigung röntgenographischer Aspekte wird auf den grundlegenden Arbeiten von Schmidt [4] und Macherauch/Hauk [5] aufgebaut. Auf jedem Strukturniveau entspricht die Breite des Spektrums weitreichender Eigenspannungen dem Grad der Inhomogenität der plastischen Verformung. Durch eine entsprechende Modellierung der Streuprozesse werden einfache phänomenologische Parameter der BBP konsequent genutzt, um letztlich Aussagen über die Grundvorgänge bei der plastischen

Verformung abzuleiten. Damit wird ein neuer, eigenständiger Beitrag zur Analyse von BBP geleistet.

Zweitens ist aus Messungen von BBP an unterschiedlichen *hkl*-Netzebenentypen und in, mit Bezug auf das Probenkoordinatensystem, unterschiedlichen Messrichtungen eine möglichst umfassende Charakterisierung der Realstruktur, d.h. des Gefüges und der Mikrostruktur, in Ni-Ein- und -Vielkristallen durch röntgenographisch erfassbare Parameter vorzunehmen. Dabei wird hier im Unterschied zur sonst üblichen Begriffsbildung [6] der Begriff des Gefüges im engeren Sinn nur für das Korngefüge in Ni-Vielkristallen verwendet, während der Begriff der Mikrostruktur die Gesamtheit der durch die Versetzungsanordnung hervorgerufenen Kristallbaufehler umfasst. Die Strukturcharakterisierung wird für Ein- und Vielkristallproben im entlasteten Zustand nach einsinniger und zyklischer plastischer Verformung vorgenommen, und an Vielkristallen, deren Gefüge nicht durch Rekristallisationsglühung erzeugt wurde, auch im Ausgangszustand nach der Probenherstellung. Von besonderem Interesse ist es, die Zusammenhänge zwischen heterogener Versetzungsanordnung, inhomogener plastischer Verformung und weitreichenden Eigenspannungen in Abhängigkeit von Verformungsparametern wie der plastischen Dehnung und der Verformungstemperatur sowie von Gefügeeigenschaften wie der Kristallorientierung und der mittleren Korngröße aufzudecken.

Mit diesen Ergebnissen soll dann drittens versucht werden, Schlussfolgerungen zu Struktur-Eigenschaftsbeziehungen und damit für die Modellierung der Verformungsmechanismen zu ziehen. Insbesondere ist dabei das Auftreten von weitreichenden Eigenspannungen mit Prozessen inhomogener plastischer Verformung zu koppeln.

Als experimentelle Methode wird vor allem die hochauflösende Röntgenbeugung (high resolution X-ray diffraction, HRXD) eingesetzt, die es gestattet, Realstruktureigenschaften der Untersuchungsprobe unmittelbar aus dem gemessenen BBP abzuleiten ohne apparativ bedingte Einflüsse korrigieren zu müssen. Unverzichtbar sind darüber hinaus auch abbildende Untersuchungen von Mikrostruktur und Korngefüge am Raster- und Transmissionselektronenmikroskop, da erst damit eine physikalisch begründete Strategie für die Auswertung der BBP aufgestellt werden kann.

Das Kapitel 2 enthält eine Zusammenfassung über die Grundphänomene der einsinnigen und zyklischen plastischen Verformung von Ni-Ein- und -Vielkristallen, wobei vorrangig Effekte bei Raumtemperatur betrachtet werden. Ein Schwerpunkt des Kapitels besteht in der Einführung der schon erwähnten Struktur-niveaus, auf denen die plastische Verformung zumindest prinzipiell inhomogen ablaufen kann. Die in der Literatur vorliegenden theoretischen Modelle für die Verformungsprozesse werden vor allem hinsichtlich ihrer Grundaussagen über das Auftreten inhomogener plastischer Verformung diskutiert.

Im darauf folgenden Kapitel 3 wird, ausgehend von einer kritischen Wertung bereits vorliegender Beiträge zur Interpretation von BBP, ein Analyse-Konzept entwickelt, das ganz allgemein auf die an plastisch verformten einphasigen kfz Metallen gemessenen BBP anwendbar ist. Es zeigt sich dabei, dass eine Einteilung der Auswertestrategien nach dem Gefüge der Untersuchungsproben physikalisch sinnvoll und notwendig ist.

Im Kapitel 4 werden die experimentellen Methoden (HRXD und Elektronenmikroskopie) diskutiert. Im Blickpunkt stehen Fragen der Messgenauigkeit und der Vergleichbarkeit von

Aussagen über Gefüge- und Mikrostruktureigenschaften, die man mit unterschiedlichen experimentellen Methoden bestimmen kann.

Das Kapitel 5 zu den experimentellen Ergebnissen an Ni ist das umfangreichste der Arbeit. Es unterteilt sich in drei Hauptabschnitte, die entsprechend des röntgenographischen Analyse-Konzepts die Untersuchungen von Einkristallen und Einzelkristalliten, von rekristallisierten Vielkristallen mit sog. feinkristallinem Gefüge sowie von Vielkristallen mit mikro- bis nanokristallinem Gefüge beinhalten. Diese Gliederung ist allerdings nicht nur der röntgenographischen Auswertestrategie geschuldet. Sie gestattet vielmehr, auch Rückschlüsse auf die Hierarchie der Verformungsprozesse in Abhängigkeit von den Gefügeeigenschaften zu ziehen und kommt damit einem Grundanliegen dieser Arbeit nach. Dafür wird hier erstmals eine systematische Darstellung und Diskussion einer großen Vielzahl von, zum Teil bisher unveröffentlichten, experimentellen Röntgen-Daten vorgenommen, die über einen Zeitraum von 35 Jahren in einer Dresdner Forschungsgruppe gesammelt wurden, in der insgesamt etwa 20 wissenschaftliche Mitarbeiter und Doktoranden sowie viele Studenten tätig waren. Im Anschluss an eine jeweils ausführliche Darstellung der experimentellen Messergebnisse an den unterschiedlichen Materialklassen wird immer versucht, sowohl das Auswertekonzept kritisch zu bewerten als auch eine Diskussion der Ergebnisse hinsichtlich der zugrunde liegenden Verformungsmechanismen unter Beachtung übergreifender Zusammenhänge zu geben. Es wird dabei Wert gelegt auf eine Nachvollziehbarkeit der Auswertung der röntgenographischen Messungen, was ebenfalls zu dem großen Umfang dieses Kapitels beigetragen hat, zumal notwendigerweise auch ausführlich auf experimentelle und theoretische Untersuchungen eingegangen werden muss, die zu diesen Themenkreisen bereits in der Literatur vorliegen.

Im Kapitel 6 werden aus den Ergebnissen der im vorangegangenen Kapitel im Detail beschriebenen röntgendiffraktometrischen Untersuchungen von Mikrostruktur und Gefüge an plastisch verformtem Nickel resümierend Folgerungen gezogen. Die knappe, thesenhafte Form ihrer Darstellung soll es ermöglichen, die Hauptergebnisse der vorliegenden Habilitationsschrift zu erfassen, ohne Einzelheiten aus Kapitel 5 nachvollziehen zu müssen. Das betrifft in einem ersten Teil die vorgeschlagenen neuen Analyse- und Auswerteverfahren für die röntgenographischen Messungen. In einem zweiten Teil werden Schlussfolgerungen für die Modellierung des Verformungsverhaltens von kfz Metallen diskutiert, vor allem zur Inhomogenität der plastischen Verformung und der weitreichenden Eigenspannungen auf unterschiedlichen Strukturniveaus, zum Verhältnis zwischen lokaler Spannung, Versetzungsdichte und geometrischen Abmessungen der Versetzungsanordnung sowie zum Einfluss der Kristallitgröße auf die Verformungsprozesse.

Mit einer kurzen Zusammenfassung schließt die Schrift.

## 2 Einsinnige und zyklische plastische Verformung von kfz Ein- und Vielkristallen

### Grundphänomene und Modellvorstellungen

#### 2.1 Kennfunktionen für das mechanische Verhalten

Das mechanische Verhalten von kfz Einkristallen (EK) und Vielkristallen (VK) bei Raumtemperatur im einsinnigen Zugversuch wird im Wesentlichen durch drei grundlegende Kennfunktionen erfasst. Das ist zum ersten mit der Zugkurve die Darstellung der äußeren Schubspannung  $\tau$  bzw. Spannung  $\sigma$  in Abhängigkeit von der Abgleitung  $\gamma$  bzw. der plastischen Dehnung  $\epsilon_p$ . Durch Bildung der Ableitung ergibt sich daraus die Abhängigkeit des Verfestigungskoeffizienten  $\theta$  von der Schubspannung, was die übliche Einteilung der Zugkurve in die Bereiche II, III und IV ermöglicht. Zur Erfassung des Einflusses der mittleren Korngröße  $d$  auf das mechanische Verhalten wird an Vielkristallen beispielsweise die (Fließ-) Spannung  $\sigma^{\text{flow}}$  bei  $\epsilon_p=0,2\%$  oder die Härte  $H_V$  in Abhängigkeit von  $d$  gemessen. Schematische Abbildungen dieser Kennfunktionen enthält Bild 2.1.

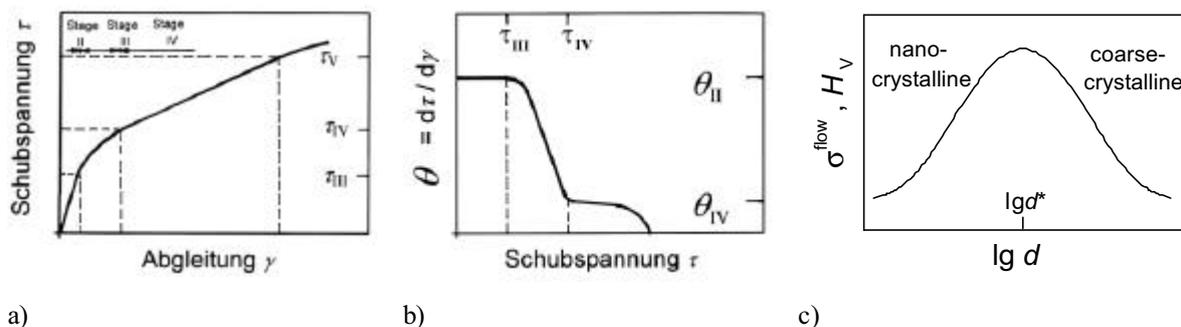


Bild 2.1: Schematische Darstellungen der Zugkurve  $\tau(\gamma)$  (a) und des Verfestigungskoeffizienten  $\theta(\tau)$  (b) von kfz Metallen sowie der Fließspannung  $\sigma^{\text{flow}}$  bzw. Härte  $H_V$  in Abhängigkeit von der Korngröße  $d$  (c) für kfz Vielkristalle.

Grundlegende experimentelle Ergebnisse zum Zugversuch an Ni-EK unterschiedlicher kristallographischer Orientierung stammen von Diehl [7], für VK gibt es eine Reihe von Arbeiten (u.a. [8][9]), die insbesondere den Einfluss der Korngröße auf die Zugkurve untersuchen. Für EK und rekristallisierte VK mit Korngrößen  $d > 3 \mu\text{m}$  ist allgemein anerkannt, dass im Bereich II der Zugkurve im Wesentlichen Versetzungen erzeugt und in Versetzungs-zellstrukturen gespeichert werden, im Bereich III verstärkt Prozesse der Versetzungsannihilation auftreten [10], während der Bereich IV durch eine Umordnung der Versetzungen und eine Zunahme der Verkippungen zwischen den Zellen gekennzeichnet sein sollte, die bei noch größeren Verformungen (Bereich V, [11]) wieder relaxieren. Es zeigt sich, dass erhebliche Abweichungen von der in Bild 2.1 a) gezeigten idealisierten Zugkurve auftreten, wenn die Korngröße einen Wert von  $\approx 1 \mu\text{m}$  unterschreitet und/oder wenn bereits vor Beginn des Zugversuches nennenswerte Eigenverzerrungen bzw. -spannungen vorhanden sind. Eine systematische Untersuchung dieser Korngrößen- und Verzerrungseffekte fehlt bisher.

Für den Teilbereich der Kurve  $\sigma^{\text{flow}}(d)$ , in dem die Fließspannung mit abnehmender Korngröße zunimmt (Bild 2.1 c) gibt es relativ viele experimentelle Daten (s. Abschnitt 5.3.3). Der Bereich kleiner Korngrößen mit  $d < d^* \approx 20 \text{nm}$  [12], in dem die Fließspannung mit

der Korngröße zunimmt, ist sowohl mit experimentellen als auch theoretischen Methoden (z.B. mit molekulardynamischen Simulationen [13]) noch relativ wenig erforscht. Hier sollten vor allem Verformungsmechanismen wirken, die im weitesten Sinn auf Diffusions-effekten beruhen, wie z.B. das Korngrenzgleiten (u.a. [14]).

Für  $d > d^*$  lassen sich stark vereinfachend zwei Grundlinien bei der Modellierung von Verformungsprozessen abheben. Dabei wird bei beiden vorausgesetzt, dass unter den betrachteten Verformungsbedingungen äußere Spannung, Verformungstemperatur und -geschwindigkeit die plastische Verformung im Wesentlichen durch das Gleiten von Versetzungen erzeugt wird (s. deformation mechanism maps nach Frost und Ashby [1]). Zum einen wird in einem Ein-Parametermodell ein Zusammenhang zwischen der (Fließ-)Spannung  $\sigma^{\text{flow}}$  und der Versetzungsdichte  $\rho$  hergestellt, der sich in der Form

$$\sigma^{\text{flow}} = \sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (2.1)$$

schreiben lässt und auf die Arbeiten von Taylor [15] zurückgeht ( $\sigma_0$ ...Reibungsspannung,  $M$ ...Taylorfaktor,  $G$ ...Schubmodul,  $b$ ...Burgersvektor,  $\alpha \approx 0,3$ ). Die Spannung wird dabei durch die Wechselwirkung zwischen den Versetzungen während des Abgleitens bestimmt. Dieser Grundgedanke ist in zahlreichen weiteren Publikationen aufgegriffen und verfeinert worden (s. z.B. [16]). Die Versetzungsdichte entwickelt sich danach während der plastischen Verformung nach dem Gesetz  $d\rho/d\varepsilon_p = M(k_1\rho^{1/2} - k_2\rho)$ , wobei mit dem ersten Term Prozesse der Versetzungsgeneration und mit dem zweiten Term solche der Versetzungsannihilation beschrieben werden. Die zweite Grundlinie für die Erklärung des Fließspannungsverhaltens stützt sich auf experimentelle Befunde, wonach ein empirischer Zusammenhang zwischen der (Fließ-)Spannung und geometrisch bestimmbar Strukturlängen  $d_{\text{SL}}$  in der Form

$$\sigma^{\text{flow}} = \sigma_0 + Kd_{\text{SL}}^{-n} \quad (2.2)$$

besteht ( $K$ ...material-, temperatur-, geschwindigkeits- und vorgeschichtsabhängige Konstante). Der Exponent  $n$  liegt zwischen 0,5 (sog. Hall-Petch-Verhalten) und 1 (sog. Orowan-Mechanismus). Den physikalischen Hintergrund dafür liefern vor allem Arbeiten, die entweder eine Begrenzung des Laufweges der Versetzungen durch die Strukturlänge  $d_{\text{SL}}$  ( $n=1/2$ , s. z.B. [17]) oder eine kritische Spannung zum Ausbeulen von Versetzungen einer gegebenen Segmentlänge behandeln ( $n=1$ , s. z.B. [18][19]). Im zweiten Fall wird die äußere Fließspannung mit einer „Quellspannung“ gleichgesetzt. Die bestimmende Strukturlänge kann dann z.B. mit der Korngröße, einer durch die Versetzungsanordnung gegebene Subkorngröße oder mit dem mittleren Versetzungsabstand  $(\rho)^{-1/2}$  korrelieren. Letzteres zeigt, dass streng genommen eine enge Beziehung zwischen den Modellen bestehen kann, die den Gleichungen (2.1) und (2.2) zugrunde liegen.

Insgesamt muss leider konstatiert werden, dass es bis heute keine allgemein anerkannte geschlossene, selbstkonsistente Theorie für das makroskopische Verfestigungsverhalten von kfz Metallen auf der Grundlage der mikroskopischen Mechanismen gibt [20], obwohl eine umfangreiche experimentelle Basis vorliegt (s. z.B. Überblicksartikel von Sevillano et al.[21] und Siow et al.[22]). Die Ursachen dafür sind sehr vielfältig und einerseits in der Komplexität und Statistik der mikroskopischen Versetzungserzeugungs- und Wechsel-

wirkungsmechanismen zu suchen, die nur mit z.T. erheblichen Vereinfachungen bis zu einer makroskopischen Ebene quantitativ behandelt werden können. Andererseits erschwert auch die Entwicklung und z.T. qualitative Veränderung von Gefüge und Mikrostruktur während der einsinnigen Verformung die einheitliche theoretische Beschreibung der hier ablaufenden Verformungsprozesse.

In der vorliegenden Arbeit sollen zur Zugverformung von Ni-EK vor allem Beiträge zur Klärung der Aktivität von Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitsystemen geleistet werden. An Ni-VK mit Korngrößen  $d$  im Bereich zwischen  $d^*$  und  $3\mu\text{m}$  stehen Untersuchungen der Änderung von Ausgangs-Gefüge und -Mikrostruktur durch die einsinnige Verformung im Mittelpunkt mit dem Ziel, Schlussfolgerungen über die die Fließspannung dominierenden Prozesse zu ziehen.

Zur Darstellung des mechanischen Verhaltens von Ni-EK und -VK bei symmetrischer, dehnungsgesteuerter Zug-Druck-Wechselverformung, dem in vorliegender Arbeit hauptsächlich eingesetzten Verformungsmodus, werden gebräuchlicherweise die mechanische Hystereseschleife  $\sigma(\epsilon_p)$ , die Wechselverformungskurve, d.h. die Abhängigkeit der Spannungsamplitude  $\sigma_a$  von der Zyklenzahl  $N$  bei konstanter Amplitude  $\epsilon_{pa}$  der plastischen Dehnung sowie die sogenannte Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve (ZSD-Kurve) benutzt, die die Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$  bei Erreichen einer mechanisch stabilisierten Hystereseschleife nach einer Sättigungszyklenzahl  $N_s$  in Abhängigkeit von der Dehnungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  zeigt (Bild 2.2).

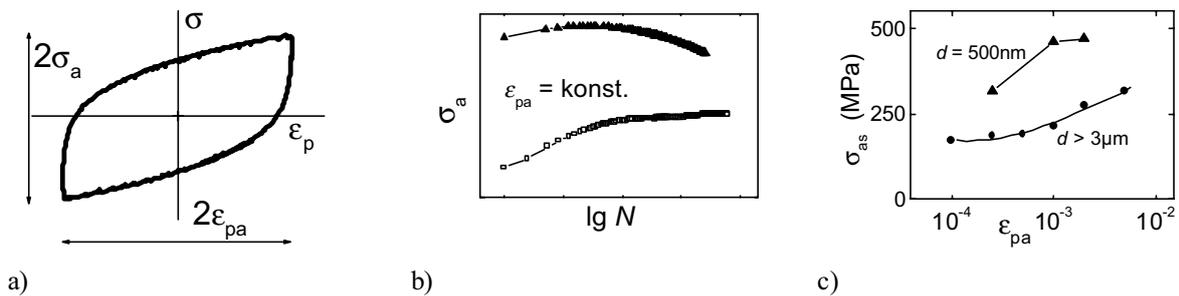


Bild 2.2: Idealisierte mechanische Hystereseschleife  $\sigma(\epsilon_p)$  (a), Wechselverformungskurven  $\sigma_a(N)$  für Ni-VK mit zyklischer Verfestigung ( $\square$ ) und zyklischer Entfestigung ( $\blacktriangle$ ) (b) sowie Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Raumtemperatur für Ni-VK mit Korngrößen  $d \geq 3\mu\text{m}$  [23] sowie  $d = 500\text{nm}$  [24](c).

Alle drei Kennfunktionen hängen für die gegebenen Verformungsamplituden  $\epsilon_{pa}$  von den Verformungsparametern Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit, z.T. auch von Gefüge und Mikrostruktur der Ni-Untersuchungsproben im Ausgangszustand ab. Typisch ist jedoch immer, dass bereits vor Erreichen der Spannungsumkehr eine plastische Rückverformung auftritt (Bauschinger-Effekt [25]), die auf einfache Weise mit der Wirkung von inneren Spannungen erklärt werden kann (s. z.B. [26]). In den Wechselverformungskurven zeigt sich für Ni-EK und Ni-VK, die im Ausgangszustand weitgehend frei von Eigenverzerrungen bzw. -spannungen sind, eine Zunahme der Spannungsamplitude mit wachsender Zyklenzahl bis zur mechanischen Stabilisierung [27]. Dagegen können bei Ni-VK mit Korngrößen  $d < 3\mu\text{m}$ , die im Ausgangszustand bereits hohe innere Spannungen aufweisen, sowohl Effekte der zyklischen Verfestigung, der Konstanz der Spannungsamplitude als auch der zyklischen Entfestigung auftreten, wobei nicht immer vor dem Probenbruch ein Zustand der mechanischen Stabilisierung erreicht wird [28]. Die ZSD-Kurven hängen für

rekristallisierte Ni-VK ohne Vorzugstextur mit  $d > 3 \mu\text{m}$  nicht signifikant von der Korngröße ab [23][29], während für Ni-VK mit  $d \leq 3 \mu\text{m}$  eine Zunahme der Sättigungsspannungsamplitude mit abnehmender Korngröße beobachtet wird (u.a. [24]). Für Ni-EK zeigt sich eine starke Abhängigkeit der ZSD-Kurven von der kristallographischen Orientierung der Lastachsen (s. z.B. [30]), wobei vor allem ein breites Plateau der Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}(\gamma_{\text{pa}})$  für mittelorientierte EK auffällt, das stark von der Temperatur abhängt [31].

Obwohl es in der Literatur einige Versuche zur Modellierung dieser Kennfunktionen bei zyklischer Verformung gibt, sind die Ergebnisse als noch unbefriedigender einzuschätzen als bei einsinniger Verformung. Eine sehr detaillierte Untersuchung von hochaufgelösten Hystereseschleifen an Ni-EK und -VK ( $d=40 \mu\text{m}$ ) ergab, dass in der Schleife bis zu 4 Verformungsstadien abzuheben sind, für die jeweils ganz unterschiedliche analytische Funktionen zur Beschreibung des experimentellen  $\sigma$ - $\epsilon$ -Zusammenhanges gelten [32]. Es ist deshalb auch nicht verwunderlich, dass erhebliche Abweichungen zwischen experimenteller und theoretisch vorhergesagter Hysterese auftreten, wenn wie beispielweise von Vinogradov et al. [33] ausgehend vom Taylor-Zusammenhang  $\tau = \alpha G b \rho^{1/2}$  nur eine kinetische Gleichung mit zwei anzupassenden Parametern in der schon erwähnten Form  $dp/d\gamma = 2/(bL_L) - 2\gamma\rho/b$  für Versetzungsgeneration und -annihilation für den Fit der Hysterese benutzt wird, wobei die beiden Parameter der Versetzungslaufweg  $L_L$  und der Annihilationsabstand  $\gamma$  sind. Daran ändert auch die Tatsache wenig, dass dieses Vorgehen vor allem für VK mit Korngrößen unter  $1 \mu\text{m}$  vorgeschlagen wird [34], in denen die im nächsten Abschnitt darzustellenden Effekte der Bildung räumlich heterogener ermüdungstypischer Versetzungsanordnungen unterdrückt sind. Ähnliche Probleme bei der Modellierung der Hysterese treten auch in weiteren Arbeiten auf, die von Ratengleichungen für die Änderung der Versetzungsdichte während zyklischer plastischer Verformung und einfachen konstitutiven Gleichungen für den Zusammenhang zwischen (sehr globalen) Strukturparametern und mechanischen Größen ausgehen, wie z.B. bei Estrin [35]. Relativ gute Ergebnisse für die quantitative Beschreibung der mechanisch stabilisierten Hystereseschleife von Ni-VK mit konventioneller Korngröße erzielten Schwab et al. [36], indem sie komplexe Prozesse des Ausbeulens von Versetzungen und der Wechselwirkung mobiler Versetzungen mit Versetzungsdipolen unter Berücksichtigung der von der Kornorientierung abhängigen ermüdungstypischen Versetzungsanordnung betrachteten. Allerdings versagt dieses Modell bei plastischen Dehnungen  $> 2 \times 10^{-3}$  und es setzt das Vorhandensein der ermüdungstypischen heterogenen Versetzungsanordnung voraus. Weitere Hystereseschleifen-Modelle, die das äußere mechanische Verhalten der Probe durch das Verhalten eines Verbunds von Strukturelementen auf unterschiedlichen Maßstabsniveaus beschreiben, werden unter 2.3 diskutiert.

Eine die Verfestigungskurve von Ni-Einkristallen gut anpassende Modellierung stammt von Kleinert und Holste [37]. Dabei wird von einem System kinetischer Gleichungen ausgegangen, die die Beiträge von insgesamt neun unterschiedlich spannungsabhängigen Mechanismen der Versetzungsbewegung, -erzeugung und -annihilation zur plastischen Verformung und zur Strukturbildung erfassen. Allerdings kann auch hiermit weder eine gute Voraussage für die Verfestigungskurve bei hohen Verformungsamplituden noch eine Beschreibung für die Entwicklung der orientierungsabhängigen ermüdungstypischen Versetzungsanordnung geliefert werden.

Es bleibt festzustellen, dass auch der Einsatz moderner mathematischer Methoden zur Beschreibung der mechanischen Kennfunktionen, wie z.B. die Beschreibung der Plastizität durch Gradienten höherer Ordnung sowie durch eine diskrete Versetzungsdynamik unter Einschluss von Größeneffekten [38], die Nutzung von Systemen partieller Differentialgleichungen in der Kontinuums/Feld-Theorie [39] oder die Anwendung der Methode der finiten Elemente auf der Basis von einfachen versetzungsbasierten konstitutiven Modellen [40] bisher nicht zu einem allgemein anerkannten Durchbruch geführt hat und vor allem kein geschlossenes theoretisches Gebäude über die Herausbildung und Entwicklung von Mikrostruktur (und Gefüge) bei Ermüdung existiert. Die vorliegende experimentell orientierte Arbeit wird sich daher darauf beschränken, bei zyklischer plastischer Verformung von Ni-EK und von Ni-VK mit einem breiten Korngrößenspektrum Beiträge zur Aufklärung der Verformungsprozesse in einem mechanisch stabilisierten Verformungszyklus zu leisten, in dem keine Prozesse allgemeiner Strukturentwicklung mehr stattfinden. Dabei sollen vor allem die räumlichen Heterogenität der Versetzungsanordnung und das Auftreten von weitreichenden Eigenspannungen als Folge heterogener plastischer Verformung im Mittelpunkt stehen, was in den folgenden Abschnitten erörtert wird.

## 2.2 Heterogene Anordnungen verformungsinduzierter Gitterdefekte

Sowohl bei einsinniger als auch insbesondere nach Erreichen des mechanisch stabilisierten Zustands bei zyklischer plastischer Verformung werden in Ni-EK und Ni-VK -so wie in allen kfz Metallen - räumlich heterogene Anordnungen verformungsinduzierter Gitterdefekte beobachtet. Das betrifft z.B. Punktdefekte, wie aus Messungen des spezifischen elektrischen Überschusswiderstands geschlussfolgert werden konnte [41]. Im Weiteren wird jedoch ausschließlich auf die heterogenen Anordnungen von Versetzungen eingegangen, die mit der experimentellen Methode der Messung und Analyse von Bragg-Beugungsprofilen quantitativ charakterisiert werden können.

Es zeigt sich, dass man eine Heterogenität der Versetzungsanordnung auf ganz unterschiedlichen Maßstabsskalen findet, wobei Effekte, die durch die Kleinheit der Untersuchungsproben bedingt sind (s. z.B. [42]), ausdrücklich ausgeschlossen werden. Die folgende Abbildung zeigt auf vier Maßstabsniveaus typische Beispiele für Versetzungsanordnungen nach zyklischer Verformung. Die in mittellorientierten EK auftretenden sog. Persistenten Gleitbänder (PGB), die mit in einer leiterprossenähnlichen Anordnung von versetzungsdichten Wänden in einer versetzungsarmen Umgebung verknüpft sind, lassen sich mit der sie umgebenden sog. Matrix- oder Bündelstruktur als eine makroskopisch heterogene Struktur auffassen, da sich die Ausdehnung der PGB über den gesamten Probenquerschnitt erstreckt (Bild 2.3 a).

Auf einem durch die mittlere Abmessung  $d$  der Kristallite gegebenen Maßstabsniveau lässt sich ebenfalls eine Heterogenität der Versetzungsanordnung von Kristallit zu Kristallit feststellen. In Bild 2.3 b) befindet sich im mittleren hellen Korn eine PGB-Matrix-Struktur, während im darüber liegenden Kristalliten eine reine Versetzungs-Bündel-Struktur auftritt. Für eine gegebene Verformungsamplitude  $\epsilon_{pa} = \text{konst.}$  hängt der vorherrschende Strukturtyp in einem Kristalliten hauptsächlich von seiner axialen Orientierung ab [23]. So herrscht in mittellorientierten Kristalliten Bündel- bzw. PGB-Matrix-Struktur, in [111]-orientierten Kristalliten eine fragmentierte Wand-Struktur, in [001]-orientierten Kristalliten Labyrinth-

Struktur und bei [011]-Orientierung des Korns eine Flecken-Struktur vor. Die Vielfalt der möglichen Strukturtypen wird allerdings eingeschränkt, wenn der Korndurchmesser  $d \leq 3 \mu\text{m}$  ist (Bild 2.3c), wobei die Ausrichtung der versetzungsdichten Bündel oder Wände wiederum von der Kornorientierung abhängt.

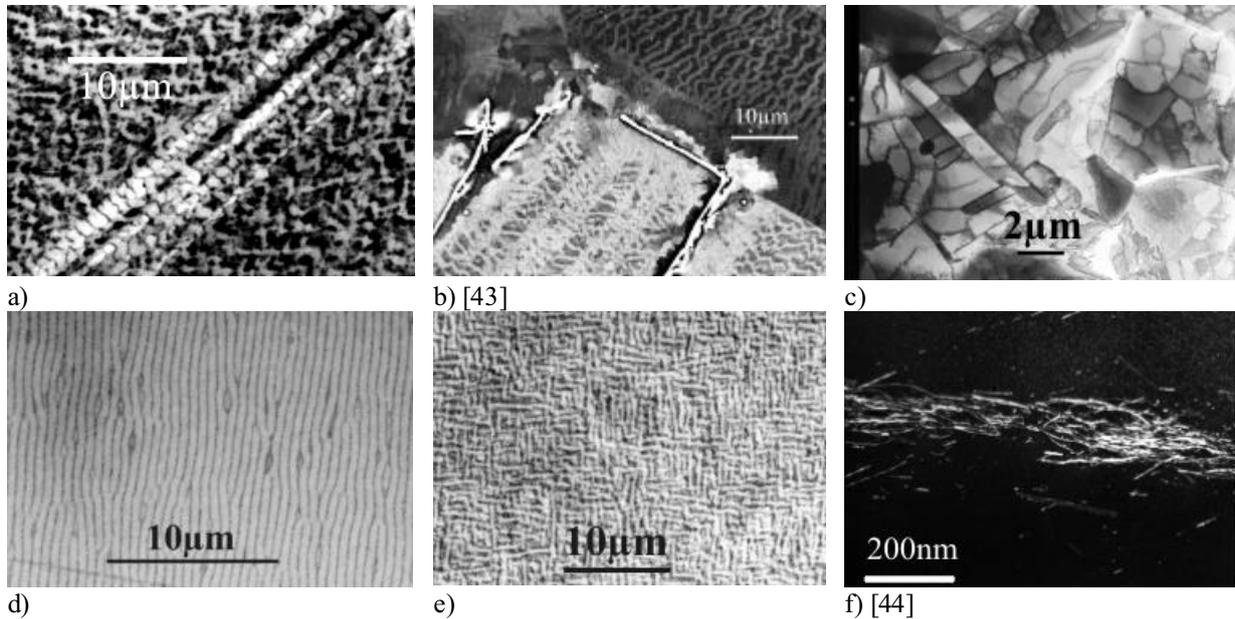


Bild 2.3: Heterogene Versetzungsanordnungen: a) PGB-Matrix-Struktur in mittelorientiertem Ni-EK,  $\epsilon_{pa} = 1,5 \times 10^{-4}$ , b) Versetzungsstrukturen in Kristalliten unterschiedlicher Orientierung eines grobkristallinen Ni-VK,  $\epsilon_{pa} = 1 \times 10^{-3}$ , c) Versetzungsstrukturen in Kristalliten unterschiedlicher Orientierung eines Ni-VK mit  $d = 3 \mu\text{m}$ ,  $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  (TEM-Hellfeld-Aufnahme), d) fragmentierte Versetzungswand-Struktur in [111]-orientiertem Ni-EK,  $\epsilon_{pa} = 1 \times 10^{-3}$ , e) Labyrinthstruktur in [001]-orientiertem Ni-EK, ermüdet bei 77K mit  $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ , f) Anordnung von Stufenversetzungen und Stufenversetzungsdipolen in mittelorientiertem Ni-EK,  $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  (TEM-weak-beam-Aufnahme). Die Bilder a), b), d) und e) sind REM-Aufnahmen im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen (invertiert).

In Ni-VK mit Korndurchmessern deutlich kleiner als  $1 \mu\text{m}$  werden keine der genannten ermüdungstypischen Versetzungsstrukturtypen mehr registriert. Die heterogene Defektanordnung von Korn zu Korn äußert sich dann vor allem im Auftreten von nahezu defektfreien Körnern und solchen, die sehr hohe Defektdichten aufweisen [45]. Einzelheiten dazu werden in Kapitel 5.3 diskutiert. Zur Kennzeichnung der mittleren Korngröße  $d$  werden im Weiteren die Kürzel sc (single-crystalline), cc (coarse-crystalline), fc (fine-crystalline), mc (micro-crystalline), smc (submicro-crystalline) und nc (nano-crystalline) nach Bild 2.4 verwendet.

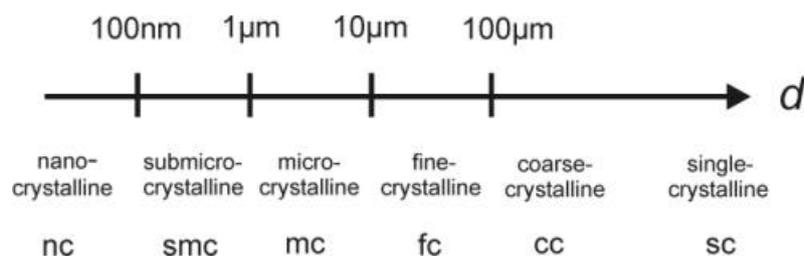


Bild 2.4: Zur Bezeichnung der Gefüge nach dem mittleren Korndurchmesser  $d$ .

In den angeführten Versetzungsstrukturtypen selbst kann wiederum die Heterogenität der Versetzungsanordnung auf einem sogenannten mesoskopischen Niveau betrachtet werden, wobei die Struktur- bzw. Periodizitätslänge jetzt durch die abwechselnde Anordnung von versetzungsreichen (dislocation dense region: DR) und versetzungsarmen (dislocation poor region: PR) Gebieten bestimmt wird. Die Größenordnung für die Ausdehnung eines mesoskopischen Strukturelements, d.h. eines DR bzw. PR, in Richtung des primären Burgersvektors liegt bei etwa  $1\mu\text{m}$ . Die genauen Strukturabmessungen hängen vor allem von den Verformungsparametern plastische Dehnung (im Zugversuch) bzw. Dehnungsamplitude und Verformungstemperatur sowie von der kristallographischen Orientierung ab. Zwei exemplarische Beispiele zeigt Bild 2.3 für einen bei Raumtemperatur ermüdeten  $[111]$ -orientierten Ni-EK mit stark kondensierten versetzungsreichen Wänden (d) und einen bei 77K ermüdeten  $[001]$ -orientierten Ni-EK mit Labyrinth-Struktur (e), in der PR und DR etwa gleiche mesoskopische Abmessungen haben.

Untersucht man die Anordnung der Versetzungen innerhalb eines PR bzw. DR, so kann man eine Heterogenität auf einem mikroskopischen Maßstabniveau feststellen, wobei die Strukturgröße hier dem mittleren Versetzungsabstand (etwa zwischen 10 bis 500nm) entspricht. Wie ausführliche TEM-weak-beam-Untersuchungen zeigen, können solchen Strukturelementen vor allem einzelne primäre Schrauben- und Stufenversetzungen, Stufenversetzungsdipole unterschiedlicher Länge und Höhe und sog. faulted dipols, bestehend aus je zwei Partialversetzungen vom Shockley- und Lomer-Cottrell-Typ sowie drei Stapelfehlern, zugeordnet werden [44].

Einem Vorschlag von Schmidt [4] folgend, wird in der (vielkristallinen) Untersuchungsprobe deshalb eine der Heterogenität der Versetzungsanordnung entsprechende, in sich geschachtelte Einteilung des Probenvolumens in ein makroskopisches, kristallines, mesoskopisches und mikroskopisches Strukturniveau mit den zugehörigen Strukturelementen  $V_T$  (makroskopisches Strukturelement),  $V_{Tv}$  (kristallines Strukturelement),  $V_{Tv\omega}$  (mesoskopisches Strukturelement) und  $V_{Tv\omega\lambda}$  (mikroskopisches Strukturelement) vorgenommen, die in Bild 2.5 dargestellt ist. Strukturelemente übergeordneter Niveaus lassen sich vollständig ausfüllen durch Elemente untergeordneter Niveaus.

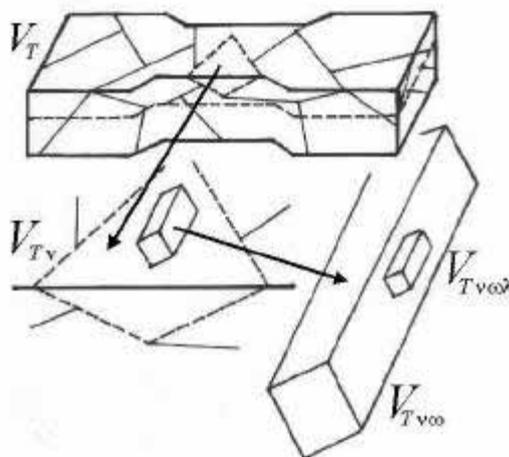


Bild 2.5: Einteilung des Probenvolumens in Strukturelemente in sich geschachtelter Strukturniveaus (nach [4]).

Eine komplexe Modellierung der Entstehung heterogener Versetzungsanordnungen auf den angeführten Strukturniveaus vor allem bei zyklischer plastischer Verformung gehört zu

den großen, noch ungelösten Aufgaben beim Verständnis der Metallplastizität. Zur Klassifizierung des prinzipiellen Vorgehens in den bisher vorliegenden Arbeiten schlägt Nabarro [46] vor, energetische, kinematische und mechanistische Modelle voneinander zu unterscheiden. So konnte z.B. durch Kwon et al. [47] mit Hilfe der Eigendehnungsmethode die elastische Energie einer periodischen Anordnung von Stufenversetzungsdipolen für PGB- und Matrix-Versetzungsstruktur berechnet werden. Daraus lassen sich die Bedingungen ableiten, unter denen die Bildung der PGB-Struktur mit ganz definierten geometrischen Eigenschaften energetisch gegenüber der Matrix-Struktur bevorzugt ist. Offen bleibt hier z.B. in jedem Fall die Frage nach den konkreten Versetzungsmechanismen, die zur Umwandlung der Strukturen führen. Ein einfaches kinematisches Modell wurde z.B. von Burmeister und Hermann [48] entwickelt, das die Wechselwirkung zwischen Stufenversetzungsdipolen in nichtlinearen Integro-Differentialgleichungen erfasst, woraus die Entwicklung der Versetzungsdichte in Abhängigkeit von einer Koordinate und der Zeit berechnet werden kann. Aus der anschließenden Stabilitätsanalyse wurde abgeleitet, dass es zur Herausbildung von Gebieten hoher Versetzungsdichte in versetzungsarmer Umgebung kommt, wobei die ermittelte Periodizitätslänge bei etwa  $1\mu\text{m}$  liegt, was den experimentell beobachteten Mustern vom Grundsatz her entspricht. Ein ähnliches Vorgehen findet sich in den Arbeiten von Walgreaf und Aifantis [49], die nichtlineare partielle Differentialgleichungen vom Diffusions-Reaktions-Typ für die Entwicklung der Dichte mobiler und immobilisierter Versetzungen bis zum 3-dimensionalen Fall aufstellten. Auch hier liefert eine Stabilitätsanalyse Aussagen über die Periodizitätslängen der sich entwickelnden heterogenen Versetzungsanordnung, die mit den experimentellen Ergebnissen qualitativ übereinstimmen. Einschränkend muss hier vermerkt werden, dass keine konkreten Mechanismen für den Diffusionsterm benannt werden, der Einfluss von Verformungstemperatur und -geschwindigkeit nicht berücksichtigt sowie die Abhängigkeit der Versetzungsmuster von der kristallographischen Orientierung nicht im Modell enthalten ist. Zu den mehr mechanistischen Modellen gehören z. B. die Arbeiten von Kratochvil und Kubin (u.a. [50]), in denen das Mitreißen (sweeping) von kleinen Dipolschleifen durch gleitende Versetzungen hauptverantwortlich für die Versetzungsmusterbildung bei zyklischer Verformung gemacht wird. Die sehr aufwändigen Rechnungen beschreiben dabei vorrangig die Plastizierungsvorgänge in der PGB-Struktur und können nicht ohne weiteres zur Erklärung für die Vielfalt der Versetzungsmuster herangezogen werden.

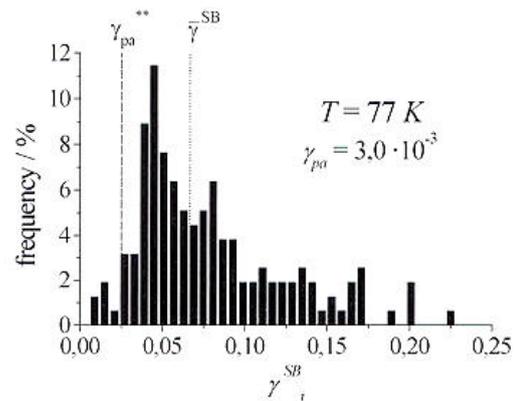
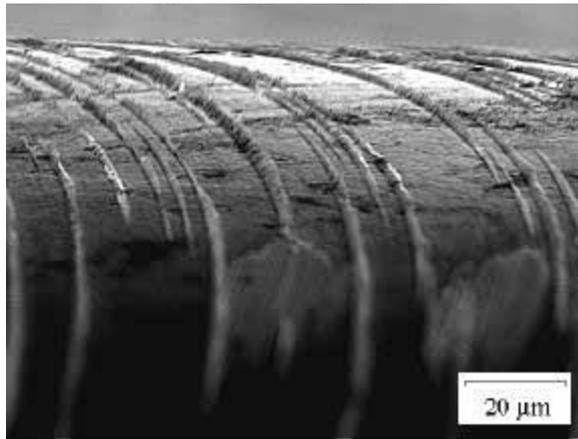
Wie bereits in Abschnitt 2.1 festgestellt wurde, soll und kann das Grundanliegen der vorliegenden Arbeit angesichts der Schwierigkeiten bei der theoretischen Beschreibung der Herausbildung und Entwicklung der Versetzungsmuster nur darin bestehen, die auftretenden heterogenen Versetzungsanordnungen bei der Interpretation der Bragg-Beugungsprofile in angemessener Weise zu berücksichtigen und zur Aufklärung der Plastizierungsvorgänge in diesen mehr oder weniger stabilisierten Strukturen beizutragen.

### **2.3 Heterogenität der plastischen Verformung und weitreichende Eigenspannungen**

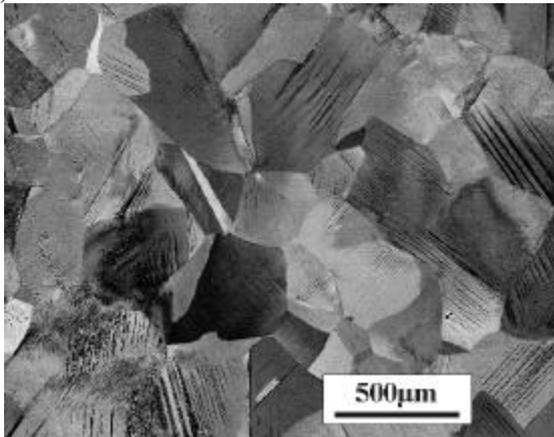
Obwohl die im vorigen Abschnitt im Überblick dargestellten, experimentell fundierten Erkenntnisse über die Heterogenität der Versetzungsanordnung auf unterschiedlichen Maßstabsskalen allgemein bekannt und akzeptiert sind, gibt es hinsichtlich der Frage, ob in ein-

phasigen Metallen die plastische Verformung auf den unterschiedlichen Strukturniveaus homogen oder heterogen verläuft, keine Einigkeit. Das liegt zum einen daran, dass in vielen Fällen, z.B. bei der einsinnigen Verformung, die äußere mechanische Spannung so mit der mittleren Versetzungsdichte korreliert, wie es nach dem Taylor-Modell für eine verschmierte Versetzungsanordnung erwartet werden kann und damit keine Notwendigkeit der Betrachtung heterogen verlaufender Verformungsprozesse zu bestehen scheint. Energetische Betrachtungen führen zu der Annahme, dass die bei zyklischer plastischer Verformung beobachteten Versetzungsstrukturen sog. Low Energy Dislocation Structures (LEDS) sind (u.a. [51][52]), in denen die Versetzungen in den DR ein Taylorgitter bilden und die plastische Verformung trotz heterogener Versetzungsanordnung homogen verlaufen sollte, wobei allerdings in PR und DR ganz unterschiedliche Mechanismen der Versetzungsbewegung ablaufen müssten. Das könnten beispielsweise weitreichende Bewegungen von Stufen- und Schraubenversetzungen in den PR sein, die nicht mit einer Polarisierung der Versetzungen am Rand der DR und damit mit einem mesoskopisch weitreichenden Verzerrungsfeld verbunden sind, oder ein Flippen der Dipole in den DR in einem Lastzyklus. Bei diesen Vorstellungen bleiben jedoch viele experimentelle Nachweise zur Heterogenität der Verformung außer Acht und auch wegen der stets lokal erfolgenden Materialschädigung bei einsinniger und zyklischer Verformung muss gefragt werden, ob in der Berücksichtigung der Inhomogenität des Verformungsgeschehens nicht ein zentraler Aspekt in den Konzepten der plastischen Verformung einphasiger Metalle bestehen sollte. Dabei wäre unbedingt zu klären, inwieweit die inhomogene plastische Verformung auch mit der Entstehung weitreichender innerer Spannungen verbunden ist, die zu einer Abweichung der lokalen von der außen messbaren makroskopischen Spannung führen.

Im Folgenden sind einige experimentelle Belege für die Inhomogenität der plastischen Verformung zusammengestellt. Auf makroskopischem Niveau stellen die PGB in EK eine extreme Form der Verformungslokalisation dar. Die starke Abgleitung in den PGB ist mit der Herausbildung eines Oberflächenreliefs von Extrusionen und Intrusionen verbunden (Bild 2.6 a). Aus Untersuchungen mit dem Atom-Kraft-Mikroskop (AFM) lassen sich aus der Höhe der Gleitstufen, die in einem Halbzyklus auf der Probenoberfläche entstehen, sogar quantitative Aussagen über die Abgleitung in den gleitaktiven Zonen ableiten. Eine Häufigkeitsverteilung dieser Abgleitungen zeigt Bild 2.6 b) für einen bei 77K verformten Ni-EK nach Hollmann [53]. Die mittlere Abgleitung in den Gleitzonen ist etwa 20 mal größer als die äußere Abgleitamplitude. Ähnliche Verhältnisse findet man auch nach zyklischer Verformung bei Raumtemperatur. Auf kristallinem Strukturniveau zeigt sich die Inhomogenität der plastischen Verformung in einer sehr heterogenen Bedeckung der Oberflächenkristallite mit Gleitspuren (Bild 2.6 c, [54]). Es wurde festgestellt, dass vor allem in Kristalliten, bei denen die Lastachse in der Mitte des stereographischen Orientierungsdreiecks liegt, Gleitspuren erscheinen, wogegen bei Kristalliten mit Orientierungen nahe an der [111]- und [001]-Richtung häufig keine Gleitspuren des primären Gleitsystems auftreten. Das deutet darauf hin, dass ein enger Zusammenhang zwischen der kristallographischen Orientierung und der Höhe der Abgleitung im Kristalliten besteht. Darüber hinaus ergaben neueste AFM-Messungen an Ni-VK, dass PGB auch in Kristalliten gebildet werden und ähnlich wie in EK ein weites Abgleitspektrum aufweisen [56].

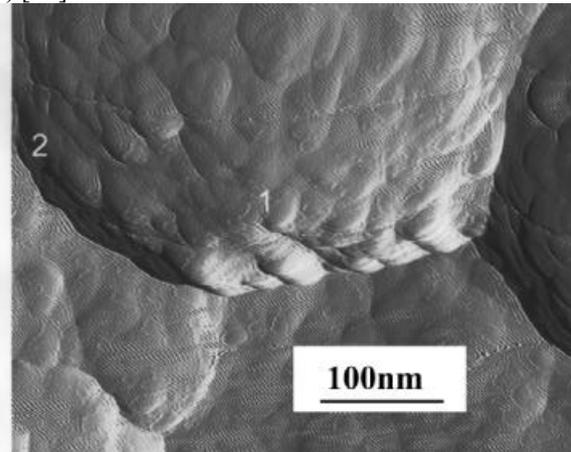


a)



c) [54]

b) [53]



d) [55]

Bild 2.6: Nachweis der Inhomogenität der plastischen Verformung durch Untersuchungen der Gleitaktivität auf der Probenoberfläche. a) Extrusionen auf einem ermüdeten Ni-EK ( $\epsilon_{pa} = 1 \times 10^{-3}$ ), b) Häufigkeitsverteilung der Ableitung von Gleitbändern in einem halben Lastzyklus an einem bei 77K ermüdeten mittellorientiertem EK ( $\gamma_{pa} = 3 \times 10^{-3}$ ), Hollmann [53], c) Gleitspuren in Kristalliten ( $d = 250 \mu\text{m}$ ) eines ermüdeten Ni-VK ( $\epsilon_{pa} = 1 \times 10^{-3}$ ), Tirschler et al. [54], d) Gleitspuren auf der Oberfläche eines smc Cu-VK, AFM-Untersuchungen von Vinogradov [55].

Das Bild 2.6 d) zeigt als Beispiel auf der Oberfläche eines smc Cu-VK Gleitspuren, die mit lokaler Versetzungsaktivität in der Nähe der Korngrenzen, aber auch mit einem von Korn zu Korn unterschiedlichem Korngrenzgleiten in Verbindung gebracht werden können [55].

Der Nachweis der Verformungsinhomogenität auf einem mesoskopischem Niveau ist nicht ohne weiteres aus Oberflächengleitspuren möglich. Anzeichen für eine mesoskopisch inhomogene Verformung lieferten beispielsweise *in-situ* Beobachtungen der Versetzungsbewegung in einer TEM-Folie eines ermüdeten Ni-EK, die eine kollektive Bewegung von Einzelversetzungen in den PR zeigten [57]. Die meisten Hinweise auf eine mesoskopisch heterogene plastische Verformung sind allerdings mehr indirekter Natur, da sie auf der Wirkung von weitreichenden inneren Spannungen beruhen, die Folge heterogener plastischer Verformung sein können.

Einen quantitativen Zusammenhang zwischen solchen weitreichenden Spannungen und einer Abgleitdifferenz liefert z.B. die folgende Beziehung nach Arbeiten von Kröner [58] und Eshelby [59] im Rahmen der elastisch isotropen linearen Elastizitätstheorie mit

$$\sigma_{ij} = \Sigma_{ij} + 2\Gamma G(E_{ij}^p - \varepsilon_{ij}^p) . \quad (2.3)$$

In dieser Formel steht  $\sigma_{ij}$  für die lokale Spannung in einem Einschluss,  $\Sigma_{ij}$  ist die äußere Spannung,  $E_{ij}^p$  die mittlere plastische Verformung des gesamten Volumens und  $\varepsilon_{ij}^p$  die plastische Verformung im Einschluss. Der Term  $2\Gamma G(E_{ij}^p - \varepsilon_{ij}^p)$  beschreibt die Eigenspannung im Einschluss. Der Faktor  $\Gamma$  hängt von der Form des Einschlusses ab. Er beträgt 1 für den Fall der mechanischen Parallelschaltung der Volumina und  $\approx 0,5$  für einen kugelförmigen Einschluss bei einer Poissonzahl des Materials von  $1/3$ . In einer Reihenschaltung ist  $\Gamma=0$ . Wenn man also in einer Probe experimentelle Beweise für weitreichende Eigenspannungen ( $\Sigma_{ij}=0$ ) auf einem Strukturniveau findet, so kann umgekehrt auf eine heterogene plastische Verformung der zugehörigen Strukturelemente geschlossen werden.

Eine Möglichkeit der quantitativen Bestimmung lokaler Spannungen besteht in der Messung der Krümmung von Versetzungen, da es seit langem etablierte und ständig weiterentwickelte Modelle für den Zusammenhang zwischen der wirkenden Spannung, der Linien- spannung der Versetzung und der Versetzungs-krümmung gibt (u.a. [60][61]). Neben den schon erwähnten experimentellen Arbeiten von Mecke und Messerschmidt [57] an Ni gibt es solche Messungen an zyklisch verformtem Cu mit PGB-Struktur ([62][63]), die sich so deuten lassen, dass in den versetzungsarmen PGB-Kanälen weitreichende innere Spannungen auftreten, die der äußeren Spannung entgegen wirken.

Eine zweite Möglichkeit des Nachweises weitreichender innerer Spannungen an ferromagnetischem Ni besteht in der Untersuchung des Verhaltens magnetischer Kenngrößen, die auf der Spannungsanisotropie des Materials beruhen. So konnte von Buque et al. [64] aus der Analyse des Barkhausenrauschens an zyklisch verformten Ni-EK mit PGB-Struktur auf die Existenz makroskopischer Druck-Eigenspannungen in den PGB sowie auf sich im Halbzyklus ändernde mesoskopische Eigenspannungen geschlossen werden. Im Konzept von sich im Verformungszyklus in typischer Weise ändernden Eigenspannungen mit mesoskopischer Reichweite lassen sich auch die von Schumann ([65][66]) stammenden Ergebnisse der Messung von Koerzitivfeldstärke  $H_C$  und Anfangssuszeptibilität  $\chi_a$  an Ni-EK und -VK im mechanisch stabilisierten Zustand interpretieren, die in Bild 2.7 b-d dargestellt sind.

Das Maximum der magnetischen Kenngrößen nach Entlasten von der Spitze der mechanischen Hysterese kann interpretiert werden als Maximum eines mittleren Quadrats mesoskopischer Eigenspannungen, das den Eigenspannungen der mesoskopischen Strukturelemente zugeordnet wird. Abhängig von der Verformungsamplitude wird im Verlauf eines Halbzyklus ein Eigenspannungsminimum bei plastischen Dehnungen zwischen  $\varepsilon_{pa}/2$  und 0 erreicht. Es bestehen allerdings wie immer bei magnetischen Messmethoden erhebliche Probleme, die Größe der Eigenspannungen auch quantitativ zu bestimmen.

Ein ganz analoges Verhalten zu den magnetischen Kenngrößen zeigt auch die Integralbreite  $\beta$  von Bragg-Beugungsprofilen im Lastzyklus. Erste Ergebnisse solcher röntgenographischen Untersuchungen von Weile und Schmidt [67] zeigt Bild 2.7 e) für einen ermüdeten, mechanisch stabilisierten fc Ni-VK. Ursprünglich wurde die „Schmetterlingsform“ des Verhaltens von  $\beta(\varepsilon_p)$  mit der Änderung der Versetzungsdichte im Lastzyklus in Verbindung gebracht, die dann in zyklisch verformten Ni-VK Minima innerhalb und Maxima an den Spitzen der mechanisch stabilisierten Hysterese annehmen müsste. Diese

Interpretation lässt sich jedoch nicht mit Messungen des spezifischen Überschusswiderstands  $\Delta\rho$  in Übereinstimmung bringen, der nicht auf die weitreichenden Verzerrungsfelder der Versetzungen sondern vorrangig auf die Gitterstörung im Versetzungskern reagiert. Es zeigt sich, dass in ermüdeten Ni-VK  $\Delta\rho$  und damit die Versetzungsdichte an den Punkten minimaler magnetischer Größen und minimaler Röntgen-Integralbreite gerade maximal ist (Bild 2.7 f [68]) und in ermüdeten Ni-EK sich die Versetzungsdichte im stabilisierten Zyklus nicht wesentlich ändert (Bild 2.7 g [69]). Bei dieser Interpretation des Zyklusverhaltens von  $\Delta\rho$  nutzt man die Erkenntnis, dass die Neigung der  $\Delta\rho(\epsilon_p)$ -Kurven zwischen Druck- und Zug-eckpunkt magnetostriktiven Effekten in Ni zugeordnet werden kann [69]. Ein wichtiges Anliegen der vorliegenden Arbeit besteht darin, die von Weile und Schmidt [67] gemessene Abhängigkeit  $\beta(\epsilon_p)$  auf Spektren weitreichender Eigenspannungen zurückzuführen und diese dann auch quantitativ zu berechnen.

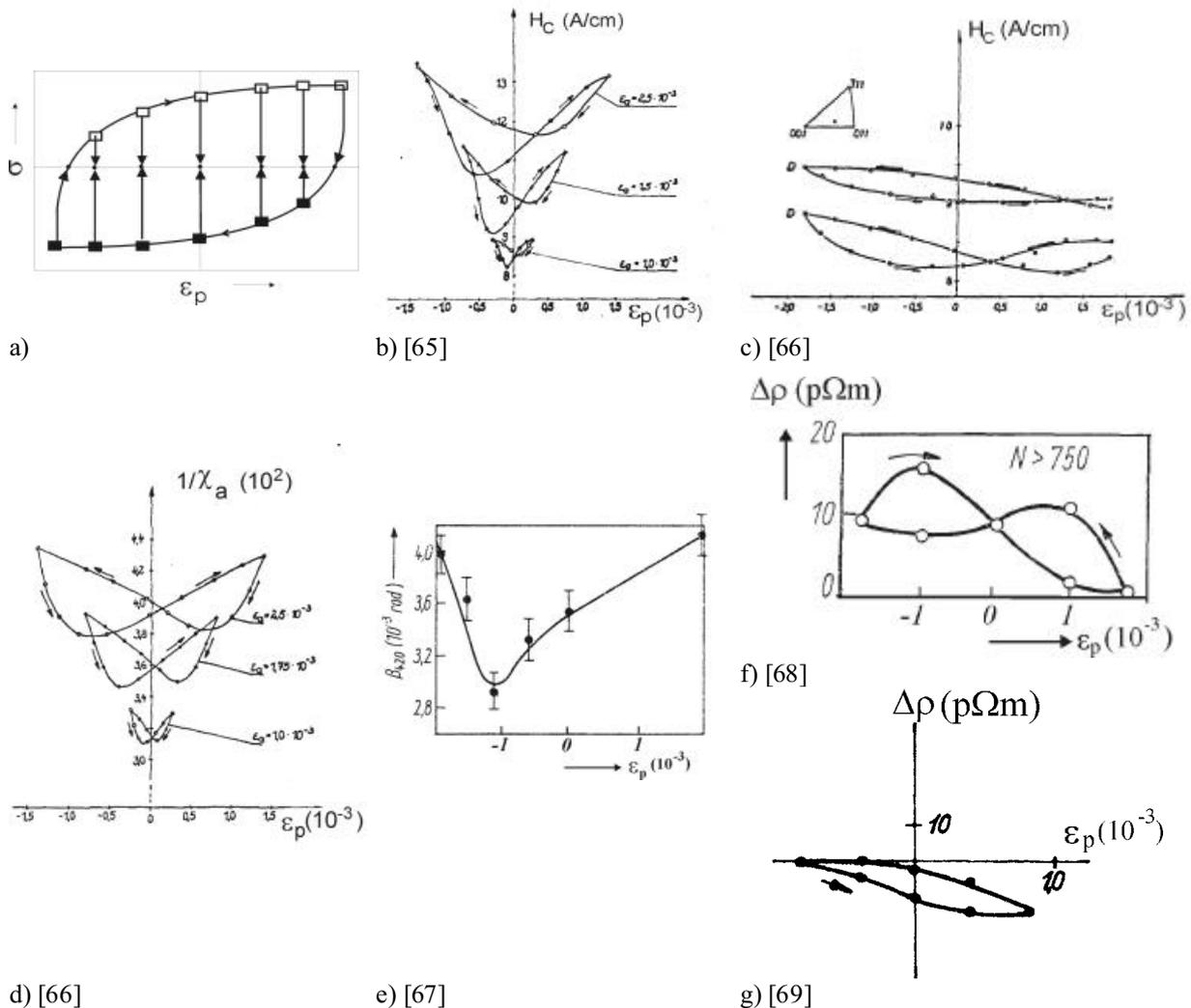


Bild 2.7: Experimentelle Belege für die Änderung weitreichender innerer Spannungen (b-e) und der Versetzungsdichte (f, g) im Lastzyklus nach Entlasten. a) Schematische Darstellung des Entlastungsvorgangs, b) Koerzitivfeldstärke  $H_C(\epsilon_p)$  bei 77K für fc Ni-VK nach Ermüdung mit verschiedenen Dehnungsamplituden  $\epsilon_a$ , c) Koerzitivfeldstärke  $H_C(\epsilon_p)$  bei Raumtemperatur (obere Kurve) und 77K für mittelorientierte Ni-EK, d) Kehrwert  $1/\chi_a(\epsilon_p)$  der Anfangsuszeptibilität bei Raumtemperatur für fc Ni-VK nach Ermüdung mit verschiedenen Dehnungsamplituden  $\epsilon_a$ , e) Integralbreite  $\beta_{420}(\epsilon_p)$  von 420-Bragg-Beugungsprofilen für fc Ni-VK, f) spezifischer Überschusswiderstand  $\Delta\rho(\epsilon_p)$  für fc Ni-VK, g) spezifischer Überschusswiderstand  $\Delta\rho(\epsilon_p)$  für mittelorientierte Ni-EK mit PGB-Struktur.

Die bisher wohl wichtigsten experimentellen Belege für das Vorhandensein von Eigenspannungen mit mesoskopischer Reichweite lieferten Messungen der Asymmetrie von hochaufgelöst gemessenen Bragg-Beugungsprofilen. In einem relativ einfachen Modell von Ungár et al. [70] werden PR und DR als unabhängig voneinander kohärent streuende Bereiche aufgefasst, wobei sich die daraus resultierenden Teilprofile wegen der sehr unterschiedlichen Versetzungsdichte und -Anordnung in Breite und Form deutlich voneinander unterscheiden. Bestehen in PR und DR unterschiedliche mittlere Dehnungen in Richtung des bei der Bragg-Beugungsprofilmessung verwendeten Beugungsvektors, so sind die Teilprofile gegeneinander verschoben, was zu einer messrichtungsabhängigen Asymmetrie des sich aus den Teilprofilen additiv zusammensetzenden Gesamtmessprofils führt. Asymmetrische Beugungsprofile wurden zunächst an einsinnig verformten Cu-EK ([70][71]) und später auch an Einzelkristalliten von zyklisch verformten cc Cu-VK in einem Verformungszyklus [72] gemessen und quantitativ mit weitreichenden Eigenspannungen korreliert. Man erhält in jedem Fall, dass die weitreichenden Eigenspannungen in den PR der betrachteten Zell-Strukturen der äußeren Spannung entgegengesetzt gerichtet sind und -unter Beachtung der Mischungsregel für Eigenspannungen entsprechend den Volumenanteilen von PR und DR- in den DR die äußere Spannung unterstützen. Mit Gleichung (2.3) folgt daraus, dass die plastische Verformung in den PR der untersuchten Versetzungsstrukturtypen immer größer als die in den DR sein muss.

In den in der Literatur vorrangig diskutierten Modellen, die zumindest prinzipiell von einer heterogenen plastischen Verformung bei einsinniger und zyklischer Plastizität ausgehen, werden allerdings die oben genannten experimentellen Ergebnisse über weitreichende Eigenspannungen ganz unterschiedlich benutzt und bewertet.

Die meisten dieser Modelle beschäftigen sich mit dem Verformungsverhalten der PGB-Struktur, die auf Grund der hohen Verformungslokalisierung rissauslösend wirkt und damit unter Anwendungsaspekten von besonderem Interesse ist. Vorwiegend werden dabei die Plastizierungsvorgänge auf einem mesoskopischem Niveau beschrieben. Im Folgenden sollen wichtige Aussagen dieser Modelle im Hinblick auf ihre Konsequenzen für weitreichende Eigenspannungen dargelegt werden, damit im Umkehrschluss aus deren experimentellem Nachweis und quantitativer Bestimmung Schlussfolgerungen über die Verformungsmechanismen getroffen werden können.

In einer ersten Gruppe von Modellen geht man im einfachsten Fall davon aus, dass PR und DR sich elastisch gleich verformen, ihre (ideale) plastische Verformung jedoch bei unterschiedlichen Fließspannungen  $\hat{\sigma}_1 < \hat{\sigma}_2$  einsetzt. Nimmt man an, dass PR und DR mechanisch parallel geschaltet sind, so ergibt sich die in Bild 2.8 a) schematisch dargestellte Verformungskurve, die bei Gültigkeit des Masing-Verhaltens leicht zu einer mechanischen Hystereseschleife vervollständigt werden kann. Die außen messbare Spannung  $\hat{\sigma}$  ergibt sich mit den Volumenanteilen  $f_1$  und  $f_2$  der PR und DR zu  $\hat{\sigma} = f_1 \hat{\sigma}_1 + f_2 \hat{\sigma}_2$ . Dieses Modell geht vor allem auf Mughrabi (u.a. [73][74]) zurück und wird als 2-Komponentenmodell (composite model) bezeichnet. Bei Entlastung des Verbundes nach Zugverformung treten dann bezogen auf die Richtung der Lastachse in den PR Druckeigenspannungen  $\sigma_1^E < 0$  und in den DR Zugeigenspannungen  $\sigma_2^E > 0$  auf. In einer versetzungsphysikalisch orientierten Betrachtung führt die höhere plastische Verformung in den PR zu einer Ablagerung von sog. Interface- oder geometrisch notwendigen Stufenversetzungen, die an den Grenzflächen

zwischen PR und DR jeweils ein abwechselndes Vorzeichen besitzen. Verformen sich alle PR und DR jeweils gleich, so ergibt sich eine periodische Anordnung nach Bild 2.8 b), wobei die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen von der Abgleitdifferenz zwischen PR und DR abhängt. Solche Anordnungen von polarisierten Stufenversetzungen wurden im Detail für Einfach- und für Mehrfachgleitung bereits in [74], und in [75] auch für den Fall von Fließspannungsgradienten in PR und DR diskutiert. Ihre Auswirkungen hinsichtlich der Ausbildung von Missorientierungen, auf die lokalen Fließspannungen selbst sowie deren Erreichbarkeit unter dem Einfluss der weitreichenden inneren Spannungen sind noch heute Gegenstand zahlreicher Untersuchungen ([76] - [78]).

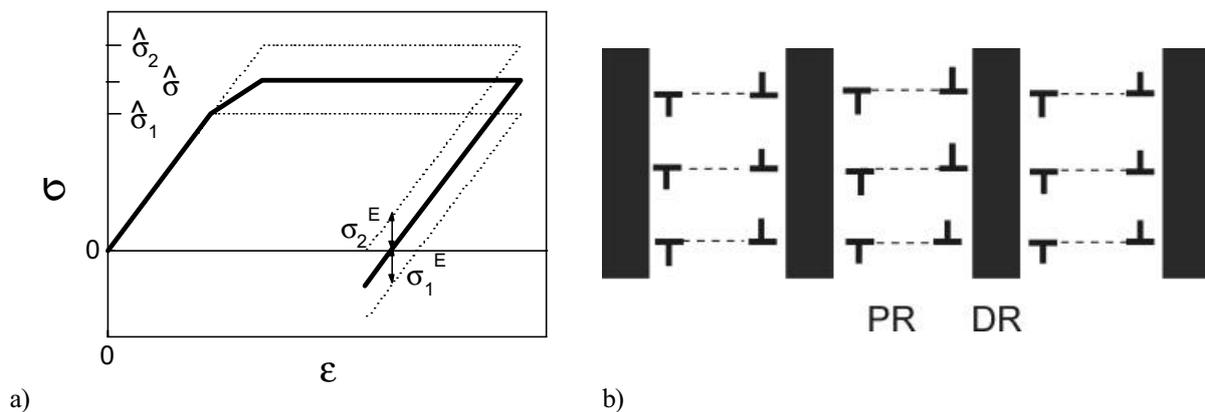


Bild 2.8: 2-Komponenten-Modell. a) Elastisch-ideal plastisches Verformungsverhalten parallelgeschalteter PR und DR gleichen Volumenanteils mit den Fließspannungen  $\hat{\sigma}_1$  und  $\hat{\sigma}_2$  und Eigenspannungen  $\sigma_1^E$  und  $\sigma_2^E$  nach Entlastung (fett: äußere Verformungskurve), b) schematische Darstellung der Anordnung von Interface- bzw. geometrisch notwendigen Versetzungen auf der primären Gleitebene.

Wie leicht einzusehen ist, muss sich in einer stabilisierten Struktur das Vorzeichen der Interface-Versetzungen an einer PR/DR-Grenzfläche vom Zug- zum Druckeckpunkt des Lastzyklus gerade umkehren. Wegen des Tensorcharakters des mit den Interface-Versetzungen verbundenen Verzerrungsfeldes sollte es auch eine eindeutige Richtungsabhängigkeit der mittleren Verzerrungen von PR und DR geben. In der Arbeit von Ungár, Mughrabi, Rönnpágel und Wilkens [70] werden aus der röntgendiffraktometrisch gemessenen Richtungsabhängigkeit der Asymmetrie von Bragg-Beugungsprofilen die mesoskopischen Eigenspannungen für die Versetzungszellstruktur in zugverformten [001]-orientierten Cu-EK erstmals quantitativ ermittelt. Das dient seither als eine fundamentale Stütze des 2-Komponenten-Modells [79].

In der Arbeit von Hecker und Burmeister [80] wird in einer 2-dimensionalen kontinuumsmechanischen Einschlussnäherung ( $\Gamma < 1$ ) das Profil der inneren Spannungen für eine periodische PGB-Struktur mit einer Plastizierungsdifferenz zwischen PR und DR beschrieben. Es zeigt sich hier, dass die inneren Spannungen innerhalb eines PR bzw. DR sehr inhomogen verteilt sind und die Angabe von mittleren Eigenspannungen für PR und DR nur eine grobe Näherung darstellt.

Auch die glatte Form der gemessenen äußeren Hystereseschleifen kann in einem 2-Komponenten-Modell nur unvollständig interpretiert werden. Dieses Problem lässt sich zumindest teilweise lösen, wenn eine statistische Verteilung der Fließspannungen mesosko-

pischer Strukturelemente angenommen wird. Von Holste und Burmeister [81][82] stammt ein Modell, in dem zunächst davon ausgegangen wird, dass aus der zweiten Ableitung der mechanischen Hysterese  $\sigma(E\epsilon)$  die Fließspannungsverteilung der mesoskopischen Strukturelemente in einer Parallelschaltung bestimmt werden kann. Das sukzessive Abarbeiten des Fließspannungsspektrums im Verlauf eines Verformungszyklus führt zu einem sich im Zyklus verändernden Spektrum mesoskopisch weitreichender Eigenspannungen. Es wird ein Formalismus entwickelt, wonach aus der äußeren Form der Hysterese für jeden Punkt im Zyklus das mittlere mesoskopische Eigenspannungsquadrat nach Entlastung berechnet werden kann. Die Analyse der gemessenen Hystereseschleifen von fc Ni-VK führt zu der „Schmetterlingsform“ des Verlaufs des mesoskopischen Eigenspannungsquadrats im Zyklus (Bild 2.9 a), der dem schon besprochenen Verhalten magnetischer und röntgenographischer Kenngrößen entspricht.

Eine einfache Form der Übertragung dieses Modells auf eine versetzungsphysikalische Basis zeigt Bild 2.9 b. Hier wird vorgeschlagen, von einer indirekten Proportionalität zwischen der Fließspannung in einem PR und seiner Breite auszugehen, und damit das Spektrum der PR-Abmessungen mit dem Fließspannungsspektrum zu verbinden. Die Dichte der Überschussversetzungen ist dann wieder der Abgleitdifferenz zwischen einem PR und den benachbarten DR proportional. Zumindest ein gewisser Bereich der Hystereseschleife von Ni-EK kann nach Kleinert ([83][32]) recht gut quantitativ mit dem Spektrum der PR-Breite korreliert werden.

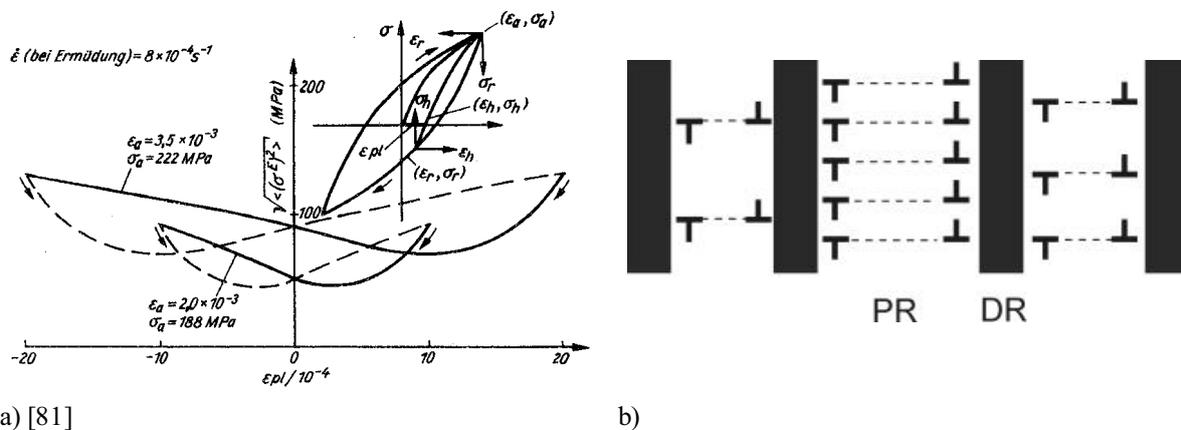


Bild 2.9: Statistisches mesoskopisches Modell. a) Abhängigkeit des mittleren Quadrats mesoskopischer Eigenspannungen von der plastischen Dehnung im Lastzyklus für ermüdete fc Ni-VK, b) schematische Darstellung der Anordnung von Interface- bzw. geometrisch notwendigen Versetzungen auf der primären Gleitebene bei nicht streng periodischen Anordnungen von PR und DR.

Treten in einer Versetzungsstruktur sehr breite Spektren mesoskopischer Eigenspannungen auf, so sollte sich das nicht nur in der Umkehr der Asymmetrie eines Bragg-Beugungsprofils sondern auch in einer merklichen Veränderung seiner Breite und Form im Verformungszyklus bemerkbar machen, die wiederum eine typische Abhängigkeit von der Messrichtung aufweisen muss, wenn beispielsweise nur auf einem Gleitsystem die plastische Verformung heterogen verläuft, wie man es für PGB-Strukturen erwartet.

Eine Abwandlung der bisher diskutierten Modelle für die zyklische Plastizität findet sich in den Arbeiten von Bretschneider und Holste [84] sowie Hähner et al. [85]. Es wird hier vor

allem versucht, auf einer mikroskopischen Ebene die Temperaturabhängigkeit der ZSD-Plateauspannung  $\tau_{\text{as,Plat}}$  für mittelorientierte Ni-EK mit den Vorgängen in der PGB-Struktur zu erklären. Eine Gemeinsamkeit mit dem 2-Komponenten- und mit dem statistischen Modell besteht darin, dass davon ausgegangen wird, dass auch in den versetzungsreichen PGB-Wänden im Verlauf eines Lastzyklus die Fließspannung  $\bar{\tau}_W$  erreicht wird. Sie ist bestimmt durch die Spannung, die benötigt wird, damit eine Stufenversetzung eine Anordnung von Versetzungsdipolen durchlaufen kann, was von Differt und Essmann [86] ausführlich diskutiert wird und auf Arbeiten von Neumann [87] zurückgeht. Die Plateauspannung kann dann direkt auf Parameter der Dipolhöhenverteilung und zwei Fitparameter zurückgeführt werden, die die Fließspannung in den versetzungsfreien Kanälen mit der Kanalbreite sowie die Fließspannung der PGB-Wände mit der Dipoldichte der Wände verknüpfen. Der entscheidende Unterschied zum 2-Komponenten-Modell mit Interface-Versetzungen besteht jedoch in der Annahme, dass  $\bar{\tau}_W$  lokal durch die von Versetzungs-pile-ups erzeugte Spannungskonzentration erreicht wird. Zwischen den Fließspannungen  $\bar{\tau}_W$  und  $\bar{\tau}_C$  in PGB-Wänden und -Kanälen, der Wandbreite  $d_W$  und der Kanalweite  $d_C$  besteht dann ein Zusammenhang der Form  $\bar{\tau}_W = \bar{\tau}_C (d_C/d_W)^{1/2}$ . Die pile-ups sollten sich dabei unter Last formieren, jedoch bei Entlastung wieder relaxieren. Dies würde bedeuten, dass die mesoskopischen Eigenspannungen wenn nicht verschwinden, so doch deutlich geringer als in einem Einschlussmodell ausfallen müssten.

Eine ganze Reihe von Arbeiten, die sich mit dem Verformungsverhalten der PGB-Struktur beschäftigen und von einer mesoskopisch heterogenen Verformung ausgehen, stammen von Pedersen (u.a. [88][89][90]). In allen von Pedersen vorgeschlagenen Modellen (inclusion substructure model (ISM), static-dynamic model (SDM), nantheory (NT)) wird davon ausgegangen, dass sowohl in den versetzungsreichen als auch in den versetzungsarmen Gebieten die lokale Fließspannung erreicht wird. Für die DR wird das über einen Taylorzusammenhang wie in Gleichung (2.1) oder über einen Zusammenhang zwischen  $\bar{\tau}_W$  und dem Kehrwert der Höhe der Stufenversetzungsdipole in den Wänden formuliert. In den versetzungsarmen Gebieten sollte die Fließspannung dagegen durch das Ausbeulen von Versetzungen mit der Segmentlänge  $d_C$  und nicht etwa durch einen Taylorzusammenhang zwischen  $\bar{\tau}_C$  und der Wurzel  $\rho_C^{1/2}$  aus der lokalen Versetzungsdichte bestimmt sein. Die DR werden als harte Einschlüsse betrachtet, so dass die weitreichenden inneren Spannungen in den DR über eine Einschlussnäherung nach (2.3) ermittelt werden können, die immer die äußere Spannung unterstützen. Allerdings wird wegen der speziellen Geometrie der PGB-Wände davon ausgegangen, dass der Akkommodationsfaktor  $\Gamma$  und damit letztlich auch die Eigenspannungen klein sind.

Abschließend sollen hier bei der Diskussion von Modellvorstellungen, die die heterogene Versetzungsanordnung bei der Beschreibung der Plastizierungsvorgänge auf mesoskopischem Niveau berücksichtigen, die Beiträge von Brown (u.a. [91][92][93]) angeführt werden. Die Grundidee besteht in der Annahme, dass sowohl die Spannung  $\tau_{\text{III}}$  bei einsinniger Verformung (s. Bild 2.1b) als auch die temperaturabhängige ZSD-Plateauspannung  $\tau_{\text{as,Plat}}$  bestimmt wird durch die Passierspannung von zwei Schraubenversetzungen in einem kritischen Abstand, der sich aus dem Wirkungsquerschnitt für das Quergleiten der Versetzungen durch thermisch aktivierte Bewegung von jogs ergibt. In der PGB-Struktur sei

diese Spannung auch gleich der Orowan-Spannung, die für das Ausbeulen von geraden Schraubenversetzungen in den PGB-Kanälen notwendig ist. Die Plateauspannung ergibt sich dann aus der Summe von Ausbeul- und Passierspannung für Schraubenversetzungen in den versetzungsarmen Kanälen. Das Verhalten der versetzungsreichen Wände wird als „statistisch deformierbar“ bezeichnet, was bedeutet, dass einzelne Stufenversetzungen teilweise in die Wand eindringen und dort mit den Stufenversetzungsdipolen wechselwirken. Die dabei auftretende Spannung  $\tau_w$  wird nicht wie im 2-Komponentenmodell als Fließspannung der Wand aufgefasst und trägt auch nicht wie dort zur ZSD-Plateauspannung bei. Weitreichende innere Spannungen sind in den Modellvorstellungen von Brown zwar prinzipiell wie in einem Einschlussmodell zugelassen und haben in DR und PR die gleichen Vorzeichen wie im 2-Komponentenmodell. Sie tauchen jedoch in den Gleichungen zur Beschreibung von  $\tau_{as,plat}$  nicht explizit auf, da hier nur die Spannung in den Kanälen eingeht, die sich bei insgesamt kleinem  $\Gamma \approx 0,17$  [93] für die PGB-Wände wegen des großen Volumenanteils der Kanäle und der daraus resultierenden kleinen Kanal-Eigenspannung nur unwesentlich von  $\tau_{as,plat}$  unterscheidet. Eine entscheidende Konsequenz der Brownschen Modellvorstellungen besteht darin, dass keine Taylorbeziehung  $\tau_w = \alpha G b (\rho_w)^{1/2}$  zwischen der lokalen Spannung  $\tau_w$  in den Wänden (unter Berücksichtigung der weitreichenden Eigenspannung) und der Wandversetzungsdichte  $\rho_w$  erwartet werden kann.

Die Beschreibung der plastischen Verformung von kfz Metallen mit grob- bis feinkristallinem Gefüge auf einem kristallinen Strukturniveau hat eine lange Tradition. Die klassischen Modelle stammen von Sachs [94] und Taylor [95]. Im Sachs-Modell wird angenommen, dass in einem VK die plastische Verformung eines Kristalliten mit der des Einkristalls gleicher kristallographischer Orientierung übereinstimmt und Einfachgleitung vorherrscht. Die Einhaltung von Kompatibilitätsbedingungen zwischen den Kristalliten ist dabei streng genommen nicht gewährleistet. Es gilt  $\sigma = M_S \tau$  für den Zusammenhang zwischen äußerer Spannung  $\sigma$  und mittlerer Schubspannung  $\tau$  sowie  $\epsilon_p = \gamma_p / M_S$  für den Zusammenhang zwischen äußerer plastischer Dehnung  $\epsilon_p$  und mittlerer Abgleitung  $\gamma_p$  über den Sachsfaktor  $M_S = 2,24$ . Wegen des unterschiedlichen EK-Verfestigungsverhaltens in Abhängigkeit von der Orientierung der Lastachse im Kristalliten müsste nach (2.3) bei einer Parallelschaltung der Kristallite mit erheblichen Eigenspannungen von Kristallit-Reichweite zu rechnen sein. Im Taylor-Modell wird dagegen angenommen, dass in allen Kristalliten zur Einhaltung der Kompatibilitätsbedingungen eine Abgleitung  $\gamma_i$  auf fünf Gleitsystemen stattfindet, die dazu führt, dass in der Summe die plastische Verformung jedes Kristalliten gleich der äußeren plastischen Verformung ist. Welche fünf Gleitsysteme betätigt werden, hängt jeweils von der axialen Kornorientierung ab und werden nach einem Minimumprinzip für die Abgleitsumme  $\Sigma \gamma_i$  ausgewählt. Der mittlere Taylorfaktor  $M$  in der Beziehung  $\sigma = M \tau$  beträgt 3,06. Wegen der einheitlichen plastischen Verformung aller Kristallite sollten bei Gültigkeit dieses Modells keine Kristallit-Eigenspannungen auftreten. Es hat sich gezeigt, dass das Taylor-Modell eine angemessene theoretische Grundlage für die Beschreibung des Verhaltens der kfz VK vor allem für große (einsinnige) plastische Verformungen bildet.

Experimentelle Ergebnisse weisen darauf hin, dass besonders bei kleinen plastischen Verformungen eher Einfachgleitung in den Kristalliten auftritt und erst bei höheren Verformungen Vielfachgleitung beobachtet wird. Es gibt in der Literatur daher zahlreiche Modifizierungen des Sachs- und des Taylor-Modells zur Anpassung der theoretisch vorhersagbaren

an die an VK gemessenen Kennfunktionen. So wird in der bereits erwähnten Arbeit von Kröner [58] letztlich die Vielkristall-Verfestigungskurve wieder aus den Kurven entsprechend orientierter EK unter der Annahme von Einfachgleitung abgeleitet, die lokale Spannung  $\sigma_{ij}$  im Korn ergibt sich jedoch aus der Summe von äußerer Spannung  $\Sigma_{ij}$  und der Eigenspannung  $\sigma_{ij}^E$ , und diese wiederum aus der Differenz von mittlerer plastischer Verformung  $E_{ij}^P$  und der Kornverformung  $\varepsilon_{ij}^P$  nach Gleichung (2.3). Die Höhe der Eigenspannungen ist dann abhängig vom Akkommodationsfaktor  $\Gamma$ . In der Arbeit von Schmidt [96] wird das Kröner-Modell zur Berechnung der kristallinen Eigenspannungen benutzt unter der Annahme, dass in den Kristalliten nur Einfachgleitung herrscht und die Abgleitung eines Kristalliten proportional zum Orientierungsfaktor  $\mu_{11V}$  des Kristalliten ist. Eine detaillierte Diskussion dieses Modells erfolgt in Abschnitt 3.3.2 II. Noch kleinere Eigenspannungen für zyklische plastische Verformung ergeben sich im Modell von Burmeister und Berndt [97], die den Grundgedanken des Kröner-Modells folgen, jedoch von einer stark vereinfachten Verteilung der Kristallitorientierungen und speziellen Akkommodationsfunktionen ausgehen. Auch in einem Vorschlag von Pedersen et al. [98] wird versucht, das VK- aus dem EK-Verhalten bei zyklischer plastischer Verformung im Rahmen eines selbstkonsistenten Sachs-Modells abzuleiten, jedoch wird dabei explizit der Einfluss von Persistenten Gleitbändern in VK berücksichtigt, der je nach Höhe der Verformungsamplitude  $\varepsilon_{pa}$  bzw. des PGB-Volumenanteils zu unterschiedlichen Kristallit-Eigenspannungen und äußeren Sättigungsspannungsamplituden  $\sigma_{as}$  führt. Verglichen mit der experimentellen VK-ZSD bei Raumtemperatur werden bei  $\varepsilon_{pa} < 10^{-3}$  die  $\sigma_{as}$ -Werte für Ni-VK unter- und bei höheren Amplituden überschätzt [99].

Von Holste und Schwab [99] stammt ein Modell, das als modifiziertes Taylor-Modell (MTM) bezeichnet wird und das die ZSD für fc Ni-VK bei Raumtemperatur im Bereich zwischen  $5 \times 10^{-5} \leq \varepsilon_{pa} \leq 5 \times 10^{-3}$  sehr gut wiedergibt. Das MTM basiert zum einen auf einer Einteilung der Kristallite in Gruppen (KG) in Abhängigkeit von ihrer kristallographischen Orientierung, wobei diese Einteilung entweder nach den Grundtypen der orientierungsabhängigen Versetzungsanordnungen (s. 2.2) oder nach den Taylorfaktoren im stereographischen Standarddreieck erfolgen kann. Zum zweiten ist die Kenntnis der ZSD von EK erforderlich, die repräsentativ für das Verhalten von EK mit einer axialen Orientierung entsprechend der Korngruppe ist. Die Sättigungsspannungsamplitude  $\sigma_{as}(\varepsilon_{pa})$  des VK erhält man dann näherungsweise aus

$$\sigma_{as}(\varepsilon_{pa}) = \sum_{KG} f^{KG} \sigma_{as}(M^{KG} \varepsilon_{pa}) \frac{M^{KG}}{M_S^{KG}}, \text{ wobei } f^{KG} \text{ der}$$

Volumenanteil der Kristallite der KG,  $M^{KG}$  der mittlere Taylorfaktor der KG,  $\sigma_{as}(M^{KG} \varepsilon_{pa})$  die Sättigungsspannungsamplitude des die Korngruppe repräsentierenden EK bei der Abgleit-amplitude  $M^{KG} \varepsilon_{pa}$ , und  $M_S^{KG}$  der Sachs faktor des EK ist. Die Rolle von Eigenspannungen wird im Modell von Schwab und Holste [99] nicht diskutiert. Da sich die Abgleit-amplituden  $M^{KG} \varepsilon_{pa}$  in den Korngruppen jedoch unterscheiden, sollten in den Kristalliten einer Korngruppe Eigenspannungen auftreten, die der Abgleitdifferenz ( $M \varepsilon_{pa} - M^{KG} \varepsilon_{pa}$ ) zwischen Gesamtverbund und Korngruppe proportional sind.

Die Situation bei der Modellierung des Verformungsverhaltens und bei den Aussagen über die zu erwartenden Kristallit-Eigenspannungen ist also schon für fc Ni-VK, für die es eine breite empirische Basis gibt, nicht befriedigend. Es ist daher auch nicht verwunderlich,

das bis jetzt keine geschlossene Theorie zum Verformungsverhalten der Kristallite unter Einschluss der Betrachtung entsprechender Eigenspannungen vorliegt, wenn die Korngröße in den submikro- bis nanokristallinen Bereich hin verringert wird. Wegen der beobachteten Abnahme der Vielfalt der kornorientierungsabhängigen Versetzungsanordnungen mit abnehmender Korngröße sollte eine Beschreibung z.B. mit Hilfe des MTM nicht mehr ohne weiteres möglich sein. Es kann vermutet werden, dass die Fließspannung des Korns dann jedoch nach Gleichung (2.2) explizit von der Korngröße  $d$  abhängen sollte, solange das Gleiten von Versetzungen der dominierende Verformungsmechanismus ist. Liegt in der VK-Probe ein Spektrum an Korngrößen vor, so nimmt bei Gültigkeit von (2.2) die Breite des Fließspannungsspektrums bei einer mittleren Korngröße  $d$  mit abnehmender Korngröße proportional zu  $1/d^{(n+1)}$  zu. Wenn dieses Fließspannungsspektrum im Verlauf eines Lastzyklus' abgearbeitet wird, sollte das zugehörige Spektrum der Kornableitungen über die Beziehung (2.3) wieder mit einem Eigenspannungsspektrum verbunden sein, solange der Akkommodationsfaktor  $\Gamma > 0$  ist. Diese Vorstellungen setzen jedoch voraus, dass die die plastische Verformung tragenden Versetzungen auch bei Entlastung in der Probe erhalten bleiben. Wie neueste röntgendiffraktometrische Messungen von Budrovic et al. [100] an Ni-VK mit  $d \approx 20\text{nm}$  zeigen, ist jedoch in nc VK mit einer starken Reversibilität der unter Last gemessenen Gitterverzerrungen beim Entlasten zu rechnen, so dass die zu erwartenden Eigenspannungen nicht über alle Grenzen mit abnehmender Korngröße ansteigen sollten.

## 2.4 Zielsetzung

Ausgehend von dem dargelegten Erkenntnisstand werden in der vorliegenden Arbeit im Wesentlichen drei Grundanliegen verfolgt.

Es wird erstens eine Auswertestrategie für die quantitative Analyse von Bragg-Beugungsprofilen an plastisch verformten kfz Metallen entwickelt. Unter den gegebenen experimentellen Bedingungen einer hochaufgelösten Röntgenbeugung (high resolution X-ray diffraction), deren Einzelheiten in Kapitel 4 dargestellt sind, folgt aus der Betrachtung der Streuvorgänge im Detail (Abschnitt 3.1), dass in Abhängigkeit von der Korngröße und der Mikrostruktur des Materials unterschiedliche Auswertelgorithmen angewendet werden müssen. Unverzichtbar ist auch die Kopplung der röntgendiffraktometrischen Messungen mit elektronenmikroskopischen Untersuchungen, um zusätzliche Informationen über Mikrostrukturparameter und Gefüge zu erlangen. Im Kapitel 3 wird dementsprechend ein Auswertekonzept für die Röntgenmessung an Einkristallen, an feinkristallinen Vielkristallen sowie an Vielkristallen mit mikro-, submikro- und nanokristallinem Korngefüge vorgeschlagen. Für die Beschreibung der Eigenspannungen unterschiedlicher Reichweite wird folgende Klassifizierung entsprechend der eingeführten Strukturniveaus für die räumlich heterogene Anordnung von Versetzungen eingesetzt (Bild 2.10), die sich an die Vorschriften nach Schmidt [4] und Macherauch/Hauk [5] anlehnt.

Die Eigenspannungskomponente  $\sigma^E$  an einem Ort  $x$  erhält man demnach aus

$$\sigma^E(x) = \Delta\sigma_T^E + \Delta\sigma_V^E + \Delta\sigma_\omega^E + \Delta\sigma_\lambda^E, \quad (2.4)$$

wobei  $\Delta\sigma_T^E$ ,  $\Delta\sigma_V^E$ ,  $\Delta\sigma_\omega^E$  und  $\Delta\sigma_\lambda^E$  die makroskopischen, kristallinen, mesoskopischen und mikroskopischen Anteile der Eigenspannungskomponente sind. Setzt man voraus, dass die

einzelnen Eigenspannungsbeiträge unabhängig voneinander sind, so erhält man die Verteilungsfunktion  $\varphi(\sigma^E)$  durch Faltung der Verteilungsfunktionen  $\varphi(\Delta\sigma_T^E)$ ,  $\varphi(\Delta\sigma_V^E)$ ,  $\varphi(\Delta\sigma_\omega^E)$  und  $\varphi(\Delta\sigma_\lambda^E)$ . Es sind quantitative Zusammenhänge zwischen dem Bragg-Beugungsprofil und der Funktion  $\varphi(\sigma^E)$  unter besonderer Berücksichtigung der mesoskopisch „lokalen“ Versetzungsdichte für EK und fc VK sowie der mittleren Versetzungsdichte für mc/smc/nc VK abzuleiten. Bei der Analyse der Röntgenmessdaten an mc/smc/nc VK muss darüber hinaus der Einfluss der Größe kohärent streuender Bereiche auf das Bragg-Beugungsprofil berücksichtigt werden.

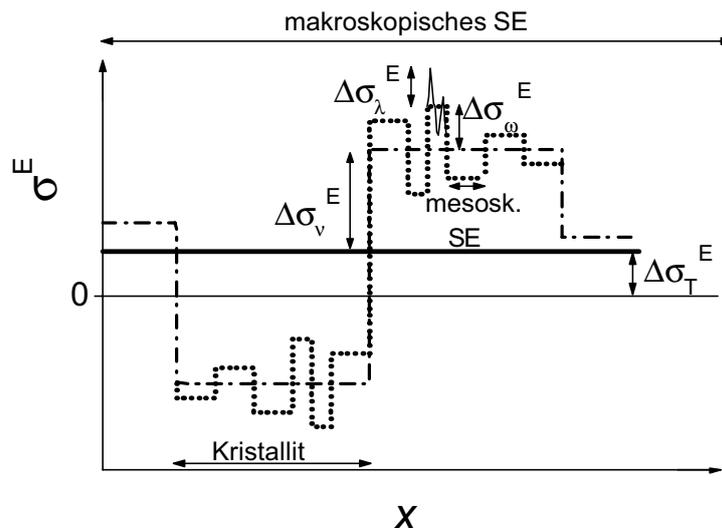


Bild 2.10: Eigenspannungskomponente  $\sigma^E(x)$  in Abhängigkeit vom Ort  $x$  und schematische Darstellung der Bestimmung des makroskopischen, kristallinen, mesoskopischen sowie mikroskopischen Eigenspannungsbeitrags  $\Delta\sigma_T^E$ ,  $\Delta\sigma_V^E$ ,  $\Delta\sigma_\omega^E$  und  $\Delta\sigma_\lambda^E$  durch Mittelung der Eigenspannungskomponente über das makroskopische, kristalline, mesoskopische und mikroskopische Strukturelement und Differenzbildung zur mittleren Eigenspannungskomponente im übergeordneten Strukturelement.

Der zweite Schwerpunkt ist als Hauptteil der Arbeit (Kapitel 5) der Anwendung der Auswertekonzeption bei der Analyse von Bragg-Beugungsprofilen gewidmet, die an einsinnig und zyklisch plastisch verformten Ni-EK und Ni-VK in einem weiten Korngrößenbereich gemessen wurden. Das Ziel besteht in der möglichst umfassenden Charakterisierung der Mikrostruktur, d.h. insbesondere in der Ermittlung strukturniveaubezogener weitreichender innerer Spannungen und Versetzungsdichten, sowie des Kristallitgefüges.

Den dritten Schwerpunkt der Arbeit bilden Versuche, aus den ermittelten Eigenschaften der Mikrostruktur und des Gefüges in Auseinandersetzung mit bereits etablierten Modellvorstellungen Schlussfolgerungen über die jeweils ablaufenden Verformungsprozesse zu ziehen und somit eigene Beiträge zur Modellierung des Verformungsverhaltens von kfz Metallen zu leisten. Eine solche Diskussion wird immer im Anschluss an die unmittelbare Auswertung der röntgenographischen Messungen und zusammenfassend in Abschnitt 6.2 geführt.

Im speziellen stehen dabei folgende Aspekte im Blickpunkt:

- a) Es ist die Existenz weitreichender Eigenspannungen, die auf heterogene plastische Verformung zurückzuführen sind, nachzuweisen und diese sind unter Beachtung des Tensorcharakters des Eigenspannungszustandes quantitativ zu ermitteln. Von besonderem Interesse sind dabei mesoskopisch weitreichende Eigenspannungen in EK nach einsinniger und zyklischer plastischer Verformung. Dabei wird die Abhängigkeit der Eigenspannungen von der Orientierung des EK, von der plastischen Dehnung bzw. Dehnungsamplitude sowie von der Verformungstemperatur untersucht. Die Auswertekonzeption für die Bragg-Beugungsprofile ist so zu entwickeln, dass sowohl mittlere Eigenspannungen für die versetzungsreichen und versetzungsarmen Gebiete als auch komplette Eigenspannungsspektren bestimmt werden können. Für fc Ni-VK (ohne Vorzugstextur), die bei Raumtemperatur zyklisch verformt wurden, ist die Auswertung der Bragg-Beugungsprofile so vorzunehmen, dass weitreichende Eigenspannungen auf makroskopischem, kristallinem und mesoskopischen Strukturniveau in Abhängigkeit von der plastischen Dehnungsamplitude untersucht werden können.
- b) Aufbauend auf bewährten Algorithmen der Profilanalyse ist ein Verfahren zu entwickeln, mit dessen Hilfe sich die „mesoskopisch lokalen“ Versetzungsdichten versetzungsreicher und versetzungsarmer Gebiete in einsinnig und zyklisch verformten EK und fc VK getrennt voneinander bestimmen lassen. Damit ergibt sich die Möglichkeit, für die betrachteten Verformungszustände die Zusammenhänge zwischen mesoskopisch lokaler Spannung und Versetzungsdichte aufzudecken und in Beziehung zu den aus elektronenmikroskopischen Untersuchungen bekannten mesoskopischen Strukturlängen zu setzen. Damit eröffnet sich ein weites Feld zur Diskussion der in Ni-EK und fc Ni-VK ablaufenden Verformungsprozesse.
- c) Für Ni-VK mit einer mikro-, submikro- und nanokristallinen Korngröße sind geeignete Auswertelgorithmen für die Profilanalyse zu schaffen, die eine detaillierte Charakterisierung der Mikrostruktur und des Gefüges ermöglichen. Dabei ist zu berücksichtigen, dass für diese Gruppe von Untersuchungsproben bereits mit einer mehr oder weniger starken Störung des Kristallgitters unmittelbar nach der Herstellung der Proben zu rechnen ist. Es wird geprüft, ob es in diesem Korngrößenbereich allgemeingültige Zusammenhänge beispielsweise zwischen der mittleren Korngröße und dem mittleren Eigenspannungsquadrat im as-produced Zustand gibt.
- d) Die Analyse der Bragg-Beugungsprofile an mc/smc/nc Ni-VK soll dazu genutzt werden, Prozesse der Transformation von Ausgangsmikrostruktur und -gefüge durch einsinnige und zyklische plastische Verformung zu erfassen, da diese Materialgruppe wegen ihrer besonders hohen Festigkeit bei vergleichsweise guter Duktilität von größtem Interesse für technische Anwendungen ist. Von besonderer Bedeutung sind dabei Effekte, die eine mechanische Ent- oder Verfestigung des Materials begleiten. Im Einzelnen sollen Aussagen über die mittlere Versetzungsdichte sowie über die, mit der mittleren Korngröße zu korrelierende, Größe kohä-

rent streuender Bereiche und deren Änderungen in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung bzw. Dehnungsamplitude für die verschiedenen as-produced Zustände gewonnen werden. Darüber hinaus soll versucht werden, auch für mc/smc/nc Ni-VK ein Verfahren zu entwickeln, mit dem die Spektren weitreichender Eigenspannungen auf kristallinem Strukturniveau ermittelt werden können mit dem Ziel, Aussagen über die Korngrößenabhängigkeit der Verformungsmechanismen in kfz VK zu gewinnen.

### 3 Analyse von Bragg-Beugungsprofilen

Die Interpretation von Bragg-Beugungsprofilen (BBP), die an plastisch verformten Materialien gemessen wurden, kann auf eine Vielzahl von grundlegenden Beiträgen aufbauen, die in den vergangenen Jahrzehnten publiziert wurden (z. B. [101] - [111]). Diese können im Rahmen der vorliegenden Arbeit nur unvollständig und unter Beschränkung auf ausgewählte Aspekte diskutiert werden. Das Hauptproblem bei der Analyse von BBP besteht darin, dass zwar prinzipiell für eine gegebene Realstruktur das Beugungsprofil simuliert, umgekehrt jedoch aus einem BBP nicht eindeutig auf die zugehörige Realstruktur geschlossen werden kann. Im Folgenden soll deshalb im Rahmen der kinematischen Streutheorie die Entstehung von BBP erläutert und, ausgehend von den in der Literatur entwickelten Methoden, ein Konzept vorgestellt werden, wie aus BBP Informationen über Mikrostruktureigenschaften einphasiger kfz Metalle unter den spezifischen Bedingungen von zyklischer und einsinniger plastischer Verformung gewonnen werden können.

#### 3.1 Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften und Merkmale von Bragg-Beugungsprofilen

##### 3.1.1 Kinematische Theorie der Röntgenstrahlbeugung an gestörten Kristallen

Die kinematische Theorie der Röntgenstrahlbeugung setzt eine elastische Einfachstreuung von Röntgenstrahlung an Elektronen mit einer gegebenen Dichteverteilung in der Untersuchungsprobe voraus. Zur Beschreibung der Interferenzfunktion werden ebene Partialwellen (Fraunhofer-Beugung) verwendet, die in Abhängigkeit von der räumlichen und zeitlichen Anordnung der streuenden Elektronen entstehen. Die ebene Primärwelle erfährt keine Schwächung durch die Anregung der Elementarwellen an Elektronendichteverteilungen in differentiellen Volumenelementen (d.h. Vernachlässigung der Extinktion bzw. Beschränkung der Gültigkeit der kinematischen Theorie auf kohärent streuende Bereiche, deren Abmessungen senkrecht zu den beugenden Netzebenen klein sind im Vergleich zu der im Rahmen der dynamischen Theorie bestimmbarer Extinktionslänge, die für Röntgenstrahlung zwischen 0,1 bis 100  $\mu\text{m}$  betragen kann [101]). Die Elementarwellen überlagern sich ungestört (d.h. Ausschluss von Vielfachstreuung und Absorption bzw. Beschränkung auf intensitätsschwache Röntgen-Reflexe).

Für Ni, das hier stellvertretend für einphasige kfz ein- und vielkristalline Metalle steht, kann eine Interferenzfunktion als analytischer Ausdruck für das BBP wie folgt abgeleitet werden.

Die Gitterpunkte im kfz Gitter sind mit einer einheitlichen Basis aus einem Ni-Atom besetzt. Die Position einer kubischen Zelle  $m$  im kohärent streuenden Bereich (KSB) erhält man aus

$$\mathbf{R}_m = m_1 \mathbf{a}_1 + m_2 \mathbf{a}_2 + m_3 \mathbf{a}_3 + \boldsymbol{\delta}_m, \quad (3.1)$$

wobei  $m_i = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$  Laufzahlen und  $\mathbf{a}_i$  die Basisvektoren des kubischen Gitters mit der Gitterkonstanten  $a$  sind.  $\boldsymbol{\delta}_m$  ist ein Vektor, der die Abweichung der Lage der  $m$ -ten Zelle von der Gleichgewichtsposition im idealen Gitter beschreibt.

Die primäre Röntgenwelle mit einer Wellenlänge  $\lambda$  wird durch den Wellenvektor  $\mathbf{k}$ , die an der Elektronendichteverteilung der Zelle gestreute Welle durch den Wellenvektor  $\mathbf{k}'$  beschrieben, wobei gilt  $|\mathbf{k}| = |\mathbf{k}'| = 2\pi/\lambda$ . Der Vektor  $\mathbf{q} = \mathbf{k}' - \mathbf{k}$  wird als Beugungsvektor bezeichnet, für dessen Betrag gilt

$$q = \frac{4p \sin \theta}{\lambda}, \quad (3.2)$$

wobei  $2\theta$  der Winkel zwischen  $\mathbf{k}$  und  $\mathbf{k}'$  ist.

Die Amplitude  $A(\mathbf{q})$  der gesamten gestreuten Welle ergibt sich dann aus der Summation über alle kohärent streuenden Zellen mit

$$A(\mathbf{q}) = A_0(\mathbf{g}_{hkl})F(\mathbf{g}_{hkl}) \sum_m \exp(i\mathbf{q}\mathbf{R}_m). \quad (3.3)$$

Im Weiteren soll die Interferenzfunktion für solche Beugungsvektoren mit  $\mathbf{q} = h_1\mathbf{b}_1 + h_2\mathbf{b}_2 + h_3\mathbf{b}_3 = \mathbf{g}_{hkl} + \Delta\mathbf{g}$  betrachtet werden, die in der Nähe eines reziproken Gittervektors  $\mathbf{g}_{hkl}$  liegen mit  $\mathbf{g}_{hkl} = h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3$ , wobei die  $\mathbf{b}_i$  Basisvektoren des reziproken Gitters sind, für die gilt  $\mathbf{a}_i\mathbf{b}_j = 2\pi\delta_{ij}$ . Die  $hkl$  sind ganze Zahlen, die  $h_i$  sind reelle Zahlen. Der Vektor  $\mathbf{g}_{hkl}$  steht senkrecht auf Netzebenen einer Schar, die durch die teilerfremden Miller-Indizes  $h'k'l'$  beschrieben werden kann. Streng genommen hängen die Faktoren  $A_0$  und  $F$  von  $\mathbf{q}$  ab, sie ändern sich jedoch im Vergleich mit dem Exponentialterm nur sehr langsam mit  $\mathbf{q}$ , so dass sie als Konstanten für die ausgewählte Netzebenenschar betrachtet und vor die Summe der Exponentialfunktionen gezogen werden können [112].  $A_0(\mathbf{g}_{hkl})$  ist einen Faktor, der durch die Thomson-Streuung an einem einzelnen Elektron [101], den Polarisations-, Absorptions-, und Temperatur-Faktor bestimmt wird (u.a. [113][114]). Der Faktor  $F(\mathbf{g}_{hkl})$  wird als Strukturfaktor bezeichnet. Er hängt ab vom sog. Atomstreufaktor, der im Wesentlichen der Elektronenkonfiguration im Atom Rechnung trägt, sowie von der Anordnung der Atome in der kfz Elementarzelle und vom Zahlentripel  $hkl$  [106].

Für einen kohärent streuenden Bereich erhält man die Intensität der gestreuten Welle zu

$$\begin{aligned} I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}) &= A(\mathbf{q})A^*(\mathbf{q}) = I_0 F^2 \sum_{m'} \sum_m \exp(i\mathbf{q}(\mathbf{R}_{m'} - \mathbf{R}_m)) = \\ &= I_0 F^2 \sum_m \sum_{m'} \exp(2\pi i[(m'_1 - m_1)h_1 + (m'_2 - m_2)h_2 + (m'_3 - m_3)h_3] + \mathbf{q}(\boldsymbol{\delta}_{m'} - \boldsymbol{\delta}_m)), \end{aligned} \quad (3.4)$$

wobei  $\mathbf{R}_{m'} - \mathbf{R}_m$  die Differenz der Ortsvektoren für zwei Zellen  $m'$  und  $m$  ist.

Im Vorfaktor  $I_0$  sind die, schon für  $A_0$  erwähnten, physikalischen Effekte bei der Streuung von Röntgenstrahlen an der Elektronendichteverteilung des Gitters enthalten.

Zur Vereinfachung der mathematischen Beschreibung soll zunächst im Weiteren o.B.d.A. die Intensitätsverteilung für einen Beugungsvektor  $\mathbf{q}$  in der Nähe eines reziproken Gittervektors  $\mathbf{g}_{00l}$  für eine  $(00l')$ -Netzebenenschar betrachtet werden. Das Ausführen der Summation der Exponentialfunktion über alle Zellen führt dann näherungsweise zu der Funktion

$$I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}) = I_0 F^2 N_1 N_2 \sum_{m_3} \sum_{m'_3} \exp(2\pi i(m'_3 - m_3)h_3) \exp(2\pi i l(z'_m - z_m)). \quad (3.5)$$

Es bedeuten  $N_1$  und  $N_2$  die Anzahl der Zellen im kohärent streuenden Bereich in die zueinander senkrechten Richtungen von  $\mathbf{b}_1$  und  $\mathbf{b}_2$ , senkrecht zu  $\mathbf{g}_{00l}$ . Vorausgesetzt, der kohärent streuende Bereich ist ein Parallelepipid mit  $N_1N_2N_3 = N$  Zellen, ergibt das Produkt  $N_1N_2$  dann die Anzahl von sogenannten Säulen im kohärent streuenden Bereich mit jeweils  $N_3$  Zellen, die parallel zu  $\mathbf{g}_{00l}$  sind. Für die zweite Exponentialfunktion wurde angenommen, dass  $\mathbf{q}$  näherungsweise durch  $l\mathbf{b}_3$  ersetzt werden kann [103]. In das Skalarprodukt  $\mathbf{q}(\boldsymbol{\delta}_{m'} - \boldsymbol{\delta}_m)$  aus (3.4) geht dann nur die Differenz der zu  $\mathbf{b}_3$  parallelen Komponenten  $z_{m'}\mathbf{a}_3$  bzw.  $z_m\mathbf{a}_3$  der Abweichungen der Zellen  $m'$  und  $m$  von ihren Gleichgewichtslagen ein. Üblicherweise wird die Doppelsumme in (3.5) ersetzt durch eine Einfachsumme, indem folgende Variablen eingeführt werden

$$n = m'_3 - m_3 \quad \text{und} \quad z_n = z_{m'} - z_m.$$

Dann lässt sich (3.5) schreiben in Form von

$$I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}) = I_0 F^2 N \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{N_n}{N_3} \langle \exp(2\pi i l z_n) \rangle \exp(2\pi i n h_3) =$$

$$I_0 F^2 N \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{N_n}{N_3} \{ \langle \cos(2\pi l z_n) \rangle \cos(2\pi n h_3) - \langle \sin(2\pi l z_n) \rangle \sin(2\pi n h_3) \} . \quad (3.6)$$

Die Klammern  $\langle \rangle$  zeigen die Mittelwertbildung an. Die Größe  $N_n$  ist die mittlere Anzahl von Zellen, die eine „ $n$ -te Nachbarzelle“ in der gleichen Säule im Abstand  $L = na$  haben.

Die Form von Gleichung (3.6) bleibt erhalten, wenn  $\mathbf{q}$  in der Nähe eines beliebigen reziproken Gittervektors  $\mathbf{g}_{hkl}$  liegt. Dann ersetzt man  $l$  durch  $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \equiv h_0$  und es gilt

$$h_3 = \frac{2 a'_3 \sin \vartheta}{\lambda} . \quad (3.7)$$

Die Größe  $a'_3$  steht für die Abmessung einer Zelle in Richtung von  $\mathbf{g}_{hkl}$ , die gleich dem Abstand benachbarter Netzebenen ist, den man aus den teilerfremden Miller-Indizes  $h'k'l'$  erhält mit

$$a'_3 = \frac{a}{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}} . \quad (3.8)$$

Der Term  $N_n/N_3$  hat dann die Bedeutung einer mittleren relativen Wahrscheinlichkeit, mit der eine Zelle eine „ $n$ -te“ Nachbarzelle im Abstand

$$L = na'_3 \quad (3.9)$$

besitzt, die zur gleichen Säule aus  $N_3$  Zellen in Richtung von  $\mathbf{g}_{hkl}$  gehört. Die Größe  $z_n$  ist dann durch  $u_{g,n} = u_{g,m'} - u_{g,m}$  zu ersetzen, d.h. durch die Differenz der Verschiebungen der Zellen  $m'$  und  $m$  in Einheiten von  $a'_3$  in Richtung von  $\mathbf{g}_{hkl}$ . Zur physikalischen Anschauung wird  $u_{g,n}$  mit einer Größe  $e_{g,L}$  verknüpft durch

$$e_{g,L} = \frac{u_{g,n} a'_3}{n a'_3} = \frac{u_{g,n} a'_3}{L}, \quad (3.10)$$

wobei man  $e_{g,L}$  als röntgenographische Verzerrung bezeichnen kann. Die kontinuumsmechanische (lokale) elastische Verzerrung  $\varepsilon_{\text{loc}}$  in Richtung von  $\mathbf{g}_{hkl}$  ist dann als ein Grenzfall für  $e_{g,L}$  anzusehen mit  $\varepsilon_{\text{loc}} = \lim_{L \rightarrow 0} e_{g,L}$ .

Die Form von Gleichung (3.6) zeigt, dass die Intensitätsverteilung  $I_{\text{KSB}}(\mathbf{q})$  prinzipiell auch als eine Fourierreihe darstellbar ist in Abhängigkeit von der Variablen  $h_3$  mit

$$I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}) = I_0 F^2 N \sum_{n=-\infty}^{\infty} \{A_n \cos(2\pi n h_3) + B_n \sin(2\pi n h_3)\} \quad (3.11)$$

wobei die Fourierkoeffizienten für beliebige  $\mathbf{g}_{hkl}$  lauten

$$A_n = \frac{N_n}{N_3} \langle \cos(2\pi h_0 n e_{g,L}) \rangle \quad \text{und} \quad B_n = -\frac{N_n}{N_3} \langle \sin(2\pi h_0 n e_{g,L}) \rangle. \quad (3.12)$$

Die Eigenschaften der Intensitätsverteilung  $I_{\text{KSB}}(\mathbf{q})$  nach Gleichung (3.4) ergeben sich damit ganz allgemein aus den Abmessungen des kohärent streuenden Bereichs sowie aus der Verteilung lokaler Distorsionen in ihm. Wird diese Intensitätsverteilung in konstanter Richtung bei Variation des Betrages von  $\mathbf{q}$  betrachtet (d.h. mit  $\Delta\mathbf{g}$  näherungsweise parallel zu  $\mathbf{g}_{hkl}$ , so wie es für die Herleitung der Gleichungen (3.11) und (3.12) vorausgesetzt wurde), dann wird im engeren Sinn von einem Bragg-Beugungsprofil gesprochen, das damit speziell mit der Verteilung von Netzebenenabständen bzw. mit dem Verzerrungsanteil der Gitterdistorsion korreliert ist. Wird dagegen die Intensitätsverteilung bei konstantem Betrag des Beugungsvektors in Abhängigkeit von seiner Richtung untersucht (d.h. mit  $\Delta\mathbf{g}$  im Wesentlichen senkrecht zu  $\mathbf{g}_{hkl}$ ), so bezeichnet man diese Intensitätsverteilung als Rocking-Kurve, die vorrangig Informationen über die Verteilung von Netzebenenverkippen bzw. über den Drehanteil der Gitterdistorsion enthält. Die folgenden Betrachtungen beschränken sich primär auf die Diskussion von Bragg-Beugungsprofilen.

Wird die eingestrahlte Röntgenwelle an einem Vielkristall (VK) gestreut, der, in eine auf das Probenkoordinatensystem bezogene Richtung  $\mathbf{n}$ , eine Anzahl  $N_{\text{KSB}}$  kohärent streuender Bereiche (KSB) enthält, die Netzebenen in  $hkl$ -Bragg-Lage haben, so entsteht die Intensitätsverteilung  $I_{\text{VK}}(\mathbf{q}, \mathbf{n})$  am Vielkristall näherungsweise durch additive Überlagerung der Intensitätsverteilungen  $I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}, \mathbf{n})$  der einzelnen kohärent streuenden Bereiche [102][103]. Dieser Sachverhalt lässt sich durch die Beziehung

$$I_{\text{VK}}(\mathbf{q}, \mathbf{n}) = N_{\text{KSB}}(\mathbf{q}, \mathbf{n}) \langle I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}, \mathbf{n}) \rangle \quad (3.13)$$

ausdrücken, wobei  $\langle I_{\text{KSB}}(\mathbf{q}, \mathbf{n}) \rangle$  einen Mittelwert über die zur Intensitätsverteilung beitragenden KSB darstellt. Für die Gültigkeit von (3.13) wird u.a. vorausgesetzt, dass keine Abhängigkeit der Absorption von der Lage der KSB im Vielkristallverbund besteht und keine Effekte sekundärer Extinktion durch gegenseitige Abschirmung der Streuung an den KSB auftreten. Die wichtigste Voraussetzung besteht jedoch darin, dass die Streuwellen aus

verschiedenen KSB keine Kohärenz zeigen. Sind die KSB einkristalline Probenvolumina, die durch Großwinkelkorngrenzen voneinander getrennt, also Kristallite im ursprünglichen Sinn, so ist diese Annahme für die hier betrachtete Großwinkelstreuung gut erfüllt. Darüber hinaus können auch Subkörner als KSB wirken. Solche Probenbereiche sind durch die Anordnung von Gitterdefekten so voneinander separiert, dass die Streuwellen aus verschiedenen Seiten bezüglich des Defekts statistisch verteilte Phasenbeziehungen aufweisen, was zu einer Addition der Streuintensität führt [115]. Die Größe des Subkorns als KSB wird dann durch den Abstand dieser Gitterdefekte (z.B. spezieller Versetzungsanordnungen) bestimmt [112]. Die Anzahl  $N_{\text{KSB}}(\mathbf{q}, \mathbf{n})$  der KSB hängt bei gegebenem bestrahlten Probenvolumen neben deren Größenverteilung im Wesentlichen von der Multiplizität der  $\{h'k'l'\}$ -Netzebenen, vom sogenannten Lorentzfaktor, der geometrische Aspekte bei der Braggstreuung berücksichtigt, sowie von der Orientierungsverteilung (Textur) der KSB in der vielkristallinen Probe ab (u.a. [103][109][112][113][114]).

Bild 3.1 zeigt den Beugungsvektor  $\mathbf{q}$  im  $xyz$ -Probenkoordinatensystem. Der zu  $\mathbf{q}$  parallele Einheitsvektor  $\mathbf{n}$  in Messrichtung wird durch die Winkel  $\psi$  und  $\eta$  bezüglich des  $x$ - $y$ - $z$ -Probenkoordinatensystems charakterisiert und es gilt

$$\mathbf{n} = \sin\psi \cos\eta \mathbf{i}_1 + \sin\psi \sin\eta \mathbf{i}_2 + \cos\psi \mathbf{i}_3. \quad (3.14)$$

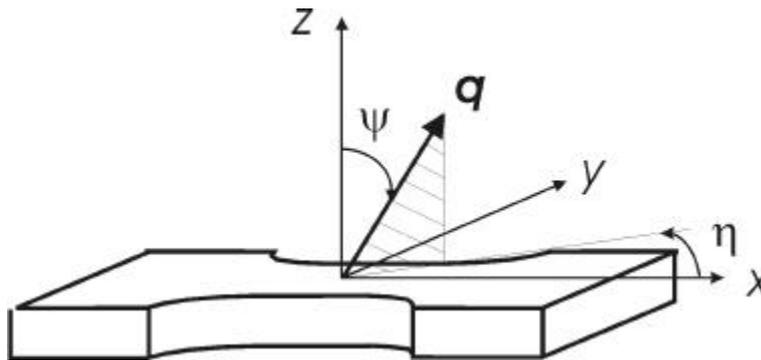


Bild 3.1: Beugungsvektor  $\mathbf{q}$  im  $xyz$ -Probenkoordinatensystem.

### 3.1.2 Beschreibung der Eigenschaften von Bragg-Beugungsprofilen

Zur Charakterisierung der Mikrostruktur in plastisch verformten Nickel-Ein- und -Vielkristallen soll das Ziel der Beugungsprofilanalyse im Rahmen der vorliegenden Arbeit in erster Linie darin bestehen, im Umkehrschluss aus gemessenen Bragg-Beugungsprofilen quantitative Aussagen über die Größe kohärent streuender Bereiche sowie über die Verteilung und Reichweite elastischer Verzerrungen und deren Ursachen zu gewinnen. Wesentliche Merkmale des Beugungsprofils  $I(\mathbf{q}, \mathbf{n})$ , die durch diese Struktureigenschaften bestimmt sind, können auf einfache Weise durch phänomenologische Profilparameter erfasst werden, die die Lage und die Form des Profils beschreiben. Für eine betrachtete  $\mathbf{n}$ -Messrichtung kann dabei eine Transformation der durch den Messvorgang von  $I(\theta)$  gegebenen  $\theta$ -Koordinate (vgl. Kapitel 4.1) in die  $q$ -Koordinate nach Gleichung (3.2) durchgeführt werden. Im Folgenden wird das Beugungsprofil auch durch einen sog.  $hkl$ -Reflex typ gekennzeichnet, der dem reziproken Gittervektor  $\mathbf{g}_{hkl}$  entspricht, in dessen Umgebung das BBP gemessen wird. Die Tabelle 3.1 gibt eine Übersicht über die in der Arbeit verwendeten Parameter, die aus den

Messprofilen  $I(\theta)$  ermittelt werden. Das Bild 3.2 veranschaulicht die Parameter an Hand eines schematischen BBP.

Stichprobenartige Texturuntersuchungen an den vorliegenden Materialklassen von fc bis nc Nickelvielkristallen zeigten, dass man im Wesentlichen von einer statistischen Verteilung der Kristallorientierungen in den Proben ausgehen kann (multiples of random distribution m.r.d. zwischen  $0,2 \leq \text{m.r.d.} \leq 3,1$  [116]). Die Form der Kristallite zeigt ebenfalls keine ausgeprägte Anisotropie. Darüber hinaus wird angenommen, dass die BBP unabhängig vom Beugungsvektor und von der Messrichtung, und damit unabhängig von der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung, immer repräsentativ für die Eigenschaften der Mikrostruktur der Probe in  $n$ -Messrichtung sind. Dies bedeutet, dass ggf. vorhandene Gradienten der Mikrostruktureigenschaften von der Oberfläche zum Probeninneren nicht berücksichtigt werden. Unter diesen Bedingungen ist es im Rahmen der kinematischen Streutheorie zur Erfüllung der genannten Zielsetzung nicht erforderlich, die absolute Intensität des BBP zu ermitteln. Für die graphische Darstellung der BBP wird deshalb auch die relative Intensität  $I/I_{\max}(\theta)$  benutzt.

Tabelle 3.1: Phänomenologische Profilparameter und ihre Definition ( $\theta_1, \theta_2$ ...Anfangs- und Endwinkel des Braggwinkel-Messintervalls,  $\theta_0$ ... Braggwinkel für das ideale, unverzerrte Gitter,  $I_{\max}$ ... maximale Intensität).

Merkmal	Parameter	Definition
Profillage	Schwerpunkt $\theta_S$	$\theta_S = \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta}{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta}$
	Peak $\theta_P$	$I(\theta_P) = I_{\max}$
	Schwerpunktverschiebung $\Delta\theta_S$	$\Delta\theta_S = \theta_S - \theta_0$
	Peakverschiebung $\Delta\theta_P$	$\Delta\theta_P = \theta_P - \theta_0$
Profilform	Integralbreite $\beta$	$\beta = \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta}{I_{\max}}$
	Halbwertsbreite $B$	$B = \theta_r - \theta_l$ mit $I(\theta_r) = I(\theta_l) = I_{\max}/2$
	Formparameter $F$	$F = \beta / B$
	Asymmetrieparameter $\vartheta_a$	$\vartheta_a = \theta_P - \theta_S$

Zur Veranschaulichung der Profilform wird häufig auch die relative Intensität über dem Abstand  $\Delta\theta$  bzw.  $\Delta q$  vom Profilpeak aufgetragen mit  $\Delta\theta = \theta - \theta_P$  bzw.  $\Delta q = q - q_P$ . Der Zusammenhang zwischen  $\Delta q$  und  $\Delta\theta$  kann näherungsweise über die Beziehung

$$\Delta q \approx \frac{4p}{\lambda} \cos \theta_0 \Delta\theta \quad (3.15)$$

hergestellt werden.

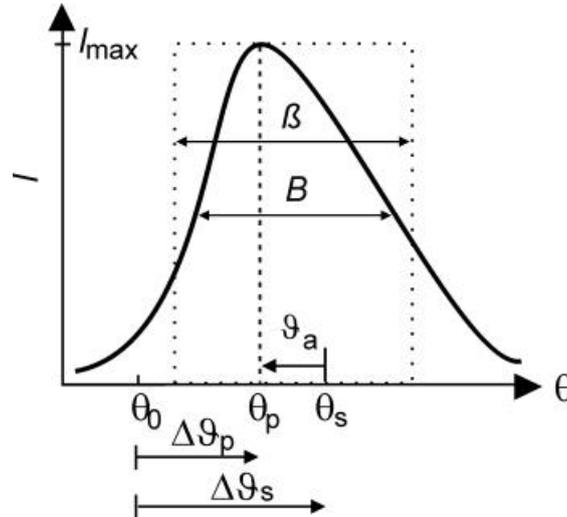


Bild 3.2: Phänomenologische Profilparameter eines BBP  $I(\theta)$  (Erläuterung der Symbole s. Tabelle 3.1).

Nutzt man die mit Gleichung (3.11) erfasste Tatsache, dass sich das BBP auch als Fourierreihe darstellen lässt, können aus den entsprechenden Fourierkoeffizienten mit Hilfe von Modellannahmen über die vorherrschende Mikrostruktur ebenfalls ausgewählte Mikrostruktureigenschaften quantitativ ermittelt werden. Für das gemessene BBP  $I(q)$  sind dann folgende Darstellungen zweckmäßig:

$$I(q) = \sum_{n \rightarrow -\infty}^{\infty} [A_n^* \cos(\frac{4p \sin \theta}{\lambda} n a_3') + B_n^* \sin(\frac{4p \sin \theta}{\lambda} n a_3')] = \sum_{L \rightarrow -\infty}^{\infty} (A_L^* \cos qL + B_L^* \sin qL) \quad (3.16)$$

wobei man annimmt, dass das BPP als eine periodische Funktion mit der Periode

$$\frac{2p}{a_3'} = 2p \left( \frac{h_0 + \frac{1}{2}}{a_3'} - \frac{h_0 - \frac{1}{2}}{a_3'} \right) = 4p \frac{(\sin^2 \theta_2 - \sin^2 \theta_1)}{\lambda} = q_2 - q_1 \quad (3.17)$$

entwickelt werden kann. Die Fourierkoeffizienten  $A_n^*$  und  $B_n^*$  erhält man dann aus dem Messprofil  $I(q)$  nach

$$A_n^* = \frac{1}{q_2 - q_1} \int_{\frac{q_2 - q_1}{2}}^{\frac{q_2 + q_1}{2}} I(q) \cos\left(\frac{2pnq}{q_2 - q_1}\right) dq \quad \text{mit } n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (3.18)$$

$$B_n^* = \frac{1}{q_2 - q_1} \int_{\frac{q_2 - q_1}{2}}^{\frac{q_2 + q_1}{2}} I(q) \sin\left(\frac{2pnq}{q_2 - q_1}\right) dq \quad \text{mit } n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (3.19)$$

Da die absolute Streuintensität im BBP nicht weiter betrachtet wird, sollen im Folgenden nur die jeweils auf  $A_0^*$  normierten Fourierkoeffizienten  $A_n$  und  $B_n$  diskutiert werden mit

$$A_n = A_n^* / A_0^* \quad \text{und} \quad B_n = B_n^* / A_0^* , \quad (3.20)$$

d. h.  $A_0 = 1$  und  $B_0 = 0$ .

Werden BBP in unterschiedlich großen Braggwinkel-Intervallen ( $\theta_2 - \theta_1$ ) oder um verschiedene reziproke Gittervektoren  $\mathbf{g}_{hkl}$  gemessen, so korrelieren die Fourierkoeffizienten  $A_L$  bzw.  $B_L$  bei jeweils gleicher Fourierlänge  $L = n a_3'$  (s. Gleichung (3.17)) miteinander.

Zwischen den Fourierkoeffizienten und den phänomenologischen Profilparametern eines für plastisch verformte kfz Metalle typischen BBP bestehen folgende wichtige Beziehungen:

Symmetrische Profile im Intervall ( $\theta_2 - \theta_1$ )	$\theta_S = \theta_P$	$\vartheta_a = 0$	$\beta = \frac{1}{\sum_{-\infty}^{\infty} A_n} \frac{\lambda}{2a_3' \cos \theta_S}$ [117]	$A_n \geq 0, B_n = 0$
Schwach asymmetrische Profile ( $ \vartheta_a  \ll (\theta_2 - \theta_1)$ )	$\theta_S < \theta_P$	$\vartheta_a > 0$	$\beta \approx \frac{1}{\sum_{-\infty}^{\infty} A_n} \frac{\lambda}{2a_3' \cos \theta_S}$	$A_n \geq 0, B_n \geq 0$
	$\theta_S > \theta_P$	$\vartheta_a < 0$		$A_n \geq 0, B_n \leq 0$

### 3.1.3 Physikalische Interpretation der Merkmale von Bragg-Beugungsprofilen

Nachstehend wird versucht, die Auswirkungen von speziellen Störungen des idealen Kristallgitters auf charakteristische Merkmale von Bragg-Beugungsprofilen zu systematisieren und grundlegende Schlussfolgerungen für das Vorgehen bei der Beugungsprofilanalyse abzuleiten.

Wie in 3.1.1 dargestellt, wird das BBP insbesondere beeinflusst durch Gitterverzerrungen und durch die Größe kohärent streuender Bereiche. In den KSB zeigt das Kristallgitter jeweils im Wesentlichen eine einheitliche Orientierung. Die Gesamtheit der KSB ist damit vor allem durch die Korn- bzw. Subkornstruktur des plastisch verformten Ni-Kristalls bestimmt. Die folgende Übersicht klassifiziert deshalb zunächst Gitterstörungen, die für zyklisch und einsinnig verformtes Ni typisch sind, nach ihrem Einfluss auf die Profilmerkmale. Eine detaillierte Darstellung der interessierenden quantitativen Zusammenhänge erfolgt in den Abschnitten 3.2 und 3.3. Die letzte Spalte der Tabelle enthält Anhaltspunkte zur Messstrategie, indem Parameter aufgeführt werden, von denen die Profilmerkmale abhängen. Diese Parameter können gezielt variiert werden zur Separation des Einflusses einzelner Gitterstörungen auf das BBP von denen anderer.

Punktdefekte, Punktdefektcluster und kleine Versetzungsschleifen, die bei plastischer Verformung in kfz Metallen ebenfalls gebildet werden, äußern sich im Wesentlichen durch eine erhöhte diffuse Streuung, wobei für kleine Beugungsvektoren die gestreute Intensität in den Profilausläufern proportional zu  $1/q^2$  ist, sowie durch eine charakteristische Profilverschiebung in Abhängigkeit von der Dichteänderung des Materials infolge erhöhter Leerstellen- oder Zwischengitteratomkonzentration [110]. Die Beiträge dieser Gitterdefekte zum BBP sind bei den in dieser Arbeit betrachteten plastischen Verformungen und Temperaturen

von untergeordneter Bedeutung gegenüber den durch Versetzungen hervorgerufenen Anteilen, und sollen deshalb im Weiteren vernachlässigt werden.

Tabelle 3.2: Gitterstörungen und deren mögliche Ursachen sowie maßgeblich durch sie beeinflusste Merkmale von BBP. Die letzte Spalte gibt Messparameter an, von denen der Einfluss der Gitterstörung auf das BBP ggf. quantitativ abhängt.

Gitterstörung	Mögliche Ursachen	Effekt auf das BBP	Betroffene Profilparameter, Fourierkoeff.	Effekt abhängig von
weitreichende innere Spannungen: (homogen im KSB)				
makroskopisch	heterogene plastische Verformung von Rand- und Kernbereichen der Probe	Verschiebung	$\Delta\vartheta_S$ $\Delta\vartheta_P$	$\mathbf{n}, \mathbf{g}_{hkl}$
kristallin	heterogene plastische Verformung zwischen den Kristalliten	Verschiebung Verbreiterung (ggf. Asymmetrie)	$\Delta\vartheta_S, \Delta\vartheta_P$ $\beta, B, F, A_n$ $\vartheta_a, B_n$	$\mathbf{n}, \mathbf{g}_{hkl}$ $\varepsilon_p$ im Verformungszyklus
mesoskopisch	heterogene plastische Verformung mesoskopischer Strukturelemente	Asymmetrie Verbreiterung	$\vartheta_a, B_n$ $\beta, B, F, A_n$	$\mathbf{n}, \mathbf{g}_{hkl}$ $\varepsilon_p$ im Verformungszyklus
mikroskopische Verzerrungen (inhomogen im KSB)	statistisch angeordnete Versetzungen	Verbreiterung	$\beta, B, F, A_n$	$\mathbf{n}, \mathbf{g}_{hkl}$ $\varepsilon_p$ im Verformungszyklus
Stapelfehler, Zwillinge	Herstellungsbedingt und/oder verformungsinduziert	Verschiebung Verbreiterung Asymmetrie	$\Delta\vartheta_S$ $\beta, B, F, A_n$ $\vartheta_a, B_n$	$\mathbf{g}_{hkl}$ unabhängig von $\varepsilon_p$ im Verformungszyklus
Begrenzung des KSB durch Korn- und Subkorngröße	Herstellungsbedingt und/oder verformungsbedingt	Verbreiterung	$\beta, B, F, A_n$	unabhängig von $\mathbf{g}_{hkl}$ abhängig von $\varepsilon_p$ im Verformungszyklus

## 3.2 Auswertalgorithmen

Zur Auswertung der quantitativen Merkmale von BBP liegen in der Literatur eine ganze Reihe von bewährten Algorithmen vor, die im Folgenden überblicksartig dargestellt werden. Dabei zeigt sich deutlich, dass die Ergebnisse der Analyse der BBP stark von den Annahmen über die in der Untersuchungsprobe auftretenden Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften abhängen. Das Ziel dieses Teilkapitels besteht deshalb darin, diejenigen Auswertalgorithmen herauszufiltern, die für die quantitative BBP-Analyse bei plastisch verformten kfz Metallen mit Gefügen vom Einkristall bis zum nanokristallinen Vielkristall sowohl geeignet als auch unerlässlich sind.

Grundsätzlich sollen alle Analyseverfahren für BBP gelten, die an unbelasteten Proben, d.h. ohne Anlegen einer äußeren Spannung, gemessen werden. Die dann in einem Volumenbereich der Probe auftretenden mechanischen Spannungen werden üblicherweise als Eigenspannungen bezeichnet, die von anderen Spannungen in einem anderen Bereich des Körpers herrühren bzw. gehalten werden, ohne dass äußere Kräfte auf den Körper einwirken. Im Rahmen der linearen Elastizitätstheorie gelten damit Randbedingungen für die Eigenspannungen und Gleichgewichtsbedingungen für Eigenspannungen und Momente. Die Entstehung von Eigenspannungen kann allgemein auf eine räumlich heterogene plastische Verformung zurückgeführt werden.

### 3.2.1 Profilverschiebung

Wird eine Verschiebung  $\Delta\vartheta_s$  des BBP gegenüber der Messung an einer spannungsfreien Probe im Ausgangszustand beobachtet, dann kann dies auf eine Änderung  $\Delta d = d - d_0$  des mittleren Netzebenenabstandes im gesamten streuenden Volumen infolge von elastischen Verzerrungen und/oder Stapelfehlern auf  $\{111\}$ -Netzebenen zurückgeführt werden. Ausgehend von der Bragg-Gleichung

$$2d_0 \sin\theta_0 = \lambda \quad (3.21)$$

mit  $d_0 = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  erhält man

$$\Delta\vartheta_s = \Delta\vartheta_{s,\varepsilon} + \Delta\vartheta_{s,SF} = -\frac{\Delta d_\varepsilon + \Delta d_{SF}}{d_0} \tan\theta_0. \quad (3.22)$$

a) *Stapelfehler*. Der von Stapelfehlern erzeugte Beitrag  $\Delta\vartheta_{s,SF}$  wird im Wesentlichen von der Stapelfehlerwahrscheinlichkeit  $\alpha$  und von der Stärke der Aufspaltung des Stapelfehlers bestimmt und hängt in Vorzeichen und Betrag von  $g_{hkl}$  ab (u.a. [103][112][118]). Für einen kfz Vielkristall mit statistischer Verteilung der Kristallitorientierung gibt Warren [103] den Ausdruck

$$\Delta\vartheta_{s,SF} = \frac{90^\circ \sqrt{3} \alpha \tan\theta_0}{p^2} \xi_{hkl} \quad (3.23)$$

an, wobei  $\xi_{hkl}$  eine Funktion von  $hkl$  ist ( $\xi_{111} = 1/4$ ,  $\xi_{200} = -1/2$ ,  $\xi_{220} = 1/4$ ,  $\xi_{311} = -1/11$ ,  $\xi_{222} = -1/8$ ,  $\xi_{400} = 1/4$ ,  $\xi_{331} = 1/19$ ,  $\xi_{420} = -1/20$ ). Die Profilverschiebung durch Stapelfehler im Vielkristall hängt damit nicht von der Messrichtung  $\mathbf{n}$  ab.

b) *Makrospannungen*. Der Beitrag  $\Delta\vartheta_{s,\varepsilon}$  kann mit elastischen Verzerrungen korreliert werden, die im einfachsten Fall im gesamten bestrahlten makroskopischen Volumen homogen sind. Der symmetrische Verzerrungstensor  $\varepsilon_{ij}$  bestimmt dann gemäß folgender Beziehung die Profilverschiebung in  $\mathbf{n}$ -Messrichtung

$$\begin{aligned} \Delta\vartheta_{s,\varepsilon} = & -\varepsilon_n \tan\theta_0 = \\ & -(\varepsilon_{11} \cos^2\eta \sin^2\psi + \varepsilon_{12} \sin 2\eta \sin^2\psi + \varepsilon_{22} \sin^2\eta \sin^2\psi + \\ & \varepsilon_{33} \cos^2\psi + \varepsilon_{13} \cos\eta \sin 2\psi + \varepsilon_{23} \sin\eta \sin 2\psi) \tan\theta_0, \end{aligned} \quad (3.24)$$

wobei  $\varepsilon_n = \mathbf{n} \boldsymbol{\varepsilon}_{ij} \mathbf{n}$  die Verzerrung in Messrichtung bedeutet. Um die sechs Tensorkomponenten  $\varepsilon_{ij}$  berechnen zu können, muss die Profilverschiebung  $\Delta\vartheta_{s,\varepsilon}$  also in mindestens 6 unabhängigen  $\mathbf{n}$ -Messrichtungen ermittelt werden. Über die elastischen Moduln  $C_{ijkl}$  kann dann auch der zugehörige Eigenspannungstensor aus dem Hookschen Gesetz erhalten werden zu

$$\boldsymbol{\sigma}_{ij} = C_{ijkl} \boldsymbol{\varepsilon}_{kl} . \quad (3.25)$$

Für einkristalline Proben ist die Durchführung dieser Messungen i.a. nicht unkompliziert, da nur eine diskrete Anzahl von  $\mathbf{n}$ -Messrichtungen parallel zu  $[hkl]$ -Netzebenenormalen zur Verfügung steht. Diese  $\mathbf{n}$  sind im Wesentlichen durch Gitterkonstante und kristallographische Orientierung der Probe sowie durch apparative Bedingungen (insb. Wellenlänge) eingeschränkt.

Für vielkristalline Proben, bei denen eine hinreichende Anzahl von Kristalliten zur Entstehung des BBP beiträgt, ist das sog.  $\sin^2\psi$ -Verfahren [119][120] eine bewährte Methode zur Ermittlung der Komponenten des Eigenspannungstensors. Betrachtet man Ni näherungsweise als elastisch isotropes Material (Anisotropiefaktor  $A_{Ni} = 2C_{44}/(C_{11}-C_{12}) = 2,45$ , zum Vergleich  $A_{Cu} = 3,21$  [121]) erhält man lineare  $\Delta\vartheta_{s,\varepsilon} - \sin^2\psi$ -Messwertkurven für  $\eta = \text{konst.}$  unter den Voraussetzungen, dass die Hauptachsen des Eigenspannungstensors mit den Probenkoordinatenachsen übereinstimmen, und dass für die Hauptspannungskomponente  $\sigma_{III}$  kein Gradient  $\partial\sigma_{III}/\partial z$  und keine Textureffekte durch elastisch anisotropes Verhalten der Kristallite auftreten. Aus dem Anstieg und dem Absolutglied einer solchen Funktion können dann mit Hilfe des isotropen Elastizitätsmoduls  $E = 199 \text{ GPa}$  und der Poissonzahl  $\nu = 0,31$  [121] die Eigenspannungskomponenten  $\sigma_I$  und  $\sigma_{II}$  berechnet werden nach

$$\Delta\vartheta_{s,\varepsilon} = -\tan\theta_0 \left[ \frac{\nu+1}{E} (\sigma_I \cos^2\eta + \sigma_{II} \sin^2\eta) \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_I + \sigma_{II}) \right] . \quad (3.26)$$

Sind die Hauptspannungsachsen um die  $z$ -Probenkoordinatenachse gedreht, so lassen sich die Hauptspannungen  $\sigma_I$  und  $\sigma_{II}$  aus zwei Messwertkurven berechnen, die bezüglich  $\eta$  in mindestens zwei zueinander versetzte Richtungen aufgenommen werden. Das sogenannte  $\eta$ -Umlaufverfahren [122] gestattet es ebenfalls, die Spannungskomponenten  $\sigma_{11}$  bzw.  $\sigma_{22}$  sowie Drehungen des Hauptachsensystems aus Messungen von  $\Delta\vartheta_{s,\varepsilon} - \sin^2\eta$ -Messwertkurven für konstante Winkel  $\psi$  (und damit für konstante Eindringtiefe des Röntgenstrahls) aus einer zu Gleichung (3.26) analogen Beziehung zu ermitteln.

Treten Gradienten  $\partial\sigma_{III}/\partial z \neq 0$  auf, so sind die  $\Delta\vartheta_{s,\varepsilon} - \sin^2\psi$ -Messwertkurven parabelförmig. Kommt eine Kippung des Hauptachsensystems zum Probenkoordinatensystem hinzu, so findet man bei  $\eta = \text{konst.}$  Aufspaltungen der parabelförmigen  $\Delta\vartheta_{s,\varepsilon} - \sin^2\psi$ -Messwertkurven für  $\psi \geq 0$  und  $\psi \leq 0$  (z. B. [112]). Liegt ein dreidimensionaler Eigenverzerrungs- bzw. Spannungszustand vor, dann kann dieser auch mittels des sog. Röntgenintegralverfahrens [123] auf der Grundlage von Gleichung (3.24) ermittelt werden, für den jedoch wegen der Möglichkeit von Dehnungsgradienten 24 Dehnungsmatrixelemente gemessen werden müssen.

Eigenverzerrungs- und -spannungszustände dieser Art könnten an Ni-Einkristallen näherungsweise dann auftreten, wenn sich z. B. der Oberflächenbereich (aus dem das röntgenographische Signal stammt) und das Innere der Probe unterschiedlich stark plastisch

verformen. In Vielkristallen müsste ein solches Rand-Kern-Verhalten von einem Verformungsverhalten der Kristallite begleitet werden, dass sich durch das sog. Voigt-Modell [124] beschreiben lässt. Dabei wird angenommen, dass über alle Kristallite ein einheitlicher Dehnungszustand herrscht und damit die Dehnung  $\varepsilon_n$  nur von  $\mathbf{n}$ , jedoch nicht vom untersuchten  $\{hkl\}$ -Netzebenentyp abhängt.

c) *Kristallitstressspannungen*. Eigenverzerrungen bzw. -spannungen, die innerhalb der Kristallite homogen, von Kristallit zu Kristallit jedoch verschieden sind, führen ebenfalls i.a. zu einer Profilverschiebung. Der Eigenverzerrungstensor bzw. -spannungstensor eines Kristalliten lässt sich durch Auswertung der in mindestens 6 Messrichtungen am Einzelkristalliten gemessenen Profilverschiebung nach Glg. (3.24) und (3.25) berechnen, vorausgesetzt, der Kristallit bekannter Orientierung ist für die Durchführung der Messung groß genug (Durchmesser  $d$  mindestens einige  $\mu\text{m}$ , z. B. [125][126]). Führt man diese Messungen an hinreichend vielen einzelnen Kristalliten aus, so lässt sich im Prinzip durch Mittelwertbildung unter Berücksichtigung der Kristallitvolumina der Eigenverzerrungs- und -spannungstensor des gesamten Oberflächenbereichs bestimmen (z. B. [127]).

Bei konventionellen BBP-Messungen an Vielkristallproben führen Eigenverzerrungen bzw. -spannungen dieser Art oft zu komplizierten, nichtlinearen  $\Delta\theta_{s,\varepsilon}\text{-sin}^2\psi$ -Messwertkurven, auch wenn beispielsweise das makroskopische Probenvolumen im Mittel eigenverzerrungs- bzw. -spannungsfrei ist. Das liegt darin begründet, dass die Dehnung  $\varepsilon_n$  die mittlere Netzebenenabstandsänderung nur für diejenigen Kristallite repräsentiert, die  $[hkl]$ -Netzebenennormalen in die jeweilige  $\mathbf{n}$ -Messrichtung haben. Selbst für einen  $\{hkl\}$ -Reflextyp trägt damit bei jeder Änderung von  $\mathbf{n}$  eine andere Kristallitfraktion zum BBP bei, was i.a. zu anderen mittleren Eigenverzerrungs- bzw. -spannungstensoren für die röntgenographisch selektierten Kristallite führt.

In der Literatur gibt es zahlreiche Versuche (u.a. [128] - [130]), ausgehend von konkreten Modellen für das Plastizierungsverhalten der Kristallite, Aussagen über die Abhängigkeit der Messgröße  $\varepsilon_n$  von der  $\mathbf{n}$ -Messrichtung bei gegebenem  $hkl$ -Reflextyp abzuleiten. Beispielhaft sei hier zum einen die Arbeit von Popa [131] genannt, der für Vielkristalle mit statistischer Orientierungsverteilung der Kristallite (kurz: texturfrei) im Rahmen des Reuss-Modells [132] des Vielkristallverhaltens (homogener Spannungszustand über alle Kristallite) Voraussagen über die Funktion  $\varepsilon_n(\mathbf{n}, hkl)$  bei gegebenem mittleren Eigenspannungszustand über alle Kristallite trifft, die dann von den elastischen Konstanten abhängt. Ein umgekehrtes Vorgehen wird in den Arbeiten von Behnen [133][134] und Wang et al. [135] angewendet, die eine Vielzahl experimenteller  $\varepsilon_n\text{-sin}^2\psi$ -Messwertkurven für verschiedene Winkel  $\eta=\text{konst.}$  unterschiedlicher  $hkl$ -Reflextypen nutzen, um die Spannungstensoren der Kristallite in Abhängigkeit von ihrer Orientierung in der vielkristallinen Probe (sog. stress-orientation-function SOF) durch geeignete Fitprozeduren für 177 Koeffizienten (!) in einer Reihenentwicklung zu ermitteln. Die so erhaltenen Eigenspannungen könnten dazu dienen, Modelle für die Vielkristallplastizität zu bewerten. Es zeigt sich jedoch, dass auf Grund der beschränkten Anzahl von Messpunkten zusätzliche Annahmen für die Dehnungs- und Spannungsverteilung der Kristallite zu treffen sind (z.B. minimale Varianz von Dehnungen und/oder Spannungen), um eindeutige Lösungen für die SOF zu erhalten.

Besitzt die vielkristalline, elastisch anisotrope Probe keine statistisch regellose Verteilung der Kristallitorientierungen, muss zur Auswertung von nichtlinearen  $\Delta\theta_{s,\varepsilon}\text{-}\mathbf{n}$ -Messwert-

kurven zusätzlich noch die Orientierungsverteilungsfunktion (orientation distribution function ODF) bekannt sein, um makroskopische und kristalline Eigenverzerrungs- bzw. -spannungstensoren zu ermitteln (u.a. [136][137]).

Ganz allgemein lassen sich mittlere Eigenverzerrungen und -spannungen, die sich in einer plastisch verformten Probe von Kristallit zu Kristallit unterscheiden, auf unterschiedliche plastische Verformung der Kristallite zurückführen. In Abhängigkeit von den Verformungsprozessen sind dann lineare oder nichtlineare  $\Delta\theta_{s,\varepsilon}\text{-sin}^2\psi$ - bzw.  $\Delta\theta_{s,\varepsilon}\text{-sin}^2\eta$ -Messwertkurven für die einzelnen *hkl*-Reflextypen zu erwarten. Umgekehrt kann jedoch auch unter optimalen Messbedingungen aus den Messwertkurven nicht eindeutig auf das Kristallitverformungsverhalten geschlossen werden.

### 3.2.2 Profilverbreiterung

Wird nach plastischer Verformung eine Verbreiterung des BBP beobachtet gegenüber der Messung an einer spannungsfreien Probe mit kohärent streuenden Bereichen, die Abmessungen  $\geq 1\mu\text{m}$  besitzen, so können dafür vor allem Verteilungen von Eigenverzerrungen mit Kristallit- und mesoskopischer Reichweite, mikroskopische Verzerrungen durch Anordnungen von Versetzungen, eine Abnahme der Größe kohärent streuender Bereiche unter  $1\mu\text{m}$  sowie Stapelfehler und Zwillinge verantwortlich sein. Treten mehrere Effekte gleichzeitig auf, so überlagern sich diese z. T. auf komplizierte Weise. In Abschnitt 3.3 wird ein Vorschlag für das Vorgehen zur Trennung der einzelnen Beiträge entwickelt. Im folgenden werden zunächst Algorithmen zur Analyse der Profilverbreiterung getrennt nach ihren Ursachen diskutiert.

a) *Anordnungen von Versetzungen.* Unabhängig voneinander haben in den 60-er Jahren Krivoglaz und Rjaboshapka (vgl. [110]) und Wilkens [138][139] Modelle entwickelt, die die Verbreiterung eines BBP mit einer statistischen bzw. begrenzt regellosen Verteilung von geraden, zueinander parallelen Versetzungen verbindet. Ausgehend von der Darstellung der Fourierkoeffizienten eines symmetrischen BBP ( $B_n=0$ ) nach Glg. (3.12) und mit der Annahme  $N_n/N_3 \approx 1$  (große kohärent streuende Bereiche), können diese in eine Potenzreihe entwickelt und in exponentieller Form dargestellt werden. Für kleine  $\varepsilon_{g,L}$  müssen dann im Wesentlichen mindestens  $\langle e_{g,L}^2 \rangle$  und  $\langle e_{g,L}^4 \rangle$  für die Anordnung der Versetzungen einer Dichte  $\rho$  berechnet werden, wobei zunächst keine starke Defektkorrelation, wie z. B. für Versetzungsdipol- oder Versetzungsschleifen, betrachtet wird. In einer quadratischen Näherung ergibt sich für die begrenzt regellose Versetzungsverteilung

$$\ln A_L \approx -\frac{\rho}{2}(gb)^2 C \rho L^2 f(\zeta) \quad (3.27)$$

mit  $g = h_0/a$ ,  $b = 0,25\text{nm}$  als Betrag des Burgersvektors,  $C$  als sogenanntem Kontrastfaktor ( $0 \leq C \leq 1$ ), der vom Typ der Versetzung, von den Winkeln zwischen  $\mathbf{g}_{hkl}$ ,  $\mathbf{b}$  und dem Linienvektor  $\mathbf{l}$  der Versetzung sowie von den elastischen Konstanten abhängt und  $\rho$  als mittlerer Versetzungsdichte. Die Funktion  $f(\zeta)$  mit  $\zeta = R_{\text{eff}}/L$  wird vor allem durch die Anordnung der Versetzungen bestimmt, wobei  $R_{\text{eff}}$  der Radius für die Reichweite der Verzerrungen der begrenzt regellosen Versetzungsverteilung ist, vergleichbar mit dem äußeren Abschneide-

radius für die gespeicherte Energie der Versetzungen.  $f(\zeta)$  kann nur näherungsweise angegeben werden, wobei der führende Term der Funktion

$$\ln \frac{R_{eff}}{L} \quad \text{für} \quad R_{eff} > L \quad \text{bzw.} \quad (3.28)$$

$$R_{eff}/L \quad \text{für} \quad R_{eff} < L \quad (3.29)$$

ist [138]. Die Gültigkeit der Glg. (3.27) beschränkt sich auf Versetzungsanordnungen, für die  $R_{eff} > \rho^{-1/2}$  ist. Aus dem Zusammenhang zwischen den  $A_L$  und der Integralbreite  $\beta$  des BBP kann für  $R_{eff} > L$  abgeleitet werden, dass näherungsweise gilt

$$\beta \cos \theta_0 \propto b(\rho C)^{1/2} (\ln \rho^{1/2} R_{eff})^{1/2} \sin \theta_0. \quad (3.30)$$

Die Arbeiten von Krivoglaz und Wilkens lieferten damit eine physikalische Interpretation der von Stokes und Wilson [140], Warren und Averbach [117] sowie Williamson und Hall [141] entwickelten Methoden zur Bestimmung von Verteilungen elastischer Verzerrungen in plastisch verformten Metallen. So kann nach [140] der durch Gauß-verteilte Verzerrungen  $\epsilon$  verursachte Beitrag  $\beta_\epsilon$  zur Integralbreite beschrieben werden mit

$$\beta_\epsilon \cos \theta_0 = \sqrt{2\rho} \langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} \sin \theta_0, \quad (3.31)$$

oder nach [117] der durch diese Verzerrungen verursachte Anteil  $A_{L,\epsilon}$  an den Fourierkoeffizienten zu

$$\ln A_{L,\epsilon} = -2\pi^2 g^2 L^2 \langle e_{g,L}^2 \rangle. \quad (3.32)$$

Aufbauend auf diesen Arbeiten, entwickelten Groma u.a. [142] ein Modell für eine statistische Anordnung von geraden Versetzungen unterschiedlicher lokaler Dichte mit jeweils gleicher Anzahl positiver und negativer Burgersvektoren, wobei zwischen den Versetzungen auch starke Korrelationen zugelassen werden. Der Realteil der Fourierkoeffizienten des BBP für eine solche Anordnung lässt sich unter Berücksichtigung von Termen bis zur 4. Ordnung schreiben zu

$$\ln A_L = -\langle \rho^* \rangle L^2 \ln \frac{R_{eff}}{L} + \frac{1}{2} (\langle \rho^{*2} \rangle - \langle \rho^* \rangle^2) L^4 \ln \frac{R_2}{L} \ln \frac{R_3}{L}, \quad (3.33)$$

wobei  $\rho^*$  die sog. formale Versetzungsdichte ist mit

$$\rho^* = \frac{\rho}{2} (gb)^2 C \rho. \quad (3.34)$$

In Gleichung (3.33) tritt damit im Vergleich mit (3.27) zusätzlich noch ein Term auf, der die Fluktuation der Versetzungsdichte berücksichtigt. Allerdings besitzen die Größen  $R_2$  und  $R_3$  keine unmittelbare physikalische Bedeutung und sind numerisch anzupassen. Einschränkend muss allerdings vermerkt werden, dass Gleichung (3.33) grundsätzlich nur für kleine Fourierlängen  $L$  gilt (in praktischen Anwendungen ist  $n_{\max} < 15$  bzw.  $L_{\max} < 100\text{nm}$  [142]).

Analog zu Beziehung (3.31) kann im Rahmen dieses Modells für die Integralbreite eines BBP näherungsweise geschrieben werden

$$\beta \cos \theta_0 = \sqrt{2pb}A\sqrt{\langle \rho \rangle} \sqrt{C} \sin \theta_0 + 2pb^2 A' \sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2} C \sin^2 \theta_0 / \lambda . \quad (3.35)$$

$A$  und  $A'$  sind Funktionen, die von  $R_{\text{eff}}$  bzw. von den Parametern  $R_2$  und  $R_3$  abhängen.

Während in dem von Groma u.a. in [142] entwickelten Modell die ersten Fourierkoeffizienten für die Beschreibung der Profilverbretterung durch inhomogene Versetzungsanordnungen benutzt werden, gibt Groma in [143] eine Möglichkeit an zur Bestimmung von  $\langle \rho \rangle$  und von  $\langle \rho^2 \rangle$  aus der Berechnung der sog. beschränkten Momente bzw. Varianzen  $v_k(\Delta q')$   $k$ -ter Ordnung des BBP  $I(\Delta q)$ . Mit

$$v_k(\Delta q') = \int_{-\Delta q'}^{\Delta q'} (\Delta q)^k I(\Delta q) d(\Delta q) / \int_{-\infty}^{\infty} I(\Delta q) d(\Delta q) \quad (3.36)$$

lassen sich für große Werte von  $\Delta q$ , d.h. für die Ausläufer des BBP, die Varianzen 2. und 4. Ordnung schreiben als

$$v_2(\Delta q') = \pi (gb)^2 C \langle \rho \rangle \ln \frac{\Delta q'}{\Delta q_0} \quad \text{und} \quad (3.37)$$

$$v_4(\Delta q') = \frac{\pi}{2} (gb)^2 C \langle \rho \rangle (\Delta q')^2 + 3(p(gb)^2 C)^2 \langle \rho^2 \rangle \ln \frac{\Delta q'}{\Delta q_2} \ln \frac{\Delta q'}{\Delta q_3} . \quad (3.38)$$

In diesen Beziehungen sind  $\Delta q_0$ ,  $\Delta q_2$  und  $\Delta q_3$  Konstanten, die nicht weiter physikalisch interpretiert werden müssen. Diese Darstellung (der Ausläufer!) des BBP hat gegenüber (3.33) damit den Vorteil, unabhängig von der konkreten Anordnung der Versetzungen zu sein, d.h. sie gilt auch für starke Korrelationen zwischen den Versetzungen wie bei Versetzungsdipolen, ohne dass im asymptotischen Bereich von  $v_k(\Delta q')$  die Korrelationsparameter zur Berechnung von  $\langle \rho \rangle$  und  $\langle \rho^2 \rangle$  explizit eingehen.

Der für die Ermittlung absoluter Versetzungsdichten notwendige Kontrastfaktor  $C = C_\gamma$  für beliebige Versetzungstypen kann nach Wilkens [139] für Versetzungen in elastisch isotropen Medien ermittelt werden mit

$$C_\gamma = \cos^2 \gamma C_s + \sin^2 \gamma C_e + \sin \gamma \cos \gamma C_i , \quad (3.39)$$

wobei  $\gamma$  der Winkel zwischen Burgersvektor und Linienvektor der Versetzung ist und die Indizes s, e und i für Schrauben- ( $\gamma = 0, \pi$ ) und Stufenversetzung ( $\gamma = \pm \pi$ ) sowie für einen Wechselwirkungsterm stehen. Dabei gilt

$$C_s = \sin^2 \psi \cos^2 \psi , \quad (3.40)$$

$$C_e = \sin^4 \psi \frac{1}{8(1-\nu)} [(1-4\nu+8\nu^2) + 4(1-2\nu) \cos^2 \Phi] , \quad (3.41)$$

$$C_i = \sin^3 \psi \cos \psi \cos \Phi \frac{3-7\nu+4\nu^2}{2(1-\nu)^2} , \quad (3.42)$$

mit der Definition der Winkel

$$\mathbf{g}_{hkl} \cdot \mathbf{l} / (2\pi) = g l \cos\psi \quad \text{und} \quad (\mathbf{g}_{hkl} \times \mathbf{l}) \cdot \mathbf{b} / (2\pi) = g b l \sin\psi \sin\Phi \sin\gamma. \quad (3.43)$$

Soll die elastische Anisotropie des Materials berücksichtigt werden, so gilt ganz allgemein [144]

$$C \propto \left\langle \left( \frac{\mathbf{g}_{hkl} \boldsymbol{\beta} \mathbf{g}_{hkl}}{g_{hkl}^2} \right)^2 \right\rangle, \quad (3.44)$$

wobei  $\boldsymbol{\beta}$  der Distorsionstensor für eine Versetzung unter Berücksichtigung der elastischen Anisotropie ist und die Mittelung über den gesamten Raum um die Versetzung durchgeführt werden muss. Die Berechnungen sind nur numerisch möglich. Sie sind z.B. von Klimanek und Kužel [145] für unendlich ausgedehnte, gerade Versetzungen verschiedener Typen in hexagonalen und von Ungár u. a. [146] in kubischen Kristallen ausgeführt worden. Das Computerprogramm „Anizc“ zur Berechnung anisotroper  $C$ -Faktoren [147] wurde von Borbély entwickelt und kann im Internet genutzt werden zur Ermittlung von  $C$  in Abhängigkeit von den elastischen Konstanten und vom Versetzungstyp für verschiedene  $\mathbf{g}_{hkl}$ .

Sind in den plastisch verformten Proben z.B. infolge von Mehrfachgleitung  $K$  verschiedene Sätze von Versetzungen vorhanden, so sind insbesondere die Parameter  $\rho$ ,  $R_{\text{eff}}$  und  $C$  in den Gleichungen (3.27)-(3.30), (3.33)-(3.35) und (3.37)-(3.38) durch entsprechende mittlere Größen zu ersetzen:

$$\bar{C} = \frac{1}{K} \sum_1^K C_k, \quad (3.45)$$

$$\bar{\rho} = \frac{1}{C} \sum_1^K C_k \rho_k, \quad (3.46)$$

$$\bar{R}_{\text{eff}} = \prod_1^K (R_{\text{eff},k})^\kappa \quad \text{mit} \quad \kappa = \frac{C_k \rho_k}{C \bar{\rho}}. \quad (3.47)$$

Für Einkristalle bietet sich damit prinzipiell die Möglichkeit, durch Variation der  $\mathbf{n}$ -Messrichtung sowie des  $hkl$ -Reflexstyps Aussagen über die einzelnen Versetzungspopulationen zu gewinnen. Bei konventionellen Messungen an Vielkristallen erhöht sich dagegen die Anzahl freier Parameter so erheblich, dass in der Regel nur Informationen über mittlere Eigenschaften der Versetzungsanordnung erhalten werden können.

Für gerade Schrauben- und Stufenversetzungen in texturfreien Ni-Vielkristallen bzw. bei statistischer Gleichverteilung über alle möglichen Burgersvektoren vom Typ  $a\langle 110 \rangle/2$  wurde gezeigt (u.a. in [110][145][148][149][150]), dass für  $\bar{C}$  ganz allgemein gilt

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00} \left( 1 - q \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \right), \quad (3.48)$$

wobei  $\bar{C}_{h00}$  der mittlere Kontrastfaktor für  $h00$ -Reflexe und  $q$  ein dimensionsloser Parameter ist. Beide hängen vom Versetzungstyp und von den elastischen Moduln  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  und  $C_{44}$  ab.

Die in diesem Abschnitt bisher erläuterten Modelle zur Beschreibung der Profilverbreiterung durch Versetzungen sind in der Literatur etabliert und finden für plastisch verformte Metalle vor allem dann Anwendung, wenn es um die Bestimmung relativ hoher, mittlerer Versetzungsdichten aus der Analyse von BBP geht. Darüber hinaus gibt es in letzter Zeit vielfältige Bemühungen, ausgehend von speziellen Versetzungskonfigurationen deren Einfluss auf das BBP zu untersuchen bzw. die Eigenschaften allgemeinerer Kristalldefekte mit dem BBP zu verbinden. So wurde von Barabash und Klimanek [151] die Breite von BBPs und von Rockingkurven für pile-ups von Versetzungen, Versetzungswände, statistisch verteilte Überschussversetzungen und Versetzungsloops in Abhängigkeit von der Art und Dichte der Versetzungen berechnet. Bor u.a. [152] simulierten BBP an einem plastisch gescherten Verbundmaterial, wobei Ergebnisse von Computersimulationen der Versetzungsdynamik direkt als Input für die Berechnung der BBP benutzt wurden, die mit wachsender Versetzungsdichte breiter, z.T. auch deutlich asymmetrisch werden. Bougrab u.a. [153] berechneten die komplette lokale Gitterdistorsion für diskrete, periodische Versetzungsanordnungen. Dabei benutzten sie einen lokalen Versetzungsdichtetensor und den Tensor der Greenschen Funktion zur Berücksichtigung der Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen. Im Rahmen der kinematischen Beugungstheorie ermittelten sie daraus die Fourierkoeffizienten des BBP in der Form von Gleichung (3.12) unter Berücksichtigung der elastischen Anisotropie. Wie zu erwarten, hängen die Koeffizienten vom Versetzungstyp, dem Abstand zwischen den Versetzungen und vom  $hkl$ -Reflexstyp ab. Ein etwas anderes Vorgehen zeigt die Arbeit von van Berkum u.a. [154]. Dort werden Dehnungsfelder von Defekten unterschiedlichen Charakters betrachtet, wobei als freie Parameter der auf  $\mathbf{q}$  projizierte Abstand zwischen den Defekten, die „Reichweite“ des Verzerrungsfeldes eines Einzeldefekts sowie das mittlere Verzerrungsquadrat für den Defekt eingehen. Aus einer additiven Überlagerung der Dehnungsfelder werden dann die Fourierkoeffizienten  $A(L, g_{hkl})$  berechnet. Für große Reichweiten der Verzerrungsfelder hängen die  $A_L$ , wie für elastische Verzerrungen üblich, von  $g_{hkl}$  ab, während Defekte mit scharf begrenzter Reichweite zu Fourierkoeffizienten führen, die relativ unabhängig von  $g_{hkl}$  sind, wie es eigentlich für „Teilchengrößeneffekte“ bekannt ist (vgl. Abschnitt *d*).

Für die in der vorliegenden Arbeit verfolgten Zielstellungen bei der Charakterisierung der verformungsinduzierten Mikrostruktur sind diese Ansätze jedoch alle weniger geeignet, da das BBP vorrangig durch Versetzungsanordnungen bestimmt wird, die sich im Rahmen der Modelle nach Krivoglaz, Wilkens und Groma beschreiben lassen, und die spezielle Anordnung sowie der Polarisationsgrad der Versetzungsanordnungen einen zwar nachweisbaren, aber insgesamt geringeren Einfluss auf das BBP haben. Das generelle Problem, dass man umgekehrt aus einem BBP nicht eindeutig auf die Art, Dichte und Anordnung von Gitterdefekten schließen kann, können natürlich auch die genannten neueren Modelle nicht lösen.

*b) Weitreichende Eigenverzerrungen.* Verteilungen von Eigenverzerrungsbeiträgen, deren Reichweite sich über die kohärent streuenden Bereiche erstreckt, können nicht nur zur Profilverschiebung, sondern auch zu einer Verbreiterung beitragen. Grundsätzlich wird in der Literatur bei der Beschreibung der Entstehung des BBP berücksichtigt, dass die Teilprofile  $I_j(q)$ , die von Streuprozessen an den einzelnen KSB herrühren, infolge von von Null verschiedenen mittleren Dehnungen  $\epsilon_j$  in  $\mathbf{n}$ -Messrichtung gegeneinander verschoben sein können (vgl. z.B. [112]). Beispiele für die quantitative Ermittlung dieses Beitrages zur

Profilverbreiterung finden sich jedoch selten. Eine Ausnahme bilden die Arbeiten von Klimanek (u.a. [109][155][156]). Dort werden sog. strukturell inhomogene Vielkristalle untersucht. Das BBP wird als ein Multiplett  $I(q)$  aufgefasst, das aus der gewichteten Summe der Partialprofile aller KSB entsteht (vgl. Glg. (3.13)), wobei sich die KSB z.B. in der mittleren Versetzungsdichte, dem Abschirmradius  $R_{\text{eff}}$  und durch weitreichende innere Spannungen, die  $\varepsilon_j$  verursachen, voneinander unterscheiden können. Die komplexen Fourierkoeffizienten  $C(L)$  eines solchen Multipletts lassen sich dann schreiben als

$$C(L) = \sum_j w_j C_j(L) \exp(-iL\Delta q_j), \quad (3.49)$$

wobei  $w_j$  den Wichtungsfaktor darstellt, der insbesondere vom Volumenanteil und von der Orientierungsverteilung der KSB abhängt,  $C_j(L)$  den entsprechenden Fourierkoeffizienten des Partialprofils und  $\Delta q_j = \frac{4p}{\lambda} \Delta\theta_j \cos\theta_0 = -2\pi \varepsilon_j / d_0$  den Abstand des Partialprofils vom Peak des Multipletts.

Klimanek [109] gibt auch eine Beziehung zwischen der Integralbreite  $\beta$  des Multipletts und der Integralbreiten  $\beta_j$  der Partialprofile an, wenn diese nicht durch weitreichende Verzerrungen  $\varepsilon_j$  gegeneinander verschoben sind:

$$\beta = \frac{1}{\left\langle \frac{1}{\beta_j} \right\rangle}. \quad (3.50)$$

Treten solche Teilprofilverschiebungen zusätzlich auf, so kann ein einfacher Zusammenhang zwischen  $\beta$ ,  $\beta_j$  und dem mittleren Verschiebungsquadrat  $\langle \Delta\theta_j^2 \rangle$  nur dann gefunden werden, wenn die  $\beta_j$  für alle Teilprofile gleich ist. Sind alle Teilprofile näherungsweise gaußförmig und die Verschiebung klein gegen die Profilbreite, so gilt

$$\beta = \frac{\beta_j^3}{\beta_j^2 - p \langle \Delta\theta_j^2 \rangle} = \frac{\beta_j^3}{\beta_j^2 - p \langle \varepsilon_j^2 \rangle \tan^2 \theta_0}. \quad (3.51)$$

Anwendungen dieser Auswertebeziehungen auf BBP plastisch verformter, einphasiger Metalle sind dem Autor nicht bekannt.

c) *Stapelfehler und Zwillinge*. Die ersten Arbeiten zur Ermittlung des Beitrags von Stapelfehlern und Zwillingen auf  $\{111\}$ -Netzebenen zur Profilverbreiterung gehen wieder auf Stokes und Wilson [140] und Warren und Averbach [117] zurück. Es zeigt sich, dass die Fourierkoeffizienten  $A_{SF,Z}(L)$  eines  $hkl$ -Reflexes, die den Beitrag dieser Gitterdefekte zur Profilverbreiterung beschreiben, linear von  $L$  abhängen mit

$$A_{SF,Z}(L) = 1 - \frac{1,5\alpha + \beta}{a} \zeta_{hkl} L, \quad (3.52)$$

wobei  $\alpha$  und  $\beta$  die Wahrscheinlichkeiten für das Auftreten von Stapelfehlern bzw. Zwillingen bedeuten, und  $\zeta_{hkl}$  wiederum eine  $hkl$ -abhängige Konstante ist ( $\zeta_{111} = \zeta_{222} = \sqrt{3}/4$ ,

$\zeta_{200}=\zeta_{400}=1$ ,  $\zeta_{220}=1/\sqrt{2}$ ,  $\zeta_{311}=3/(2\sqrt{11})$ ,  $\zeta_{331}=7/(2\sqrt{19})$ ,  $\zeta_{420}=1/\sqrt{20}$  (nach [103])). Damit lässt sich der Beitrag von Stapelfehlern und Zwillingen zur Integralbreite bestimmen mit

$$\beta_{SF,Z} \cos \theta_0 = \frac{\lambda}{2a} \zeta_{hkl}(1,5\alpha + \beta), \quad (3.53)$$

der durch die diskreten  $\zeta_{hkl}$ -Werte nichtlinear von  $h_0$  bzw. von  $\sin\theta_0$  abhängt.

d) *Korn- bzw. Subkorngröße*. Besteht der streuende Kristall aus Bereichen, die die Röntgenstrahlung unabhängig voneinander kohärent streuen, so lässt sich, ausgehend von einfachen Prinzipien der optischen Beugung, folgende Beziehung zwischen der Halbwertsbreite  $B$  des BBP und der volumengewichteten Abmessung  $D$  der KSB senkrecht zu den beugenden Netzebenen ableiten zu

$$B \cos \theta_0 = \frac{K\lambda}{2D}. \quad (3.54)$$

Dabei ist  $K$  eine Konstante, die von Bragg zu 0,89 und von Scherrer zu 0,94 für gaußförmige BBP unter Annahme einer kubischen Form für die KSB berechnet wurde [105].

Als Scherrerformel wird ein Zusammenhang zwischen der Integralbreite und der volumengewichteten „scheinbaren Teilchengröße“  $D$  bezeichnet mit

$$\beta \cos \theta_0 = \frac{\lambda}{2D}, \quad (3.55)$$

die für Gaußprofile ( $\beta/B=1,06$ ) identisch ist mit Gleichung (3.54) für  $K=0,94$ . Beziehung (3.55) wird auch in den grundlegenden Arbeiten von Guinier [102], Stokes und Wilson [140] sowie Williamson und Hall [141] benutzt. In der Literatur gibt es eine Reihe von Arbeiten, in denen aus der Größe  $D$  die volumengewichtete Abmessung von KSBs in Abhängigkeit von der (jeweils einheitlichen) Form der KSB berechnet wird (Überblick in [157]). Haben die KSB z.B. Kugelform, so ergibt sich der mittlere Kugeldurchmesser zu  $D_K = 4D/3$ . Für Pulver, das aus gleichgeformten KSB mit dem Volumen  $V$  besteht, sollte gelten  $D \approx V^{1/3}$  mit einem Fehler von  $\leq 20\%$  [102].

Neben diesen, die Breite der BBP nutzenden Methoden, wurde von Bertaut [158] sowie Warren und Averbach [117] ein Zusammenhang zwischen den Fourierkoeffizienten des BBP und der flächengewichteten mittleren Ausdehnung  $D_A$  der KSB senkrecht zu den beugenden Netzebenen hergeleitet. Wie mit Gleichung (3.12) gezeigt, können für einen verzerrungsfreien Kristall unabhängig vom  $hkl$ -Reflexyp die Fourierkoeffizienten  $A_n$  geschrieben werden zu

$$A_n = \frac{N_n}{N_3} \approx \frac{1}{N_3} \int_{i=|n|}^{\infty} (i-|n|) p(i) di, \quad (3.56)$$

wobei  $p(i)$  der Anteil von Säulen mit  $i$  Zellen im KSB ist. Bildet man die Ableitung nach der Fourierordnung  $n$ , so erhält man

$$\frac{dA_n}{dn} = -\frac{1}{N_3} \int_{i=|n|}^{\infty} p(i) di. \quad (3.57)$$

Für Fourierordnungen  $n \rightarrow 0$  ergibt sich

$$\left. \frac{dA_n}{dn} \right|_{n \rightarrow 0} = -\frac{1}{N_3}. \quad (3.58)$$

Aus dem negativen Anstieg der Funktion  $A_n(n)$  für kleine  $n$  erhält man  $D_A = N_3 a_3'$ . Der Verlauf der Funktion  $A_n(n)$  gestattet darüber hinaus prinzipiell auch Aussagen über die Häufigkeitsverteilung der Säulenlängen, denn

$$\frac{d^2 A_n}{dn^2} = \frac{p(|n|)}{N_3}. \quad (3.59)$$

Allerdings ist in praktischen Fällen die Bildung der 2. Ableitung oft wegen zu geringer Anzahl von Fourierkoeffizienten nur eingeschränkt möglich.

Sind die Fourierkoeffizienten  $A_n$  bzw.  $A_L$  des BBP bekannt, so kann man aus ihnen ebenfalls die volumengewichtete Größe  $D$  bestimmen mit

$$D = 2a_3' \int_0^{\infty} A_n dn = 2 \int_0^{\infty} A_L dL. \quad (3.60)$$

Eine dritte Variante zur Ermittlung der KSB-Größe  $D_A$  bietet die Analyse der beschränkten Momente des BBP  $I(\Delta q)$ . Aufbauend auf den Arbeiten von Wilson [159] leiteten Borbély und Groma [160] folgende Zusammenhänge her:

$$v_2(\Delta q) = \frac{1}{2p^3 D_A} \Delta q - \frac{L_T}{4p^2 K D_A^2} \quad \text{und} \quad (3.61)$$

$$v_4(\Delta q) = \frac{1}{24p^5 D_A} (\Delta q)^3. \quad (3.62)$$

Dabei ist  $K$  wieder die schon in (3.54) benutzte Scherrer-Konstante und  $L_T$  der von Wilson eingeführte sog. Taper-Parameter, mit dem die Rate der Abnahme der Querschnittsfläche des KSB in Richtung von  $q$  berücksichtigt werden kann. Gleichung (3.61) und (3.62) gelten wiederum nur für  $\Delta q$ -Werte in großem Abstand zum Peak des BBP (asymptotisches Verhalten von  $v_k(\Delta q)$ ).

Alle bisher vorgestellten Methoden liefern Aussagen über volumen- bzw. flächengewichtete mittlere Abmessungen der KSB. Bestehen die KSB aus „echten“ Kristalliten (z.B. bei submikro- oder nanokristallinen Materialien), so zeigen viele experimentelle Untersuchungen (u.a. [161][162]), dass die Kristallitgrößenverteilung  $\varphi(d)$  sehr häufig mit einer logarithmischen Normalverteilung

$$\varphi(d) = \frac{1}{(2p)^{1/2} d \ln \sigma_d} \exp \left[ -\frac{1}{2} \left( \frac{\ln \frac{d}{d_0}}{\ln \sigma_d} \right)^2 \right] \quad (3.63)$$

erfasst werden kann. Hier sind  $d_0$  und  $\sigma_d$  Parameter, die den Median und die Varianz der Verteilung beschreiben. Setzt man voraus, dass die KSB alle Kugelform haben und ihre Durchmesser log-normal verteilt sind, so kann man nach [161]  $d_0$  und  $\sigma_d$  aus  $D$  und  $D_A$  berechnen über

$$D_A = \frac{2}{3} d_0 \exp\left(\frac{5}{2} \ln^2 \sigma_d\right) \quad \text{und} \quad (3.64)$$

$$D = \frac{3}{4} d_0 \exp\left(\frac{7}{2} \ln^2 \sigma_d\right). \quad (3.65)$$

Ausgehend von einer log-normal Verteilung der Durchmesser kugelförmiger Kristallite sind von Langford u.a. [162] sowie Ungár u.a. [163] analytische Ausdrücke für das BBP  $I(\Delta q)$  sowie für die Fourierkoeffizienten  $A_L$  in Abhängigkeit von  $d_0$  und  $\sigma_d$  hergeleitet worden. Geeignete nicht-lineare Fitprozeduren für kleinste Fehlerquadrate (Programme *MarqX* [164] sowie *MWP-fit* [165]) gestatten es dann, diese theoretischen Funktionen den gemessenen BBP bzw. Fourierkoeffizienten mit optimalen Werten für  $d_0$  und  $\sigma_d$  anzupassen. Ein solches Vorgehen ist dann physikalisch sinnvoll und hinsichtlich des Aufwandes gerechtfertigt, wenn die Form des BBP im Wesentlichen nur durch die Kleinheit der KSB bestimmt wird und es Hinweise auf eine log-normal Verteilung aus anderen experimentellen Untersuchungen gibt.

Da vor allem für submikro- und nanokristalline Materialien die üblichen metallographischen Methoden zur Korngrößenbestimmung nicht geeignet sind, werden hierfür häufig die aufgeführten röntgenographischen Methoden eingesetzt. Die mikrostrukturelle Interpretation der damit ermittelten Größe der KSB als Korn- bzw. Subkorngröße ist in jedem Fall durch andere experimentelle Verfahren abzusichern. Dabei muss jedoch beachtet werden, dass einerseits die Empfindlichkeit einer verwendeten Messmethode hinsichtlich der Mindestverkipfung zwischen den voneinander abzugrenzenden Gebieten Einfluss auf das Messergebnis hat, selbst wenn eine echte Kornstruktur vorliegt (vgl. [166]), andererseits aber auch eine Anordnung von Versetzungen die Größe der KSB (vgl. [115][154][167]) bestimmen kann und damit eher eine Subkornstruktur vorliegt, welche ganz andere Eigenschaften im Vergleich mit einer Kornstruktur mit Großwinkelkorn Grenzen aufweist. Die hier dargestellten röntgenographischen Verfahren sind nicht geeignet, zwischen diesen Strukturen zu unterscheiden.

### 3.2.3 Profilasymmetrie

Das Auftreten von Profilasymmetrien (d.h.  $\vartheta_a \neq 0$  bzw.  $B_n \neq 0$ ) an kfz Metallproben nach plastischer Verformung kann grundsätzlich verursacht werden durch asymmetrische Verteilungen von weitreichenden Eigenverzerrungen, die in den KSB jeweils homogen sind, innerhalb der KSB durch polarisierte Anordnungen von Versetzungen, die für kfz Metalle fast ausschließlich aus Stufenversetzungsdipolen bestehen sollten, sowie durch Zwillinge.

a) *Weitreichende homogene Eigenverzerrungen in den KSB.* Im Prinzip ist mit Gleichung (3.49) auch die Asymmetrie eines Multiplett-BBP beschrieben, vorausgesetzt, dass die Verteilung  $\phi(\Delta q_j)$  asymmetrisch ist. Dann enthalten wegen  $w_j(\Delta q_j) \neq w_j(-\Delta q_j)$  die komplexen

Fourierkoeffizienten  $C(L)$  des Multipletts Sinusterme, auch wenn bei symmetrischen Partialprofilen die  $C_j(L)$  nur Kosinusterme enthalten würden.

Eine Anwendung dieses allgemeinen Falles von Gleichung (3.49) zur Ermittlung charakteristischer Größen der Verteilung  $\varphi(\varepsilon_i)$  weitreichender Eigenverzerrungen, z. B. auf der Kristallit-Skale, wurde bisher noch nicht publiziert. Jedoch stellt das von Mughrabi u.a. [70][168] im Rahmen des 2-Komponenten-Modells für das Plastizierungsverhalten heterogener Versetzungsstrukturen entwickelte Verfahren zur Analyse asymmetrischer BBP an zugverformten Cu-Einkristallen einen Sonderfall von (3.49) dar. Dieses Verfahren wird als Spiegelungsmethode bezeichnet. Dabei wird angenommen, dass sich das gemessene asymmetrische Gesamtprofil aus der Addition zweier symmetrischer Teilprofile ergibt, deren Schwerpunkte gegeneinander verschoben sind. Die Teilprofile sollen durch Beugung an zwei Arten von unabhängig voneinander kohärent streuenden Bereichen entstehen. Diese KSB sind zum einen die versetzungsarmen Zellen und zum anderen die versetzungsreichen Zellwände, also Gebiete mit mesoskopischer Abmessung. Den Zellen und Zellwänden als KSB werden jeweils eine mittlere Versetzungsdichte und ein effektiver Abschneideradius für die Reichweite des Verzerrungsfeldes der begrenzt regellosen Versetzungsanordnung zugeordnet. Die Zerlegung des Gesamtprofils in Teilprofile wird wie folgt vorgenommen: (i) Spiegelung des steileren Ausläufers des Gesamtprofils am Maximum, (ii) Subtraktion des steileren vom flacheren Ausläufer, (iii) der lange Ausläufer dieses Differenzprofils wird am Maximum des Differenzprofils gespiegelt und man erhält damit das den Zellwänden zugeordnete, symmetrische Teilprofil  $I_w$  hoher Breite und kleinen Flächeninhalts, (iv)  $I_w$  wird vom Gesamtprofil subtrahiert; das entstehende schmalere Differenzprofil  $I_c$  größeren Flächeninhalts entspricht der Beugung an den Zellen, es ist nicht notwendigerweise symmetrisch. Eine Variation des ersten Spiegelungspunktes in der Nähe des Maximums kann zur Symmetrisierung von  $I_c$  führen und vor allem das Verhältnis der Flächeninhalte von  $I_w$  zu  $I_c$  beeinflussen [169], das dem Verhältnis der Volumenanteile  $f_w/(1-f_w)$  von Zellwänden und Zellen entsprechen sollte. Aus den Abständen der Maxima (bzw. Schwerpunkte) der Teilprofile vom Schwerpunkt des Gesamtprofils kann die mittlere Dehnung  $\varepsilon_c$  und  $\varepsilon_w$  der Zellen und Zellwände in Messrichtung berechnet werden zu

$$\varepsilon_w = -(\theta_w(I_{w,\max}) - \theta_S) \cot \theta_0 \quad \text{und} \quad \varepsilon_c = -(\theta_c(I_{c,\max}) - \theta_S) \cot \theta_0 . \quad (3.66)$$

Berechnet man aus  $\varepsilon_c$  und  $\varepsilon_w$  zugehörige (mesoskopische) Schub-Eigenstressungen  $\Delta\tau_c$  und  $\Delta\tau_w$  über die entsprechenden elastischen Konstanten unter Beachtung der  $n$ -Messrichtung in Bezug auf die aktiven Gleitsysteme (vgl. 3.3), so muss wegen des Spannungsgleichgewichts für Eigenstressungen gelten  $f_w \Delta\tau_w = -(1-f_w) \Delta\tau_c$ . Dies ermöglicht einen Test der Konsistenz der unabhängig voneinander röntgenographisch gewonnenen Größen  $\Delta\theta_{S,w}$  bzw.  $\Delta\theta_{S,c}$  und  $f_w/(1-f_w)$ .

Die Entstehung der elastischen Dehnungen  $\varepsilon_c$  und  $\varepsilon_w$  wird von Mughrabi [74] auf die Existenz geometrisch notwendiger Versetzungen an den Grenzflächen zwischen Zellen und Wänden, d.h. zwischen den KSB, zurückgeführt. Diese Anordnung von Versetzungen, die sich auf gegenüberliegenden Seiten der KSB-Grenzflächen im Vorzeichen des Burgersvektors unterscheiden, kann im weitesten Sinn als eine (mesoskopische) Polarisation von Versetzungen betrachtet werden.

b) *Polarisierte Anordnungen von Versetzungen innerhalb des KSB.* Wie in den Arbeiten von Gaál [170] und Groma u.a. [142] nachgewiesen wurde, führt auch eine polarisierte Anordnung von Versetzungsdipolen innerhalb eines KSB zu einer Asymmetrie der BBP. Setzt man eine statistische Anordnung gerader paralleler Versetzungen voraus, die durch die Reichweite  $R_c(\mathbf{r})$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung gekennzeichnet wird und in der eine lokale Polarisation  $S(\mathbf{r})$  von Versetzungsdipolen auftritt, so lassen sich die komplexen Fourierkoeffizienten  $C(L)$  des BBP nach [142] schreiben zu

$$C(L) = \frac{1}{F} \int_{-\infty}^{\infty} \exp\{-\rho^*(\mathbf{r})L^2 \ln[\frac{R_c(\mathbf{r})}{L}] - iS(\mathbf{r})L\} d^2\mathbf{r}. \quad (3.67)$$

$F$  steht für den Querschnitt des KSB und  $\rho^*$  für die formale Versetzungsdichte (s. Glg. (3.34)). Die Polarisation  $S$  hängt im Wesentlichen ab von der Dichte der polarisierten Dipole, vom Typ der den Dipol bildenden Versetzungen sowie von den Winkeln zwischen  $\mathbf{g}_{hkl}$ ,  $\mathbf{b}$ ,  $\mathbf{l}$  und einem Vektor  $\mathbf{e}$ , der parallel zur Verbindungslinie zwischen den Versetzungen des Dipols und senkrecht zu  $\mathbf{l}$  ist. Entwickelt man die Exponentialfunktion in eine Reihe bis zur 5. Ordnung und führt die Mittelung über  $F$  aus, so kann man für kleine  $L$  näherungsweise schreiben

$$C(L) = A(L) + iB(L) = 1 - \langle \rho^* \rangle L^2 \ln \frac{R_{\text{eff}}}{L} + \frac{1}{2} \langle \rho^{*2} \rangle L^4 \ln \frac{R'_2}{L} \ln \frac{R'_3}{L} + \\ + i[\langle S\rho^* \rangle L^3 \ln \frac{R'_1}{L} - \frac{1}{2} \langle S\rho^{*2} \rangle L^5 \ln \frac{R'_4}{L} \ln \frac{R'_5}{L}] \quad (3.68)$$

Insgesamt wird das BBP also durch fünf physikalisch bedeutsame Parameter (mittlere Versetzungsdichte  $\langle \rho^* \rangle$ , deren Fluktuation  $\langle \rho^{*2} \rangle$ , äußerer „Abschneideradius“  $R_{\text{eff}}$  sowie die Dipolpolarisation, verkettet mit der Versetzungsdichte zu  $\langle S\rho^* \rangle$  sowie mit deren Fluktuation zu  $\langle S\rho^{*2} \rangle$ , d.h. die Dipolpolarisation ist nur in multiplikativen Verknüpfungen ermittelbar) bestimmt. Die Größen  $R'_1$  bis  $R'_5$  mit der Dimension einer Länge haben keine anschauliche Bedeutung und hängen in komplizierter Weise von den fünf freien Parametern ab. Eine nächste Schwierigkeit bei der Anwendung von Gleichung (3.68) besteht darin, dass für die Ermittlung der interessierenden Parameter aus den experimentell gewonnenen Fourierkoeffizienten des BBP z.T. sehr spezielle Transformationen von Gleichung (3.68) in gut fitbare Funktionen für  $\ln|C(L)|$  und für  $\text{Arg}[C(L)]$  erforderlich sind, wobei grundsätzlich angenommen wird, dass die Asymmetrie des BBP gering, d.h. die  $B(L)$  klein sind. Damit geht z.B.  $\ln|C(L)|$  in Gleichung (3.33) über. Die Fitintervalle beschränken sich wegen der Reihenentwicklung der Ausgangsbeziehung (3.67) und in Abhängigkeit von den zunächst unbekanntem Größen  $R'_i$  wieder auf kleine Werte von  $L$ .

Kann man unter Annahme eines Modells für die Anordnung der polarisierten Dipole die „lokale“ Polarisation  $S$  in einem Teilgebiet von  $F$  bestimmen, so ist diese mit der mittleren Dehnung  $\bar{\varepsilon}$  dieses Gebietes in Messrichtung verbunden über

$$\bar{\varepsilon} = -\frac{S}{g_{hkl}}. \quad (3.69)$$

Groma und Monnet [171] haben analytische Ausdrücke für die Größe  $\langle Sp^* \rangle$  für statistisch verteilte polarisierte Dipole, polarisierte Dipolwände ( $\mathbf{b} \perp \mathbf{e}$ ) und polarisierte Tilt-Wände ( $\mathbf{b} \parallel \mathbf{e}$ ) abgeleitet, die zeigen, dass in Abhängigkeit vom Typ der polarisierten Versetzungen und der Dipolkonfiguration bei gleicher mittlerer Dichte der polarisierten Versetzungen unterschiedliche Effekte auf die Asymmetrie des BBP in Richtung von  $\mathbf{g}_{hkl}$  zu erwarten sind. Sehr oft werden die Ergebnisse für  $\langle Sp^* \rangle$  und  $\langle Sp^{*2} \rangle$  jedoch einfach im Rahmen eines 2-Komponenten-Modells für die heterogene Versetzungsstruktur nach Mughrabi interpretiert (u.a.[142][172]).

Prinzipiell besteht die Möglichkeit,  $\langle Sp^* \rangle$  auch wieder aus der Analyse der beschränkten Momente des BBP zu ermitteln, wenn die gleichen Annahmen für die Versetzungsanordnung wie für Gleichung (3.68) getroffen werden. Nach Groma [143] lässt sich für das Moment dritter Ordnung angeben

$$v_3(\Delta q') = -6 \langle Sp^* \rangle \ln \frac{\Delta q'}{\Delta q_1} = 6 g_{hkl} \langle \bar{\varepsilon} \rho^* \rangle \ln \frac{\Delta q'}{\Delta q_1} . \quad (3.70)$$

Die Gleichung gilt wieder nur für große  $\Delta q'$ , d.h. für die Profilausläufer, und  $\Delta q_1$  ist eine Konstante.

c) *Zwillinge*. Die wichtigsten Aussagen über die durch Zwillinge auf  $\{111\}$ -Ebenen verursachte Profilasymmetrie bei Messung an kfz vielkristallinen Materialien werden z.B. in [103] zusammengefasst. Generell wird die Profilasymmetrie durch die Sinus-Fourierkoeffizienten  $B_n$  (vgl. (3.19)) erfasst. Bezeichnet man mit  $\beta$  wieder die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten von Zwillingen, so gilt

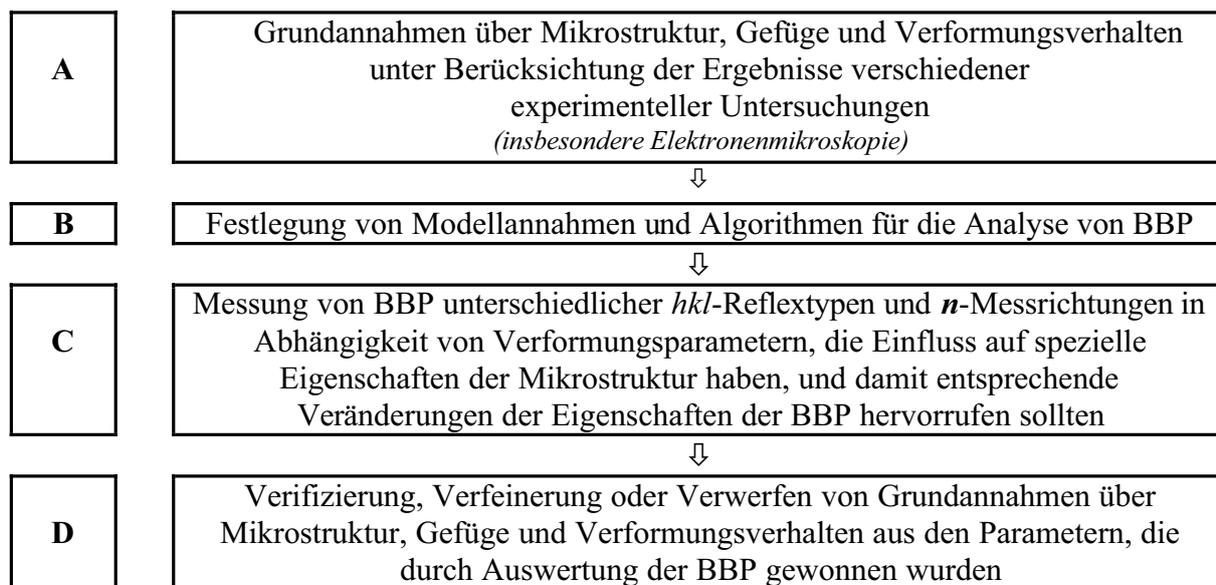
$$(B_n)_{n \rightarrow 0} = \beta \chi_{hkl}, \quad (3.71)$$

mit der  $hkl$ -abhängigen Konstanten  $\chi_{hkl}$  ( $\chi_{111} = \sqrt{3}/4$ ,  $\chi_{200} = -1/\sqrt{3}$ ,  $\chi_{220} = 1/(2\sqrt{3})$ ,  $\chi_{311} = 0$ ,  $\chi_{222} = -\sqrt{3}/4$ ,  $\chi_{400} = 1/\sqrt{3}$ ,  $\chi_{331} = 1/(2\sqrt{3})$ ,  $\chi_{420} = -1/(2\sqrt{3})$  (nach [103])). Das Vorzeichen des mit  $B_n$  korrelierten Asymmetrieparameters  $\vartheta_a$  hängt für Vielkristalle damit ausschließlich vom  $hkl$ -Netzebenentyp ab. Für Messungen an Einkristallen lässt sich für jede beugende ( $hkl$ )-Netzebene eine entsprechende Konstante  $\chi_{(hkl)}$  ermitteln, deren Vorzeichen und Betrag von  $\chi_{hkl}$  abweichen kann.

### 3.3 Ein Konzept zur Analyse von Bragg-Beugungsprofilen für plastisch verformte einphasige kfz Metalle

#### 3.3.1 Grundsätzliches Vorgehen

Wie im vorangegangenen Abschnitt mit der Vielfalt von Auswertelgorithmen gezeigt, lässt sich eine physikalisch sinnvolle und zielorientierte quantitative Analyse von BBP nur dann ausführen, wenn man zuvor über die grundsätzlichen Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften der Untersuchungsprobe geeignete Annahmen trifft. Dieses Vorgehen ist vor allem deshalb unumgänglich, da keine eindeutigen Wechselbeziehungen zwischen dem BBP einerseits und den Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften andererseits bestehen. Es wird daher vorgeschlagen, bei der Analyse von BBP wie folgt zu verfahren:



Gemäß den in der Einleitung angegebenen Zielstellungen der Arbeit betreffen zentrale Fragen, die mit den röntgendiffraktometrischen Untersuchungen bearbeitet werden sollen, vor allem

1. die Heterogenität der plastischen Verformung auf verschiedenen Maßstabsskalen, die sich in weitreichenden Eigenverzerrungen bzw. -spannungen äußert,
2. das Verhältnis zwischen lokaler Spannung, Versetzungsdichte und geometrischen Abmessungen der Versetzungsanordnung und
3. die Rolle der Kristallitgröße für die Plastizierungsvorgänge

in Abhängigkeit von der Größe der plastischen Verformung bei zyklischer und einsinniger Beanspruchung, von der Verformungstemperatur sowie von der kristallographischen Orientierung. Diese Schwerpunkte haben entscheidenden Einfluss auf die, im nachfolgenden Abschnitt 3.3.2 dargestellte, Auswahl von Auswertalgorithmen zur Korrelation von interessierenden Mikrostruktur- und Gefügeparametern mit phänomenologischen Profilparametern bzw. mit den Fourierkoeffizienten des BBP.

### 3.3.2 Modellsituationen

Für die Analyse der BBP müssen die Untersuchungsproben in eine der folgenden drei Gruppen eingeordnet werden, die im Wesentlichen durch die Gefügeeigenschaften und die daraus resultierenden Streubedingungen bedingt sind. Diese Gruppeneinteilung folgt indirekt auch der in Abschnitt 2.2 vorgenommenen Einteilung des Probenvolumens in Volumenelemente, die Strukturelementen in sich geschachtelter Strukturniveaus entsprechen. Damit wird der Heterogenität der Anordnung verformungsinduzierter Gitterdefekte Rechnung getragen. So ergibt sich die Chance, erstmals mit einer einheitlichen Analysekonzeption für BBP den Bogen vom plastisch verformten kfz Einkristall bis hin zu nanokristallinen Gefügen zu schlagen. Ausgehend von den in Kapitel 2 zusammengefassten Grundphänomenen der plastischen Verformung von kfz Ein- und Vielkristallen sowie den unter 3.1 und 3.2 dargestellten möglichen Vorgehensweisen zur Korrelation von BBP mit speziellen Mikro-

struktur- und Gefügeigenschaften werden folgende angepasste, aber jeweils unterschiedliche Grundannahmen getroffen und ausgewählte Auswertalgorithmen angewendet.

### 3.3.2.1 Einkristalle und Einzelkristallite in grobkristallinen Proben mit verformungsinduzierten Versetzungsstrukturen

<b>A</b>	i.	Prinzipiell können Eigenverzerrungen bzw. -spannungen mit makroskopischer ( $\overleftarrow{\Delta\epsilon}_T, \overleftarrow{\Delta\sigma}_T^E$ ), kristalliner ( $\overleftarrow{\Delta\epsilon}_v, \overleftarrow{\Delta\sigma}_v^E$ ) und mesoskopischer ( $\overleftarrow{\Delta\epsilon}_\omega, \overleftarrow{\Delta\sigma}_\omega^E$ ) Reichweite auftreten, die durch heterogene plastische Verformung auf makroskopischem, kristallinem und mesoskopischem Maßstabniveau hervorgerufen werden (s. Kapitel 2).
	ii.	Die Versetzungsstruktur wird gebildet durch eine Anordnung von versetzungsarmen und versetzungsreichen Gebieten (PR und DR) spezieller Geometrie, deren Volumenanteile $f_{PR}$ bzw. $f_{DR}$ sowie Abmessungen aus elektronenmikroskopischen Untersuchungen bekannt sind.
	iii.	Alle PR und DR haben untereinander jeweils gleiche Versetzungsdichte $\rho_{PR}$ bzw. $\rho_{DR}$ und gleichen äußeren Abschneideradius $R_{eff,PR}$ bzw. $R_{eff,DR}$ (2-Komponentenmodell). Sie können sich jedoch hinsichtlich ihrer mesoskopischen Eigenverzerrungen, die durch unterschiedliche plastische Scherung der mesoskopischen Strukturelemente in $n$ aktiven Gleitsystemen entstehen, voneinander unterscheiden.
	iv.	Dies führt zu einem Spektrum mesoskopischer Eigenverzerrungen, wobei sich jeweils Mittelwerte $\overleftarrow{\Delta\epsilon}_{\omega,PR}$ bzw. $\overleftarrow{\Delta\sigma}_{\omega,PR}^E$ und $\overleftarrow{\Delta\epsilon}_{\omega,DR}$ bzw. $\overleftarrow{\Delta\sigma}_{\omega,DR}^E$ für PR bzw. DR bestimmen lassen.
	v.	Bei zyklischer plastischer Verformung durchläuft das mittlere mesoskopische Eigenverzerrungsquadrat innerhalb eines mechanisch stabilisierten Halbzyklus ein Minimum. Nach Entlastung von den Eckpunkten des Lastzyklus tritt ein Maximum des mesoskopischen Eigenverzerrungs- bzw. -spannungsquadrats auf.
<b>B</b>	i.	PR und DR wirken als kohärent streuende Bereiche, wobei auf Grund ihrer mesoskopischen Abmessungen der Teilchengrößeneffekt auf die Verbreiterung der zugehörigen Partialprofile vernachlässigt werden kann.
	ii.	Da die den PR zugeordneten Partialprofile wegen $\rho_{PR} < \rho_{DR}$ eine geringere Breite aufweisen als die der DR und, da wegen der bevorzugten Dipolanordnung der Versetzungen in den DR, auch gelten sollte $R_{eff,PR} > R_{eff,DR}$ , wird angenommen, dass die Fourierkoeffizienten $A(L)$ des BBP für größere Fourierlängen $L$ allein durch die Streuung an den PR bestimmt werden, d.h. für große $L$ gilt $A_{DR}(L) \approx 0$ .
	iii.	Von den mesoskopischen Eigenverzerrungen in einem PR bzw. DR hängt die Lage des zugehörigen Partialprofils ab.
	iv.	Die Lage $\theta_s$ des Schwerpunktes des Gesamtprofils korrespondiert mit der Eigenverzerrung des makroskopischen Volumenelements (bzw. ggf. mit der des Kristalliten) und stellt den Nullpunkt für den Beitrag mesoskopischer Eigenverzerrungen dar.
	v.	Die Lage $\theta_p$ des Peaks des Gesamtprofils entspricht der Lage des Partialprofils eines PR mit dem mittleren mesoskopischen Eigenverzerrungsbeitrag $\overleftarrow{\Delta\epsilon}_{\omega,PR}$ in Messrichtung (s. Bild 3.3).

Mit diesen Annahmen und Festlegungen sollen bei der Analyse von BBP im Einzelnen folgende Größen zur Charakterisierung der Mikrostruktur in einem Einkristall bzw. in einem einzelnen Kristalliten ermittelt werden:

→ Röntgendiffraktometrisch ermittelbare Parameter:

- $\overline{\Delta\varepsilon_T}$ ,  $\overline{\Delta\sigma_T^E}$ ,  $\overline{\Delta\varepsilon_v}$ ,  $\overline{\Delta\sigma_v^E}$  (Tensoren der weitreichenden makroskopischen und Kristallit-Eigenverzerrung bzw. -spannung)
- $\overline{\Delta\varepsilon_{\omega,PR}}$ ,  $\overline{\Delta\sigma_{\omega,PR}^E}$ ,  $\overline{\Delta\varepsilon_{\omega,DR}}$ ,  $\overline{\Delta\sigma_{\omega,DR}^E}$  (mittlerer mesoskopischer Eigenverzerrungstensor bzw. -spannungstensor für PR und DR)
- $\langle \Delta\varepsilon_{\omega}^2 \rangle$ ,  $\langle (\Delta\tau_{\omega}^E)^2 \rangle$  (mittleres mesoskopisches Eigenverzerrungsquadrat in Messrichtung, mittleres mesoskopisches Schubeigenspannungsquadrat)
- $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$ ,  $R_{eff,PR}$ ,  $R_{eff,DR}$  (mittlere Versetzungsdichten sowie äußere Abschneideradien für die Verzerrungsfelder der begrenzt regellosen Versetzungsverteilungen in PR und DR)

Diese Parameter erhält man durch Anwendung folgender Gleichungen zur Verknüpfung von phänomenologischen Profilparametern bzw. der Fourierkoeffizienten des BBP mit Mikrostrukturparametern eines Einkristall bzw. eines einzelnen Kristalliten:

→ Auswertebeziehungen:

a) *Profilverschiebung:*

Nach 3.3.2.1 **B** iv.) gilt

$$\Delta\vartheta_S = -[(\vec{n}\overline{\Delta\varepsilon_T}\vec{n}) + (\vec{n}\overline{\Delta\varepsilon_v}\vec{n})] \tan\theta_0 = -(\overline{\Delta\varepsilon_T} + \overline{\Delta\varepsilon_v}) \tan\theta_0 . \quad (3.72)$$

Bei Messungen an einem Einkristall entfällt naturgemäß der Term mit  $\overline{\Delta\varepsilon_v}$ . Die Ermittlung der Eigenverzerrungs- bzw. zugehöriger -spannungstensoren erfordert das unter 3.2.1 b) erläuterte Vorgehen.

b) *Profilverbreiterung:*

Für symmetrische BBP  $I(\theta)$  kann nach 3.3.2.1 **B** i.) wegen der additiven Überlagerung der den PR und DR zugeordneten Teilprofile mit  $I(\theta)=I_{PR}(\theta)+I_{DR}(\theta)$  für die normierten Fourierkoeffizienten geschrieben werden

$$A(L) = f_{DR} A_{DR}(L) + (1 - f_{DR}) A_{PR}(L). \quad (3.73)$$

Die Fourierkoeffizienten  $A_{PR}(L)$  und  $A_{DR}(L)$  sind mit den mesoskopisch „lokalen“ Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$  und  $\rho_{DR}$  sowie mit den Abschneideradien  $R_{eff,PR}$  und  $R_{eff,DR}$  jeweils über Beziehungen in der Form von Gleichung (3.27) verbunden. Aus 3.3.2.1 **B** ii.) ergibt sich, dass man für große  $L$ , wo gilt  $A_{DR}(L) \approx 0$ , aus den  $A(L)$  des Gesamtmessprofils durch einen Fit der Funktion

$$\Omega = -\frac{\ln A}{L^2} + \frac{\ln(1 - f_{DR})}{L^2} \approx -\frac{\ln A_{PR}}{L^2} = \rho_{PR} (gb)^2 \frac{p}{2} C_{PR} (\ln R_{eff,PR} - \ln L) \quad (3.74)$$

$\rho_{\text{PR}}$  und  $R_{\text{eff,PR}}$  ermitteln kann, wenn  $f_{\text{DR}}$  und  $C_{\text{PR}}$  bekannt sind. Mit Hilfe von  $\rho_{\text{PR}}$  und  $R_{\text{eff,PR}}$  können dann die Fourierkoeffizienten  $A_{\text{PR}}(L)$  für alle  $L$  berechnet werden zu

$$A_{\text{PR}}(L) = \exp\left[\frac{p}{2}(gb)^2 C_{\text{PR}} \rho_{\text{PR}} L^2 \ln \frac{L}{R_{\text{eff,PR}}}\right], \quad (3.75)$$

woraus sich mit Hilfe von Gleichung (3.73) die Möglichkeit zur Berechnung der  $A_{\text{DR}}(L)$  ergibt. Im letzten Schritt lassen sich durch einen Fit der Funktion

$$\Lambda = -\frac{\ln A_{\text{DR}}}{L^2} = \rho_{\text{DR}} (gb)^2 \frac{p}{2} C_{\text{DR}} (\ln R_{\text{eff,DR}} - \ln L) \quad (3.76)$$

die noch unbekannt Parameter  $\rho_{\text{DR}}$  und  $R_{\text{eff,DR}}$  bestimmen.

Wird bei zyklischer plastischer Verformung in einem mechanisch stabilisierten Lastzyklus eine minimale Breite  $\beta_{\text{min}}$  und nach Entlastung von den Eckpunkten eine maximale Breite  $\beta_{\text{max}}$  des BBP beobachtet, so kann mit 3.3.2.1 **B iii.)** nach Gleichung (3.51) eine Abschätzung des mittleren Quadrats mesoskopischer Eigenverzerrungen  $\langle \Delta \epsilon_{\omega}^2 \rangle$  in Messrichtung erfolgen zu

$$\beta_{\text{max}} = \frac{(\beta_{\text{min}})^3}{(\beta_{\text{min}})^2 - p \langle \Delta \epsilon_{\omega}^2 \rangle \tan^2 \theta_0}. \quad (3.77)$$

Dabei wird stark vereinfachend angenommen, dass im Probenzustand mit  $\beta_{\text{min}}$  das mittlere Quadrat mesoskopischer Eigenverzerrungen Null ist und die Schwerpunkte der (näherungsweise als identisch betrachteten, gaußförmigen) Partialprofile übereinstimmen, wogegen im Zustand mit  $\beta_{\text{max}}$  die zusätzliche Profilverbreiterung ausschließlich durch die gegenseitige Verschiebung der Partialprofile infolge eines Spektrums mesoskopisch weitreichender Eigenverzerrungen verursacht wird. Das unter diesen Annahmen abgeschätzte mittlere mesoskopische Eigenverzerrungsquadrat stellt einen unteren Grenzwert dar, da entsprechend des von Holste/Burmeister [81] vorgeschlagenen Zyklusmodells (s. Bild 2.9 a)  $\langle \Delta \epsilon_{\omega}^2 \rangle$  innerhalb des Lastzyklus zwar minimal, aber streng genommen nicht gleich Null wird.

Die Anwendung der Auswertebeziehung setzt außerdem voraus, dass sich die Form der den PR und DR zugeordneten Partialprofile innerhalb eines Lastzyklus nicht ändert, d.h., dass  $\rho_{\text{PR}}$  und  $R_{\text{eff,PR}}$  bzw.  $\rho_{\text{DR}}$  und  $R_{\text{eff,DR}}$  konstant sind. Diese Annahmen werden durch Messungen des spezifischen elektrischen Widerstandes an auf Einfachgleitung orientierten Ni-Einkristallen bestätigt, wobei sich ergab, dass innerhalb eines mechanisch stabilisierten Verformungszyklus die mittlere Versetzungsdichte konstant ist ([69] und Bild 2.7 g). Die oben erläuterte Bestimmung der Parameter  $\rho_{\text{PR}}$ ,  $R_{\text{eff,PR}}$ ,  $\rho_{\text{DR}}$  und  $R_{\text{eff,DR}}$  führt man dann im Probenzustand mit minimaler Profilbreite aus.

### c) Profilsymmetrie:

Die Profilsymmetrie wird nach 3.3.2.1 **A iii.)** im Rahmen eines 2-Komponentenmodells interpretiert. Dabei wird angenommen, dass alle PR und DR jeweils die gleiche mittlere mesoskopische Eigenverzerrung  $\Delta \overset{\rightarrow}{\epsilon}_{\omega, \text{PR}}$  bzw.  $\Delta \overset{=}{\epsilon}_{\omega, \text{DR}}$  aufweisen.

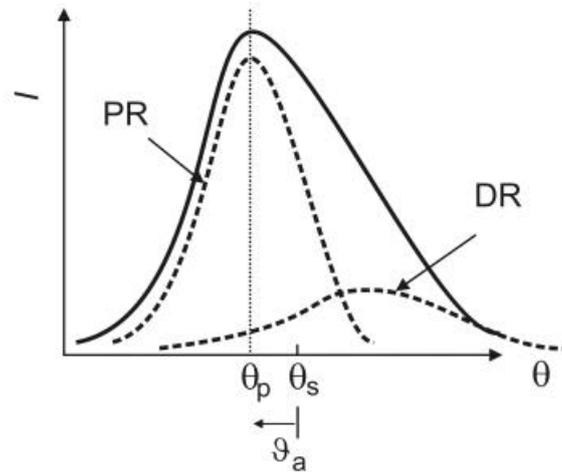


Bild 3.3: Zur Entstehung asymmetrischer BBP durch Überlagerung von zueinander verschobenen Partialprofilen, die der Streuung an versetzungsarmen Gebieten (PR) und versetzungsreichen Gebieten (DR) mit unterschiedlichen mittleren mesoskopischen Eigenverzerrungsbeiträgen zugeordnet werden.

In Abhängigkeit von der Messrichtung kann dann die Überlagerung der Partialprofile zu einem asymmetrischen Gesamtprofil führen (Bild 3.3). Mit 3.3.2.1 Biv.) und v.) kann dann der Asymmetrieparameter mit dem mittleren mesoskopischen Eigenverzerrungsbeitrag  $\Delta\varepsilon_{\omega,PR}$  in den PR in Messrichtung verbunden werden über

$$\vartheta_a = -\Delta\varepsilon_{\omega,PR} \tan \theta_0. \quad (3.78)$$

Misst man  $\vartheta_a$  in mindestens 6 voneinander unabhängigen Messrichtungen, so lässt sich der Tensor  $\vec{\Delta\varepsilon}_{\omega,PR}$  sowie der zugehörige Eigenspannungstensor ermitteln ([173]). Für den Fall, dass nur Messungen in weniger als 6 unabhängige Messrichtungen vorliegen und damit die Tensoren nicht vollständig bestimmt werden können, wird im Folgenden die elastische Schereigendehnung  $\hat{\varepsilon}_{12,PR}^{(1)}$  der PR im primären Gleitsystem aus  $\Delta\varepsilon_{\omega,PR}$  mit Hilfe von Gleichung (3.79) berechnet zu

$$\Delta\varepsilon_{\omega,PR} = K_\gamma \hat{\varepsilon}_{12,PR}^{(1)}. \quad (3.79)$$

$K_\gamma$  ist eine Art von Orientierungsfaktor, der für ein aktives Gleitsystem Werte zwischen 1 und -1 annehmen kann. Seine Berechnung beruht auf der zusätzlichen Annahme [174], dass in allen aktiven Gleitsystemen eine gleich große heterogene plastische Scherung stattfindet, die jeweils zu elastischen Eigendehnungen der Form

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} 0 & \gamma/2 & 0 \\ \gamma/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (3.80)$$

führt. Die Beiträge aller  $n$  Gleitsysteme zu  $\hat{\varepsilon}_{12,PR}^{(1)}$  lassen sich dann entsprechend aufsummieren über

$$\hat{\mathcal{E}}_{12,PR}^{(1)} = \frac{\gamma}{2} \sum_n [\cos(\vec{b}^{(1)}, \vec{b}^{(i)}) \cos(n_a^{(1)}, n_a^{(i)}) + \cos(\vec{b}^{(1)}, n_a^{(i)}) \cos(n_a^{(1)}, \vec{b}^{(i)})], \quad (3.81)$$

wobei  $\vec{b}^{(i)}$  und  $\vec{n}_a^{(i)}$  für den Burgersvektor und die Gleitebenennormale des  $i$ -ten Gleitsystems stehen.

Analog kann die Normaldehnung  $\Delta\epsilon_{\omega,PR}$  in Messrichtung geschrieben werden mit

$$\Delta\epsilon_{\omega,PR} = \gamma \sum_n \cos(\vec{g}_{hkl}, \vec{b}^{(i)}) \cos(\vec{g}_{hkl}, \vec{n}_a^{(i)}). \quad (3.82)$$

Für den speziellen Fall, dass nur ein Gleitsystem aktiv ist, ergibt sich aus den Gleichungen (3.79)(3.81)(3.82) für den Orientierungsfaktor

$$K_\gamma = 2 \cos(\vec{g}_{hkl}, \vec{b}^{(1)}) \cos(\vec{g}_{hkl}, \vec{n}_a^{(1)}). \quad (3.83)$$

Tritt in einer Anzahl von  $n$  Gleitsystemen eine heterogene plastische Verformung auf, so liefert (3.81) die Vorschrift zur Bestimmung von  $K_\gamma(n)$ . Sie bedeutet eine additive Überlagerung der zu den  $n$  Gleitsystemen zugehörigen Eigendehnungsbeiträge im primären Gleitsystem.

Sind die aktiven Gleitsysteme und damit  $K_\gamma(n)$  bekannt, so kann im Rahmen der isotropen Elastizitätstheorie letztlich aus dem Asymmetrieparameter die mittlere mesoskopische Schubeigenspannung  $\Delta\tau_{\omega,PR}^E$  im primären Gleitsystem für die PR ermittelt werden über

$$\Delta\tau_{\omega,PR}^E = 2G \frac{\Delta\epsilon_{\omega,PR}}{K_\gamma(n)} = -2G \frac{\vartheta_a}{K_\gamma(n) \tan \theta_0}, \quad (3.84)$$

wobei  $G$  der Schubmodul ist. Ist der Volumenanteil  $f_{DR}$  versetzungsreicher Gebiete bekannt, so lässt sich wegen des Kraftgleichgewichts im entlasteten Zustand auch die mittlere mesoskopische Schubeigenspannung  $\Delta\tau_{\omega,DR}^E$  im primären Gleitsystem für die DR berechnen mit

$$\Delta\tau_{\omega,DR}^E = -\frac{1-f_{DR}}{f_{DR}} \Delta\tau_{\omega,PR}^E. \quad (3.85)$$

### 3.3.2.2 Feinkristalline Proben mit verformungsinduzierten Versetzungsstrukturen, deren mesoskopische Abmessungen deutlich kleiner als die mittlere Kristallitgröße sind

<b>A</b>	i.	Die kristallographische Orientierung der Kristallite ist statistisch gleichverteilt (ohne Vorzugsrichtung, kurz: texturfrei).
	ii.	Prinzipiell können Eigenverzerrungen bzw. –spannungen mit makroskopischer $(\Delta\vec{\epsilon}_T, \Delta\vec{\sigma}_T^E)$ , kristalliner $(\Delta\vec{\epsilon}_v, \Delta\vec{\sigma}_v^E)$ und mesoskopischer $(\Delta\vec{\epsilon}_\omega, \Delta\vec{\sigma}_\omega^E)$ Reichweite auftreten, die durch heterogene plastische Verformung auf makroskopischem, kristallinem und mesoskopischem Maßstabniveau hervorgerufen werden (s. 3.3.2.1 A i.).

	iii.	Die Form und die mesoskopischen Abmessungen von PR und DR hängen von der Kristallorientierung ab, wobei Mittelwerte $f_{PR}$ und $f_{DR}$ für die Volumenanteile aus elektronenmikroskopischen Untersuchungen bekannt sind. Für PR und DR lassen sich mittlere Versetzungsdichten $\rho_{PR}$ bzw. $\rho_{DR}$ und äußere Abschneideradien $R_{eff,PR}$ bzw. $R_{eff,DR}$ angeben (2-Komponentenmodell) (s. 3.3.2.1 A ii.); sie können sich jedoch hinsichtlich ihrer mesoskopischen Eigenverzerrungen, die durch unterschiedliche plastische Scherung der mesoskopischen Strukturelemente im aktiven Gleitsystem entstehen, voneinander unterscheiden.
	iv.	Dies führt zu einem Spektrum mesoskopischer Eigenverzerrungen, wobei sich jeweils Mittelwerte $\Delta\vec{\epsilon}_{\omega,PR}$ bzw. $\Delta\vec{\sigma}_{\omega,PR}^E$ und $\Delta\vec{\epsilon}_{\omega,DR}$ bzw. $\Delta\vec{\sigma}_{\omega,DR}^E$ für PR bzw. DR bestimmen lassen.
	v.	Bei zyklischer plastischer Verformung durchläuft das mittlere mesoskopische Eigenverzerrungsquadrat innerhalb eines mechanisch stabilisierten Halbzyklus ein Minimum. Nach Entlastung von den Eckpunkten des Lastzyklus tritt ein Maximum des mesoskopischen Eigenverzerrungs- bzw. -spannungsquadrats auf (s. 3.3.2.1 A iv.). Analoges gilt für die Kristallit-Eigenverzerrungsbeiträge.
	vi.	Bei zyklischer plastischer Verformung wird das Verhalten eines Kristalliten durch das Gleitsystem mit maximalem Schmidfaktor dominiert; der Eigenspannungsbeitrag in einem Kristalliten ist proportional zur Differenz zwischen dem Tensor der plastischen Verformung des makroskopischen Volumenelements und des Kristalliten (Näherung nach Kröner [58]).
	vii.	Die Abgleitung in einem Kristalliten ist proportional zum Schmidfaktor des Kristalliten (Modell der Kristallitverformung nach Schmidt [96]).
<b>B</b>	i..	s. 3.3.2.1 B i.)
	ii.	s. 3.3.2.1 B ii.)
	iii.	Von der Summe der Kristalliteigenverzerrung und der mesoskopischen Eigenverzerrung in einem PR bzw. DR hängt die Lage des zugehörigen Partialprofils ab.
	iv.	Die Lage $\theta_s$ des Schwerpunktes des Gesamtprofils korrespondiert mit der Summe der Eigenverzerrung $\Delta\vec{\epsilon}_T$ des makroskopischen Volumenelements und des mittleren Kristalliteigenverzerrungsbeitrages $\langle\Delta\vec{\epsilon}_v\rangle^*$ aller derjenigen Kristallite, die in Abhängigkeit von $g_{hkl}$ und von $n$ zur Entstehung des BBP beitragen (röntgenographische Kristallit-Selektion [96]) und stellt den Nullpunkt für den Beitrag mesoskopischer Eigenverzerrungen dar.
	v.	Die Lage $\theta_p$ des Peaks des Gesamtprofils entspricht der Lage des Partialprofils eines PR mit dem mittleren mesoskopischen Eigenverzerrungsbeitrag $\langle\Delta\epsilon_{\omega,PR}\rangle^*$ in den röntgenographisch selektierten Kristalliten.

Mit diesen Annahmen und Festlegungen sollen bei der Analyse von BBP im Einzelnen folgende Größen zur Charakterisierung der Mikrostruktur in feinkristallinen Vielkristallen ermittelt werden:

→ Röntgendiffraktometrisch ermittelbare Parameter:

- $\Delta\vec{\epsilon}_T$ ,  $\Delta\vec{\sigma}_T^E$ ,  $\langle\Delta\vec{\epsilon}_v\rangle^*$ ,  $\langle\Delta\vec{\sigma}_v^E\rangle^*$  (Tensoren der weitreichenden makroskopischen und der mittleren Kristallit-Eigenverzerrung bzw. -spannung in den röntgenographisch selektierten Kristalliten; Selektion gekennzeichnet durch \*)

- $\langle \Delta \vec{\varepsilon}_{\omega, PR} \rangle^*$ ,  $\langle \Delta \vec{\sigma}_{\omega, PR}^E \rangle^*$  (Tensoren der mittleren mesoskopischen Eigenverzerrung bzw. -spannung der PR in den röntgenographisch selektierten Kristalliten)
- $\langle \Delta \varepsilon_{\omega}^2 \rangle^*$ ,  $\langle \Delta \varepsilon_V^2 \rangle^*$  (mittleres Quadrat mesoskopischer und kristalliner Eigenverzerrungen in Messrichtung in den röntgenographisch selektierten Kristalliten) sowie  $\langle (\Delta \tau_{\omega}^E)^2 \rangle^*$ ,  $\langle (\Delta \tau_V^E)^2 \rangle^*$  (mittleres Quadrat mesoskopischer und kristalliner Schubspannungen in den röntgenographisch selektierten Kristalliten)
- $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$ ,  $R_{\text{eff}, PR}$ ,  $R_{\text{eff}, DR}$  (mittlere Versetzungsdichten sowie äußere Abschneideradien für die Verzerrungsfelder der begrenzt regellosen Versetzungsverteilung in PR und DR)

Diese Parameter erhält man durch Anwendung folgender Gleichungen zur Verknüpfung von phänomenologischen Profilparametern bzw. der Fourierkoeffizienten des BBP mit Mikrostrukturparametern feinkristalliner Vielkristalle:

→ Auswertebeziehungen:

a) *Profilverschiebung:*

Nach 3.3.2.2 **B** iv.) gilt für die Verschiebung  $\Delta \vartheta_S$  des Profilschwerpunktes

$$\Delta \vartheta_S = -[(\vec{n} \Delta \vec{\varepsilon}_T \vec{n}) + (\vec{n} \langle \Delta \varepsilon_V \rangle^* \vec{n})] \tan \theta_0 = -(\Delta \varepsilon_T + \langle \Delta \varepsilon_V \rangle^*) \tan \theta_0. \quad (3.86)$$

Die Ermittlung der Eigenverzerrungs- bzw. zugehöriger -spannungstensoren erfordert das unter 3.2.1 b) und c) für Vielkristalle erläuterte Vorgehen, bei dem  $\Delta \vartheta_S$ -Messwertkurven für verschiedene  $\mathbf{n}$ -Messrichtungen und  $hkl$ -Reflextypen aufgenommen werden müssen.

Im Weiteren wird erläutert<sup>1</sup>, welche Konsequenzen die unter 3.3.2.2 **A** vi.) und vii.) getroffenen allgemeinen Festlegungen über die Kristallit-Eigenverzerrung und das Verformungsverhalten der Kristallite auf den zu erwartenden Beitrag  $\langle \Delta \vec{\varepsilon}_V \rangle^*$  der Eigenverzerrungen in den röntgenographisch selektierten Kristalliten hat. Dabei wird auf den von Schmidt in [96] formulierten Überlegungen aufgebaut, deren Grundannahme die Proportionalität zwischen dem Schmid-Faktor eines Kristalliten und der Abgleitung im Kristalliten ist. Dieses Modell kann sicher nur für zyklische plastische Verformung mit kleinen bis mittleren Verformungsamplituden als eine grobe Näherung für das Verformungsverhaltens der Kristallite bestehen. Es zeigt sich jedoch, dass aus diesem Modell ein geschlossener Auswertealgorithmus für die Bestimmung von weitreichenden Kristallit-Eigenstressen aus der  $hkl$ - und  $\mathbf{n}$ -abhängigen Profilschwerpunktverschiebung entwickelt werden kann, mit dem eine einfache experimentelle Prüfung der zugrundeliegenden Modellannahmen möglich ist.

i) Die Eigenverzerrung  $\Delta \vec{\varepsilon}_V$  in einem Kristalliten lässt sich mit dem Ansatz von Kröner [58] beschreiben über die Differenz der plastischen Verformung (Verzerrungsanteil) des makroskopischen Volumenelements  $\vec{\varepsilon}_T^p$  und des Kristalliten  $\vec{\varepsilon}_V^p$  zu

$$\Delta \vec{\varepsilon}_V = \frac{\alpha_V}{2} (\vec{\varepsilon}_T^p - \vec{\varepsilon}_V^p) \quad (3.87)$$

<sup>1</sup> Die kleingedruckten Abschnitte enthalten Ausführungen zu Einzelheiten, die beim Lesen auch übersprungen werden können, ohne dass der rote Faden für die Entwicklung der Auswertealgorithmen verloren geht.

mit  $\alpha_v \approx 1$  für kugelförmige Kristallite in einer elastisch isotropen Näherung bei einer Poissonzahl von  $1/3$ . Dabei wird angenommen, dass die plastische Verformung volumenerhaltend ist und die Tensoren daher alle Deviatoren sind.

ii) Im Kristalliten tritt nur Einfachgleitung mit einer Abgleitung  $\gamma_v^p$  im Gleitsystem mit der Gleitebenennormalen  $\vec{n}_{A,v}$  und der Gleitrichtung  $\vec{b}_v$  auf, das den größten Schmid-Faktor  $\mu_{11v}$  besitzt und man kann schreiben

$$\Rightarrow (\varepsilon_v^p) = \gamma_v^p \begin{pmatrix} \mu_{11v} & \mu_{12v} & \mu_{13v} \\ \mu_{12v} & \mu_{22v} & \mu_{23v} \\ \mu_{13v} & \mu_{23v} & \mu_{33v} \end{pmatrix}, \quad (3.88)$$

wobei im  $i$ - $j$ - $k$ -Probenkoordinatensystem gilt

$$\begin{aligned} \mu_{ii} &= \cos(\vec{n}_{A,v}, \vec{i}) \cos(\vec{b}_v, \vec{i}) \\ \mu_{ij} &= \frac{1}{2} [\cos(\vec{n}_{A,v}, \vec{i}) \cos(\vec{b}_v, \vec{j}) + \cos(\vec{n}_{A,v}, \vec{j}) \cos(\vec{b}_v, \vec{i})] \end{aligned} \quad (3.89)$$

iii) Die Kristallitorientierung ist nach 3.3.2.2 A i. statistisch gleichverteilt und alle Kristallite seien gleich groß.

iv) Die plastische Verformung  $\varepsilon_T^p$  des makroskopischen Volumenelements in Richtung der Lastachse  $i$  kann formal durch eine mittlere Abgleitung  $\gamma_T^p$  und einen Orientierungsfaktor  $\mu_{11T}$  erfasst werden durch

$$\varepsilon_T^p = \mu_{11T} \gamma_T^p = \sum f_v \gamma_v^p \mu_{11v}. \quad (3.90)$$

Hier ist  $f_v$  der Volumenanteil der Kristallite mit dem Orientierungsfaktor  $\mu_{11v}$ .

v) Die Kristallitabgleitung  $\gamma_v^p$  verhalte sich zu  $\mu_{11v}$  wie  $\gamma_T^p$  zu  $\mu_{11T}$ , d.h. günstig orientierte Kristallite haben eine größere Abgleitung als solche mit kleinerem Orientierungsfaktor. Damit erhält man nach (3.90) für  $\mu_{11T}$

$$(\mu_{11T})^2 = \sum f_v (\mu_{11v})^2. \quad (3.91)$$

Betrachtet man alle Orientierungen der Achse  $i$  im stereographischen Standarddreieck, so erhält man für die Verteilungsfunktion der  $\mu_{11v}$ -Werte das Bild 3.4. Die numerische Auswertung liefert für  $\mu_{11T} \approx 0,440$  (inverser Sachs-Faktor).

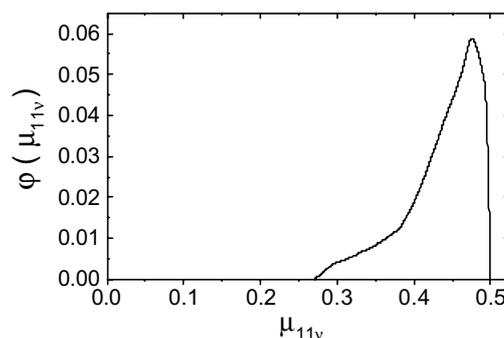


Bild 3.4: Verteilungsdichtefunktion der Orientierungsfaktoren  $\mu_{11v}$  über das stereographische Standarddreieck.

vi) Insgesamt kann man damit für den Eigenverzerrungsbeitrag  $\Delta \bar{\varepsilon}_v$  eines Kristalliten schreiben

$$\begin{aligned}
 (\Delta \bar{\varepsilon}_v) &= \frac{\alpha_v}{2} \left[ \gamma_T^p \begin{pmatrix} \mu_{11T} & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{\mu_{11T}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\mu_{11T}}{2} \end{pmatrix} - \frac{\gamma_T^p}{\mu_{11T}} \mu_{11v} \begin{pmatrix} \mu_{11v} & \mu_{12v} & \mu_{13v} \\ \mu_{12v} & \mu_{22v} & \mu_{23v} \\ \mu_{13v} & \mu_{23v} & \mu_{33v} \end{pmatrix} \right] \approx \\
 & 2,59 \alpha_v \varepsilon_T^p \begin{pmatrix} (\mu_{11T})^2 - (\mu_{11v})^2 & -\mu_{11v} \mu_{12v} & -\mu_{11v} \mu_{13v} \\ -\mu_{11v} \mu_{12v} & -\frac{(\mu_{11T})^2}{2} - \mu_{11v} \mu_{22v} & -\mu_{11v} \mu_{23v} \\ -\mu_{11v} \mu_{13v} & -\mu_{11v} \mu_{23v} & -\frac{(\mu_{11T})^2}{2} - \mu_{11v} \mu_{33v} \end{pmatrix} \quad (3.92)
 \end{aligned}$$

womit sich für die Kristallitverzerrung  $\Delta \varepsilon_v$  in  $\mathbf{n}$ -Messrichtung ergibt

$$\Delta \varepsilon_v = \bar{\mathbf{n}} \Delta \bar{\varepsilon}_v \bar{\mathbf{n}} = \alpha_v K_v(\psi, \eta, hkl, \bar{\mathbf{n}}_{A,v}, \bar{\mathbf{b}}_v) \varepsilon_T^p. \quad (3.93)$$

Die plastische Dehnung  $\varepsilon_T^p$  erhält man aus der an der Probenoberfläche messbaren Gesamtdehnung  $\varepsilon_{11}^{\text{ges}}$  über

$$\varepsilon_T^p = \varepsilon_{11}^{\text{ges}} - \Delta \varepsilon_{11T}. \quad (3.94)$$

Bei Mittelung über alle Kristallite mit einheitlichem  $\alpha_v$  würde man  $\langle \Delta \varepsilon_v \rangle = 0$  erhalten, jedoch liegen nur ausgewählte Kristallite in Bragg-Lage (s. Bild 3.5 a), so dass man bei Mittelung über diese i.a. erhält  $\langle \Delta \varepsilon_v \rangle^* \neq 0$ . Für die Anwendung der Auswertbeziehung (3.86) mit

$$\langle \Delta \varepsilon_v \rangle^* = \alpha_v \langle K_v \rangle^* \varepsilon_T^p \quad (3.95)$$

ist es daher erforderlich, den Mittelwert  $\langle K_v \rangle^*$  zu bestimmen, was für alle  $hkl$ -Reflextypen und  $\mathbf{n}$ -Messrichtungen numerisch erfolgen kann. Im Bild 3.5 b) sind in stereographischer Projektion am Beispiel von 311-Netzebenen und für einen speziellen  $\mathbf{n}$ -Messrichtungsvektor die möglichen Lagen des  $\mathbf{i-j-k}$ -Probenkoordinatensystems (gestrichelte Kurven bei Drehung von  $\mathbf{i}$ ,  $\mathbf{j}$  und  $\mathbf{k}$  um einen Winkel  $\chi_v$ ) im kristallographischen Koordinatensystem eingezeichnet. Der Vektor  $\mathbf{i}$  durchläuft dabei verschiedene stereographische Standarddreiecke, die jeweils mit verschiedenen primären Gleitsystemen in den Kristalliten verbunden sind, die die entsprechende Lage zum  $\mathbf{i-j-k}$ -System haben.  $\langle K_v \rangle^*$  erhält man dann aus der Mittelung aller  $K_v(\chi_v)$ .

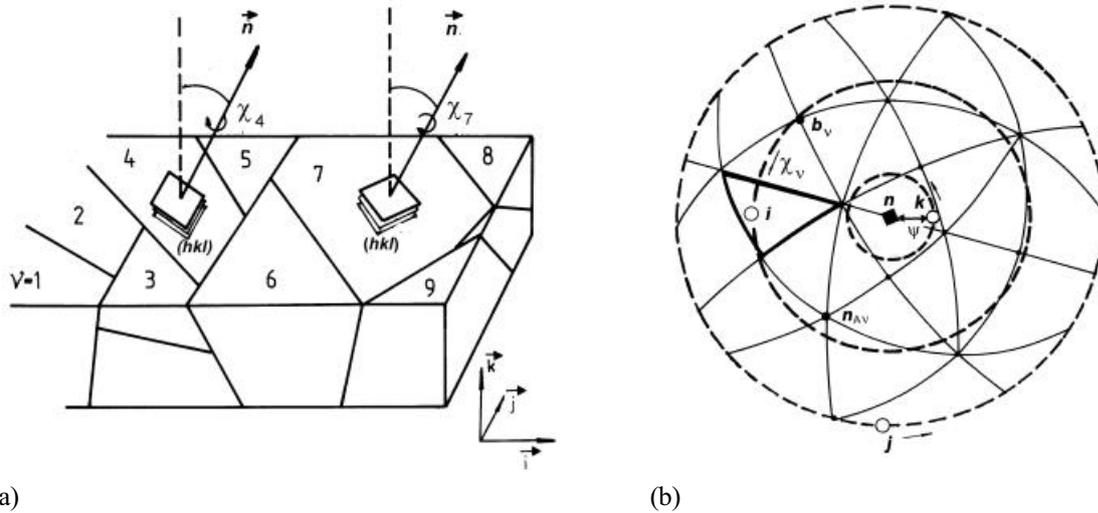


Bild 3.5: Zur röntgenographischen Kristallitselection (a) und den Lagen des  $i$ - $j$ - $k$ -Probenkoordinatensystems in einem Kristallitkoordinatensystem (stereographische Projektion mit Standarddreiecken) für einen 311-Reflextyp und eine  $\vec{n}$ -Messrichtung mit  $\eta=0$  und  $\psi=25^\circ$  (b). Für die in b) exemplarisch eingezeichnete Lage  $\chi_v$  der Lastachse  $i$  sind die das primäre Gleitsystem kennzeichnenden Vektoren  $\vec{n}_{Av}$  und  $\vec{b}_v$  angegeben.

Unter Berücksichtigung von 3.3.2.2 B v.) gilt für die Verschiebung  $\Delta\vartheta_p$  des Profilpeaks

$$\begin{aligned} \Delta\vartheta_p &= -[\vec{n}(\Delta\vec{\varepsilon}_T + \langle \Delta\vec{\varepsilon}_v \rangle^* + \langle \Delta\vec{\varepsilon}_{\omega,PR} \rangle^*)\vec{n}] \tan \theta_0 = \\ &= -[\Delta\varepsilon_T + \langle \Delta\varepsilon_v \rangle^* + \langle \Delta\varepsilon_{\omega,PR} \rangle^*] \tan \theta_0 \end{aligned} \quad (3.96)$$

Die Ermittlung aller Eigenverzerrungs- bzw. zugehöriger -spannungstensoren erfordert ein analoges Vorgehen wie für die Auswertung von  $\Delta\vartheta_S$ -Messwertkurven.

Im Weiteren wird erläutert, welche Konsequenzen die unter 3.3.2.2 A ii.) bis iv.) und 3.3.2.2 B v.) getroffenen Annahmen über die mesoskopischen Eigenverzerrungen für den Beitrag  $\langle \Delta\vec{\varepsilon}_{\omega,PR} \rangle^*$  der Eigenverzerrungen in den PR der röntgenographisch selektierten Kristallite zur Profilpeakverschiebung hat. Diese Betrachtungen basieren zwar auf den Überlegungen von Schmidt [96], gehen allerdings bei der analytischen Beschreibung der Profilpeakverschiebung über das Schmidt-Modell hinaus.

i) Die Eigenverzerrung  $\Delta\vec{\varepsilon}_{\omega,PR}$  in einem PR des  $v$ -ten Kristalliten wird ebenfalls mit dem Ansatz von Kröner [58][175] beschrieben über die Differenz der plastischen Verformung (Verzerrungsanteil)  $\vec{\varepsilon}_v^p$  und  $\vec{\varepsilon}_{\omega,PR}^p$  des Kristalliten und des PR zu

$$\Delta\vec{\varepsilon}_{\omega,PR} = \frac{\alpha_\omega}{2} (\vec{\varepsilon}_v^p - \vec{\varepsilon}_{\omega,PR}^p). \quad (3.97)$$

ii) Im Kristalliten und in den zugehörigen PR tritt nur Einfachgleitung im Gleitsystem mit dem größten Schmidfaktor  $\mu_{11v}$  auf und man kann unter Verwendung von (3.88) und (3.89) schreiben

$$(\Delta \vec{\varepsilon}_{\omega, \text{PR}} = \frac{\alpha_{\omega}}{2} (\gamma_V^p - \gamma_{V\omega, \text{PR}}^p) \begin{pmatrix} \mu_{11v} & \mu_{12v} & \mu_{13v} \\ \mu_{12v} & \mu_{22v} & \mu_{23v} \\ \mu_{13v} & \mu_{23v} & \mu_{33v} \end{pmatrix}, \quad (3.98)$$

wobei  $\gamma_{V\omega, \text{PR}}^p$  die Ableitung in einem „mittleren“ PR des v-ten Kristalliten ist.

iii) Es wird ein für alle Kristallite geltendes mittleres Plastizierungsverhältnis  $P$  eingeführt mit

$$P = \frac{f_{\text{PR}} \gamma_{V\omega, \text{PR}}^p}{\gamma_V^p} = \frac{f_{\text{PR}} \gamma_{V\omega, \text{PR}}^p}{f_{\text{PR}} \gamma_{V\omega, \text{PR}}^p + f_{\text{DR}} \gamma_{V\omega, \text{DR}}^p}. \quad (3.99)$$

Damit stellt  $P$  ein quantitatives Maß dar für den volumengewichteten Anteil der Ableitung in den PR an der Gesamtableitung im Kristalliten, die prinzipiell sowohl in versetzungsarmen als auch in versetzungsreichen Gebieten stattfinden kann. Die Annahme, dass  $P$  für alle Kristallite gleich groß ist, kann angesichts der von der Kristallitorientierung abhängigen mesoskopischen Versetzungsanordnung (s. Bild 2.3) nur als Näherung betrachtet werden. Mit dem Plastizierungsverhältnis  $P$  lässt sich Gleichung (3.98) umformen :

$$\begin{aligned} (\Delta \vec{\varepsilon}_{\omega, \text{PR}}) &= \frac{\alpha_{\omega}}{2} \gamma_V^p \left(1 - \frac{P}{f_{\text{PR}}}\right) \begin{pmatrix} \mu_{11v} & \mu_{12v} & \mu_{13v} \\ \mu_{12v} & \mu_{22v} & \mu_{23v} \\ \mu_{13v} & \mu_{23v} & \mu_{33v} \end{pmatrix} = \\ &= \frac{\alpha_{\omega}}{2} \frac{\varepsilon_T^p}{\mu_{11T}^2} \left(1 - \frac{P}{f_{\text{PR}}}\right) \begin{pmatrix} \mu_{11v}^2 & \mu_{11v} \mu_{12v} & \mu_{11v} \mu_{13v} \\ \mu_{11v} \mu_{12v} & \mu_{11v} \mu_{22v} & \mu_{11v} \mu_{23v} \\ \mu_{11v} \mu_{13v} & \mu_{11v} \mu_{23v} & \mu_{11v} \mu_{33v} \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (3.100)$$

Damit ergibt sich in Analogie zu Gleichung (3.93) für die Verzerrung  $\Delta \varepsilon_{\omega, \text{PR}}$  in Messrichtung

$$\Delta \varepsilon_{\omega, \text{PR}} = \vec{n} (\Delta \vec{\varepsilon}_{\omega, \text{PR}}) \vec{n} = \alpha_{\omega} \left(\frac{P}{f_{\text{PR}}} - 1\right) K_{\omega}(\psi, \eta, hkl, \vec{n}_{Av}, \vec{b}_v) \varepsilon_T^p. \quad (3.101)$$

Für die Anwendung der Auswertebeziehung (3.96) muss man über  $\Delta \varepsilon_{\omega, \text{PR}}$  aller PR in den röntgenographisch selektierten Kristalliten mitteln. Dabei soll angenommen werden, dass das Verhältnis  $P/f_{\text{PR}}$  und  $\alpha_{\omega}$  für alle PR in allen Kristalliten v gilt, d.h., dass trotz orientierungsabhängiger Versetzungsanordnung die Heterogenität der mesoskopischen plastischen Verformung in allen Kristalliten v gleich groß ist. Damit ergibt sich

$$\langle \Delta \varepsilon_{\omega, \text{PR}} \rangle^* = \alpha_{\omega} \left(\frac{P}{f_{\text{PR}}} - 1\right) \langle K_{\omega} \rangle^* \varepsilon_T^p. \quad (3.102)$$

Wie man leicht nachprüfen kann, besteht zwischen  $\langle K_v \rangle^*$  und  $\langle K_{\omega} \rangle^*$  die Beziehung

$$\begin{aligned}
 & \langle K_v \rangle^* - \langle K_\omega \rangle^* = \\
 & = \frac{1}{2} (\sin\psi \cos\eta \quad \sin\psi \sin\eta \quad \cos\psi) \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{1}{2} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{1}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sin\psi \cos\eta \\ \sin\psi \sin\eta \\ \cos\psi \end{pmatrix}. \quad (3.103)
 \end{aligned}$$

Allgemeine Bemerkung:

Durch die scharfen Annahmen über das Plastizierungsverhalten der Kristallite und der in ihnen enthaltenen mesoskopischen Volumenbereiche und bei Kenntnis der Gesamtdehnung  $\varepsilon_{11}^{\text{ges}}$  des makroskopischen Volumenelements reduziert sich die Analyse der Profilver-schiebung von feinkristallinen Vielkristallen letztlich auf die Bestimmung des makrosko-pischen Eigenverzerrungs- bzw. Spannungstensors, der Akkommodationsfaktoren  $\alpha_v$  und  $\alpha_\omega$  sowie des Plastizierungsverhältnisses  $P/f_{PR}$ . Es ist jedoch zu prüfen, ob sich die Messwerte  $\Delta\vartheta_S$  bzw.  $\Delta\vartheta_P$  in Abhängigkeit von  $\mathbf{n}$  und  $hkl$  für einen gegebenen Probenzustand im Einklang mit den Erwartungen verhalten. Daraus können Schlussfolgerungen über die Richtigkeit des vorgeschlagenen Modells der Vielkristallplastizität abgeleitet werden, das insgesamt zu relativ großen Kristallit-Eigenverzerrungen führen kann. Davon unberührt bleibt die Methode zur Erfassung der röntgenographischen Kristallitselektion, die prinzipiell auch bei anderen Plastizierungsmodellen anwendbar ist.

*b) Profilverbreiterung:*

Entsprechend der für Einkristalle getroffenen Annahmen 3.3.2.2 **B** i.) und **B** ii.) kann für die Fourierkoeffizienten  $A(L)$  des Gesamtmessprofils wieder Gleichung (3.73) geschrieben und in Analogie zu Gleichung (3.74) die Parameter  $\rho_{PR}$  und  $R_{\text{eff},PR}$  aus einem Fit der Funktion  $\Omega_{VK}$  für große  $L$  gefunden werden mit

$$\Omega_{VK} = -\frac{\ln A(L)}{L^2} + \frac{\ln(1 - f_{DR})}{L^2} \approx -\frac{\ln A_{PR}}{L^2} = \rho_{PR} (gb)^2 \frac{p}{2} \bar{C}_{PR} (\ln R_{\text{eff},PR} - \ln L) \quad (3.104)$$

Diese Gleichung unterscheidet sich von (3.74) nur durch den für Vielkristalle erforder-lichen mittleren Kontrastfaktor  $\bar{C}_{PR}$ , der sich nach Gleichung (3.45) berechnen lässt. Für quantitative Rechnungen in elastisch isotroper Näherung (für Ni: Poissonzahl 0,31) soll hier angenommen werden, dass die PR jeweils gleich viele Stufen- und Schraubenversetzungen enthalten und, über die Kristallite verteilt, alle Gleitsysteme gleich häufig auftreten. Dies weicht die Annahme 3.3.2.2 **A** vi.) über die Einfachgleitung in dem Gleitsystem mit maxi-malem Schmidfaktor auf. Darüber hinaus bleibt unberücksichtigt, dass jeweils in Abhän-gigkeit von der Messrichtung und dem Reflextyp verschieden orientierte Kristallite röntge-nographisch selektiert werden, so dass streng genommen für jeden  $hkl$ -Reflexyp eine Berechnung von  $\bar{C}_{PR}$  für jede Richtung  $\mathbf{n}$  erfolgen müsste. Die folgende Tabelle enthält eine Übersicht über die für Ni verwendeten Werte von  $\bar{C}_{PR}$ . Außerdem sind die mit dem Programm „Anizc“ [147] in elastisch anisotroper Näherung berechneten Kontrastfaktoren  $\bar{C}_{\text{aniso}}$  angegeben, die mit den folgenden elastischen Konstanten berechnet wurden:  $C_{11}=250,8$  GPa,  $C_{12}=150,0$  GPa,  $C_{44}=123,5$  GPa [176].

Tabelle 3.3: Mittlere Kontrastfaktoren  $\bar{C}_{PR}(hkl)$  für Nickel in elastisch isotroper Näherung und  $\bar{C}_{aniso}$  in elastisch anisotroper Näherung

$hkl$	111, 222	200, 400	220	311	331	420
$\bar{C}_{PR}$	0,146	0,174	0,153	0,157	0,151	0,160
$\bar{C}_{aniso}$	0,107	0,261	0,146	0,202	0,128	0,205

Mit Hilfe von Gleichung (3.75) lassen sich aus  $\rho_{PR}$  und  $R_{eff,PR}$  die Fourierkoeffizienten  $A_{PR}$  eines mittleren PR-Partialprofils berechnen und dann aus (3.73) die Werte  $A_{DR}$ . Der Fit der Funktion  $\Lambda_{VK}$

$$\Lambda_{VK} = -\frac{\ln A_{DR}}{L^2} = \rho_{DR} (gb)^2 \frac{p}{2} \bar{C}_{DR} (\ln R_{eff,DR} - \ln L) \quad (3.105)$$

(s. Gleichung (3.76)) liefert wiederum die Parameter  $\rho_{DR}$  und  $R_{eff,DR}$  für ein mittleres DR-Partialprofil. Zunächst wird angenommen, dass  $\bar{C}_{DR} = \bar{C}_{PR}$  ist.

Zur groben Abschätzung des Beitrages von Eigenverzerrungen mit mesoskopischer und Kristallit-Reichweite zur Profilverbreiterung bei zyklischer plastischer Verformung wird wie folgt vorgegangen. Gemäß der Annahme 3.3.2.2 B iii.) wird die Lage eines Partialprofils gegenüber dem Profilschwerpunkt durch den Verzerrungsbeitrag  $\Delta\varepsilon_{v\omega}$  in einem PR bzw. DR bestimmt mit

$$\Delta\varepsilon_{v\omega} = \Delta\varepsilon_v + \Delta\varepsilon_\omega. \quad (3.106)$$

Ähnlich wie für Einkristalle (s. Gleichung (3.77)) kann dann nach 3.3.2.2 A v.) der über die Kristallite gemittelte Anteil von  $\langle (\Delta\varepsilon_{v\omega})^2 \rangle$  zur Integralbreite  $\beta_{max}$  des Messprofils nach Entlastung von einem Eckpunkt des Belastungszyklus berechnet werden mit

$$\beta_{max} = \frac{(\beta_{min})^3}{(\beta_{min})^2 - p \langle (\Delta\varepsilon_{v\omega})^2 \rangle \tan^2 \theta_0}, \quad (3.107)$$

wobei  $\beta_{min}$  die minimale Integralbreite im Belastungszyklus ist. Sinngemäß sind alle Bemerkungen zur Gültigkeit von Gleichung (3.77) auf Gleichung (3.107) zu übertragen, so z.B. die Annahme einer von weitreichenden mesoskopischen und Kristallit-Eigenverzerrungen freien Probe im Zustand mit minimaler Integralbreite und die Forderung, die Parameter  $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$ ,  $R_{eff,PR}$  und  $R_{eff,DR}$  in diesem Zustand zu bestimmen.

Zur Abtrennung des Beitrags der Kristalliteigenverzerrungen an  $\langle (\Delta\varepsilon_{v\omega})^2 \rangle$  wird davon ausgegangen, dass die sich in einem mesoskopischen Volumenbereich additiv überlagernden Anteile  $\Delta\varepsilon_v$  und  $\Delta\varepsilon_\omega$  voneinander unabhängig sind. Das bedeutet, dass sich die Verteilungsfunktion  $\varphi(\Delta\varepsilon_{v\omega})$  aus einer Faltung der Verteilungsfunktionen  $\varphi(\Delta\varepsilon_v)$  und  $\varphi(\Delta\varepsilon_\omega)$  ergibt mit

$$\varphi(\Delta\varepsilon_{v\omega}) = \varphi(\Delta\varepsilon_v) * \varphi(\Delta\varepsilon_\omega). \quad (3.108)$$

Setzt man vereinfachend voraus, dass  $\varphi(\Delta\varepsilon_v)$  und  $\varphi(\Delta\varepsilon_\omega)$  beide Gaußform haben, so gilt

$$\langle (\Delta\varepsilon_{v\omega})^2 \rangle = \langle (\Delta\varepsilon_v)^2 \rangle + \langle (\Delta\varepsilon_\omega)^2 \rangle . \quad (3.109)$$

Eine zumindest grobe Abschätzung des mittleren Quadrats  $\langle (\Delta\varepsilon_v)^2 \rangle$  kristalliner Eigenverzerrungsbeiträge mit Hilfe von (3.109) kann erfolgen, wenn man für  $\langle (\Delta\varepsilon_\omega)^2 \rangle$  das aus an Einkristallen im entsprechenden Verformungszustand ermittelte mesoskopische Eigenverzerrungsquadrat einsetzt.

Soll aus den Untersuchungen an Vielkristallen quantitativ auf das mittlere Quadrat  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle$  mesoskopischer Schubeigenspannungen in PR und DR geschlossen werden, so ist im Unterschied zu Messungen an Einkristallen zu berücksichtigen, dass die Mittelung  $\langle (\Delta\varepsilon_\omega)^2 \rangle$  bei gegebenem  $hkl$ -Reflextyp über alle  $[hkl]$ -Richtungen erfolgt. Nimmt man an, dass in den Kristalliten die mesoskopisch heterogene plastische Verformung der PR und DR zu Eigenverzerrungen der mit (3.80) beschriebenen Form führt, so kann  $\langle (\Delta\varepsilon_\omega)^2 \rangle$  mit dem mittleren Quadrat der Schubeigenspannungen  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle$  korreliert werden nach

$$\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle = \frac{4G^2}{\langle (K_\gamma(n))^2 \rangle} \langle (\Delta\varepsilon_\omega)^2 \rangle , \quad (3.110)$$

wobei  $K_\gamma(n)$  für  $n = 1$  nach Beziehung (3.83) bzw. für  $n > 1$  nach (3.81) zu berechnen und dann die Mittelung über alle  $[hkl]$ -Richtungen eines  $hkl$ -Reflextyps auszuführen ist. Bei Anwendung von (3.110) geht man davon aus, dass  $K_\gamma(n)$  und die Schubeigenspannung  $\Delta\tau_\omega^E$  voneinander unabhängig sind. Sind die genannten Voraussetzungen erfüllt, sollte sich ein einheitlicher Wert  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle$  aus der Analyse der Integralbreiten von BBP aller  $hkl$ -Reflex-typen ergeben.

#### Allgemeine Bemerkungen:

Prinzipiell ließen sich aus der Untersuchung der Profildbreite im Verformungszyklus in geeignete  $n$ -Messrichtungen auch die mittleren Quadrate kristalliner Eigenverzerrungsbeiträge beispielsweise in die Hauptachsenrichtungen des Tensors der mittleren Kristalliteigenverzerrung  $\langle \Delta\varepsilon_v \rangle$  bestimmen, um die für das Plastizierungsverhalten der Kristallite getroffenen Annahmen zu prüfen. Die experimentellen Untersuchungen beschränken sich jedoch meist auf eine Messrichtung senkrecht zur Lastachse  $i$ , um wenigstens die Größenordnung der Breite der Spektren  $\varphi(\Delta\varepsilon_v)$  abzuschätzen.

Die für die Analyse des Profilschwerpunktes ausführlich diskutierte röntgenographische Kristalliteselektion bleibt insgesamt bei der Auswertung der Profilverbreiterung unberücksichtigt.

#### c) Profilsymmetrie:

Die physikalischen Ursachen, die zu einer Asymmetrie der BBP an plastisch verformten feinkristallinen kfz Metallproben führen können, sind sehr komplex. So ist bei Gültigkeit der Annahmen 3.3.2.2 A vi.) und vii.) die Verteilung  $\varphi(\Delta\varepsilon_v)^*$  kristalliner Eigenverzerrungsbeiträge in den röntgenographisch selektierten Kristalliten in der Regel asymmetrisch und nicht stetig wegen der Wechsel der aktiven Gleitsysteme beim „Durchlauf“ von  $i$  durch verschiedene Standarddreiecke in stereographischer Projektion (Bild 3.5 b). Diesem Effekt sollten sich die durch mesoskopische Eigenverzerrungen in PR und DR verursachten

Phänomene der Profilsymmetrie (vgl. Abschnitt 3.3.2.2, Profilsymmetrie) nach Gleichung (3.108) überlagern. Auf eine quantitative Auswertung der Profilsymmetrie über die Analyse der Verschiebung des Profilpeaks (3.96) hinaus wird jedoch hier verzichtet. Beobachtet man allerdings eine Asymmetrie der BBP, die sich bei zyklischer plastischer Verformung in Betrag und Vorzeichen während eines stabilisierten Lastzyklus in charakteristischer Weise ändert, so entspricht das dem Zyklusverhalten weitreichender Eigenverzerrungen infolge heterogener plastischer Verformung und kann z.B. nicht auf den Einfluss von Zwillingen auf die Profilsymmetrie zurückgeführt werden.

### 3.3.2.3 Vielkristalline Proben mit herstellungsbedingten und verformungsinduzierten Versetzungsanordnungen, die wesentlich durch die Kristallitgröße determiniert sind (nano- bis mikrokristalline Proben)

<b>A</b>	i.	Die kristallographische Orientierung der Kristallite ist statistisch gleichverteilt (texturfrei).
	ii.	Prinzipiell können weitreichende Eigenverzerrungen auftreten. Das betrifft zum einen solche mit makroskopischer Reichweite ( $\Delta \bar{\epsilon}_T$ ), die auf Grund des Herstellungsprozesses der Proben nicht deviatorisch sein müssen. Wegen der zunehmenden Übereinstimmung der Kristallitabmessung $d$ mit den Abmessungen der durch die Versetzungsanordnung gegebenen mesoskopischen Strukturelemente bei abnehmender Kristallitgröße unterhalb von etwa $3 \mu\text{m}$ ist eine prinzipielle Unterscheidung zwischen Kristallit- und mesoskopischen Eigenverzerrungsbeiträgen physikalisch nicht mehr sinnvoll (s. 2.3). Eigenverzerrungen dieser Reichweite werden mit $\Delta \bar{\epsilon}_V$ bezeichnet. Diese können durch eine heterogene plastische Verformung auf mesoskopisch/kristallinem Maßstabniveau hervorgerufen werden. Darüber hinaus können sie auch allgemein durch den Herstellungsprozess von Proben mit nano- bis mikrokristallinem Gefüge verursacht worden sein.
	iii.	Eigenverzerrungsbeiträge $\Delta \epsilon_v$ können sich im Verlauf eines Verformungszyklus ändern, wobei innerhalb eines Halbzyklus wieder ein Minimum und nach Entlastung von den Eckpunkten des Zyklus ein Maximum für $\langle (\Delta \epsilon_v)^2 \rangle^{1/2}$ erwartet wird. Herstellungsbedingte Eigenverzerrungsbeiträge $\Delta \epsilon_v$ können durch plastische Verformung verändert werden.
	iv.	In elektronenmikroskopischen Untersuchungen ist der Volumenanteil $f_{\text{fSE}}$ von nahezu versetzungsfreien Strukturelementen bestimmbar. Im Laufe des Probenherstellungsprozesses und durch die nachfolgende plastische Verformung können Versetzungen generiert werden, denen eine mittlere Versetzungsdichte $\rho$ und ein äußerer Abschneideradius $R_{\text{eff}}$ zur Charakterisierung der Reichweite des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung zugeordnet werden können.
	v.	Insbesondere bei Proben, deren Gefüge durch starke plastische Verformung (SPD) erzeugt wurde, tritt Mehrfachgleitung in den Kristalliten auf. Vereinfachend wird angenommen, dass in den mikro- bis nanokristallinen Proben auf allen Gleitsystemen vom Typ $\langle 110 \rangle \{111\}$ Stufen- und Schraubenversetzungen jeweils gleicher Dichte vorliegen.

<b>B</b>	i.	Kristallite und Subkörner wirken als kohärent streuende Bereiche der Größe $D_{X\text{-ray}}$ . Damit ist ein Teilchengrößeneffekt verbunden, der zur Verbreiterung der BBP führt.
	ii.	Die Partialprofile werden darüber hinaus durch die in den Kristalliten bzw. Subkörnern enthaltenen Versetzungen verbreitert. Dieser Effekt kann zum einen durch eine mittlere Versetzungsdichte $\rho$ und einen äußeren Abschneideradius $R_{\text{eff}}$ , zum anderen durch $L$ -abhängige mittlere Verzerrungsquadrate $\langle e_{g,L}^2 \rangle$ sowie durch ein mittleres Spannungsquadrat $\langle \sigma^2 \rangle$ im KSB beschrieben werden, wobei man die elastische Anisotropie zu berücksichtigen hat.
	iii.	Die Lage eines Partialprofils hängt vom Eigenverzerrungsbeitrag $\Delta \epsilon_v$ im Kristalliten bzw. Subkorn ab. Ein Spektrum $\varphi(\Delta \epsilon_v)$ trägt damit ebenfalls zur Profilverbreiterung bei.
	iv.	Die Lage $\theta_s$ des Profilschwerpunktes korrespondiert mit der makroskopischen Eigenverzerrung $\Delta \epsilon_T$ und stellt den Nullpunkt für die Beiträge $\Delta \epsilon_v$ dar. Bei der Auswertung wird der Beitrag der mittleren Verzerrung $\langle \Delta \epsilon_v \rangle^*$ in den röntgenographisch selektierten Kristalliten zur Profilverschiebung vernachlässigt.
	v.	Die Lage $\theta_p$ des Peaks des Gesamtprofils entspricht der Lage eines Partialprofils, das durch Streuung an einem nahezu versetzungsfreien Kristalliten bzw. Subkorn mit einer mittleren Eigenverzerrung $\langle \Delta \epsilon_{fSE} \rangle$ entsteht.

Mit diesen Annahmen und Festlegungen sollen bei der Analyse von BBP im Einzelnen folgende Größen zur Charakterisierung der Mikrostruktur und des Gefüges in mikro- bis nanokristallinen Vielkristallen ermittelt werden:

→ Röntgendiffraktometrisch ermittelbare Parameter:

- $\overline{\Delta \epsilon_T}$ ,  $\langle \overline{\Delta \epsilon_{fSE}} \rangle$  (Tensor der weitreichenden makroskopischen Eigenverzerrung und der mittleren Eigenverzerrung in nahezu versetzungsfreien Strukturelementen)
- $D_{X\text{-ray}}$  (mittlere Größe der kohärent streuenden Bereiche)
- $\langle \Delta \epsilon_v^2 \rangle$ ,  $\langle (\Delta \tau_v^E)^2 \rangle$  (mittlere Quadrate mesoskopisch/kristalliner Eigenverzerrungsbeiträge und Schubeigenspannungen)
- $\rho$ ,  $R_{\text{eff}}$ ,  $\langle \sigma^2 \rangle$ ,  $\langle e_{g,L}^2 \rangle$  (mittlere Versetzungsdichte und effektiver äußerer Abschneideradius für das Verzerrungsfeld der begrenzt regellosen Versetzungsverteilung in einem KSB, mittleres Eigenspannungsquadrat und mittleres  $L$ -abhängiges Verzerrungsquadrat in einem KSB)

Diese Parameter erhält man durch Anwendung folgender Gleichungen zur Verknüpfung von phänomenologischen Profilparametern bzw. der Fourierkoeffizienten des BBP mit Mikrostruktur- und Gefügeparametern mikro- bis nanokristalliner Vielkristalle:

→ Auswertebeziehungen:

a) *Profilverschiebung:*

Mit 3.3.2.3 A ii. und B iv. gilt für die Verschiebung des Profilschwerpunktes

$$\Delta\vartheta_S = -(\vec{n}\Delta\vec{\varepsilon}_T\vec{n}) \tan\theta_0 = -\Delta\varepsilon_T \tan\theta_0. \quad (3.111)$$

Die Bestimmung von makroskopischem Eigenverzerrungs- und Eigenspannungstensor erfolgt entsprechend dem unter 3.2.1 b) erläuterten Vorgehen. Die gegebenenfalls auftretende Volumenänderung  $\Delta V/V$  sowie den zugehörigen hydrostatischen Druck  $p$  erhält man über

$$\frac{\Delta V}{V} = \sum_i \varepsilon_{ii} \quad \text{und} \quad (3.112)$$

$$p = -K \frac{\Delta V}{V}, \quad (3.113)$$

wobei  $K = E/(3(1-2\nu)) = 175\text{GPa}$  der Kompressionsmodul für Nickel in der Näherung eines homogenen isotropen Körpers ist.

*b) Profilverbreiterung:*

Wegen der o.a. sehr vielfältigen, in der Regel gleichzeitig vorkommenden Effekte, die zu einer Verbreiterung der BBP führen, sollen hier vor allem Abschätzungen zum Anteil der Teilchengröße- und der Verzerrungsbeiträge zum Gesamtprofil, sowie der Versuch der Unterteilung der Verzerrungsbeiträge in Anteile mit unterschiedlicher physikalischer Natur vorgenommen werden. Die hierfür unter 3.3.2.3 **B** ii.) und iii.) genannten Parameter charakterisieren die Mikrostruktur dabei auf einem unterschiedlichem Grad der Abstraktion.

Da sich Teilchengrößen- und Verzerrungsbeiträge zur Profilverbreiterung durch Faltung überlagern, wird folgende Modifizierung [177] des Williamson/Hall-Verfahrens [141] für die Analyse der Halbwertsbreite  $B$  der Profile vorgeschlagen.

Mit der einschränkenden Annahme, dass Eigenspannungen parallel zum Beugungsvektor vorliegen [140], kann das mittlere Spannungsquadrat  $\langle\sigma^2\rangle$  in den Kristalliten sowie die volumengewichtete Teilchengröße  $D_{X\text{-ray}}$  näherungsweise aus den Halbwertsbreiten  $B$  ermittelt werden nach

$$B \cos\theta_0 = \frac{\lambda}{4D_{\text{WH,C}}} + 2 \frac{\langle\sigma_C^2\rangle^{1/2}}{E_{hkl}} \sin\theta_0, \quad (3.114)$$

wenn beide verbreiternde Effekte durch Cauchy-Funktionen beschreibbar sind bzw. nach

$$(B \cos\theta_0)^2 = \left(\frac{\lambda}{4D_{\text{WH,G}}}\right)^2 + \left(2 \frac{\langle\sigma_G^2\rangle^{1/2}}{E_{hkl}}\right)^2 \sin^2\theta_0 \quad (3.115)$$

für Gauß-Funktionen.  $E_{hkl}$  steht für den Elastizitätsmodul in den kristallographischen Richtungen  $\langle hkl \rangle$ . Die für Nickel benutzten  $E_{hkl}$ -Werte enthält Tabelle 3.4.

Tabelle 3.4: Elastische Moduln  $E_{hkl}$  für Nickel nach [121].

$\langle hkl \rangle$	111, 222	200, 400	220	311	331	420
$E_{hkl}$ (GPa)	304	139	234	186	251	188

Die Größen  $D_{\text{WH,C}}$  bzw.  $D_{\text{WH,G}}$  und  $\langle \sigma_{\text{C}}^2 \rangle^{1/2}$  bzw.  $\langle \sigma_{\text{G}}^2 \rangle^{1/2}$  lassen sich aus Absolutglied und Anstieg entsprechender Plots nach Gleichung (3.114) bzw. (3.115) gewinnen, wobei man durch Auftragung von  $B\cos\theta_0$  bzw.  $(B\cos\theta_0)^2$  verschiedener  $hkl$ -Reflextypen über  $\sin\theta_0/E_{hkl}$  bzw.  $(\sin\theta_0/E_{hkl})^2$  und die Bildung einer Ausgleichsgeraden der Anisotropie der Verzerrungen infolge des angenommenen Spannungszustandes in einfacher Weise Rechnung trägt. Ein ähnliches Vorgehen findet man in [104] und [178]. In einem von Ungár und Borbély vorgeschlagenen, angepassten Williamson-Hall-Plot [179] wird die Anisotropie der Verzerrungen allein auf die Anisotropie des Verzerrungsfeldes von Versetzungen zurückgeführt, die über den mittleren Kontrastfaktor  $\bar{C}_{\text{aniso}}$  für eine Gleichverteilung von Stufen- und Schraubenversetzungen auf allen Gleitsystemen in elastisch anisotroper Näherung beschrieben wird. Man trägt dort  $B\cos\theta_0$  über  $(\bar{C}_{\text{aniso}})^{1/2}\sin\theta_0$  auf und erhält aus einem Fit einer quadratischen Messwertverteilungsfunktion  $y=y((\bar{C}_{\text{aniso}})^{1/2}\sin\theta_0)$  drei Parameter, nämlich die mittlere Teilchengröße, die mittlere Versetzungsdichte und die Fluktuation der mittleren Versetzungsdichte. Da gilt  $E_{hkl} \approx m (\bar{C}_{\text{aniso}})^{-1/2}$  (vgl. Tabelle 3.3 und Tabelle 3.4) mit  $m = 90,5$  GPa, ist zu erwarten, dass mit beiden Verfahren die experimentell gefundenen Messergebnisse im Bereich kleiner Anstiegsänderungen von  $y$  gleich gut angefitet werden können.

Als eine zweite Möglichkeit der Ermittlung von Mikrostrukturparametern wird die Analyse der Fourierkoeffizienten der BBP nach Warren-Averbach [117] genutzt.

Die Faltungüberlagerung von Teilchengrößen- und Verzerrungseffekt führt zur multiplikativen Verknüpfung der entsprechenden Fourierkoeffizienten  $A_D(L)$  und  $A_\varepsilon(L)$  und man kann schreiben

$$\ln A(L) = \ln A_D(L) + \ln A_\varepsilon(L). \quad (3.116)$$

Gemäß Gleichung (3.56) hängen die  $A_D(L)$  nur von der flächengewichteten Teilchengröße  $D_{\text{WA}}=N_3 a_3'$  und nicht von  $g$  ab, wogegen die  $A_\varepsilon(L)$  nach (3.32) sowohl vom mittleren Quadrat der  $L$ -abhängigen Verzerrung  $\langle e_{g,L}^2 \rangle$  als auch von  $g^2$  abhängen. Trägt man daher die  $\ln A(L)$ -Messwerte verschiedener  $hkl$ -Reflextypen über  $(h^2+k^2+l^2)$  auf, so gewinnt man aus dem Absolutglied einer Ausgleichsgeraden für  $L=\text{konst.}$  den Wert  $\ln A_D(L)$  und aus dem Anstieg  $\langle e_{g,L}^2 \rangle$ . Die Auswertung der Teilchengrößen-Fourierkoeffizienten  $A_D(L)$  nach (3.58) liefert dann  $D_{\text{WA}}$ . Hinsichtlich des Verzerrungszustands geht diese Analyse von einer räumlich isotropen, gaußförmigen Verzerrungsverteilung aus. Über Anisotropie-Effekte, die zu nichtlinearen  $A(L)$ - $(h^2+k^2+l^2)$ -Messwertkurven führen, wird bei dem hier vorgeschlagenen Vorgehen durch die Bildung der Ausgleichsgeraden gemittelt.

Eine dritte Möglichkeit zur Berechnung von quantitativen Mikrostrukturparametern besteht in der Datenanalyse eines Einzelprofils in einem sog. Krivoglaz-Wilkens-Plot [180]. Setzt man nach [109] voraus, dass für  $A_D(L)$  gilt

$$A_D(L) = \exp\left(-\frac{L}{D_{\text{KW}}}\right), \quad (3.117)$$

wobei  $D_{\text{KW}}$  streng genommen die mittlere Säulenlänge der KSB senkrecht zu den beugenden Netzebenen ist und wie alle bisher eingeführten röntgenographischen Teilchengrößen  $D_{\text{X-ray}}$

nur bedingt mit einer mittleren Kristallitausdehnung korreliert werden kann, so lassen sich durch einen Fit der Funktion

$$\Psi = -\frac{\ln A(L)}{L^2} \approx \frac{1}{LD_{\text{KW}}} + \rho(gb)^2 \frac{\pi}{2} \bar{C} \ln \frac{R_{\text{eff}}}{L} \quad (3.118)$$

aus den Fourierkoeffizienten eines Messprofils die mittlere Versetzungsdichte  $\rho$ , der effektive äußere Abschneideradius  $R_{\text{eff}}$  für das Verzerrungsfeld der begrenzt regellosen Versetzungsverteilung in einem Kristalliten und die mittlere Größe  $D_{\text{KW}}$  der kohärent streuenden Bereiche ermitteln, wobei für  $\bar{C}$  die in Tabelle 3.3 aufgeführten Kontrastfaktoren in elastisch isotroper Näherung eingesetzt werden, was eine gleiche Verteilung von Stufen- und Schraubenversetzungen in allen Gleitsystemen voraussetzt.

Eine Abschätzung des Anteils weitreichender Kristallit-Eigenstressungen zur Profilbreite kann wie folgt vorgenommen werden.

Es wird angenommen, dass für alle *hkl*-Reflextypen die gemessene Halbwertsbreite  $B$  eines BBP durch einen teilchengrößen- sowie einen verzerrungs- bzw. spannungsabhängigen Anteil  $B_D$  und  $B_\tau$  bestimmt werden, wobei sich beide Anteile zu  $B=B_D+B_\tau$  im Fall von Cauchy-Funktionen und zu  $B^2=(B_D)^2+(B_\tau)^2$  bei Gauß-Funktionen überlagern. Ausgehend von der Auswertung der modifizierten Williamson-Hall-Plots nach den Gleichungen (3.114) und (3.115) können für jeden Verformungszustand einer Untersuchungsprobe mittlere Größen  $D_{\text{WH,C}}$  und  $D_{\text{WH,G}}$  berechnet werden, woraus sich wiederum für jedes einzelne BBP die Größen  $B_{D(C,G)} = \lambda/(4D_{\text{WH(C,G)}} \cos \theta_0)$  in einem Verformungszustand berechnen lassen. Dabei wird vorausgesetzt, dass  $D_{\text{X-ray}}$  nicht vom *hkl*-Reflextyp abhängt. Der gesuchte verzerrungsabhängige Anteil an der Halbwertsbreite eines *hkl*-BBP ergibt sich dann zu  $B_{\tau,C} = B - B_{D(C)}$  und  $B_{\tau,G} = (B^2 - B_{D,G}^2)^{1/2}$  für Cauchy- bzw. Gaußprofile, aus denen man die zugehörigen Integralbreitenanteile erhält nach  $\beta_{\tau,C} = B_{\tau,C} F$  bzw.  $\beta_{\tau,G} = B_{\tau,G} F$ . Die Anteile  $\beta_{\tau,C}$  bzw.  $\beta_{\tau,G}$  resultieren aus der Überlagerung von (formgleichen) Partialprofilen, die den Verzerrungen in einzelnen koräherent streuenden Bereichen zuzuordnen sind, wobei die Partialprofile gegeneinander verschoben sind in Abhängigkeit von der mittleren Eigenverzerrung  $\Delta \epsilon_v$  des KSB in Messrichtung.

In Analogie zu den Beziehungen (3.77) und (3.107) kann man gemäß III A iii.) und B iii.) für jeden einzelnen *hkl*-Reflextyp ein mittleres Verzerrungsquadrat  $\langle (\Delta \epsilon_v)^2 \rangle$  gewinnen gemäß der Gleichung

$$\beta_{\tau,\text{max}} = \frac{\beta_{\tau,\text{min}}^3}{\beta_{\tau,\text{min}}^2 - \pi \langle (\Delta \epsilon_v)^2 \rangle \tan^2 \theta_0}, \quad (3.119)$$

wobei  $\beta_{\tau,\text{max}}$  aus der maximalen Profilbreite nach Entlastung vom Eckpunkt des Lastzyklus bzw. unmittelbar nach der Herstellung der Proben zu bestimmen ist, und  $\beta_{\tau,\text{min}}$  aus der minimalen Profilbreite im Lastzyklus bzw. nach zyklischer Verformung. Auch hier wird wie bei den o.g. Gleichungen für EK und fc VK angenommen, dass sich die mittlere Versetzungsdichte  $\rho$  und der Abschneideradius  $R_{\text{eff}}$  in einem mechanisch stabilisierten Lastzyklus nicht mehr wesentlich ändern, also die Veränderung der Profilbreite im Zyklus ausschließlich auf die Änderung weitreichender Eigenverzerrungen infolge heterogener plastischer Verformung der Kristallite zurückführbar ist.

Da die BBP nach Ermüdung meist eine Form zwischen Gauß- und Cauchy-Funktionen aufweisen, wird für alle Profile in einem Verformungszustand zunächst sowohl  $\beta_{\tau,C}$  als auch  $\beta_{\tau,G}$  bestimmt, und dann durch Einsetzen von  $\beta_{\tau,C,\max}$  und  $\beta_{\tau,C,\min}$  bzw. von  $\beta_{\tau,G,\max}$  und  $\beta_{\tau,G,\min}$  in Gleichung (3.119) die rms Eigenverzerrung  $\langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle^{1/2}$  für den „Cauchy-“ und den „Gauß-Fall“ ermittelt.

Nimmt man an, dass die heterogene plastische Verformung der Kristallite zu mittleren Eigenverzerrungen innerhalb eines Kristalliten führt, die man in der Form von (3.80) beschreiben kann, so lässt sich  $\langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle$  mit dem mittleren Quadrat der Schubeigenstressungen  $\langle(\Delta\tau_v^E)^2\rangle$  der Kristallite korrelieren nach

$$\langle(\Delta\tau_v^E)^2\rangle = \frac{4G^2}{\langle(K_\gamma(n))^2\rangle} \langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle \quad (3.120)$$

in Analogie zu Gleichung (3.110). Die so erhaltenen Werte  $\langle(\Delta\tau_v)^2\rangle$  sollten für alle *hkl*-Reflextypen übereinstimmen, wenn die Anzahl *n* von Gleitsystemen mit heterogener plastischer Verformung und damit  $\langle(K_\gamma(n))^2\rangle$  richtig bestimmt wurde.

Allgemeine Bemerkungen:

- Wie alle Methoden der Analyse von Profildaten, liefert der hier eingeführte modifizierte Williamson-Hall-Plot auf Grund der verwendeten Näherungen und restriktiven Modellannahmen nur in sehr grober Weise Informationen über die Mikrostruktur (vgl. [188]), jedoch lassen sich damit Veränderungen in der Mikrostruktur relativ einfach verfolgen. Darüber hinaus muss betont werden, dass sich sowohl Ergebnisse der Williamson-Hall- als auch der Warren-Averbach-Analyse nicht in einfacher Weise mit den z.B. mit elektronenmikroskopischen Methoden beobachtbaren Gitterdefekten korrelieren lassen.

- Es muss vermutet werden, dass man mit dem Krivoglaz-Wilkens-Plot nach (3.118) die reale Versetzungsdichte unterschätzt und den Teilchengrößenbeitrag überschätzt, d.h. die Kristallitgröße zu klein berechnet wird, da bei dieser Methode der Effekt der additiven Überlagerung der, durch inkohärente Streuung an den Kristalliten erzeugten, gegeneinander verschobenen Partialprofile vernachlässigt wird. Dieser Effekt ist um so größer, je unterschiedlicher die Mikrostruktur in den Kristalliten ist. Das betrifft zum Beispiel solche Probenzustände, in denen Kristallite mit hoher Defektdichte und nahezu versetzungsfreie Kristallite mit etwa gleichem Volumenanteil koexistieren. Der genannte Effekt bleibt auch bei Anwendung der Formeln (3.33) und (3.68) nach Groma u.a. [142] unberücksichtigt, die eine Fluktuation der Versetzungsdichte in einem KSB einbeziehen. Eine Auswertung der Messdaten mit diesem Auswertalgorithmus, der z.B. in [179] und [172] noch um den Teilchengrößeneffekt erweitert wurde, erfolgte deshalb nicht, zumal neben den fünf freien Parametern noch weitere, physikalisch nicht interpretierbare Größen ( $R_1'$  bis  $R_5'$ ) anzufügen wären und auch diese Beziehungen streng genommen nur für kleine *L* gültig sind, d.h. in dem Bereich, in dem im Krivoglaz-Wilkens-Plot (3.118) der Teilchengrößeneffekt dominiert.

- Auf eine Anwendung der Methode der beschränkten Momente nach Groma [143] wurde für alle betrachteten Probenzustände generell verzichtet, da sie den Teilchengrößeneffekt nicht berücksichtigt und damit höchstens für Einkristalle und grob- bis feinkörnige

Vielkristalle anwendbar ist. Darüber hinaus kann die nach [143] geforderte Auswertung von Profilausläufern mit großem Abstand vom Profilpeak zu einer Überbetonung von Dipolversetzungen führen, ganz abgesehen von dem Problem der, für die Bestimmung der beschränkten Momente notwendigen, exakten Ermittlung des Profiluntergrundes, der insbesondere für breite, intensitätsschwache Profile erheblich sein kann.

*c) Profilasymmetrie:*

In Analogie zu dem Verhalten von PR und DR in Einkristallen soll angenommen werden, dass ein in  $\mathbf{n}$ -Messrichtung von Null verschiedener Mittelwert der Eigenspannungen in den nahezu versetzungsfreien Strukturelementen mit dem Volumenanteil  $f_{\text{fSE}}$  zu einer Asymmetrie des BBP führen kann, wobei diese Kristallite die Rolle der PR übernehmen und die defektreichen Kristallite diejenige der DR. Die Entstehung des asymmetrischen BBP kann wieder mit Bild 3.3 veranschaulicht werden. Mit 3.3.2.3 **B** v. ergibt sich

$$\vartheta_a = - \langle \Delta \varepsilon_{\text{fSE}} \rangle \tan \theta_0. \quad (3.121)$$

Aus der Messung der Profilasymmetrie in mindestens 6 voneinander unabhängige Messrichtungen ließe sich dann prinzipiell der mittlere Tensor  $\langle \Delta \vec{\varepsilon}_{\text{fSE}} \rangle$  bestimmen und über das Hooksche Gesetz der zugehörige mittlere Eigenspannungstensor. Es ist allerdings zu erwarten, dass Asymmetrieffekte angesichts der durch die geringe Kristallitgröße insgesamt stark verbreiterten Messprofile nur sehr schwer quantifizierbar sind.

## 4 Experimentelle Methoden

Für die Charakterisierung der Mikrostruktur und des Gefüges in kfz Ein- und Vielkristallen und ihrer verformungsbedingten Änderung steht prinzipiell eine breite Palette experimenteller Methoden zur Verfügung, die im weitesten Sinn eine abbildende oder eine analytische Zielsetzung verfolgen. Zur ersten Gruppe gehören die abbildenden Verfahren der Raster- und Transmissions-Elektronenmikroskopie, die im Folgenden vor allem zur Ermittlung geometrischer Parameter der Versetzungsanordnung und der Kristallitgrößenverteilung genutzt werden. Zur Aufklärung von Grundmechanismen der plastischen Verformung ist es darüber hinaus zweckdienlich, quantitative Informationen über die Spektren verformungsinduzierter Gitterverzerrungen unterschiedlicher Reichweite zu erlangen, und somit Schlussfolgerungen über die Heterogenität der plastischer Verformung auf unterschiedlichen Maßstabniveaus zu ermöglichen. Für diese mehr analytischen Untersuchungen sind Beugungsuntersuchungen mit Röntgenstrahlung die am häufigsten angewandte experimentelle Methode. Auf der Grundlage der in Kapitel 3 entwickelten Auswertalgorithmen können im Detail Aussagen über die Größe, Richtung und Reichweite von inneren Spannungen und über lokale Versetzungsdichten abgeleitet werden. Zur Trennung von Anteilen im mechanisch stabilisierten Verformungszyklus variierender und konstanter Verzerrungsbeiträge bei zyklischer Verformung sind Röntgen-Untersuchungen nach Entlastung der Probe von verschiedenen Punkten innerhalb des Lastzyklus geeignet.

Prinzipiell könnten weitreichende innere Spannungen in Ni auch durch verschiedene magnetische Meßmethoden nachgewiesen werden, wie z.B. durch Barkhausenrausch- [64] oder Koerzitivfeldstärkemessungen [65]. Ein entscheidender Nachteil dieser Verfahren bei der Gewinnung quantitativer Ergebnisse besteht in der Notwendigkeit der Kalibrierung des magnetischen Signals durch Vergleich mit der Wirkung einer bekannten äußeren mechanischen Spannung. Darüber hinaus gestattet die in den letzten Jahren sowohl theoretisch als auch experimentell weiterentwickelte Methode der Analyse sog. HOLZ-Linien (HOLZ: higher order Laue zone) bei konvergenter Elektronenbeugung im Transmissionselektronenmikroskop eine „lokale“ Messung von Gitterkonstanten und damit letztlich die Ermittlung von verformungsinduzierten inneren Spannungen [181]. Allerdings erfordert dieses zerstörende Verfahren einen erheblichen Aufwand für Probenpräparation und Auswertung der HOLZ-Linienbilder. Auf eine experimentelle Anwendung dieser Verfahren wird deshalb in der vorliegenden Arbeit verzichtet. Bei der Diskussion der Ergebnisse der Röntgenbeugungsuntersuchungen wird jedoch auf die mit den genannten Verfahren von anderen Gruppen gewonnenen Daten eingegangen.

### 4.1 Messung von Bragg-Beugungsprofilen

Messung und Auswertung von Bragg-Beugungsprofilen erfordern einen experimentellen und numerischen Aufwand, der erheblich von den physikalischen Zielstellungen bei der Profilanalyse bestimmt wird [182]. Um die in Abschnitt 3.3 genannten Ziele zu erreichen, müssen sowohl die phänomenologischen Profilparameter als auch der gesamte Verlauf der Intensitätsverteilung von BBP unterschiedlicher *hkl*-Reflextypen und *n*-Meßrichtungen mit hinreichender Genauigkeit gemessen werden. Dabei kann eine Vielzahl von Fehlerquellen

aufzutreten, die von der Messmethodik, den Messgeräten und -instrumenten, der Kalibrierung und der rechen-technischen Umsetzung der Datenanalyse abhängen. Sie sind oft bei der Fehlerbetrachtung schwierig zu erfassen, jedoch bei der physikalischen Interpretation der Ergebnisse unbedingt zu berücksichtigen. Im Folgenden soll ein kurzer Überblick über Ursachen und Ansätze zur Beherrschung der Messfehler zusammengestellt werden.

Für die Messung von BBP  $I(\theta)$  können verschiedene experimentelle Vorgehensweisen verfolgt werden. Prinzipiell sind sowohl Neutronen als auch Röntgenstrahlung für Beugungsuntersuchungen einsetzbar. Neutronen liefern wegen ihrer großen Eindringtiefe auch Informationen über Mikrostruktur und Gefüge im Inneren makroskopischer Proben. Allerdings enthalten die BBP immer einen hohen Anteil von apparativ bedingten Beiträgen zur Profilform, die die geplante detaillierte Profilanalyse wesentlich erschweren. Mit Neutronenbeugungsexperimenten bestimmt man deshalb vorrangig nur makroskopische und ggf. Kristallit-Eigenspannungen aus der Lage des Peaks oder des Schwerpunktes des Beugungsprofils in Abhängigkeit vom  $hkl$ -Reflexyp und der Messrichtung  $n$  ([128][135] [183]). Bei der Messung von BBP mit Röntgenstrahlung gewinnt man dagegen oft nur Aussagen über oberflächennahe Bereiche, jedoch sind apparative Einflüsse auf das Profil insgesamt wesentlich geringer, so dass eine detaillierte Profilanalyse physikalisch sinnvoll und möglich ist. Die vorliegenden experimentellen Untersuchungen wurden alle mit Röntgenstrahlung ausgeführt. Auf einige Details des Messvorganges soll kurz eingegangen werden.

In konventionellen Diffraktometern misst man (z. B. bei Fokussierung der charakteristischen, gebeugten Röntgenstrahlung nach Bragg-Brentano) in relativ kurzen Messzeiten bei hoher statistischer Sicherheit das Beugungsprofil an der Untersuchungsprobe (Messprofil) sowie unter möglichst gleichen Bedingungen an einer sog. Standardprobe (instrumentelles Profil). Diese Messung erfolgt an einer spannungsfreien, oft feinkristallinen Probe aus gleichem Material wie die Untersuchungsprobe oder z.B. an linienreichem  $\text{LaB}_6$ -Pulver. Sie dient der Kalibrierung des Diffraktometers und der quantitativen Erfassung aller instrumentell bedingten Einflüsse auf Lage und Form des Messprofils. In der Regel erfolgt die Messung der Zählpulse bzw. der Strahlungsintensität in äquidistanten Winkelschritten  $\Delta\theta$ . Für konventionell fokussierende Diffraktometer liefert zumeist das nach Filterung oder ggf. Monochromatisierung verbleibende Wellenlängenspektrum den größten Beitrag zur instrumentell bedingten Linienverbreiterung im Vergleich z.B. zum Beitrag von primär- und sekundärseitigen Blenden und Kollimatoren. Die physikalisch bedeutsame Information (physikalisches Profil) erhält man dann durch Abtrennung des instrumentellen Profils vom Messprofil. Je nach verwendeter Versuchsanordnung beinhaltet dieses Abtrennen ggf. zunächst die Rachinger-Korrektur einer  $K_{\alpha 2}$ -Komponente [105], gefolgt von einer Entfaltung des instrumentellen Profils vom Messprofil. Soll im einfachsten Fall nur die Integralbreite  $\beta$  des physikalischen Profils bestimmt werden, so kann man diese unter Voraussetzung einer konkreten Profilform (z.B. Cauchy-Form C oder Gauß-Form G) für physikalisches und instrumentelles Profil aus den Integralbreiten des Messprofils und des instrumentellen Profils  $\beta_{\text{mess}}$  bzw.  $\beta_{\text{inst}}$  nach den Gleichung (4.1) bis (4.3) erhalten [105][184].

$$\beta = \beta_{\text{mess}} - \beta_{\text{inst}} \quad (\text{CC}) \quad (4.1)$$

$$\beta^2 = \beta_{\text{mess}}^2 - \beta_{\text{inst}}^2 \quad (\text{GG}) \quad (4.2)$$

$$\beta \approx \beta_{\text{mess}} - \beta_{\text{inst}}^2 / \beta_{\text{mess}} \quad (\text{CG}) \quad (4.3)$$

Empfehlenswerter ist eine Entfaltung nach Stokes [185], wobei man den komplexen Fourierkoeffizienten  $C(n)$  des physikalischen Profils jeweils aus der Division des komplexen Fourierkoeffizienten des Messprofils durch den zugehörigen Koeffizienten des instrumentellen Profils erhält. Ist für die weitere Profilanalyse eine Transformation der  $\theta$ -Winkelskala in eine  $q$ -Skala erforderlich, so sollte insbesondere für breite Profile die Fourieranalyse über entsprechende nichtäquidistante  $\Delta q$ -Intervalle erfolgen. Selbst bei sorgfältigster numerischer Bearbeitung der Messdaten treten durch die Entfaltung zusätzliche Probleme auf, die die physikalische Interpretation der  $C(n)$ -Werte erschweren. Das betrifft z. B. Effekte der Zählstatistik, die zu Schwankungen der Fourierkoeffizienten führen, insbesondere dann, wenn das Messprofil nur wenig verbreitert ist gegenüber dem instrumentellen Profil [105]. Diese Schwankungen lassen sich vermeiden, wenn Messprofil und instrumentelles Profil durch geeignete Funktionen (z. B. durch Voigt- oder Pearson-VII-Funktionen [157][186][187]) angefitet werden. Dabei können jedoch ggf. spezielle Formeigenschaften des physikalischen Profils von vornherein verfälscht werden. So sind z.B. Voigt-Funktionen aus theoretischen Erwägungen grundsätzlich nicht geeignet für den Fit von Profilen, die an Proben mit einer log-normal Verteilung von Größen kohärent streuender Bereiche oder mit durch Versetzungen erzeugten Verzerrungen gemessen wurden [188].

Vorteilhaft ist daher eine Profilmessung, bei der instrumentelle Beiträge zu Profilbreite und -form vernachlässigt werden können. In der Regel wird dabei versucht, eine möglichst monochromatische Strahlung hoher Intensität bei geringer Strahlbreite zu parallelisieren oder ggf. zu fokussieren. Dies kann z.B. durch den Einsatz moderner Komponenten wie primärseitige Röntgenkapillaren (fiber optics for X-rays: FOX), meist primärseitig benutzte Multilayer-Monochromatoren (Göbel-Spiegel) verschiedener Form und primär- und/oder sekundärseitig eingesetzte sog. channel-cut-Analysatorkristalle erreicht werden.

Selbst unter optimalen Messbedingungen mit vernachlässigbaren instrumentellen Einflüssen entstehen jedoch durch die Statistik des Zählprozesses, das Auftreten des Streuuntergrundes und ggf. durch Profilüberlappungen Fehler, die bei der Ermittlung auch einfacher phänomenologischer Profilparameter wie Halbwerts- und Integralbreite zu berücksichtigen sind [107][189]. So sollte für sehr breite Bragg-Beugungsprofile deshalb am physikalischen Profil noch eine Korrektur der Intensität gemäß der Winkelabhängigkeit von Lorentz-, Polarisations- und atomarem Streufaktor vorgenommen werden [105][114]. Wird das physikalische Profil in Fourierkoeffizienten entwickelt, so muss man insbesondere für höhere Fourierordnungen mit Oszillationen der  $C(n)$ -Werte rechnen, die allein durch die Grenzen des Braggwinkel-Messintervalls (truncation effect) hervorgerufen werden und keine physikalische Bedeutung haben [190].

In der vorliegenden Arbeit kamen vor allem Diffraktometer mit vernachlässigbarem instrumentellen Beitrag zur Profilverbreiterung bei der Messung von Bragg-Beugungsprofilen zum Einsatz, die im nächsten Abschnitt beschrieben werden.

#### **4.1.1 Hochaufgelöste Messung von Bragg-Beugungsprofilen mit Röntgenstrahlung**

Angewendet wurde ein Fokussierprinzip für hochaufgelöste Röntgenbeugung (High Resolution X-ray Diffraction: HRXD) nach Guinier/Sébilliau [191] und Wilkens/Eckert

[192] ohne Profilverbreiterung durch das Wellenlängenspektrum um die verwendete Cu- $K_{\alpha 1}$ -Strahlung ( $\lambda = 0,154056$  nm), modifiziert für einen unsymmetrischen Strahlengang gemäß

$$c = (a + b) \frac{\sin \beta_r \cdot \tan \theta_M}{\sin \alpha_i \cdot \tan \theta_M - 2 \tan \theta} \quad (4.4)$$

mit  $a = 120$  mm als Abstand zwischen Fokus von Röntgenröhre und Monochromator,  $b = 250$  mm als Abstand zwischen ebenem (111)-Si-Monochromator und Probe,  $c$  als Abstand von Probe zu Detektor,  $\alpha_i$  bzw.  $\beta_r$  als Winkel zwischen Probenoberfläche und einfallendem bzw. gestreutem Strahl,  $\theta_M = 79,205^\circ$  als Bragg-Winkel für den 444-Bragg-Reflex am Monochromator und  $\theta$  als Bragg-Winkel an der Ni-Probe.

Bild 4.1 zeigt die Messanordnung im Diffraktometer mit zwei ortsempfindlichen Kohle-Quarz- bzw. Metalldrahtdetektoren (OED) mit einer Ortsauflösung von  $6,1 \mu\text{m}$  pro Kanal.

Der OED 1 ( $c = 1300$  mm) dient zur hochaufgelösten Messung von schmalen Bragg-Beugungsprofilen hoher Intensität bei asymmetrischem Strahlengang mit  $\alpha_i = \theta - \psi < \beta_r = \theta + \psi$ , wobei  $\psi$  den Winkel zwischen der Normalen auf den zu untersuchenden Netzebenen und der Probenoberflächennormale bezeichnet. Mit diesem Detektor wurden alle Messungen an Ni-Einkristallen ausgeführt.

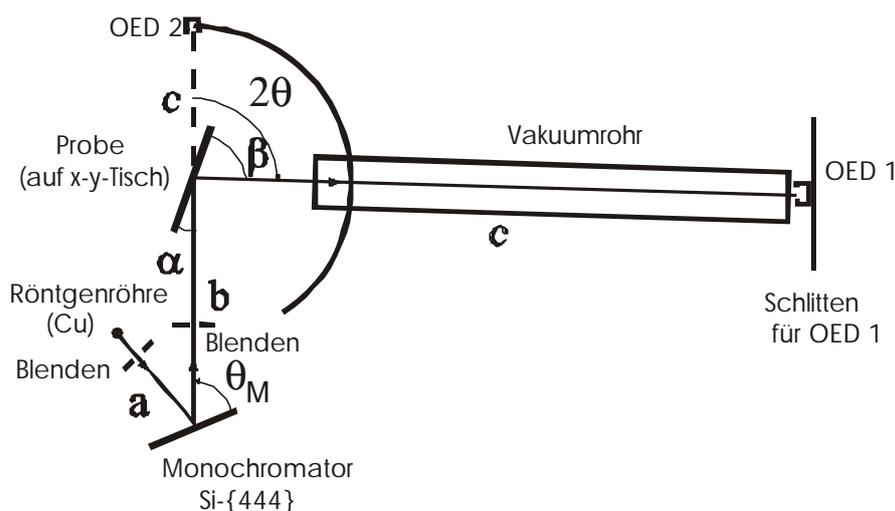


Bild 4.1: Schematisierte Darstellung des Strahlenganges im hochauflösenden Röntgen-Diffraktometer.

Für den benutzten Detektorabstand  $c$  wird nach Gleichung (4.4) für die vorrangig untersuchten Bragg-Reflexe vom Typ 311 eine optimale Fokussierung bei  $\psi_{\text{fok}} \approx 21^\circ$  erreicht. Es wurde geprüft, dass Abweichungen von bis zu  $\pm 5^\circ$  gegenüber  $\psi_{\text{fok}}$  für die vermessenen Einkristall-Reflexe bei festem  $c$  die Profilparameter nicht über den statistischen Messeffekt hinaus beeinflussen. Der Hauptbeitrag von etwa  $0,002^\circ$  zur instrumentellen Profilverbreiterung dieser Reflexe entsteht durch die Breite des Röhrenfokus ( $0,04 \times 8 \text{ mm}^2$ ). Er liegt damit um einen Faktor von etwa 20 über der theoretischen Darwin-Breite der Profile [103] und beträgt höchstens 1/5 der Breite von BBP, die an unverformten Ni-Einkristallen gemessen wurden. Die Profilausläufer können mit einer minimalen Schrittweite  $\Delta\theta = 0,00015^\circ$  bis zu etwa  $5 \times 10^{-5}$  der Maximalintensität des BBP gemessen werden. Entsprechend

des HRXD-Fokussierprinzips wurde für die Aufnahme einer Intensitätsverteilung  $I(\theta)$  bei feststehendem OED die Probe jeweils um eine zur Einfallsebene senkrechte Achse durch den gesamten Bereich  $\Delta\omega$  (Größenordnung  $0,1^\circ$  für Ni-Einkristalle im Ausgangszustand bis etwa  $1^\circ$  nach plastischer Verformung) der Rocking-Kurve geschwenkt, um so über die Intensitätsverteilungen der um maximal  $\Delta\omega$  zueinander verkippten Probenbereiche zu integrieren. Diese Besonderheit des Messvorgangs muss bei Vergleichen mit an Einkristallen in konventionellem  $\vartheta$ - $2\vartheta$ -Scan gemessenen Intensitätsverteilungen  $I(\theta)$  beachtet werden, welche nur Aussagen für eine konstante Richtung des Beugungsvektors  $\mathbf{q}$  bezüglich der untersuchten Netzebenenschar (d.h. für  $\psi = \text{konst.}$ ) liefern. Weitere Einzelheiten des Messvorganges sind ausführlich in [174] erläutert.

Um die Genauigkeit der Messung phänomenologischer Profilparameter an diesem Diffraktometer (Bezeichnung: HRXD Si) zu testen, wurden BBP an gleichen Ni-Einkristallproben zusätzlich in zwei anderen Diffraktometern aufgenommen, bei denen die instrumentell bedingte Profilverbreiterung ebenfalls als vernachlässigbar angenommen wird (HRXD Ge: Diffraktometer mit Fokussierung nach Wilkens/Eckert mit ebenem (111)-Ge-Monochromator an der Universität Erlangen-Nürnberg/Institut f. Werkstoffwissenschaften; 4M/CC: Diffraktometer mit primärseitigem Vierfach-Monochromator Ge, channel-cut-Analysatorkristall am Fraunhofer-Institut Zerstörungsfreie Prüfverfahren Dresden). Es zeigt sich, dass für  $B$  und  $\vartheta_a$  Abweichungen von bis zu 10% auftreten können (s. Bild 4.2). Erwartungsgemäß reagiert der Formparameter  $\beta/B$  noch empfindlicher auf veränderte Messbedingungen. Streng genommen können deshalb im Weiteren nur Veränderungen der BBP in verschiedenen Verformungsstadien der Ni-Einkristalle diskutiert werden, die unter gleichen Bedingungen gemessen wurden. Für die Bestimmung lokaler Versetzungsdichten aus den Fourierkoeffizienten (z.B. 5.1.1, Bild 5.5) wurde jedoch der instrumentell bedingte Profilbeitrag vernachlässigt. Der daraus resultierende Fehler für die Angabe einer absoluten lokalen Versetzungsdichte wird auf maximal 20% geschätzt. Das Bild 4.2 c) zeigt als typische Beispiele BBP zweier  $hkl$ -Reflexe in einem Verformungsstadium eines Ni-Einkristalls im Vergleich zum BBP im Ausgangszustand um zu demonstrieren, dass verformungsinduzierte Änderungen der Profilparameter mit hinreichender Genauigkeit gemessen werden können.

In Bild 4.2 sind die gemessenen BBP ohne Nachbearbeitung der Messdaten abgebildet. Vor der Berechnung der phänomenologischen Profilparameter und der Fourierkoeffizienten erfolgte jedoch immer eine Datenbearbeitung (Untergrundkorrektur, Glättung, Transformation der  $\theta$ -Winkelskala in eine  $q$ -Skala), die ausführlich in [116] beschrieben ist.

Mit dem OED 2 (Bild 4.1) im Abstand  $c = 405\text{mm}$  bei gleicher Ortsauflösung wie OED 1 lassen sich mit  $\alpha_i = \theta + \psi > \beta_r = \theta - \psi$  vorteilhaft breite BBP geringer Maximalintensität messen, bei denen keine extrem hohen Anforderungen an die Winkelauflösung bestehen und für die wegen der geringeren Streuverluste durch den kleineren Detektorabstand die Messzeiten nicht zu groß gewählt werden müssen. Für Messungen an Ni-Vielkristallen mit konstantem Detektorabstand wurden zur Einhaltung der Fokussierbedingung (4.4) für verschiedene  $hkl$ -Bragg-Reflexe jeweils die in Tabelle 4.1 angeführten  $\psi$ -Winkel eingestellt, wodurch man Informationen über Netzebenenscharen erhält, die gegenüber der Probenoberflächennormale unterschiedlich gekippt sind. In Anbetracht der nur geringen Größe der  $\psi$ -

Winkel wird dieser Effekt für die Interpretation der BBP an Vielkristallen im Weiteren vernachlässigt.

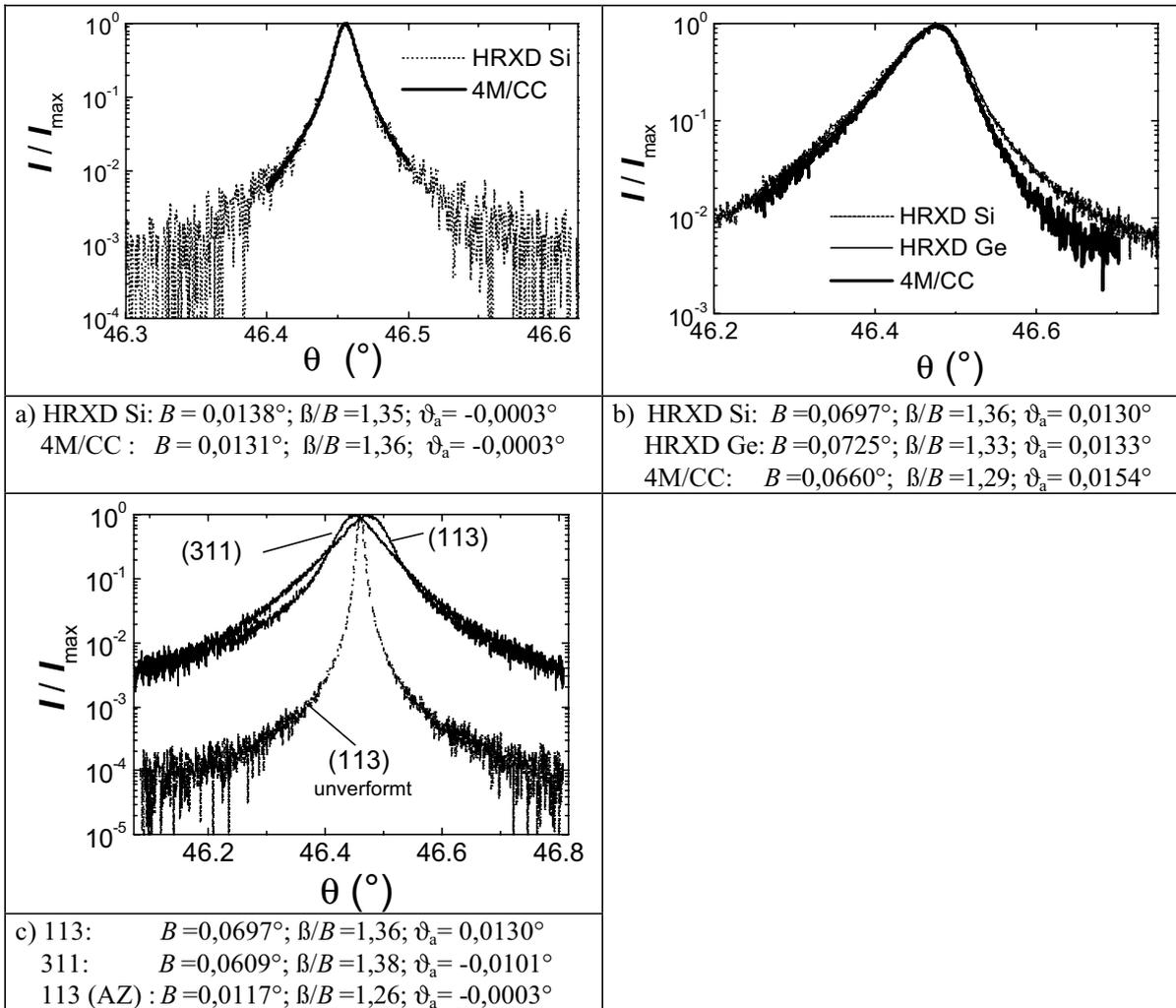


Bild 4.2: BBP an Ni-Einkristallen, gemessen mit verschiedenen Diffraktometern. (a): 311-Reflex an unverformter Probe, (b): 113-Reflex nach 20% Zugverformung, (c): 311- und 113-Reflex nach Zugverformung im Vergleich zum 113-Reflex im Ausgangszustand (AZ), gemessen mit HRXD-Si. Die phänomenologischen Profilparameter  $B$ ,  $\beta/B$  und  $\vartheta_a$  sind jeweils angegeben.

Tabelle 4.1:  $hkl$ -abhängige Kippwinkel  $\psi$  zur Einhaltung der Fokussierbedingung bei Messungen mit OED2. Die mit \* gekennzeichneten Reflexe wurden im symmetrischen Strahlengang bei  $\psi = 0^\circ$  gemessen.

$\{hkl\}$	111	200	220	311	222	400	331	420
$\vartheta$	22,245°	25,921°	38,184°	46,460°	49,212	60,958°	72,308°	77,811°
$\psi$	1°	1,5°	6°	12°	15°	(41°)*	nicht fokussierbar nach (4.4) *	nicht fokussierbar nach (4.4) *

#### 4.1.2 Messung von Bragg-Beugungsprofilen mit Synchrotronstrahlung

Die Verwendung von Synchrotronstrahlung für die Ermittlung von Mikrostruktureigenschaften aus der Analyse von BBP bietet im Wesentlichen zwei Vorteile gegenüber der herkömmlichen Röntgenstrahlung. Es können einerseits wegen der um viele Größenordnungen höheren Brillanz mit guter statistischer Sicherheit extrem schwache Bragg-Reflexe -

z. T. sogar *in-situ* [193]-[195] - vermessen werden, wie sie z. B. bei der Messung von Vielkristallreflexen an nanokristallinen Proben [100][196] oder bei der Messung von Einkristallreflexen in Einzelkörnern vielkristalliner Proben [197] auftreten. Andererseits kann prinzipiell die Wellenlänge der verwendeten Strahlung dem Probenmaterial so angepasst werden, dass durch eine optimale Eindringtiefe Streuprozesse auch in hinreichend großem Abstand zur Probenoberfläche zum BBP beitragen, wodurch das gesamte Probenvolumen besser repräsentiert wird.

Alle in der vorliegenden Arbeit mit Synchrotronstrahlung gemessenen BBP wurden an der Beamline BM20 des Forschungszentrums Rossendorf an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble aufgenommen. Die linear polarisierte Synchrotronstrahlung weist eine Brillanz von etwa  $10^{15}$  Photonen / (s x mm<sup>2</sup> x mrad<sup>2</sup> x 0.1%B) auf, ist kollimiert, monochromatisiert und vertikal fokussiert durch ein System von zwei Si-Spiegeln und einem Si-{111}-Doppel-Monochromator. Für die verwendete Wellenlänge beträgt die Energieauflösung  $\Delta E/E \approx 1,5 \times 10^{-4}$ . Der Strahlquerschnitt betrug  $0,2 \times 0,6$  mm<sup>2</sup> bei der Messung von Einkristallreflexen und  $0,2 \times 3$  mm<sup>2</sup> für Vielkristallreflexe. Das verwendete 6-Kreis-Goniometer, ausgestattet mit einem *x-y-z*-Tisch zur Probenbewegung und Szintillations- sowie ortsempfindlichem Detektor, ermöglicht BBP-Messungen mit vernachlässigbarer instrumentell bedingter Verbreiterung. Nähere Einzelheiten sind in [198], [199] und [116] beschrieben. Zum Vergleich mit Röntgenuntersuchungen zeigt Bild 4.3 zwei BBP ohne Nachbearbeitung der Messdaten, die an einer stark plastisch verformten submikrokristallinen Ni-Probe an der Beamline BM20 mit Synchrotronstrahlung ( $E=8,05\text{keV}$ ) sowie am Messplatz HRXD Si mit Röntgenstrahlung gemessen wurden. Wegen der um einen Faktor  $10^4$  für gleiche Impulszahlen im Peak erheblich längeren Messzeit am Messplatz HRXD Si treten deutliche Intensitäten im Streuuntergrund auf. Nach der üblichen Datenbearbeitung stimmen die phänomenologischen Profilparameter näherungsweise überein.

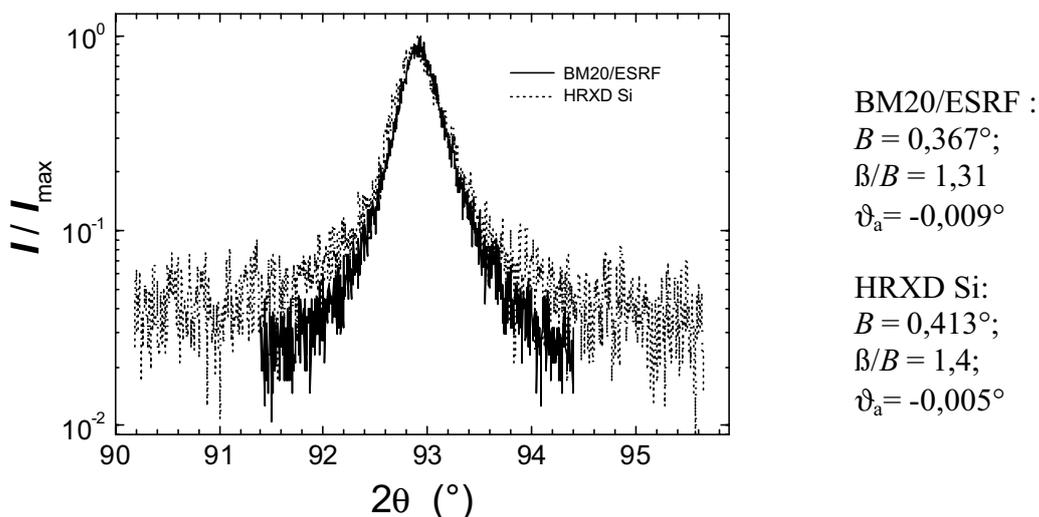


Bild 4.3: BBP an {311}-Netzebenen einer mittels ECAP stark plastisch verformten submikrokristallinen Ni-Probe, gemessen an der Beamline BM20/ESRF sowie am Röntgendiffraktometer HRXD Si

Es wurde geprüft, dass im Bereich der an der BM20 mit hoher Energieauflösung einstellbaren Energien optimale Bedingungen hinsichtlich einer geringen Absorption der

Röntgenstrahlung in Ni mit Wellenlängen im Bereich der Cu-K $_{\alpha}$ -Strahlung (8,05 keV) erreicht werden können. Eine Erhöhung der Energie über die K-Absorptionskante (8,33 keV) hinaus führt z.B. an einer stark plastisch verformten submikrokristallinen Ni-Probe zu einer deutlichen Verbreiterung der BBP (Bild 4.4).

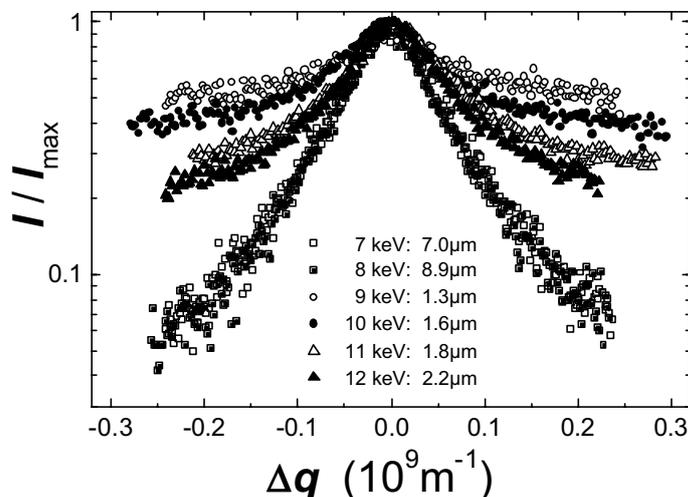


Bild 4.4: BBP an {311}-Netzebenen einer submikrokristallinen Ni-Probe nach starker plastischer Verformung (ECAP), gemessen an der Beamline BM20 / ESRF mit Synchrotronstrahlung verschiedener Energie; die nach [112] und [200] berechneten Eindringtiefen sind für die verschiedenen Energien angegeben.

Berücksichtigt man die bei diesen Energien erreichten Eindringtiefen  $t$ , so deuten die Messungen darauf hin, dass sich die Mikrostruktureigenschaften in unmittelbarer Nähe der Oberfläche ( $t \leq 2 \mu\text{m}$ ) deutlich von denen im Probeninneren unterscheiden. Alle BBP wurden deshalb mit einer Energie von 8,05 keV aufgenommen und repräsentieren damit in Abhängigkeit vom  $hkl$ -Typ des Bragg-Reflexes und vom  $\psi$ -Winkel mittlere Mikrostruktureigenschaften über Proben-Tiefen von einigen  $\mu\text{m}$ .

## 4.2 Elektronenmikroskopische Untersuchungen

Für kfz Metalle eröffnen elektronenmikroskopische Untersuchungsmethoden vielfältige Wege zur quantitativen Ermittlung von grundlegenden Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften und deren Änderung durch plastische Verformung. Im Weiteren sollen vor allem die Möglichkeiten zur Analyse der Kornstruktur und der Anordnung von Versetzungen als verformungsinduzierte Gitterdefekte diskutiert werden. Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) hat den Vorteil einer zerstörungsfreien Methode und gestattet mit relativ geringem Aufwand die Untersuchung von Probenbereichen bis zu makroskopischer Dimension mit guter statistischer Sicherheit. Bei den üblicherweise verwendeten Beschleunigungsspannungen von bis zu 40 kV können mit Sekundärelektronen laterale Auflösungen von einigen nm erreicht werden, wobei die Informationen aus ähnlichen Probtiefen stammen. Mit rückgestreuten, energiereichen Elektronen (backscattered electrons: BSE) können wegen des größeren Durchmessers des Wechselwirkungsvolumens nur Auflösungen von ca. hundert nm erreicht werden. Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) erreicht prinzipiell Auflösungen bis hin zum atomaren Bereich, hat jedoch die Nachteile zerstörender Verfahren. Darüber hinaus sind statistisch abgesicherte Untersuchungen nur mit enormen Aufwand möglich.

Es zeigt sich, dass die Leistungen und Grenzen der verwendeten experimentellen Methoden oft direkt oder indirekt Einfluss auf die Definition von Mikrostruktur- und Gefügeparametern haben. Das betrifft z.B. den Begriff des Korns als Bereich einheitlicher kristallographischer Orientierung, der durch Korngrenzen von Nachbargebieten mit anderer Orientierung abgegrenzt ist. Die unterschiedliche Empfindlichkeit verschiedener experimenteller Methoden für die Erfassung der Missorientierung zwischen benachbarten Gebieten und für die Abschirmung von Gitter-Distorsionen führt oft für eine Untersuchungsprobe zu unterschiedlichen Korngrößenangaben je nach verwendeter Methode, insbesondere dann, wenn die Korngrößen im Bereich zwischen 10 und 1000 nm liegen. Die oft auch als Korngröße bezeichnete röntgenographisch ermittelte Größe kohärent streuender Bereiche ist hier oft kleiner als die aus TEM-Untersuchungen bestimmte Korngröße (z.B. [201]), die wiederum in der Regel kleiner ist als die Korngröße, die man aus REM-Abbildungen mit rückgestreuten Elektronen im Orientierungskontrast bestimmt. Die höchsten Korngrößenwerte ergeben sich aus der Auswertung von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen (electron backscatter diffraction: EBSD), bei der die kristallographische Orientierung von Kristallbereichen ermittelt und damit die Missorientierung benachbarter Bereiche berechnet werden kann, was z.B. die Unterscheidung von Klein- und Großwinkelkorngrenzen ermöglicht [28]. Für vergleichende Untersuchungen zum Einfluss der Korngröße auf das Verformungsverhalten sollte man daher für alle Korngrößenbereiche möglichst die gleiche experimentelle Methode zur Korngrößenmessung anwenden. Die durch die Messmethode ausgewählten Eigenschaften eines Korns sind dementsprechend bei der Abgrenzung und Anwendung des Begriffs „Korn“ zu spezifizieren.

Im Folgenden soll deshalb erläutert werden, welche Methoden zur Ermittlung von speziellen Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften angewendet wurden und welche Konsequenzen das für die entsprechenden quantitativen Parameter hat.

### 4.2.1 Rasterelektronenmikroskopie

#### *a) Kornstruktur*

Mittlere Korngrößen  $d$  und Korngrößenverteilungsfunktionen  $\varphi(d)$  wurden mit einer Reihe unterschiedlicher Messmethoden bestimmt. Die Messmethode wird immer durch den entsprechenden Index an  $d$  signalisiert. So wird die Korngröße  $d_{\text{BSE}}$  der Ni-Vielkristallproben aus der Analyse von REM-Aufnahmen mit rückgestreuten Elektronen an glatten Probenoberflächen unter Nutzung des Orientierungskontrasts bestimmt. Die Untersuchungen wurden in einem Rasterelektronenmikroskop ZEISS DSM 962 mit Wolframhaarnadelkathode mit Hilfe eines Vierquadranten-Halbleiterdetektors für energiereichere Elektronen ( $> 5$  keV) ausgeführt. Der Rückstreukoeffizient für BSE hängt empfindlich von der Einfallrichtung des Elektronenstrahls bezüglich der kristallographischen Orientierung der Körner ab, so dass auch Orientierungsunterschiede von  $\approx 1^\circ$  zu deutlichen Grauwertunterschieden zwischen den Körnern im BSE-Bild führen. Damit werden auch Gebiete als Korn bezeichnet, die nur durch Kleinwinkelkorngrenzen (Missorientierungswinkel  $\zeta < 15^\circ$ ) von Nachbarbereichen getrennt sind. Die Korngrößenverteilung wurde an Hand der BSE-Bilder mit Hilfe der Schnittlinienmethode ohne stereologische Korrekturen ermittelt. Es wurde geprüft, dass die an der Oberfläche beobachtbaren Körner repräsentativ für das gesamte Probenvolumen

sind. Es hat sich gezeigt, dass diese Methode für die untersuchten vielkristallinen Ni-Proben vom grob- bis zum submikrokristallinen Bereich (250  $\mu\text{m}$  – 100 nm) anwendbar ist [28].

Zur Untersuchung der Missorientierungswinkelverteilung und der Textur der Vielkristalle wurde die EBSD-Technik im ZEISS DSM 962 und in einem hochauflösenden Mikroskop LEO 5030 mit Feldemissionskathode (Institut für Metallkunde, Technische Universität Bergakademie Freiberg) eingesetzt (z.B. [24][28]). Die im Spot-Modus durch Beugung energiereicher Elektronen am Kristallgitter entstehenden Kikuchi-Interferenzbänder werden auf einem Szintillationsschirm abgebildet. Die Orientierung des betrachteten Kristallbereichs wird automatisch mit einem speziellen Auswerteprogramm CHANNEL 5 von HKL Technology aus den Kikuchi-Pattern ermittelt. Die Winkelauflösung für die Kristallorientierung beträgt etwa  $1\text{-}2^\circ$  und begrenzt damit die Größe der Missorientierungswinkel auf  $\zeta > 2^\circ$ . Wegen des Durchmessers des Wechselwirkungsvolumens von energiereichen Elektronen sind bei einem mapping (sog. EBSD orientation map) der Kristallorientierungen an der Probenoberfläche Schrittweiten zwischen den einzelnen Messstellen wesentlich unter 100nm physikalisch nicht sinnvoll. Andererseits ist die Bestimmung der mittleren Korngröße  $d_{\text{EBSD}}$  und der Verteilung  $\varphi(d_{\text{EBSD}})$  aus einem mapping nur dann zulässig, wenn die Abmessungen der Körner größer als der doppelte Messpunktabstand sind (z.B. [45][203][204]).

#### *b) Versetzungsanordnung*

Zur Abbildung der Versetzungsanordnungen im Rasterelektronenmikroskop wurde der Channelling-Kontrast energiereicher rückgestreuter Elektronen (electron channelling contrast: ECC) eingesetzt. Dabei wird ausgenutzt, dass der Rückstreukoeffizient in einem Korn u.a. auch von der lokalen Defektdichte abhängt. Auf makroskopischer und kristalliner Skala kann aus ECC-Bildern der vorherrschende Typ der Versetzungsanordnungen (z.B. PGB, Matrix, Labyrinth) ermittelt werden (u.a. [173][174][199][205][206][207]). Auf der mesoskopischen Skala sind aus den digitalen ECC-Bildern z.B. geometrische Parameter einzelner versetzungsreicher und -armer Volumenelemente (z.B. Dicke und Abstand von Versetzungswänden oder Bündeln sowie deren Volumenanteile) in den Versetzungsstrukturtypen bestimmbar (u.a. [23][31][208][209]). Wegen des relativ großen Wechselwirkungsvolumens der energiereichen Elektronen können selbst Mittelwerte für geometrische Parameter nur auf etwa 100nm genau angegeben werden.

Von Vorteil bei REM-Untersuchungen erweist sich, dass relativ unkompliziert in einem Korn sowohl dessen kristallographische Orientierung mittels EBSD- als auch die Versetzungsanordnung mittels ECC- Technik analysiert werden kann ([23][199]).

#### *c) Gleitlinien*

Zur Aufklärung von Verformungsprozessen in Ni-Ein- und -Vielkristallen können auch Beobachtungen von Gleitlinien oder Scherbändern an der Probenoberfläche beitragen. Für quantitative Untersuchungen werden Messungen von Gleitstufenhöhen und Oberflächenbedeckung im Atom-Kraft-Mikroskop bevorzugt ([54][205][210][211]). Im Rasterelektronenmikroskop können solche Oberflächenphänomene vorzugsweise mit Sekundärelektronen nachgewiesen werden (u.a. [212][213][214]). Aufnahmen mit Hilfe des Vierquadranten-Halbleiterdetektors für rückgestreute Elektronen gestatten dagegen, simultan

Gleitlinien und Versetzungsstrukturen abzubilden und ermöglichen damit eine Korrelation von Gleitaktivität und Struktur (z.B. [215]).

### 4.2.2 Transmissionselektronenmikroskopie

#### *a) Kornstruktur*

Grundsätzlich besteht die Möglichkeit, detaillierte Informationen über die Größen- und Orientierungsverteilung der Körner in vielkristallinen Ni-Proben durch Beobachtungen im Transmissionselektronenmikroskop zu erlangen. Durch computergestützte Auswertung der Beugungsreflexe im sog. *selected area diffraction* (SAD) Modus oder von Kikuchi-Interferenzbändern in TEM-Mikrobeugungsaufnahmen lässt sich die Orientierung von Kristallbereichen mit lateralen Abmessungen bis zu unter 100 nm vollständig ermitteln, so dass auch quantitative Aussagen über Textur und Missorientierungsverteilung abgeleitet werden können [216]-[218]. Bei den meisten TEM-Arbeiten über die Kornstruktur in submikro- und nanokristallinen kfz Metallen beschränkt man sich auf die Messung der Ausdehnung  $d_{SE}$  von Kristallbereichen, die einen einheitlichen Kontrast oder zumindest eine näherungsweise homogene Defektanordnung aufweisen und sich dadurch von Nachbargebieten unterscheiden, ohne dass man deren Missorientierung misst (u.a. [201]). Für die vorliegende Arbeit wurden Untersuchungen dieser Art an einem TEM PHILIPS CM 200 mit Hell- und Dunkelfeldabbildung und Feinbereichsbeugung an vielkristallinen Ni-Proben im Ausgangszustand und nach zyklischer plastischer Verformung vorgenommen ([24][28][45]). Eine Messung der Größenverteilung  $\varphi(d_{SE})$  solcher Substrukturelemente erfordert eine nachträgliche computergestützte Bildanalyse der TEM-Filmaufnahmen [116].

Mit hochauflösenden TEM-Verfahren gelingt es seit einigen Jahren, auch Abbildungen mit atomarer Auflösung an Grenzflächen und Defekten anzufertigen, wobei ein iterativer Vergleich zwischen den experimentell erhaltenen Bildern und Computersimulationen vorgenommen wird (u.a. [219]-[221]). Das ist z.B. für die Untersuchung spezieller Eigenschaften von Korngrenzen in submikro- und nanokristallinen kfz Metallen sehr wertvoll, jedoch wiederum mit erheblichen experimentellen und rechentechnischen Aufwendungen verbunden, so dass in dieser Arbeit auf den Einsatz solcher Methoden verzichtet wurde.

#### *b) Versetzungsanordnung*

Die Erkundung der durch plastische Verformung in Einkristallen oder in den Körnern vielkristalliner Proben erzeugten vorherrschenden Versetzungsanordnungstypen mittels TEM-Hellfeldabbildung ist seit Jahrzehnten eine Standardmethode (z.B. [30][222]-[229]). Aus konventionellen TEM-Hellfeldbildern sind mesoskopische Versetzungsstrukturparameter für die einzelnen Versetzungsstrukturtypen mit einer Genauigkeit von etwa 10 nm bestimmbar. Dazu wurden die in der vorliegenden Arbeit genutzten, als TEM-Negative vorliegenden Bilder wiederum digitalisiert und mit Hilfe einer Bildauswertungssoftware analysiert, um mittlere mesoskopische Strukturängen zu berechnen ([24][28][45][203]).

Darüber hinaus kann man aus TEM-Untersuchungen Aussagen über die Versetzungstypen und die Versetzungsdichte sowie über die Anordnung von Versetzungen (z. B. Dipolhöhen und -längen) auf einer mikroskopischen Skala gewinnen. Für zyklisch verformte mittelorientierte Nickel-Einkristalle liegen solche Daten in einem Verformungstemperaturbereich von 77 bis 750 K vor, die im Wesentlichen von Tippelt, Bretschneider und Hollmann ausgeführt wurden ([44][84][205][230][232][233]). Wegen der Bedeutsamkeit dieser

Messdaten für die Auswertung von BBP und für den Vergleich mit röntgendiffraktometrisch ermittelten Werten soll hier kurz auf die verwendeten Messmethoden eingegangen werden.

Der Richtungssinn des Burgersvektors, die Versetzungsdichte sowie die geometrischen Dipoleigenschaften wurden aus weak-beam-Aufnahmen an Folien ermittelt, die parallel zur primären Gleitebene mit der Normalen [111] präpariert wurden. Die Abbildung erfolgte dabei mit einem Beugungsvektor  $\mathbf{q} = \mathbf{g} + \mathbf{s}_g$ , wobei  $\mathbf{g} = 2\pi[20\bar{2}]/a$  ein reziproker Gittervektor parallel zum primären Burgersvektor  $\mathbf{b} = a[10\bar{1}]/2$  ist. Hier steht  $\mathbf{s}_g$  für einen Vektor, der den sogenannten Anregungsfehler  $s_g$  beschreibt, d.h.  $\mathbf{g}$  wird nur schwach angeregt. Durch entsprechendes Kippen der Probe in einem Doppelkipphalter wurde gleichzeitig die Braggsche Beugungsbedingung für einen Beugungsvektor  $\mathbf{q}_n = 4\mathbf{g}$  eingestellt (starke Anregung).

Unter den gegebenen Versuchbedingungen bei 200 kV Beschleunigungsspannung ergibt sich ein Anregungsfehler von  $s_g \approx 0,27\text{nm}^{-1}$ . Die Kontrastbreite  $\Delta x$  einer Versetzungslinie ergibt sich damit nach [234] zu  $\approx 0,6$  nm. In der Literatur werden für die quantitative Bildauswertung Werte von  $s_g \geq 0,2\text{nm}^{-1}$  für optimale Auflösung und Kontrast empfohlen [235]. Durch die Verwendung von  $\mathbf{q}_n = 4\mathbf{g}$  für den stark angeregten Reflex wird damit eine höhere Auflösung erreicht als in den bis dahin meist zitierten Arbeiten von Antonopoulos und Winter [236][237], die weak-beam Aufnahmen von Versetzungsdipolen in zyklisch verformtem Cu auswerteten. Unter der Annahme, dass die Dipolebene der Stufenversetzungsdipole und die (111)-Gleitebene einen Winkel von  $45^\circ$  einschließen, wurde die Dipolhöhe aus dem Mittelwert des Abstandes der Versetzungslinien im sogenannten inside und outside Kontrast [235] bestimmt. Die Auflösung für die Dipolhöhe, die an jeweils etwa 100 Dipolen gemessen wurde, beträgt ca. 1nm [44]. Aus den beiden weak-beam-Aufnahmen im inside-outside Kontrast konnte zusätzlich der Typ des Stufenversetzungsdipols (Zwischengitter- oder Leerstellentyp) ermittelt werden.

Die Ermittlung lokaler Versetzungsdichten in versetzungsreichen und versetzungsarmen Gebieten erfolgte nach [238] an Hand der weak-beam-Aufnahmen mit Hilfe der Linienschnittmethode an einem Linien-Gitter. Man zählt die Anzahl  $x$  der Schnittpunkte der Versetzungslinien mit dem Gitter einer Gesamtlinienlänge  $L$ . Die Versetzungsdichte  $\rho$  ergibt sich für Folien einer Dicke  $t_D$  mit  $\rho=2x/(Lt_D)$ . In den weak-beam-Bildern im inside-outside Kontrast konnte sehr genau zwischen Einzelversetzungen und engen Versetzungsdipolen unterschieden werden, die dann entsprechend bei der Schnittpunktbestimmung einfach bzw. doppelt berücksichtigt wurden. Darüber hinaus wurden zur Berechnung der Versetzungsdichte keine Korrekturfaktoren benutzt, die Geometrie- oder Sichtbarkeitsaspekte für nicht-primäre Versetzungen berücksichtigen, wie es für eckorientierte kfz Einkristalle mit mehreren aktiven Gleitsystemen üblich ist [239][240].

Der größte Fehler von etwa 20-50% wird bei der Versetzungsdichtebestimmung durch die nur ungenau messbare Foliendicke verursacht. Die Foliendicke wird aus Hellfeld-Aufnahmen bei Anregung von  $\mathbf{g}$  mit  $\mathbf{s}_g = 0$  (Zweistrahlfall) durch Auszählen der Keilinterferenzen bestimmt. Bei der gegebenen Folienorientierung parallel zur Gleitebene und wegen des hohen Anteils an Versetzungsdipolen kann angenommen werden, dass der Verlust von Versetzungen durch Austreten an die Oberfläche nur gering ist. Insofern können die ermittelten Versetzungsdichten als repräsentativ für die Verhältnisse im Probeninnern betrachtet werden.

*c) Versetzungsbewegung und Versetzungskrümmung*

Grundlegende Beiträge zur Aufklärung des Verformungsverhaltens in kfz Metallen können aus *in situ* TEM-Untersuchungen gewonnen werden. Die Analyse der Versetzungsbewegung unter Last ermöglicht z.B. die Bestimmung des Anteils von Stufen- und Schraubenversetzungen an der plastischen Verformung in den gut zu beobachtenden versetzungsarmen Kanälen persistenter Gleitbänder sowie grundlegende Aussagen über die Homogenität der Versetzungsbewegung in versetzungsarmen und -reichen Gebieten [62]. Für nanokristalline Materialien kann aus solchen *in situ* Experimenten auch auf die unter Diskussion stehenden dominierenden Verformungsmechanismen (Versetzungsgleiten vs. Korngrenzengleiten) geschlossen werden [241].

Die Messung der Krümmung von Versetzungen im belasteten Zustand hat eine große Bedeutung für die Modellierung des Verformungsverhaltens. Die Messung kann entweder direkt *in situ* erfolgen [62] oder an Folien mit Versetzungen, die mit Neutronen unter Last gepinnt wurden. Unter der Wirkung einer Schubspannung  $\tau$  wird ein Versetzungssegment so ausgebeult, dass die Versetzungslinie eine Krümmung mit dem Radius  $r$  zeigt gemäß

$$\tau = \frac{T_{\text{line}}}{br} \quad (4.5)$$

wobei  $T_{\text{line}}$  die Linienspannung der Versetzung ist, die vor allem vom Versetzungstyp und von den elastischen Eigenschaften des Kristalls abhängt [242]. Aus einem räumlich variierenden Krümmungsradius der Versetzung kann deshalb prinzipiell auf räumlich variierende Schubspannungen geschlossen werden. Durch Vergleich der aus der Versetzungskrümmung berechneten lokalen Spannung mit der angelegten äußeren Spannung lassen sich somit weitreichende innere Spannungen und deren räumliche Verteilung ermitteln [63]. Messungen dieser Art dienen wesentlich zur Begründung des sogenannten composite-Modells [74][79][168][243]. Da für die Berechnung der Linienspannung verschiedene theoretische Konzepte verfolgt werden können, gibt es in der Literatur z. T. sehr unterschiedliche quantitative Angaben für  $T_{\text{line}}$  von Schrauben- und Stufenversetzungen (z.B. [244][245]), was zu erheblichen Unsicherheiten und physikalisch wenig plausiblen Ergebnissen bei der Berechnung der lokalen Spannungen führte (z. B. [57]). Unabhängig von den aktuellen Debatten um die quantitative Bestimmung innerer Spannungen aus der Krümmung von Versetzungen zählen diese Untersuchungen jedoch zu den experimentellen Hauptstützen der Plastizierungsmodelle, die die Heterogenität der plastischen Verformung und das Auftreten von weitreichenden inneren Spannungen auf mesoskopischem Maßstab als ein Wesenszug des mechanischen Verhaltens von kfz Metallen betrachten.



## 5 Experimentelle Ergebnisse, deren Analyse und Interpretation

Im Weiteren werden die Ergebnisse der Analyse von Bragg-Beugungsprofilen an Ni-Ein- und -Vielkristallen (EK bzw. VK) dargestellt, die unter Variation spezieller Parameter einsinnig oder wechselsinnig plastisch verformt wurden, was dem Punkt C des unter 3.3.1 erläuterten grundsätzlichen Vorgehens entspricht. Solche Verformungsparameter sind die plastische Dehnung bzw. die Amplitude der plastischen Dehnung bei einsinniger bzw. zyklischer Verformung, die plastische Dehnung nach Entlastung in einem Verformungszyklus sowie die Verformungstemperatur. Für diese Verformungsparameter soll untersucht werden, wie Mikrostruktur- und ggf. Gefügeänderungen sowie das Verformungsverhalten von der kristallographischen Orientierung der Lastachse bei Einkristallen und von Korngröße und Ausgangsdefektstruktur bei Vielkristallen abhängen.

Die Gliederung des Kapitels entspricht der Anwendung der vorgeschlagenen Konzeption zur Analyse von Bragg-Beugungsprofilen auf die Modellsituationen in den drei Probengruppen, die in den Abschnitten 3.3.2.1 bis 3.3.2.3 eingeführt wurden.

### 5.1 Einkristalle

#### 5.1.1 Zugverformung

Die röntgendiffraktometrischen Messungen wurden an Einkristallen nach Entlastung von verschiedenen Punkten der Zugkurve ausgeführt. Die Einkristalle wiesen im Ausgangszustand eine kristallographische Orientierung nahe [001] bzw. nahe [-149] (im Folgenden als 001 bzw. mittellorientiert (MO) bezeichnet) auf. Bei beiden Proben wird nach einer plastischen Dehnung von 20% der Übergang zwischen Verfestigungsbereich II und III erreicht. Die Zugverformung führt zur Herausbildung einer Versetzungs-Zellstruktur [173]. Dabei wächst der Volumenanteil  $f_{DR}$  der versetzungsdichten Zellwände mit der äußeren Spannung (Bild 5.1).

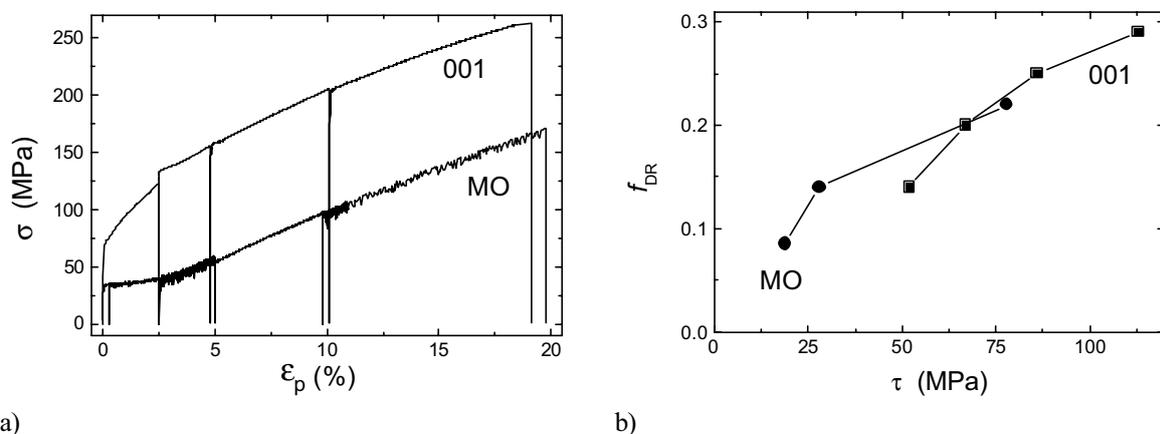


Bild 5.1: Spannung  $\sigma$  über plastischer Dehnung  $\epsilon_p$  für MO- und [001]-orientierte Ni Einkristalle (a) sowie Volumenanteil  $f_{DR}$  von Zellwänden in Abhängigkeit von der Schubspannung  $\tau = \sigma \mu$  (für [001] nach [70]) (b).

An Probenseitenflächen mit Normalen nahe [100] wurden jeweils HRXD-Messungen von vier Reflexen vom Typ 311 ausgeführt. Es zeigt sich, dass die Halbwertsbreite  $B$  sowie der Betrag des Asymmetrieparameters  $\vartheta_a$  eines Reflexes mit der Schubspannung  $\tau$  zunehmen, wogegen der Formparameter  $F$  nahezu konstant bleibt (Bild 5.2). Wie in Bild 5.2 d) gezeigt, hängen  $B$  und  $\vartheta_a$  von der Richtung des Beugungsvektors ab.

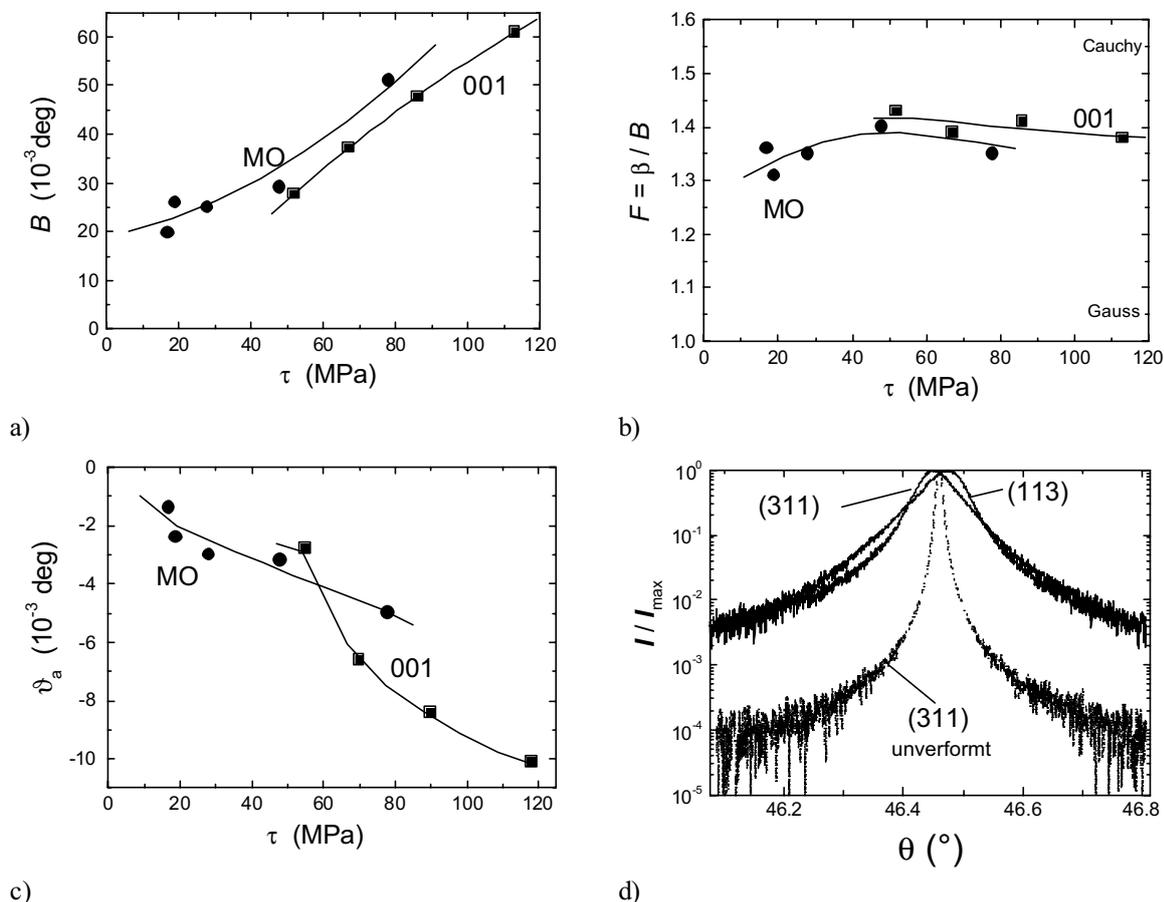


Bild 5.2: Mittelwerte von Halbwertsbreite  $B$ , Formparameter  $F$  und Asymmetrieparameter  $\vartheta_a$  für die in Tabelle 5.2 angegebenen Reflexe vom Typ 311 in Abhängigkeit von  $\tau$  (a-c), hochaufgelöste BBP am [001]-Einkristall nach  $\varepsilon_p = 20\%$  und im Ausgangszustand (d).

Da  $B$ ,  $F$  und  $\vartheta_a$  für beide Einkristallorientierungen in ähnlicher Weise von  $\tau$  abhängen, kann vermutet werden, dass sich, unabhängig von der Probenorientierung, das Verformungsverhalten der für Zugverformung typischen Zellstruktur in Abhängigkeit von der Schubspannung einheitlich beschreiben lässt.

Aus Messungen der Profilasymmetrie von 12 verschiedenen Bragg-Reflexen nach einer plastischen Dehnung von 20% wurden der Tensor  $\vec{\Delta\varepsilon}_{\omega,PR}$  der mittleren mesoskopischen Eigenverzerrung in den versetzungsarmen Zellen und daraus mit Hilfe des Hooke-Gesetzes der zugehörige Eigenspannungstensor ermittelt (Einzelheiten in [173]). Das Bild 5.3 zeigt ein Isolinienbild der Verteilung der Normalspannungen für den MO- und 001-Einkristall in stereographischer Projektion. Die kristallographische [001]-Richtung entspricht für beide Orientierungen einer Hauptachsenrichtung des Spannungstensors. In diese Richtung treten in den PR Druckeigenspannungen auf.

Durch eine Fitroutine gelingt es, den experimentell bestimmten Tensor  $\vec{\Delta\varepsilon}_{\omega,PR}$  durch Überlagerung von Schereigendehnungen  $\varepsilon_{12,j}$  in Gleitsystemen  $j$  anzupassen, die für beide Probenorientierungen aus der mesoskopisch heterogenen plastischen Verformung in jeweils  $n = 4$  Gleitsystemen (s. Tabelle 5.1) resultieren. Der deviatorische Anteil von  $\vec{\Delta\varepsilon}_{\omega,PR}$  kann durch die  $\varepsilon_{12,j}$ -Werte dieser 4 Gleitsysteme mit einem relativen Fehler von  $<1\%$  angenähert werden.

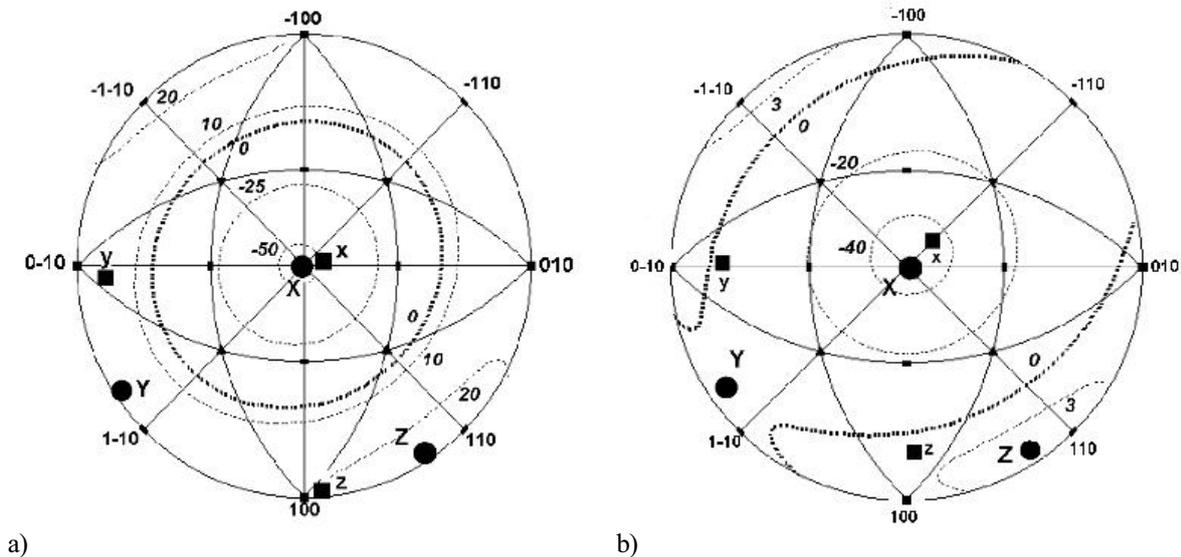


Bild 5.3: Mittlere Normalspannungsverteilungen für die PR der Versetzungszellstruktur in Ni-Einkristallen nach  $\varepsilon_p=20\%$ , dargestellt in der inversen Polfigur: [001]-Orientierung (a), MO-Orientierung (b). ■...x-y-z-Probenkoordinatensystem, ●...X-Y-Z-Hauptachsensystem des Spannungstensors.

Aus der Analyse asymmetrischer BBP mit der Spiegelungs-Methode erhielten Monnet et al. [246] sowohl hinsichtlich der [001]-Hauptachsenrichtung des mesoskopischen Spannungstensors, des Vorzeichens und der Größenordnung der Eigenspannungen für PR bzw. DR als auch hinsichtlich der Aussage über 4 aktivierte Gleitsysteme mit hohem Schmid-Faktor zur Simulation des Spannungstensors ganz ähnliche Ergebnisse für einen mit  $\varepsilon_p=12\%$  zugverformten [112]-orientierten Cu-Einkristall.

Tabelle 5.1: Gleitsysteme mit mesoskopisch heterogener plastischer Verformung, mit deren Schereigendehnungen  $\varepsilon_{12,j}$  der mittlere Eigenverzerrungstensor  $\vec{\Delta\varepsilon}_{\omega,PR}$  nach Zugverformung mit  $\varepsilon_p=20\%$  am besten angefitet werden kann (**b**... Burgersvektor, **n<sub>a</sub>**...Gleitebene,  $\mu$ ... Schmidfaktor, Wichtungsfaktor  $\varepsilon_{12,j} / \varepsilon_{12,j}^{\max}$  bezogen auf die maximale Schereigendehnung)

001				MO			
<b>B</b>	<b>n<sub>a</sub></b>	$\mu$	$\varepsilon_{12,j} / \varepsilon_{12,j}^{\max}$	<b>b</b>	<b>n<sub>a</sub></b>	$\mu$	$\varepsilon_{12,j} / \varepsilon_{12,j}^{\max}$
[-101]	(111)	0.45	0,82	[-101]	(111)	0.46	0.98
[0-11]	(-111)	0.41	0,85	[0-11]	(-111)	0.41	1
[011]	(1-11)	0.38	0.82	[101]	(-1-11)	0.27	0.8
[101]	(-1-11)	0.35	1	[011]	(1-11)	0.23	0.64

Für die Auswertung der BBP wird nun im Folgenden angenommen, dass in allen untersuchten Verformungsstadien in diesen vier Gleitsystemen Versetzungen erzeugt werden und

die mesoskopisch heterogene plastische Verformung jeweils mit gleicher Wichtung erfolgt. Damit können die für die Eigenspannungs- und Versetzungsdichteberechnung erforderlichen Parameter  $K_\gamma(n)$ ,  $C_s(n)$  und  $C_c(n)$  mit Hilfe von Gleichungen (3.81) und (3.45) für die untersuchten  $[hkl]$ -Bragg-Reflexe (s. Tabelle 5.2) ermittelt werden. Damit lassen sich aus dem Asymmetrieparameter  $\vartheta_a$ , dem Orientierungsfaktor  $K_\gamma$  und dem Volumenanteil  $f_{DR}$  nach (3.84) und (3.85) die mittleren mesoskopischen Schubeigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega,PR}^E$  und  $\Delta\tau_{\omega,DR}^E$  in Zellen und Zellwänden berechnen. Mittelwerte aus allen vier  $[hkl]$ -Bragg-Reflexen zeigt Bild 5.4 in Abhängigkeit von der äußeren Schubspannung  $\tau$ .

Tabelle 5.2: Parameter  $C_s$ ,  $C_c$  (elastisch isotrop) und  $K_\gamma$ , der untersuchten  $[hkl]$ -Bragg-Reflexe für die in Tabelle 5.1 angegebenen  $n = 4$  Gleitsysteme

001				MO			
$[hkl]$ -Reflex	$K_\gamma(n)$	$\bar{C}_s(n)$	$\bar{C}_c(n)$	$[hkl]$ -Reflex	$K_\gamma(n)$	$\bar{C}_s(n)$	$\bar{C}_c(n)$
31-1	-0,62	0,12	0,18	31-1	-0,57	0,12	0,18
311	-0,64	0,12	0,18	311	-0,65	0,12	0,18
3-11	-0,59	0,12	0,13	3-11	-0,63	0,12	0,13
3-1-1	-0,60	0,12	0,13	3-1-1	-0,52	0,12	0,13

In Übereinstimmung mit den Ergebnissen an zugverformten  $[001]$ -orientierten Cu-Einkristallen [70] treten nach Entlastung negative Schubeigenspannungen innerhalb der PR (Zellen C) und positive Eigenspannungen in den DR (Zellwände W) auf, was auf eine größere plastische Verformung in den Zellen im Vergleich mit den Zellwänden hinweist. Unabhängig von der Kristallorientierung erhält man im untersuchten Verformungsbereich für Ni  $\Delta\tau_{\omega,PR}^E = -0,3\tau$  sowie  $\Delta\tau_{\omega,DR}^E = 0,17\tau + \tau_0$  mit  $\tau_0 = 68\text{MPa}$ . Setzt man voraus, dass sich im belasteten Zustand die ermittelten mesoskopisch weitreichenden Eigenspannungen additiv mit der äußeren Spannung zur mesoskopisch „lokalen“ Fließspannung  $\tau_{loc}$  überlagern, so ergibt sich für die lokale Spannung im Zellinneren  $\tau_C$  eine einfache Proportionalität zur äußeren Spannung mit  $\tau_C = m_C \tau$  mit dem Proportionalitätsfaktor  $m_C = 0,7 \pm 0,05$ . Für die Zellwände erhält man eine lineare Abhängigkeit  $\tau_W = m_W \tau + \tau_0$  zwischen lokaler und äußerer Spannung mit  $m_W = 1,17 \pm 0,15$  und  $\tau_0 = (68 \pm 10)\text{MPa}$ .

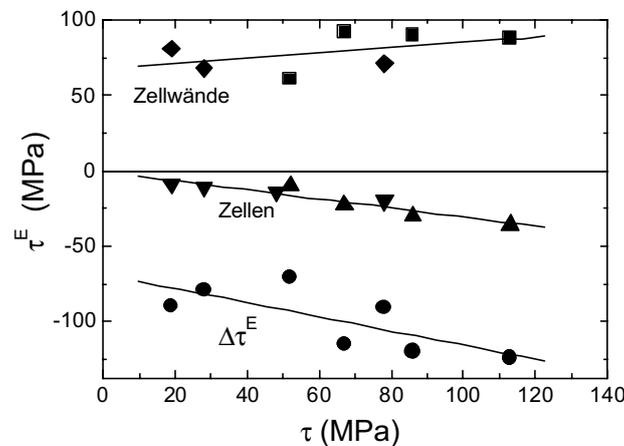


Bild 5.4: Mittlere mesoskopische Schubeigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega,PR}^E$  und  $\Delta\tau_{\omega,DR}^E$  in Zellen und Zellwänden sowie Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = \Delta\tau_{\omega,PR}^E - \Delta\tau_{\omega,DR}^E$  (●) in Abhängigkeit von der äußeren Schubspannung  $\tau$ . (◆, ▼ ...MO, ■, ▲ ...001).

Gemäß der Auswertestrategie (Glg. (3.73) - (3.76)) wurden aus den Fourierkoeffizienten der hochaufgelöst gemessenen BBP unter Nutzung der bekannten Volumenanteile von DR und PR die mittleren Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$  und  $\rho_{DR}$  berechnet. Dabei wurde als Kontrastfaktor jeweils der Mittelwert  $\bar{C} = (\bar{C}_s + \bar{C}_e)/2$  nach Tabelle 5.2 benutzt. In Bild 5.5 wird an einem repräsentativen Beispiel gezeigt, wie sich die Funktionen  $\Omega$  und  $\Lambda$  an die Fourierkoeffizienten in entsprechenden Darstellungen anfitzen lassen.

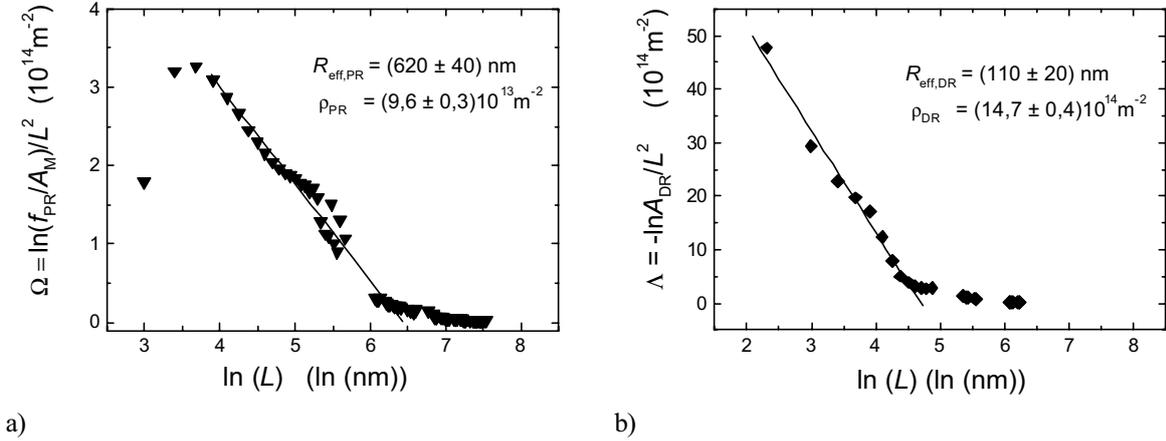


Bild 5.5: Fitfunktionen  $\Omega$  (a) und  $\Lambda$  (b) an die entsprechenden Plots der Fourierkoeffizienten am Beispiel des Reflexes 31-1, der an einem MO-EK nach plastischer Verformung von  $\varepsilon_p=20\%$  gemessen wurde. Die angegebenen Fehler für die mittlere Versetzungsdichte  $\rho$  und den Parameter  $R_{\text{eff}}$  beziehen sich auf den Fehler für den Fit der Fourierkoeffizienten in den Darstellungen a) und b) mit linearen Funktionen.

Die Kenntnis der mesoskopisch „lokalen“ Versetzungsdichten gestattet es zu prüfen, ob für die untersuchten Versetzungszellstrukturen ein einheitlicher Zusammenhang zwischen lokaler Fließspannung  $\tau_{\text{loc}}$  und Versetzungsdichte  $\rho_{\text{loc}}$  vom Taylor-Typ ([15], s. Gleichung (2.1)) vorliegt, der üblicherweise durch

$$\tau = \alpha' G b \sqrt{\rho} \quad (5.1)$$

erfasst wird, wobei  $\alpha'$  eine Konstante ist.

Das Bild 5.6 zeigt  $(\rho_{\text{loc}})^{1/2}$  über der lokalen Fließspannung, wobei die Versetzungsdichten jeweils Mittelwerte aus den untersuchten  $[hkl]$ -Reflexen sind. Zusätzlich sind auch die nach der Mischungsregel  $\rho_{\text{tot}} = f_{\text{DR}}\rho_{\text{DR}} + f_{\text{PR}}\rho_{\text{PR}}$  berechneten totalen Versetzungsdichten  $\rho_{\text{tot}}$  in Abhängigkeit von der äußeren Spannung eingetragen. Wie die Abbildung zeigt, lassen sich für die 001- und MO-Zellstrukturen nach Zugverformung unter Berücksichtigung der Mess- und Auswertefehler alle gefundenen Werte näherungsweise mit einer Beziehung vom Typ der Gleichung (5.1) beschreiben, wobei die für den MO-Einkristall berechneten Zellwand-Versetzungsdichten tendenziell größer als die für den 001-Einkristall sind. Man erhält für die Konstante  $\alpha_{\text{Zell}} = 0,20 \pm 0,02$ . Dieser Wert ist kleiner als der für homogene Versetzungsanordnungen berechnete Wert  $\alpha' = 0,3$  [247]. Berücksichtigt man jedoch, wie in [79] vorgeschlagen, dass wegen der heterogenen Versetzungsverteilung  $\alpha'$  zu ersetzen ist durch

$$\alpha_{\text{Zell}} = 2\alpha' \sqrt{f_{\text{DR}} f_{\text{PR}}}, \quad (5.2)$$

so sollte  $\alpha_{\text{Zell}}$  im betrachteten Verformungsbereich für MO- und 001-orientierte Ni-Einkristalle Werte zwischen 0,17 und 0,26 annehmen, was mit dem erhaltenen Ergebnis in guter Näherung übereinstimmt.

Bemerkenswert ist, dass in einem doppeltlogarithmischen Plot der Zusammenhang zwischen den Versetzungsdichte- und Schubspannungswerten nicht durch  $\tau \propto \rho^{0,5}$ , sondern besser durch eine Abhängigkeit der Form  $\tau \propto \rho^{0,68}$  angepasst werden kann. Das ist ein ähnliches Verhalten wie das in [70] für [001]-orientierte Cu-Einkristalle mit  $\tau_{\text{DR}} \propto \rho_{\text{DR}}^{0,96}$  gefundene. Es bedeutet, dass die Schubspannung sowohl durch eine Zunahme wechselwirkender primärer Versetzungen ( $\tau \propto \rho^{0,5}$ ) als auch durch die Bewegung der vorhandenen Versetzungspopulation bestimmt werden könnte, die durch temporäre Hindernisse blockiert wird ( $\tau \propto \rho^2$ ) [248]. Ein Zusammenhang zwischen Fließspannung und Versetzungsdichte der Form  $\tau \propto \rho^{0,43}$ , wie er bei einem durch die Zunahme einer sekundären Waldversetzungsdichte determinierten Verfestigungsverhalten zu erwarten wäre, wird dagegen nicht beobachtet, obwohl Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitebenen existieren. Dies könnte auf das Wirken eines Mechanismus der lokalen Einfach-Gleitung hinweisen [249].

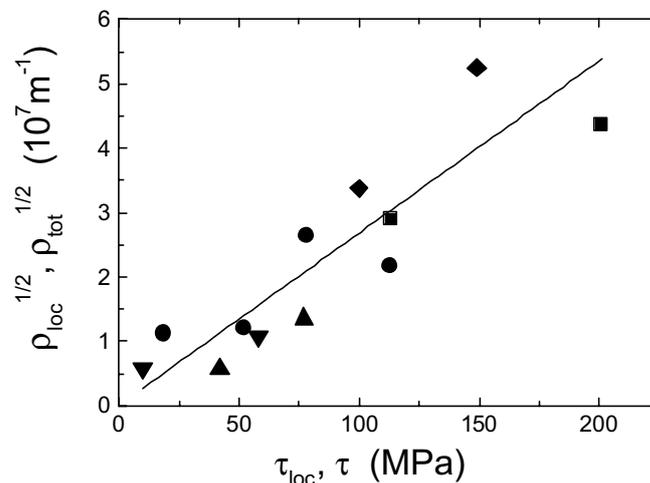


Bild 5.6: „Inverser“ Taylor-Plot für die totale und mesoskopisch lokale Versetzungsdichte in Abhängigkeit von der Schubspannung bzw. lokalen Schubspannung (▼ ...MO-PR, ◆...MO-DR, ▲...001-PR, ■...001-DR, ●...totale Versetzungsdichte).

Hingewiesen werden soll hier auch auf das Ergebnis, dass die Fitgerade in Bild 5.6 durch den Koordinatenursprung verläuft. Das bedeutet, dass nach Zugverformung von EK in den untersuchten Verfestigungsbereichen II und III weder eine nennenswerte Reibungsspannung (s. Gleichung (2.1)), noch eine „spannungsunwirksame“ Versetzungsdichte  $\rho_0$  wie nach zyklischer Verformung (s. z.B. Bild 5.11 und Bild 5.16) auftritt. Dieses Resultat wird später im Zusammenhang mit den Ergebnissen für die zyklische Verformung diskutiert.

Die Analyse der BBP nach Zugverformung kann als ein Test für die in Abschnitt 3.3.2.1 entwickelte Auswerterroutine betrachtet werden, da in der Literatur eine Vielzahl von Vergleichsuntersuchungen an zugverformten kfz Metalleinkristallen vorliegen. Insgesamt kann eingeschätzt werden, dass das im Rahmen eines 2-Komponenten-Modells vorgeschlagene Vorgehen zur Ermittlung der Versetzungsdichten in PR und DR auf die gemessenen BBP anwendbar ist und zu physikalisch sinnvollen Ergebnissen führt. Bedenkt man, dass in der Regel die röntgenographisch bestimmten Versetzungsdichten etwa um

einen Faktor 1,5 bis 2 größer als die aus TEM- Untersuchungen [240] (und diese wiederum größer als die aus Ätzversuchen) sind, so fügen sich die erhaltenen Messdaten sehr gut in den Plot  $\log(b\sqrt{\rho})$ - $\log(\tau/G)$  für die einsinnige Verformung von kfz Einkristallen nach Kocks/Mecking [16] ein.

Die Auswertung der Fourierkoeffizienten der BBP nach Glg. (3.73) - (3.76) liefert außer den mesoskopischen Versetzungsdichten noch quantitative Aussagen über die effektiven äußeren Abschneideradien für das Verzerrungsfeld der Versetzungsanordnungen. Bild 5.7 zeigt  $R_{\text{eff}}$  für Zellwände und Zellen in Abhängigkeit von der äußeren Schubspannung. Es ist bemerkenswert, dass  $R_{\text{eff,DR}}$  annähernd der Dicke der Zellwände entspricht und  $R_{\text{eff,PR}}$  etwa dem mittleren Zelldurchmesser, der mit wachsendem  $\tau$  deutlich abnimmt [248]. Den Betrag des mittleren Zelldurchmessers kann man prinzipiell aus elektronenmikroskopischen Untersuchungen gewinnen, bei denen eine Art fraktaler Versetzungsmusterbildung in Zellstrukturen [250] gefunden wurde. Indes sollte eine dem mittleren Versetzungsabstand  $\rho^{-1/2}$  entsprechende untere Zellgröße existieren, die der mittleren Zellgröße proportional ist [251]. Die erhaltene Übereinstimmung zwischen den mesoskopischen Abschneideradien  $R_{\text{eff,PR}}$  bzw.  $R_{\text{eff,DR}}$  und den Zelldurchmessern bzw. Zellwanddicken bestätigt die Annahme **B** i. in 3.3.2.1, dass PR und DR jeweils als Bereiche aufgefasst werden können, die voneinander durch mesoskopische Eigenverzerrungsfelder separiert werden.

Eine unmittelbare quantitative Korrelation der röntgenographisch ermittelten Größen  $R_{\text{eff,PR}}$  und  $R_{\text{eff,DR}}$  mit mesoskopischen Strukturlängen  $d_{\text{loc}}$  in der Zellstruktur, die üblicherweise mit den lokalen Spannungen über Beziehungen der Form  $d_{\text{loc}} \propto b(G/\tau_{\text{loc}})^m$  verknüpft werden, scheint wegen der experimentell bedingten starken Streuung der Messwerte nicht sinnvoll [252].

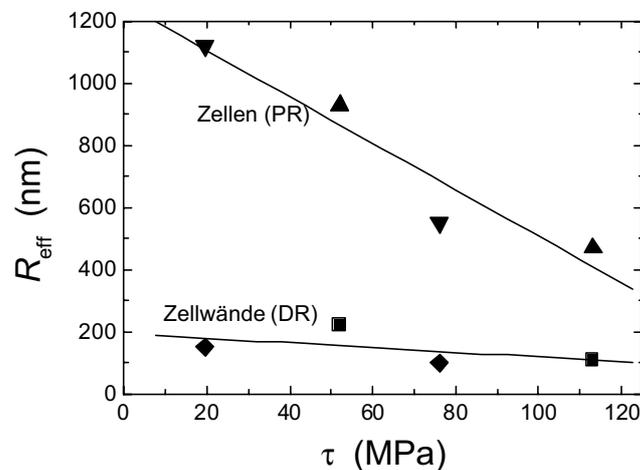


Bild 5.7: Parameter  $R_{\text{eff,PR}}$  und  $R_{\text{eff,DR}}$  für die Versetzungszellstruktur bei Zugverformung in Abhängigkeit von der äußeren Schubspannung  $\tau$  ( $\nabla$  ...MO-PR,  $\blacklozenge$  ...MO-DR,  $\blacktriangle$  ...001-PR,  $\blacksquare$  ...001-DR).

Im Unterschied zu den Ergebnissen an Cu-EK in [70] ist bei den hier an Ni-EK gewonnenen Daten das als  $M$ -Parameter bezeichnete Produkt

$$M_{\text{loc}} = R_{\text{eff,loc}} \sqrt{\rho_{\text{loc}}} \quad (5.3)$$

weitgehend unabhängig von  $\tau$  und beträgt für die Zellen im Mittel  $M_{\text{PR}} = 6 \pm 0,5$  und für die Zellwände  $M_{\text{DR}} = 5,4 \pm 0,8$ . Diese Werte sind damit deutlich höher als die für [001]-orientierte

Cu-Einkristalle ermittelten  $M$ -Parameter, die nach Ungár et al. [70] mit  $\tau$  zunehmen ( $M_{DR} \approx 1$ ,  $1 < M_{PR} < 3$  im untersuchten Verfestigungsbereich II/III). Im Sinn der von Wilkens [139] entwickelten Theorie der Analyse von BBP stehen hohe Werte des  $M$ -Parameters für einen ausgeprägten weitreichenden Charakter des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung. Beim Vergleich der Ergebnisse ist allerdings zu berücksichtigen, dass die Ermittlung von  $M$  empfindlich von der Analysemethode der BBP abhängt, da  $M$  im Wesentlichen von den Profilausläufern bestimmt wird. Die in [70] verwendete, von numerischen Details stark abhängige Spiegelungs-Methode könnte für die beschriebenen Differenzen verantwortlich sein.

## 5.1.2 Zug-Druck-Wechselverformung

### 5.1.2.1 Zum Einfluss der Verformungstemperatur auf röntgenographisch ermittelbare Mikrostrukturparameter

#### a) Der PGB-Matrix-Verbund

Ni-Einkristalle, die auf Einfachgleitung bzw. mittelorientiert sind (im Folgenden kurz: MO-EK), zeigen für einen weiten Bereich von Verformungstemperaturen bei symmetrischer Zug-Druck-Wechselverformung mit konstanter Amplitude der plastischen Dehnung eine in drei Bereiche A, B und C einteilbare ZSD-Kurve. Dabei wird in Bild 5.8 in halblogarithmischer Darstellung die im Stadium der Stabilisierung der mechanischen Eigenschaften erreichte Schubspannungsamplitude  $\tau_{as} = \sigma_{as} \mu$  über der Abgleitamplitude  $\gamma_{pa} = \epsilon_{pa} / \mu$  aufgetragen. Bild 5.8 zeigt die ZSD-Kurven für 77, 293, 600 und 750 K, die neben eigenen auch Messdaten von Bretschneider et al. [31] und Hollmann et al. [205] enthält.

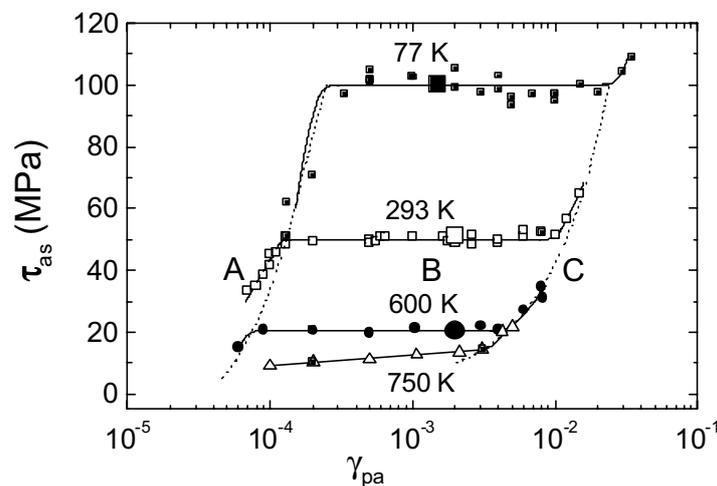


Bild 5.8: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven für MO-EK bei verschiedenen Verformungstemperaturen. Die bei  $T = 77, 293$  und  $600\text{K}$  etwas größer gezeichneten Symbole kennzeichnen ausgewählte Probenzustände mit einem Verbund von PGB- und Matrix-Versetzungsstruktur (s. 5.1.2.1 b). Messwerte u.a. aus [205]

Die Versetzungsstruktur im Plateaubereich B bei Temperaturen zwischen 77 und 600 K wird gekennzeichnet durch einen Verbund von Persistenten Gleitbändern (PGB) und der Matrix-Struktur, der wegen der unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften von PGB und Matrix oft auch als 2-Phasen-Struktur bezeichnet wird [52]. Das Ziel der folgenden Untersuchungen besteht im Wesentlichen darin, aus der Analyse von BBP zunächst Informationen

zu erhalten über Mikrostruktur und Verformungsverhalten dieses Verbundes bei konstanter Abgleitamplitude von etwa  $2 \times 10^{-3}$  aus dem markanten Plateaubereich B der ZSD, bevor im nächsten Teilabschnitt *b*) die „reinen“ Matrix- und PGB-Strukturen untersucht werden, wie sie nach dem Winter-Modell [253] am Ende der ZSD-Bereiche A bzw. B vorliegen. Da für  $T = \text{konst.}$  diese Strukturen im ZSD-Bereich B unter gleichen äußeren Spannungen operieren, lassen sich Aussagen über die Spannungsabhängigkeit von Mikrostruktur und Verformungsverhalten vor allem durch Variation der Verformungstemperatur erhalten, die in charakteristischer Weise mit der Plateauspannung  $\tau_p$  zusammenhängt [210].

### → Temperaturabhängigkeit phänomenologischer Profilparameter

Für die in Bild 5.8 angegebenen Temperaturen zeigt Bild 5.9 a-c das Verhalten der Profilparameter  $B$ ,  $F$  und  $\vartheta_a$  von Reflexen vom Typ 311 in Abhängigkeit von der Abgleitamplitude.

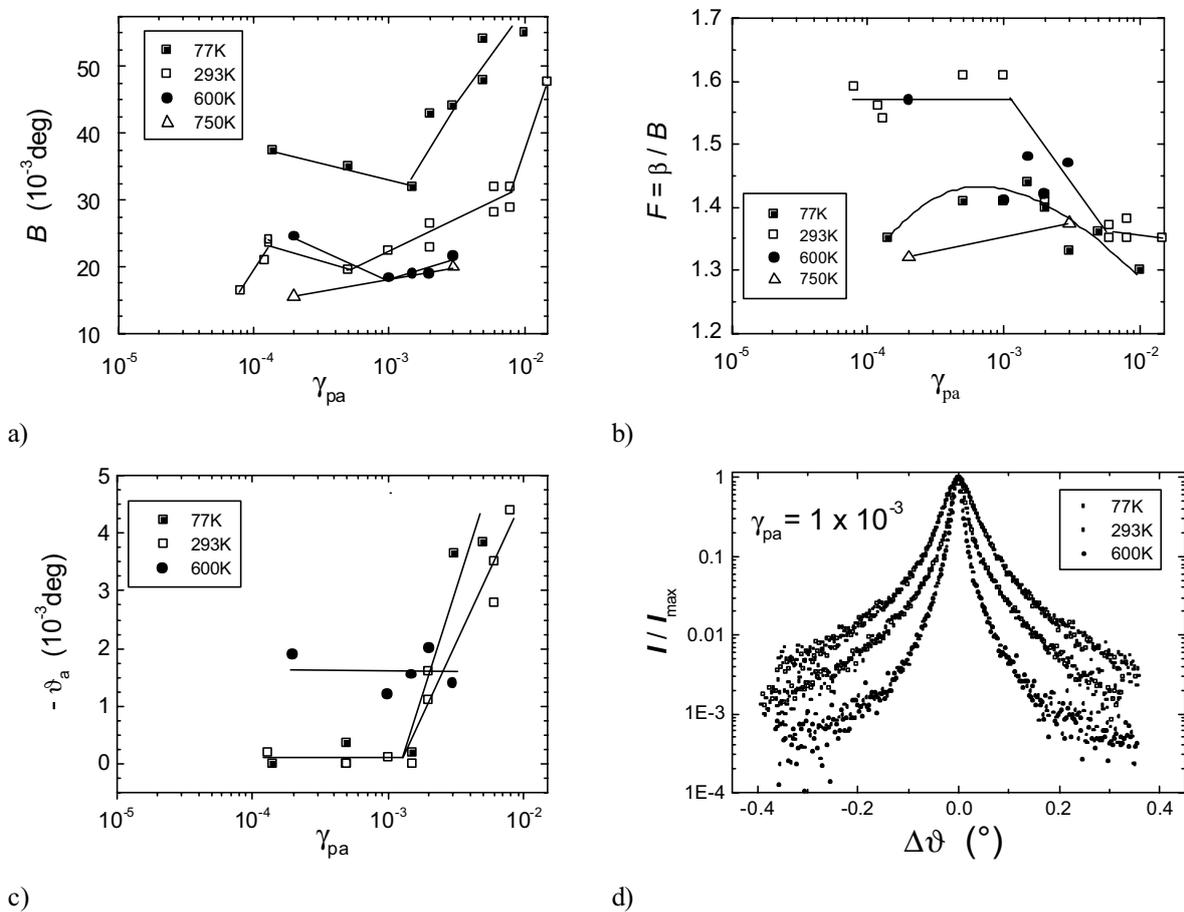


Bild 5.9: Mittlere Profilparameter  $B$  (a),  $F$  (b) und  $\vartheta_a$  (c) in Abhängigkeit von der Abgleitamplitude  $\gamma_{pa}$  sowie BBP bei  $\gamma_{pa} = 1 \times 10^{-3}$  (d) von Reflexen vom Typ 311 für MO-EK bei verschiedenen Verformungstemperaturen.

Bei der Halbwertsbreite  $B$  tritt ein relatives Minimum im ZSD-Bereich B bei Abgleitamplituden auf, die etwa dem Übergang zwischen den sog. Plateaubereichen  $B_I$  und  $B_{II}$  entsprechen [254], ab dem die in  $B_I$  vorherrschende Einfachgleitung zunehmend durch sekundäres Gleiten begleitet werden soll. In den ZSD-Bereichen A und C nimmt  $B$  stark mit  $\gamma_{pa}$  zu. Der Formparameter  $F$  hat insbesondere dann hohe Werte, wenn der Volumenanteil

der Matrix-Struktur mit  $f_{DR} \approx 0,5$  groß ist. Für die ausgedehnte Wandstruktur bei 77K und die 2-Phasen-Struktur bei 750K mit generell kleinem  $f_{DR}$  hängt  $F$  nur schwach von  $\gamma_{pa}$  ab. Für  $T = 77K$  und  $293K$  ist der Betrag des Asymmetrieparameters  $\vartheta_a$  bis zum Ende des ZSD-Bereichs  $B_I$  nahezu null und steigt dann deutlich an, während für  $T = 600K$  eine geringe, von  $\gamma_{pa}$  nahezu unabhängige Profilsymmetrie gemessen wurde. Die in Bild 5.9 c) eingezeichneten  $-\vartheta_a$ -Werte sind Mittelwerte für 2 bis 4 Reflexe vom Typ 311, die nach Entlastung der Proben von maximalem Zug an Probenseitenflächen gemessen wurden und denen ähnliche  $K_\gamma(n=1)$ -Orientierungsfaktoren mit  $K_\gamma < 0$  zugeordnet werden können.

Für eine konstante Abgleitampplitude verdeutlicht Bild 5.9 d) an drei typischen Beispielen den Einfluss der Verformungstemperatur auf die Form der BBP: mit abnehmender Temperatur  $T$ , d.h. mit zunehmender Plateauspannung  $\tau_p$ , nimmt die Halbwertsbreite  $B$  der Profile zu und die Profilausläufer werden angehoben.

### → Temperaturabhängigkeit von mesoskopischen Versetzungsdichten und Abschneideradien

Unterzieht man BBP, die an MO-EK nach zyklischer Verformung mit einer Abgleitampplitude  $\gamma_{pa} \approx 2 \times 10^{-3}$  gemessen wurden, der in Abschnitt 3.3.2.1 entwickelten Auswerterroutine für ein 2-Komponentensystem aus PR und DR, so müssen Annahmen über den mittleren Volumenanteil der PR und DR getroffen werden. Die Amplitude entspricht bei Raumtemperatur etwa dem Übergang zwischen den ZSD-Bereichen  $B_I$  und  $B_{II}$  (s. vergrößerte ZSD-Messpunkte in Bild 5.8). Zur Berechnung mittlerer mesoskopischer Versetzungsdichten und äußerer Abschneideradien für die bei der gewählten Amplitude vorliegende 2-Phasen-Struktur wurde der Volumenanteil  $f_{DR}$  abgeschätzt über  $f_{DR} = f_{PGB} f_{DR,PGB} + (1 - f_{PGB}) f_{DR,Matrix}$  wobei  $f_{PGB}$  der Volumenanteil der PGB ist, d.h. der Volumenbereiche mit hoher Abgleitampplitude. Diesen kann man bei gegebener Temperatur  $T$  mit dem Winter-Modell [253] abschätzen, bei dem eine lineare Zunahme von  $f_{PGB}=0$  auf 100% mit  $\gamma_{pa}$  zwischen der Abgleitampplitude  $\gamma_{pa}^*(T)$  am unteren Plateauende und  $\gamma_{pa}^{**}(T)$  am oberen Plateauende angenommen wird. Die Plateaugrenzen  $\gamma_{pa}^*(T)$  und  $\gamma_{pa}^{**}(T)$  sowie die Volumenanteile  $f_{DR,PGB}(T)$  und  $f_{DR,Matrix}(T)$  für die DR in PGB und Matrix sind für alle Verformungstemperaturen bekannt ([44][231][232]). Die Tabelle 5.3 gibt eine Übersicht über die verwendeten Daten. Die o.a. Mischungsregel für die Berechnung der Volumenanteile von PR und DR setzt voraus, dass im röntgenographisch untersuchten Volumen auch ein der Winter-Regel entsprechendes Verhältnis von PGB- und Matrix-Volumenbereichen auftritt [174].

Tabelle 5.3: Übersicht über Verformungsparameter und Volumenanteile von PGB und DR für MO-Einkristalle bei den betrachteten Verformungstemperaturen

$T$ (K)	$\gamma_{pa}$ ( $10^{-3}$ )	$\tau_{as}$ (MPa)	$G$ (GPa)	$f_{PGB}$ (%)	$f_{DR,PGB}$	$f_{DR,Matrix}$	$f_{DR}$
77	1,5	100,5	81	6,5	0,22	0,22	0,22
293	2	51	75	19	0,11	0,5	0,43
600	2	20,6	63	39	0,045	0,5	0,32

In Bild 5.10 sind die aus den Fourierkoeffizienten der BBP nach Glg. (3.73) - (3.76) unter Nutzung der o.a. angegebenen Werte  $f_{DR}$  berechneten mesoskopisch lokalen und mittleren Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$  und  $\rho$  sowie die entsprechenden äußeren Abschneideradien  $R_{eff,PR}$  und  $R_{eff,DR}$  in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die Daten sind Mittelwerte aus der Analyse von jeweils 2 Reflexen vom Typ 311.

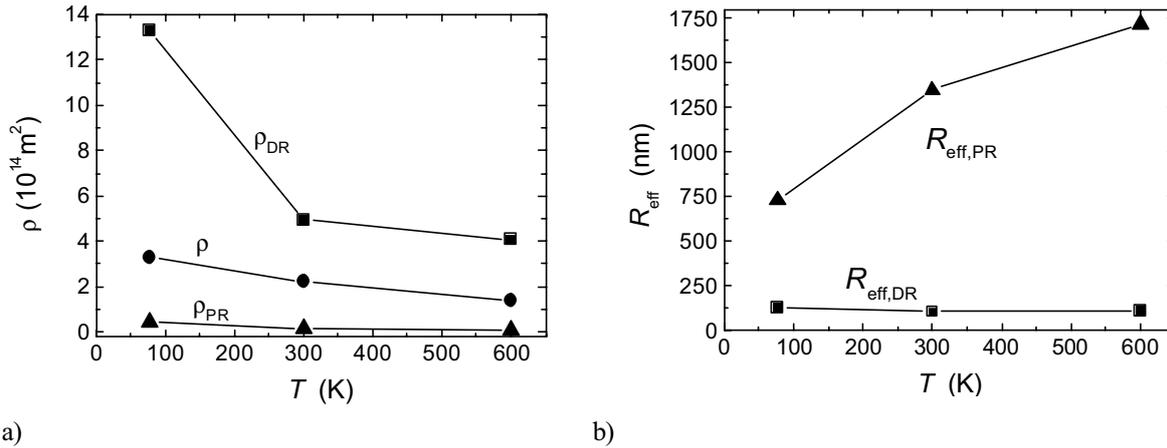


Bild 5.10: Mesoskopisch lokale und mittlere Versetzungsdichten (a) sowie äußere Abschneideradien (b) einer 2-Phasenstruktur ( $\gamma_{\text{pa}} \approx 2 \times 10^{-3}$ ) in MO-Einkristallen in Abhängigkeit von der Temperatur.

Für die Berechnung der Versetzungsdichte wurde für alle Reflexe ein mittlerer Kontrastfaktor  $\bar{C} = 0,157$  benutzt. Dieser Wert ergibt sich für 311-Reflexe in elastisch isotroper Betrachtung als Mittelwert, wenn man annimmt, dass Stufen- und Schraubenversetzungen auf allen Gleitsystemen jeweils gleich häufig auftreten (Tabelle 3.3). Dieses einfache Vorgehen resultiert aus der experimentellen Beobachtung, dass Halbwerts- und Integralbreite der in diesem Amplitudenbereich untersuchten BBP nicht oder nur sehr wenig von der  $\langle 311 \rangle$ -Messrichtung abhängen. Dies bedeutet, dass nicht nur Versetzungen auf dem primären Gleitsystem vorliegen können.

Die Abnahme der Versetzungsdichten mit wachsender Temperatur ist nicht unerwartet, da die zugehörigen Plateauspannungen abnehmen. Die Zunahme des Parameters  $R_{\text{eff,PR}}$  mit  $T$  entspricht wieder dem Verhalten mesoskopischer Strukturlängen der PR. Für 77 und 293K stimmt  $R_{\text{eff,PR}}$  auch quantitativ mit dem mittleren Abstand zwischen versetzungsdichten Gebieten überein, für 600K ist diese mesoskopische Strukturlänge etwa doppelt so groß [44][231]. Der Parameter  $R_{\text{eff,DR}}$  ändert sich nur geringfügig mit  $T$ . Der Mittelwert von  $R_{\text{eff,DR}} = (115 \pm 15) \text{ nm}$  stimmt exakt mit der für alle Verformungstemperaturen gleichen Wanddicke in PGB-Strukturen überein ([44][231]).

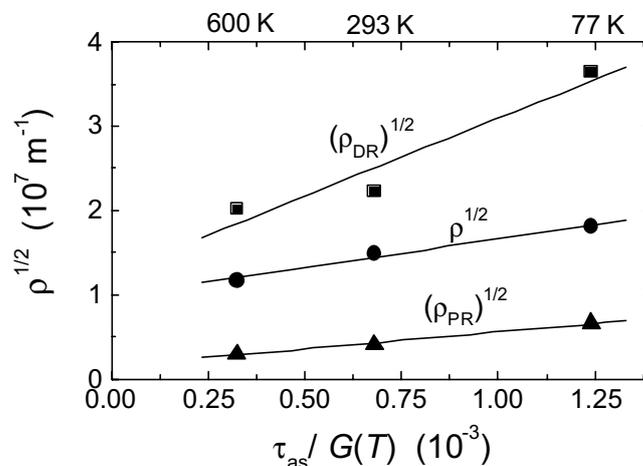


Bild 5.11: Abhängigkeit der Wurzel aus der Versetzungsdichte  $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$  und  $\rho$  von der auf  $G(T)$  normierten Schubspannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}$  für zyklisch verformte MO-Einkristalle mit einer 2-Phasenstruktur ( $\gamma_{\text{pa}} \approx 2 \times 10^{-3}$ ). Die entsprechenden Verformungstemperaturen sind zusätzlich angegeben.

Da die BBP bei der betrachteten Verformungsamplitude keine oder eine nur geringe Asymmetrie aufweisen, kann vermutet werden, dass keine mesoskopischen Eigenspannungen auftreten und die lokalen Spannungen bei Belastung der äußeren Spannung entsprechen. Bild 5.11 stellt deshalb in einem Taylor-Plot den Zusammenhang zwischen der Wurzel aus der Versetzungsdichte und der auf den temperaturabhängigen Schubmodul bezogenen Schubspannungsamplitude  $\tau_{as}$  dar.

Es zeigt sich, dass alle drei Messwertkurven in Bild 5.11 durch lineare Beziehungen der Form

$$\sqrt{\rho_{(loc)}} = \frac{1}{\alpha_{(loc)} b} \frac{\tau_{as}}{G(T)} + \sqrt{\rho_{0(loc)}} \quad (5.4)$$

beschrieben werden können. Man erhält - im Unterschied zur einsinnigen Verformung - für PR, DR und die totale Versetzungsdichte verschiedene Anstiege der Funktionen mit  $\alpha_{PR} \approx 1$ ,  $\alpha_{DR} \approx 0,22$  und  $\alpha_{tot} \approx 0,6$ . Fasst man  $1/\sqrt{\rho_0} = l_0$  als einen minimalen Abstand zwischen Versetzungen auf, die ohne Einfluss auf die äußere Schubspannungsamplitude bei zyklischer Verformung in die Versetzungsstruktur eingebaut werden können, so ergibt sich für die „mittleren“ PR der 2-Phasenstruktur  $l_{0,PR} \approx 650\text{nm}$  und für die DR  $l_{0,DR} \approx 80\text{nm}$ . Man beachte, dass der temperaturunabhängige Term  $\sqrt{\rho_0}$  wegen des positiven Vorzeichens nicht mit einer Reibungsspannung  $\tau_0$  korreliert werden kann, die z.B. von Hirsch [255] in ein Fließspannungsgesetz eingeführt wurde. Das Fehlen eines Absolutgliedes  $\sqrt{\rho_0}$  im inversen Taylor-Plot für die einsinnige Verformung zeigt an, dass dort wegen der Beibehaltung der Bewegungsrichtung einer einmal gebildeten Versetzung alle eingebauten Versetzungen „spannungswirksam“ sind, während bei zyklischer Verformung die Hin- und Herbewegung der Versetzungen im Zyklus eine Ablagerung von Versetzungen zulässt, die nicht zur äußeren Spannungsamplitude beitragen.

Für die hier erhaltenen Ergebnisse der Analyse von BBP an einem PGB-Matrix-Verbund liegen in der Literatur keine vergleichbaren Daten vor. Allerdings gibt es eine Reihe von Untersuchungen zu Mikrostruktur und Verformungsverhalten der „reinen“ Matrix- und PGB-Strukturen in Abhängigkeit von  $T$  mit verschiedenen experimentellen Methoden. Im Folgenden sollen deshalb BBP von MO-EK analysiert werden, die mit Amplituden nahe  $\gamma_{pa}^*(T)$  bzw.  $\gamma_{pa}^{**}(T)$  zyklisch verformt wurden und damit entweder fast ausschließlich Matrix- oder PGB-Strukturen enthalten.

#### b) „Reine“ PGB- und Matrix-Struktur

In den ZSD-Kurven aus Bild 5.8 sind in Bild 5.12 durch vergrößerte Symbole diejenigen Verformungszustände markiert, in denen BBP gemessen wurden, die für die Gewinnung von Aussagen über reine Matrix- und PGB-Strukturen analysiert werden sollen.

Die Tabelle 9.1 im Anhang enthält alle wesentlichen Daten für die Berechnung der mittleren mesoskopischen Eigenspannungen in der Matrix- und der PGB-Struktur in Abhängigkeit von der Temperatur aus der Profilasymmetrie in den betrachteten Probenzuständen gemäß der in Abschnitt 3.3.2.1 entwickelten Vorschrift.

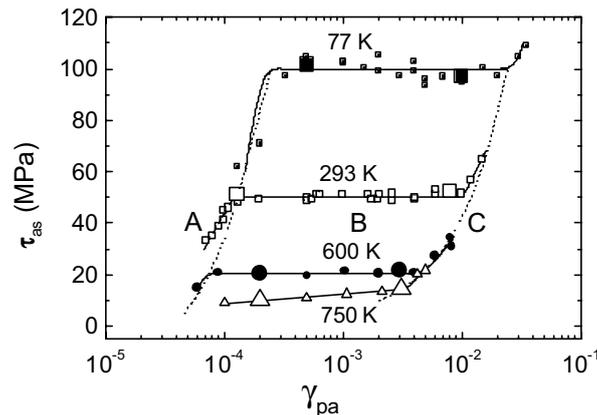


Bild 5.12: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven für MO Ni-EK bei verschiedenen Verformungstemperaturen. Die bei  $T = 77, 293, 600$  und  $750\text{K}$  etwas größer gezeichnete Symbole kennzeichnen ausgewählte Probenzustände, in denen vorrangig Matrix- bzw. PGB-Strukturen auftreten.

### → Mesoskopische Eigenspannungen und lokale Spannungen

Das Bild 5.13 zeigt die ermittelten mittleren mesoskopisch „lokalen“ Schubeigenspannungen  $\tau_{\text{loc}}^{\text{E}}$  in PR und DR nach Entlastung von maximalem Zug sowie die mesoskopisch „lokalen“ Schubspannungen  $\tau_{\text{loc}} = \tau_{\text{loc}}^{\text{E}} + \tau_{\text{as}}$  jeweils im Zugeckpunkt des Lastzyklus für Matrix- und PGB-Struktur, aufgetragen über der Sättigungsschubspannung  $\tau_{\text{as}}$ . Da in den MO-Einkristallen außer den mesoskopischen Eigenspannungen keine weiteren weitreichenden Eigenspannungsbeiträge vorliegen, wird in diesem Abschnitt der Kürze halber für die mesoskopisch lokalen Eigenspannungsbeiträge  $\tau_{\text{loc}}^{\text{E}}$  statt  $\Delta\tau_{\omega, \text{loc}}^{\text{E}}$  geschrieben (s. Gleichungen (3.84), (3.85)). Für die mesoskopisch lokalen Spannungen  $\tau_{\text{loc}}$  im Zugeckpunkt der Hysterese wird die Additivität der im entlasteten Zustand bestimmten Eigenspannungen mit der äußeren Spannung amplituden vorausgesetzt, d.h. es wird von Spannungsrelaxationen durch mikroplastisches Fließen beim Entlasten abgesehen. Die angegebenen lokalen Spannungen stellen deshalb untere Grenzen für die Verhältnisse unter Last dar.

Messungen der Profilsymmetrie nach Entlastung vom Druckeckpunkt im Lastzyklus liefern für die mesoskopischen Eigenspannungen genau entgegengesetzte Vorzeichen, d.h. die Profilsymmetrie ändert sich in charakteristischer Weise im Zyklus ([174][208][209]), wobei die größten Beträge von  $\vartheta_a$  nach Entlastung von den Eckpunkten des mechanischen Hysteresezyklus gemessen werden. Die Eigenspannungszustände nach Entlastung von maximalem Zug sollen im Weiteren diskutiert werden, während eine ausführliche Interpretation des Zyklusverhaltens mesoskopischer Eigenspannungen in 5.1.2.3 gegeben wird.

Die Analyse der Asymmetrie der BBP zeigt, dass in der Matrixstruktur nur bei erhöhten Temperaturen, d.h. bei kleinen Sättigungsspannung amplituden, über den Messfehler von  $\Delta(\tau_{\text{PR}}^{\text{E}}) = 2\text{MPa}$  hinausgehende, geringe mesoskopische Eigenspannungen auftreten. (Der Begriff der „Matrix-Struktur“ wird hier für die als „ausgedehnte Wandstruktur“ bezeichnete Versetzungsanordnung bei  $77\text{K}$  nur in dem Sinn angewendet, dass keine Verformungslokalisierung auftritt und sich die gesamte Struktur makroskopisch einheitlich mit kleiner Abgleit amplituden verformt.) Dies unterscheidet die Matrix-Eigenspannungen von den in der Zellstruktur nach Zugverformung gefundenen, die der äußeren Spannung proportional sind. Das Vorzeichen der Eigenspannungen entspricht dagegen dem schon nach Zugverformung

beobachteten: die Eigenspannungen in den versetzungsreichen Bündeln (Index B) unterstützen die äußere Spannung, in den versetzungsarmen Kanälen (K) zwischen den Bündeln wird die lokale Spannung durch die Eigenspannung gegenüber der äußeren Spannung abgesenkt. Bei  $T \leq 293\text{K}$  kann die Matrixstruktur als weitgehend frei von mesoskopischen Eigenspannungen betrachtet werden.

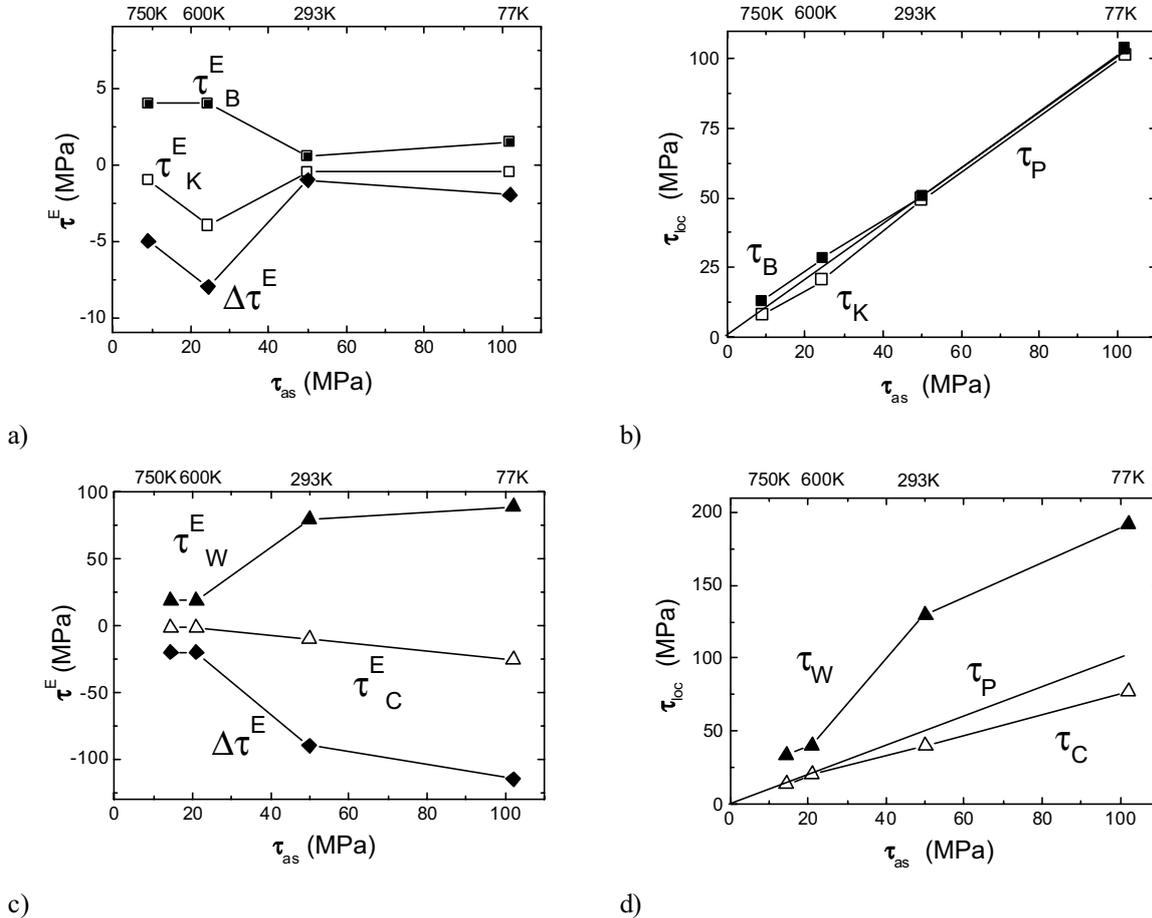


Bild 5.13: Eigenspannungen  $\tau^E_K$  und  $\tau^E_B$  in Kanälen bzw. Bündeln der Matrixstruktur (a),  $\tau^E_C$  und  $\tau^E_W$  in den PGB-Kanälen und -Wänden (c) sowie lokale Spannungen  $\tau_K$  und  $\tau_B$  in Kanälen bzw. Bündeln der Matrixstruktur (b),  $\tau_C$  und  $\tau_W$  in den PGB-Kanälen und -Wänden (d) im Zugeckpunkt des Lastzyklus in Abhängigkeit von der Sättigungsspannungsamplitude  $\tau_{as}$ . In a) und c) ist zusätzlich die Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = \tau^E_{DR} - \tau^E_{PR}$  zwischen DR und PR eingetragen und in b) und d) die Plateauspannung  $\tau_p$ .

Die Abwesenheit mesoskopischer Eigenspannungen in der Matrixstruktur wurde auch in anderen experimentellen Untersuchungen gefunden, z.B. nach zyklischer Verformung bei Raumtemperatur mit konvergenter Elektronenbeugung an Cu-EK [256] bzw. mittels Barkhausenrauschmessungen an Ni-Einkristallen [64]. Es entspricht darüber hinaus auch theoretischen Betrachtungen zur elastischen Energie nach Ermüdung in der Matrix [47] sowie ganz allgemein den Erwartungen nach dem Konzept der sog. Low-Energy Dislocation Structures z.B. in [257].

Als ein wesentliches Ergebnis der Eigenspannungsermittlung für die PGB-Struktur muss hervorgehoben werden, dass die Heterogenität der plastischen Verformung im Wesentlichen auf das primäre Gleitsystem der MO-Einkristalle beschränkt ist. Dies lässt sich aus der Tatsache schlussfolgern, dass sich die beste Übereinstimmung der Eigenspannungswerte, die man

aus der Asymmetrie eines jeden einzelnen, in einem Verformungszustand gemessenen BBP ermitteln kann, dann ergibt, wenn für die Berechnung des zu jedem  $[hkl]$ -Reflex gehörenden Orientierungsfaktors  $K_{\lambda}(n)$  angenommen wurde, dass nur das primäre Gleitsystem (d.h.  $n = 1$ ) an der mesoskopisch heterogenen plastischen Verformung beteiligt ist.

Für das Vorzeichen der Eigenspannungen erhält man für die PGB-Struktur das gleiche Verhalten wie für die Matrix- und Zellstruktur. Hinsichtlich der Temperatur- bzw. Plateauspannungsabhängigkeit ergibt sich jedoch ein anderes Bild als für die Matrix. Die geringsten Eigenspannungen treten bei erhöhten Temperaturen, d.h. bei kleinen Plateauspannungen auf. Mit abnehmender Temperatur nimmt der Betrag der mesoskopischen Eigenspannungen ganz allgemein mit der Plateauspannung zu. Nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese betragen bei 77K die Eigenspannungen in den versetzungsarmen Kanälen (Index C) der PGB etwa 25% der äußeren Sättigungsspannungsamplitude  $\tau_{as}$ . Dieser Anteil verringert sich mit wachsender Temperatur auf 20% bei Raumtemperatur und auf etwa 5% bei 600 und 750K. Die Eigenspannungen in den versetzungsreichen Wänden (W) der PGB sind absolut, aber auch bezogen auf  $\tau_{as}$ , erheblich größer. Das Verhältnis  $\tau_{W}^E / \tau_{as}$  beträgt für 77, 600 und 750K etwa 1 und scheint für Raumtemperatur mit 1,6 ein Maximum anzunehmen. Der Betrag der Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E$  (Bild 5.13 c) nimmt ebenfalls mit wachsender äußerer Spannungsamplitude zu. In grober Näherung kann eine Proportionalität zwischen der lokalen Spannungsamplitude  $\tau_{C,W} = \tau_{C,W}^E + \tau_{as}$  in PGB-Kanälen bzw. -Wänden und der Sättigungsspannungsamplitude  $\tau_{as}$  angenommen werden (Bild 5.13 d) mit  $\tau_{C,W} = m_{C,W} \tau_{as}$ , wobei die Proportionalitätsfaktoren  $m_C \approx 0,77 \pm 0,02$  für die Kanäle und  $m_W \approx 2,02 \pm 0,16$  für die PGB-Wände betragen.

Um abzuschätzen, welchen Anteil die gemessenen Eigenspannungen an der gespeicherten elastischen Energie ausmachen, wird von den von Mughrabi [258] entwickelten Vorstellungen für die 2-Komponentenstruktur ausgegangen. Danach ergibt sich die Gesamtenergie aus einem Anteil  $E_{\text{mak}}^{\text{el}}$ , der durch die äußere Spannungsamplitude gegeben ist und einem zweiten Anteil  $E_{\text{mes}}^{\text{el}}$ , der den Eigenspannungen zuzuordnen ist und in einer idealen LEDS verschwinden würde. Den Anteil der mesoskopisch weitreichenden Eigenspannungen an der gespeicherten elastischen Gesamtenergie ergibt sich nach [258] zu

$$\frac{E_{\text{mes}}^{\text{el}}}{E_{\text{mak}}^{\text{el}} + E_{\text{mes}}^{\text{el}}} = \frac{f_{\text{DR}}(\tau_{\text{DR}}^E)^2 + f_{\text{PR}}(\tau_{\text{PR}}^E)^2}{\tau_{\text{as}}^2 + f_{\text{DR}}(\tau_{\text{DR}}^E)^2 + f_{\text{PR}}(\tau_{\text{PR}}^E)^2}. \quad (5.5)$$

Für die PGB erhält man bei 77K einen Anteil von 0,18, bei 293K etwa 0,25 und bei 600 bzw. 700K einen Anteil von etwa 0,05. Für die Matrix-Struktur ergibt sich bei 77 und 293K kein Beitrag, da keine Eigenspannungen beobachtet wurden, während für 600 und 750K der Anteil etwa 0,05 beträgt.

In der Literatur gibt es nur für Raumtemperatur direkte experimentelle Messungen von Eigenspannungen in PGB-Strukturen. Sie wurden vor allem mittels TEM-Untersuchungen an Cu-Einkristallen gewonnen, deren Versetzungsstruktur im belasteten Zustand durch Neutronen gepinnt wurde [74]. Damit erhält man die Möglichkeit der Messung der Versetzungskrümmung in den versetzungsarmen PGB-Kanälen wie unter Last. Die quantitative Analyse liefert für den „belasteten“ Zustand lokale Spannungen  $\tau_C=15\text{MPa}$  sowie  $\tau_W=90\text{MPa}$  bei einer äußeren Sättigungsspannungsamplitude von  $\tau_{as}=28\text{MPa}$ . Damit erhält man

$\tau_C^E / \tau_{as} = 0,45$  und  $\tau_W^E / \tau_{as} = 2,2$ . Messungen der Krümmung von Versetzungen, die nach Entlastung gepinnt wurden, lieferten geringere Eigenspannungen  $\tau_C^E = -6\text{MPa}$  für die Kanäle [243] und mit einem Volumenanteil  $f_W=0,1$  folgt  $\tau_W^E = 54\text{MPa}$  für die PGB-Wände. Genau diese Eigenspannungen ergeben sich auch aus der Analyse der Asymmetrie von BBP vom Reflex  $311$ , die an einem mit  $\gamma_{pa}=7 \times 10^{-3}$  bis zur mechanischen Stabilisierung bei Raumtemperatur verformten Cu-Einkristall gemessen wurden [79]. Einzelheiten sind dazu jedoch nicht publiziert. Die an Ni-Einkristallen nach Entlastung röntgenographisch ermittelten Werte stimmen insgesamt mit den Messungen an Cu sehr gut überein.

Der Nachweis von sich im Zyklus ändernden inneren Spannungen in den PGB von ermüdeten Ni-Einkristallen mittels lokaler Barkhausenrauschmessungen kann ebenfalls als Bestätigung der röntgenographisch ermittelten mesoskopischen Eigenspannungen gewertet werden. So wurde von Buque u.a. [64] gefunden, dass sich nach Entlastung im Zughalbzyklus die PGB-Kanäle mit einem Volumenanteil  $f_{PR} \approx 0,9$  unter Druckeigenspannungen, und nach Entlastung im Druckhalbzyklus unter Zugeigenspannungen befinden. Quantitative Aussagen über die Höhe der Eigenspannungen sind aus diesen magnetischen Untersuchungen jedoch nicht möglich.

Im Gegensatz dazu wird von Kassner u.a. [256] berichtet, dass die mittels konvergenter Elektronenbeugung durchgeführten Messungen der lokalen Gitterkonstanten keine Hinweise auf die Existenz von, mit mesoskopischer Reichweite variierenden, Eigenspannungen in Gebieten zwischen versetzungsreichen Adern von zyklisch verformten MO Cu-Einkristallen geben. Dieser Messbefund könnte zum einen durch die Tatsache begründet sein, dass die zyklische Verformung bei Raumtemperatur mit  $\gamma_{pa}=3 \times 10^{-3}=\text{konst.}$  nur bis zum Erreichen einer Spannungsamplitude von  $\tau_a = 17,5\text{ MPa}$  (zum Vergleich:  $\tau_p = 28\text{ MPa}$ ) ausgeführt und damit der Zustand der mechanischen Stabilisierung bzw. die stabilisierte PGB-Struktur bei weitem nicht erreicht wurde, denn es ist zu vermuten, dass die mesoskopischen Eigenspannungen mit der äußeren Spannung wachsen und in frühen Verformungsstadien geringer sind. Zum zweiten ist bei der Herstellung von TEM-Folien immer mit einer weiteren Reduktion der inneren Spannungen gegenüber dem entlasteten Probenzustand zu rechnen [181]. Drittens sollte bei erwarteten Eigenspannungsbeträgen  $\tau_C^E$  zwischen 5 und 10 MPa in den PGB-Kanälen der mit  $0,8\sigma_a=30\text{MPa}$  angegebene Messfehler einen Eigenspannungsnachweis zumindest stark erschweren.

Über diese mehr direkten Versuche der Eigenspannungsermittlung hinaus gibt es in einer Arbeit von Bretschneider et al. [31] Aussagen über Eigenspannungen in PGB, die indirekt aus einer, auf mikrostrukturellen Untersuchungen fußenden, Beschreibung der Fließspannungen in PGB-Kanälen und -Wänden folgen. In diese Berechnungen gehen als experimentelle Größen, deren Temperaturabhängigkeit gemessen wurde, im Wesentlichen die Kanalweite, die mittlere Dipolhöhe in den Wänden, ein quantitativer Zusammenhang zwischen der Dipoldichte und der mittleren Dipolhöhe in den Wänden, Reibungsspannungen in Wänden und Kanälen sowie der Volumenanteil  $f_W$  der PGB-Wände ein. Unter Nutzung der Linienspannungsnäherung für Schraubenversetzungen in den Kanälen und des Fließspannungsgesetzes für das Passieren einer Stufenversetzung durch Anordnungen von Stufenversetzungsdipolen nach [259] wurden die lokalen Spannungen, die für beide Komponenten als Fließspannungen aufgefasst werden, in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet und daraus mit  $f_W$  über eine einfache Mischungsregel die äußere PGB-Spannung  $\tau_{PGB}$ .

Aus der Differenz der lokalen Fließspannungen und  $\tau_{\text{PGB}}$  erhält man dann die Eigenspannungen, die betragsmäßig mit steigender Temperatur abnehmen. Es ergibt sich bei 293K  $\tau_{\text{C}}^{\text{E}} = -9\text{MPa}$  und  $\tau_{\text{W}}^{\text{E}} = 77\text{MPa}$  sowie  $\tau_{\text{C}}^{\text{E}} = -1,5\text{MPa}$  und  $\tau_{\text{W}}^{\text{E}} = 53\text{MPa}$  bei 750K. Für Raumtemperatur stimmen sowohl die Eigenspannungen als auch die lokalen Spannungen sehr gut mit den röntgenographisch erhaltenen Daten überein. Es zeigt sich jedoch, dass die mit dem in [31] verwendeten Modell berechnete Spannung  $\tau_{\text{PGB}}$  mit wachsender Temperatur zunehmend kleiner als die experimentell beobachtete Plateauspannung  $\tau_{\text{P}}$  wird [210]. Vermutlich unterschätzt man mit dem Modell bei höheren Temperaturen die lokalen Spannungen in den Kanälen, die wegen des hohen Volumenanteils der Kanäle die äußere Spannung  $\tau_{\text{PGB}}$  dominieren, während die lokalen Spannungen in den Wänden überschätzt werden. Trotzdem stimmen die Voraussagen über die Temperaturabhängigkeit der Eigenspannungen gut mit den experimentellen röntgenographischen Messwerten überein.

### → Strukturlängen und lokale Spannungen

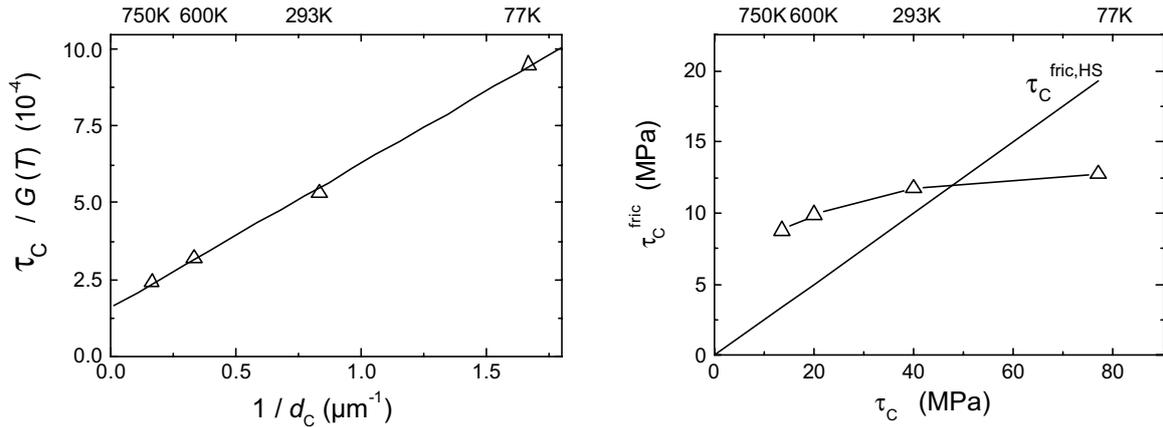
Die experimentell erhaltenen Eigenspannungen sollen im Weiteren darauf geprüft werden, in wieweit sie mit Aussagen aus in der Literatur angeführten Modellen über die Plastizierungsvorgänge in PGB-Strukturen vereinbar sind. Dabei stehen die Zusammenhänge zwischen Strukturlängen auf unterschiedlichen Maßstabsskalen und den mesoskopischen Eigenspannungen im Blickpunkt.

Hinsichtlich der Fließspannung in den PGB-Kanälen ist weitgehend akzeptiert, dass sie durch das Ausbeulen von Schraubenversetzungen in Kanälen mit einer Weite  $d_{\text{C}}$  und ggf. durch einen Reibungsspannungsanteil bestimmt wird. Unter Beachtung der Temperaturabhängigkeit von  $G$  ergibt sich für die lokale (Fließ-)Spannung  $\tau_{\text{C}}$  in den Kanälen in Anlehnung z.B. an Balluffi und Granato [260]

$$\frac{\tau_{\text{C}}}{G} = \frac{\tau_{\text{C}}^{\text{fric}}}{G} + \beta_{\text{C}} b \frac{1}{d_{\text{C}}}, \quad (5.6)$$

wobei  $\beta_{\text{C}}$  eine dimensionslose Größe ist. Das Bild 5.14 a) zeigt die auf  $G$  normierte lokale PGB-Kanalspannung im Zugeckpunkt in Abhängigkeit von der Kanalweite  $d_{\text{C}}$ , die von Tippelt et al. ermittelt wurde [44][231]. Man erhält mit den röntgenographisch ermittelten lokalen Spannungen den erwarteten linearen Zusammenhang mit  $\beta_{\text{C}} = 1,79 \pm 0,05$ , was als eine sehr gute Bestätigung des Modells von Essmann und Differt [259] über die weitreichende Bewegung von Schraubenversetzungen in den PGB-Kanälen gewertet werden kann. Dies bedeutet gleichzeitig, dass die Temperaturabhängigkeit der Reibungsspannung nur aus der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls folgt.

In Bild 5.14 b) ist die aus dem Absolutglied von  $1,58 \times 10^{-4}$  der Fitgeraden in a) nach Gleichung (5.6) berechnete Reibungsspannung  $\tau_{\text{C}}^{\text{fric}}$  in Abhängigkeit von der lokalen Spannung  $\tau_{\text{C}}$  in den Kanälen dargestellt. Die für Raumtemperatur berechnete Reibungsspannung  $\tau_{\text{C}}^{\text{fric}} \approx 12\text{MPa}$  ist etwas größer als der in Cu gefundene Wert  $\tau_{\text{C}}^{\text{fric}} \approx 4\text{MPa}$  [259], jedoch in der erwarteten Größenordnung. Man erhält, dass die Reibungsspannung wie erwartet mit sinkender Temperatur steigt. Allerdings ist die Temperaturabhängigkeit geringer, als man in [44][231] aus der Analyse des Einsetzens eines Mikrofließens beim Entlasten in der mechanischen Hystereseschleife mit  $\tau_{\text{C}}^{\text{fric,HS}} = 0,25\tau_{\text{C}}$  (s. Bild 5.14 b) erwartet hat.



a)

b)

Bild 5.14: Auf den Schubmodul normierte, lokale PGB-Kanalspannung in Abhängigkeit vom Kehrwert der Kanalweite ( $d_C$  nach [44][231]) (a) und Reibungsspannung in den PGB-Kanälen in Abhängigkeit von der lokalen Kanalspannung (b). Zusätzlich ist in b) die nach [44][231] aus Hystereseschleifenuntersuchungen erwartete lineare Abhängigkeit der Reibungsspannung  $\tau_C^{\text{fric,HS}}$  von  $\tau_C$  eingezeichnet.

Die Eigenspannungen und lokalen Spannungen in den PGB-Wänden betreffend, liegt eine Reihe weiterer Modelle vor, die Zusammenhänge zwischen der mesoskopisch „lokalen“ Spannung und der Höhe von Versetzungsdipolen als Strukturlänge auf mikroskopischem Maßstabniveau betrachten. In jedem Fall sollte die lokale Spannung in den mesoskopischen Volumenbereichen stets kleiner oder höchstens gleich derjenigen sein, die für das Zerreißen von Stufenversetzungsdipolen mit der maximalen Dipolhöhe  $h_{\text{max}}$  erforderlich wäre. Die Zerreißspannung  $\tau_{\text{diss}}$  kann berechnet werden über

$$\tau_{\text{diss}} = \frac{Gb}{8\pi(1-\nu)h_{\text{max}}} \quad (5.7)$$

Für Matrix- und PGB-Strukturen in Ni liegen weak-beam Untersuchungen von Tippelt et al. [44][230][231] über die Dipolhöhenverteilung im Temperaturbereich von 77K bis 750K vor. Dabei wurden die MO-Einkristalle bei jeder Temperatur jeweils mit einer Abgleitampplitude  $\gamma_{\text{pa}}$  bis zur Sättigung der Spannungsamplitude zyklisch verformt, bei der nach der Winter-Regel ein PGB-Volumenanteil von 40% auftritt. Die weak-beam Aufnahmen wurden dann nach den, in den TEM-Folien einfach zu unterscheidenden, Versetzungsstrukturtypen getrennt ausgewertet. Wie erwartet, nehmen die mittlere, minimale und maximale Dipolhöhe mit der Temperatur zu. Das bemerkenswerte Ergebnis dieser Messungen besteht jedoch darin, dass sich bei gegebener Temperatur diese Parameter der Dipolhöhenverteilungen in Matrixbündeln, PGB-Wänden und -Kanälen kaum voneinander unterscheiden. In Tabelle 5.4 wird gezeigt, dass die röntgenographisch bestimmten lokalen Spannungen nicht im Widerspruch mit den beobachteten maximalen Dipolhöhen stehen.

Bei allen Temperaturen ist die lokale Spannung in den versetzungsdichten Gebieten deutlich kleiner als die für die weitesten Dipole erforderliche Zerreißspannung, d.h. die Dipole sollten stabil sein, auch wenn, wie bereits diskutiert, die angegebenen lokalen Spannungen Untergrenzen für den belasteten Zustand darstellen. In den PGB-Kanälen liegt die lokale Spannung jeweils weit unterhalb der Zerreißspannung, so dass man annehmen muss, dass

die dort nachgewiesenen Dipole nicht unmittelbar durch Prozesse der Erzeugung und Vernichtung bzw. durch Dipoltransformationen [87] unter dem Einfluss der lokalen Spannung in den Kanälen gebildet werden, wie es im Modell von Essmann und Differt [259] vorgeschlagen wird. Vielmehr könnten sie z.B. durch sweeping-Vorgänge [261][262] aus Bündeln und Wänden in die Kanäle gelangen infolge der elastischen Wechselwirkung zwischen den, in den Kanälen sich ausbeulenden und gleitenden, Versetzungen und Dipolschleifen, die sich am Rand der DR befinden.

Tabelle 5.4: Maximale und mittlere Dipolhöhen  $h_{\max}$  bzw.  $\bar{h}$  in Matrix-Bündeln (B), PGB-Wänden (W) und -Kanälen (C) [44][231], nach (5.7) zugehörige Zerreißspannungen  $\tau_{\text{diss}}$  sowie röntgenographisch ermittelte lokale Spannungen  $\tau_{\text{loc}}$  in MO-Einkristallen für verschiedene Verformungstemperaturen

	77 K		293 K			600 K			750 K		
	W	C	B	W	C	B	W	C	B	W	C
$h_{\max}$ (nm)	5,4	6,4	5,7	6	7,1	11,2	11	10,9	15,4	13,5	12,6
$\bar{h}$ (nm)	3,9	4,1	4	3,9	4,5	5,6	5,8	5,4	6,2	6	6,1
$\tau_{\text{diss}}$ (MPa)	216	182	190	180	152	81	82,5	83	52,5	60	64
$\tau_{\text{loc}}$ (MPa)	192	77	50,5	130	40	28,5	40	20	13	33,5	13,5

### → Temperaturabhängigkeit mesoskopisch lokaler Versetzungsdichten

Nachdem zunächst aus der Asymmetrie der BBP die mesoskopisch lokalen Spannungen in den PR und DR von Matrix- und PGB-Struktur abgeschätzt wurden, soll das in 3.3.2.1 vorgeschlagene Konzept zur Auswertung der Profilverbreiterung angewendet werden. In Tabelle 9.2 ist eine repräsentative Auswahl aller gemessenen und ausgewerteten BBP vom Reflex-Typ 311 zusammengestellt, an denen die Berechnung der mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten und Abschneideradien für 77, 293, 600 und 750K erfolgte. In Bild 5.15 sind die Versetzungsdichten in den Matrix-Bündeln (B) und -Kanälen (K), in den PGB-Wänden (W) und -Kanälen (C) sowie jeweils die mittleren Versetzungsdichten in Abhängigkeit von  $T$  dargestellt.

Die Temperaturabhängigkeit der röntgenographisch bestimmten Versetzungsdichten (Bild 5.15 a, b) entspricht qualitativ derjenigen, die aus TEM-Untersuchungen (Bild 5.15 c) folgt. Wie erwartet, nehmen die mesoskopisch lokalen und die mittleren Versetzungsdichten in Matrix und PGB-Struktur mit wachsender Temperatur ab. Im betrachteten Temperaturbereich lassen sich diese Abhängigkeiten  $\rho(T)$  gut mit linearen Funktionen beschreiben. Es muss jedoch klar konstatiert werden, dass, im Unterschied zu den Versetzungsdichtebestimmungen nach einsinniger plastischer Verformung, die röntgenographisch bestimmten mesoskopisch lokalen und Gesamtversetzungsdichten nur etwa halb so groß sind, wie die aus TEM-Untersuchungen gewonnenen. Das ist überraschend, da man im allgemeinen wegen der bei der Präparation von TEM-Folien auftretenden Verluste von Versetzungen eher größere Versetzungsdichten bei Röntgenmessungen erwartet.

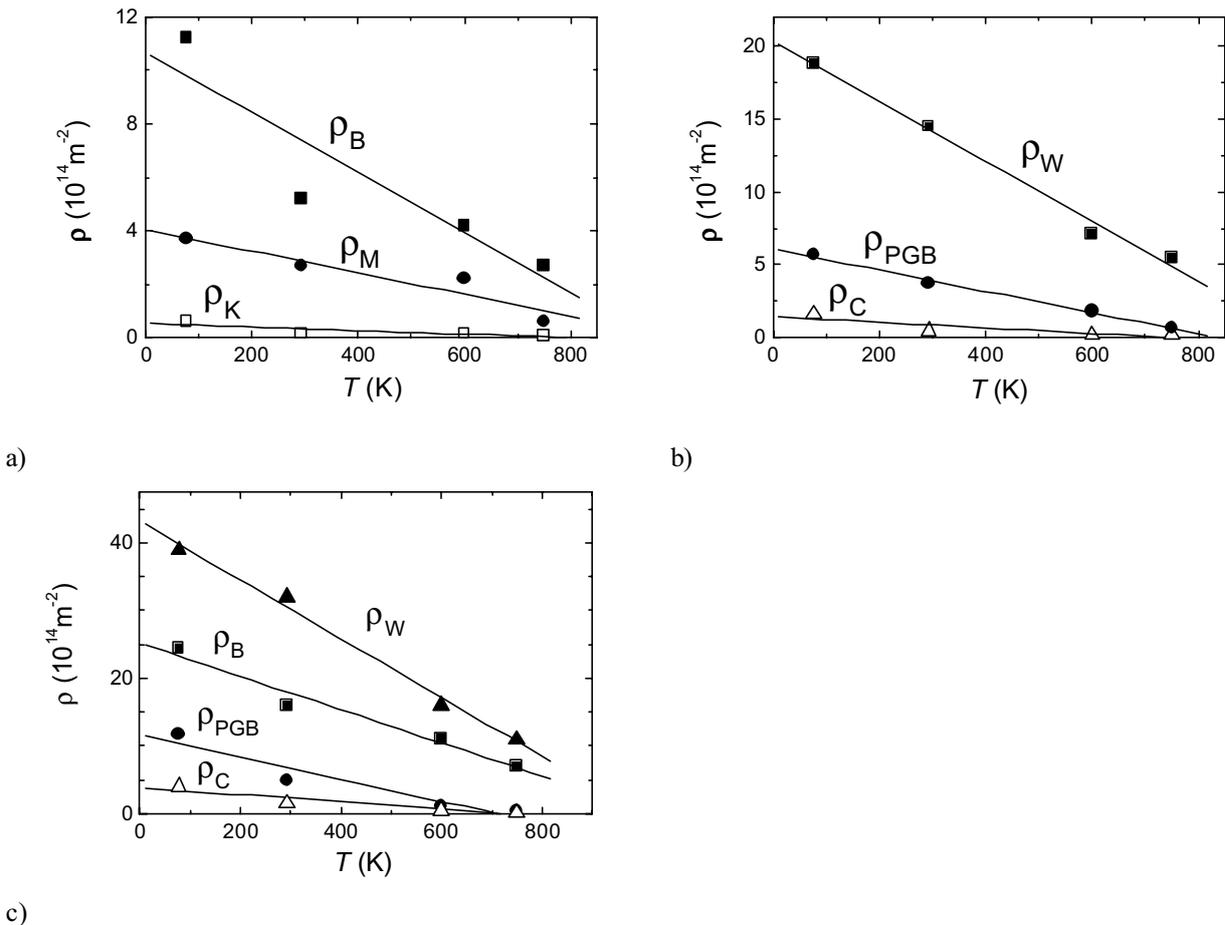


Bild 5.15: Mesoskopisch lokale und mittlere Versetzungsdichten in der Matrixstruktur (a) und der PGB-Struktur (b) in Abhängigkeit von der Temperatur. Das Bild (c) gibt unter Verwendung von Messdaten aus [44][231] und [205] die mittels Auswertung von TEM weak-beam Aufnahmen ermittelten mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten für Bündel, Wände und PGB-Kanäle sowie die daraus bestimmte mittlere PGB-Versetzungsdichte an.

Das hier erhaltene Ergebnis soll im Weiteren etwas ausführlicher diskutiert werden. Für den Fortgang der Diskussion des Zusammenhangs zwischen den röntgenographisch ermittelbaren Mikrostrukturparametern und dem Verformungsverhalten von EK müssen die nachstehenden kleingedruckten Abschnitte nicht zwingend nachverfolgt werden.

Zusätzlich zu den bereits in 4.2.2 b) diskutierten Fehlern für die Versetzungsdichtermittlung in TEM-Untersuchungen könnte eine Erklärung für das erhaltene Ergebnis darin bestehen, dass bei der Auswertung der weak-beam TEM-Aufnahmen auch sehr kurze Versetzungsdipole bzw. Dipolschleifen berücksichtigt wurden. Deren Anteil könnte bei der Auswertung der BBP unterschätzt werden, da die hier benutzte Auswertetheorie nach Wilkens streng genommen nur für unendlich lange, gerade Versetzungen gilt. Bei Anwendung dieser Theorie könnte damit der von (kurzen) Stufenversetzungsdipolen verursachte Beitrag zur Profilverbreiterung überschätzt und umgekehrt bei der Auswertung von BBP mit dieser Theorie die berechnete kleiner als die tatsächlich vorhandene Versetzungsdichte sein, die nach Wechselverformung zum großen Teil durch enge Dipole unterschiedlicher Länge gebildet wird. Ein grundsätzlicher systematischer Fehler für die röntgenographische Versetzungsdichtebestimmung wird allerdings ausgeschlossen, da die für die Zugverformung erhaltenen mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten im Vergleich mit vorliegenden TEM-Untersuchungen in der Literatur eher zu groß als zu gering sind.

Bei einem quantitativen Vergleich der Versetzungsdichten aus Röntgen- und TEM-Messungen sowie für die Diskussion der Ergebnisse sind darüber hinaus folgende Einflussfaktoren zu berücksichtigen. Die statistisch bedingten Fehler beim Anfitzen der Funktionen  $\Omega$  (3.74) und  $\Lambda$  (3.76) der Fourierkoeffizienten des BBP zur Ermittlung der Parameter  $\rho_{PR}$  und  $R_{eff,PR}$  bzw.  $\rho_{DR}$  und  $R_{eff,DR}$  betragen etwa 2% für die Versetzungsdichte in den PR und etwa 5% für die Versetzungsdichte in den DR, unabhängig vom Versetzungsstrukturtyp. Dies zeigt, dass das vorgeschlagene Modell für die Analyse der BBP gut auf die Messdaten angewendet werden kann. Zusätzlich muss noch der Fehler für die Bestimmung des Volumenanteils  $f_{DR}$  berücksichtigt werden, der mit einem relativen Fehler zwischen 5% (hohe Anteile  $f_{DR}$ ) und 50% (geringe Anteile  $f_{DR}$  s. Tabelle 5.7) aus TEM- bzw. REM-Untersuchungen an den jeweiligen Proben ermittelt wurde, und damit die für die Versetzungsdichten angegebenen Fehler um bis zu einen Faktor 2 erhöhen könnte. Es wurde jedoch gefunden, dass ein physikalisch sinnvolles Anfitzen der Funktionen  $\Omega$  und  $\Lambda$  bereits nicht mehr möglich ist, wenn man einen um 20% vom experimentell ermittelten Wert abweichenden Volumenanteil  $f_{DR}$  in die Fitroutine einsetzt.

Für die absolute Angabe der Versetzungsdichte liegt eine wesentliche Fehlerquelle in der Bestimmung der Kontrastfaktoren  $C_e$  und  $C_s$  für Stufen- und Schraubenversetzungen, zu denen die Profilbreite bei gegebener Versetzungsdichte  $\rho$  proportional ist. Wie in Tabelle 9.2 ersichtlich, wurde für die Bestimmung der Versetzungsdichte in der Matrix-Struktur einheitlich ein mittlerer Faktor von 0,157 benutzt. Dieser Wert ergibt sich in elastisch isotroper Betrachtung, wenn man annimmt, dass Stufen- und Schraubenversetzungen auf allen Gleitsystemen gleich häufig vorkommen (vgl. Tabelle 3.3). Dieses Vorgehen entspricht dem experimentellen Befund, dass keine ausgeprägte Abhängigkeit der Profilverbretterung von der Messrichtung in Bezug auf das primäre Gleitsystem mit einem Schmid-Faktor  $\mu=0,5$  auftrat. Dies deutet darauf hin, dass bei den geringen plastischen Dehnungsamplituden in der Matrix-Struktur Versetzungen auch in Gleitsystemen mit kleinerem Schmid-Faktor gebildet werden, so dass es zu einer isotropen Profilverbretterung kommt. Für die PGB-Struktur liegen die Verhältnisse anders. Für alle untersuchten Verformungstemperaturen tritt eine ausgeprägte Abhängigkeit der Profilverbretterung von der Messrichtung auf. Das bedeutet, dass in Messrichtungen, denen für das primäre Gleitsystem große  $C$ -Faktoren zuzuordnen sind, auch entsprechend erhöhte Profilbreiten, und für solche Richtungen mit kleinem  $C$  entsprechend geringe Profilbreiten gemessen wurden. Eine Klassifizierung der Reflexe vom Typ 311 nach ihren  $C$ - und  $K_\gamma$ -Faktoren für das primäre Gleitsystem findet sich in [174]. Zur Berechnung der Versetzungsdichten wurde daher je nach Messrichtung für die Ermittlung von  $\rho_{PR}$  der auf das primäre Gleitsystem bezogene Kontrastfaktor  $C=C_s$  und für die Ermittlung von  $\rho_{DR}$  der auf das primäre Gleitsystem bezogene Kontrastfaktor  $C=C_e$  benutzt (vgl. Tabelle 9.2), da aus TEM-Untersuchungen bekannt ist, dass in den Kanälen vorrangig Schraubenversetzungen und in den Wänden vorrangig Stufenversetzungsdipole auftreten.

Dieses Vorgehen beinhaltet eine starke Vereinfachung der experimentellen Situation. Zum einen betrifft das die in weak-beam Aufnahmen beobachteten Versetzungspopulationen. Diese bestehen nach Beobachtungen von Tippelt et al. [44][231] aus primären Stufenversetzungsdipolen parallel zu [1-21], die in Bündeln und Wänden etwa 70% und in den Kanälen etwa 30% der Gesamtversetzungsdichte ausmachen. Daneben treten Einzelversetzungen mit Schraubencharakter in den PGB-Kanälen und Stufenversetzungen in Bündeln und Wänden auf. Darüber hinaus gibt es sogenannte faulted dipoles, die aus zwei Shockley- und zwei Lomer-Cottrell-Partialversetzungen sowie drei Stapelfehlern bestehen. Ihre Versetzungslinien liegen parallel zur [1-10]- oder zur [0-11]-Richtung.

Wegen der kleineren Burgersvektoren der Partialversetzungen ( $b_{\text{Shockley}} = a/\sqrt{6}$ ,  $b_{\text{L-C}} = a/\sqrt{18}$ ) ist bei gleicher Dichte und gleichem Kontrastfaktor ihr Beitrag zur Profilverbreiterung geringer als der primärer Versetzungen mit  $b = a/\sqrt{2}$ , denn das Produkt  $(gb)^2$  geht in gleicher Weise wie  $C$  in die Bestimmung der mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten nach den Gleichungen (3.74) und (3.76) ein. Für primäre Einzelversetzungen bzw. Dipole ist  $(gb)^2 = 5,5$  für die verwendeten Reflexe vom Typ 311. Berücksichtigt man die Ergebnisse aus [44][231] über den Anteil der faulted dipoles an  $\rho_{\text{DR}}$  und  $\rho_{\text{PR}}$ , so erhält man minimal  $(gb)^2 \approx 4,2$  und damit eine um einen Faktor von maximal 1,3 erhöhte Versetzungsdichte. Ein zweiter Aspekt, der bei der Diskussion der absoluten Versetzungsdichtangaben eine Rolle spielt, ist die elastische Anisotropie des Gitters, die bei der Berechnung der  $C$ -Faktoren berücksichtigt werden kann. Die folgende Tabelle 5.5 enthält die  $C$ -Faktoren für primäre Schrauben- und Stufenversetzungen für die Reflexe R1, R2 und R3 (Bezeichnung nach [174]) vom 311-Reflextyp, die bei der Ermittlung der Versetzungsdichten in Tabelle 9.2 in elastisch isotroper Betrachtung verwendet wurden, sowie für den anisotropen Fall, wobei für die elastischen Konstanten unterschiedliche Literaturwerte benutzt wurden. Die anisotropen Rechnungen wurden wieder mit dem Programm „Anize“ [147] ausgeführt.

Tabelle 5.5: Kontrastfaktoren  $C_e$  und  $C_s$  in elastisch isotroper und anisotroper Behandlung für 311-Reflexe vom Typ 1, 2 und 3

Reflex [174]	isotrop ( $\nu=0,31$ )		anisotrop [176]		anisotrop [263]	
	$C_e$	$C_s$	$C_e$	$C_s$	$C_e$	$C_s$
R1	0,429	0,198	0,478	0,249	0,481	0,252
R2	0,187	0,149	0,214	0,218	0,217	0,221
R3	0,061	0,149	0,113	0,218	0,117	0,221

In isotroper Näherung ergeben sich immer geringere Kontrastfaktoren (s. auch Tabelle 3.3) als in anisotroper Näherung, bei der die  $C$ -Werte von den elastischen Konstanten abhängen ( $C_{11} = 243,6$  GPa,  $C_{12} = 149,4$  GPa,  $C_{44} = 119,6$  GPa nach [263],  $C_{11} = 250,8$  GPa,  $C_{12} = 150,0$  GPa,  $C_{44} = 123,5$  GPa nach [176]). Im Mittel beträgt das Verhältnis der Kontrastfaktoren  $C_{\text{iso}}/C_{\text{aniso}} \approx 0,75$ . Bei Verwendung dieser Konstanten würde man damit um den Faktor 0,75 geringere Versetzungsdichten erhalten als in isotroper Näherung. Da sich die beiden genannten Effekte bei der Berechnung von  $\rho$  nahezu kompensieren, ist es gerechtfertigt, der Einfachheit halber in erster Näherung alle Versetzungen als primäre Versetzungen aufzufassen und Kontrastfaktoren in elastisch isotroper Näherung zu benutzen.

Insgesamt ist im Rahmen des hier auf der Grundlage der Wilkens-Theorie entwickelten Modells der Analyse von BBP mit einem Fehler von 25% für die Angabe der absoluten Versetzungsdichten zu rechnen. Die relativen Änderungen der Versetzungsdichte z. B. mit der Temperatur können dagegen wesentlich genauer verfolgt werden. In diesem Licht sind auch die Unterschiede zwischen den durch röntgenographische und durch elektronenmikroskopische Untersuchungen ermittelten Versetzungsdichten zu sehen (s. Bild 5.15). Im Weiteren wird deshalb angenommen, dass die Übereinstimmung der röntgenographisch ermittelten Versetzungsdichten mit denen aus TEM-Messungen als befriedigend angesehen werden kann. Bei der Diskussion der grundlegenden Prozesse der plastischen Verformung werden die röntgenographisch ermittelten Werte als Basisgrößen genutzt.

Nach Bild 5.15 a) und b) und Tabelle 9.2 erhält man, dass bei jeweils gleicher Temperatur für die Versetzungsdichten gilt  $\rho_{\text{W}} \approx 2 \rho_{\text{B}}$  und  $\rho_{\text{C}} \approx 2 \rho_{\text{K}}$ , obwohl wegen des ZSD-Plateaus die plastische Verformung in beiden Strukturen jeweils bei gleicher äußerer Spannung abläuft. Betrachtet man die mittlere Versetzungsdichte, so nimmt das Verhältnis

$\rho_{\text{PGB}}/\rho_{\text{Matrix}}$  von 1,6 bei 77K über 1,4 bei 293K bis auf etwa 1 bei 600K bzw. 750K mit steigender Temperatur ab. Im Folgenden wird deshalb versucht, Zusammenhänge zwischen den lokalen Spannungen und Versetzungsdichten unter Berücksichtigung der gemessenen Eigenspannungen aufzudecken.

### → Mesoskopisch lokale Spannungen und Versetzungsdichten

In Analogie zu Bild 5.11 enthält Bild 5.16 a) den „inversen“ Taylor-Plot für Matrix- und PGB-Struktur. Dabei ist zu beachten, dass die lokale Spannung  $\tau_{\text{loc}} = \tau_{\text{as}} + \tau_{\text{loc}}^{\text{E}}$  sowohl von der temperaturabhängigen Spannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}$  als auch von der im jeweiligen Verformungszustand gemessenen Eigenspannung  $\tau_{\text{loc}}^{\text{E}}$  in PR und DR abhängt. Auf den eingetragenen linearen Fitfunktionen für Bündel, Wände und Kanäle wird durch die Eigenspannung die „Reihenfolge“ der Messdaten bezüglich der Temperatur nicht verändert, d.h. auf allen Geraden steht der Messwert bei der geringsten lokalen Spannung für  $T=750\text{K}$ , gefolgt von denen bei 600, 293 und 77K.

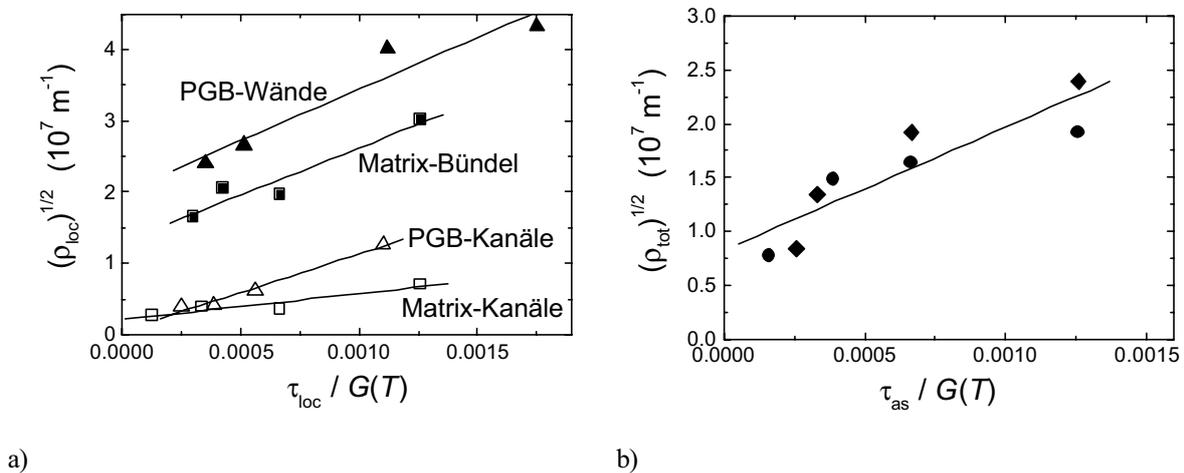


Bild 5.16: Abhängigkeit der Wurzel aus der mesoskopisch lokalen Versetzungsdichte von der, auf den temperaturabhängigen Schubmodul normierten, lokalen Spannung für PR und DR in Matrix- und PGB-Struktur (a) und Abhängigkeit der Wurzel aus der totalen Versetzungsdichte von der, auf den temperaturabhängigen Schubmodul normierten, Sättigungsspannungsamplitude der Matrix- (●) und PGB-Struktur (◆)(b).

In Bild 5.16 zeigt sich ein ähnliches Verhalten für den  $\sqrt{\rho_{\text{loc}}} - \tau_{\text{loc}}/G(T)$  - Zusammenhang wie für die 2-Phasenstruktur in Bild 5.11. Im Prinzip lassen sich die Messwertkurven für alle Arten von PR und DR beschreiben über eine Beziehung vom Typ der Gleichung (5.4) mit  $(\rho_{\text{loc}})^{1/2} = \tau_{\text{loc}}/(\alpha_{\text{loc}}bG(T)) + (\rho_{0,\text{loc}})^{1/2}$ . Die Situation ändert sich auch nicht qualitativ, wenn man den Zusammenhang zwischen der Gesamtversetzungsdichte und der Sättigungsspannungsamplitude in Bild 5.16 b) betrachtet. Die folgende Tabelle 5.6 enthält die aus den Messdaten folgenden Parameter  $\alpha_{\text{loc}}$  und  $l_{0,\text{loc}} = 1/\sqrt{\rho_{0,\text{loc}}}$ .

Tabelle 5.6: Parameter  $\alpha_{loc}$  und  $l_{0,loc}$  für PR und DR in Matrix- und PGB-Struktur zum Fit der Messwerte in Bild 5.16 nach Gleichung (5.4)

Strukturtyp	$\alpha_{loc}$	$l_{0,loc}$
Matrix-Kanäle	$1,10 \pm 0,30$	$(500 \pm 150)$ nm
PGB-Kanäle	$0,37 \pm 0,04$	$(1,8 \pm 2,4)$ $\mu$ m
Matrix-Bündel	$0,30 \pm 0,07$	$(80 \pm 15)$ nm
PGB-Wände	$0,28 \pm 0,06$	$(50 \pm 10)$ nm
Mittelwert (für Bild 5.16 b)	$0,35 \pm 0,07$	$(120 \pm 25)$ nm

Damit erhält man bei Einbeziehung der lokalen Spannungen für die durch zyklische Verformung erzeugten Versetzungsstrukturen ein qualitativ anderes Verhalten als für die Zellstruktur nach einsinniger Verformung, für die gilt  $\tau_{loc} \propto (\rho_{loc})^{1/2}$  mit einem einheitlichen Parameter  $\alpha_{zell} = 0,20$ . Selbst bei Berücksichtigung des Messfehlers kann kein gemeinsamer, dem klassischen Taylor-Gesetz  $\tau \propto \rho^{1/2}$  entsprechender Zusammenhang für die PR und DR eines Versetzungsstrukturtyps aufgestellt werden. Abgesehen von den Matrix-Kanälen, für die man wie für die PR der in 5.1.2.1 b) betrachteten 2-Phasenstruktur, einen ungewöhnlich hohen Wert für den Parameter  $\alpha$  erhält, liegen diese Parameter für PGB-Kanäle und -Wände sowie für die Matrix-Bündel in der üblichen Größenordnung von 0,3. Das Absolutglied  $(\rho_{0,loc})^{1/2}$  bzw. den damit verbundenen minimalen Abstand  $l_{0,loc}$  für „spannungsunwirksame“ Versetzungen betreffend, unterscheiden sich die mesoskopischen Strukturelemente. Während  $l_{0,loc}$  für die Kanäle die Größenordnung der Kanalweite erreicht, liegen sie für die Bündel und Wände unter der PGB-Wanddicke  $d_w$ , die für alle Temperaturen einheitlich etwa 150nm beträgt. Es liegt nahe, den Parameter  $l_{0,loc}$  mit dem maximalen Laufweg zu korrelieren, den eine Versetzung im mesoskopischen Strukturelement innerhalb eines Halbzyklus zurücklegen kann, **ohne** einer spannungsrelevanten Wechselwirkung mit anderen Versetzungen zu unterliegen. Das bedeutet für die Matrix-Struktur (mit Ausnahme der Verhältnisse in der ausgedehnten Wandstruktur bei 77K), dass Versetzungen die Bündel mit Abmessungen im  $\mu$ m-Bereich nicht ohne Wechselwirkung mit anderen Versetzungen durchlaufen können, wogegen für Versetzungen in der PGB-Struktur die Wechselwirkungswahrscheinlichkeit beim Durchlaufen einer Wand deutlich geringer, und damit der Beitrag der Wände zur plastischen Verformung wesentlich höher sein sollte. Dies ist in Übereinstimmung mit den Ergebnissen über die Abgleitamplituden in PGB-Kanälen und -Wänden (Bild 5.33) aus den Eigenspannungsuntersuchungen und der Bestimmung der Abgleitamplitudendifferenz  $\Delta\gamma_p$ . Für die PGB-Kanäle deutet der  $l_{0,loc}$ -Wert bei einem für die Taylor-Relation üblichen  $\alpha_C = 0,37$  darauf hin, dass die mittleren Laufwege der Versetzungen deutlich über der Kanalweite liegen sollten.

Hinsichtlich der Interpretation des Zusammenhangs zwischen Versetzungsdichte und der lokalen Spannung in den versetzungsdichten mesoskopischen Gebieten – im Unterschied zu den Plastizierungsmodellen für die Kanäle – gibt es in der Literatur ganz unterschiedliche Auffassungen. In der vorliegenden Arbeit soll der Grundgedanke des 2-Komponentenmodells zunächst konsequent verfolgt werden. Deshalb wird angenommen, dass die in den Bündeln und Wänden röntgenographisch ermittelte, mittlere mesoskopisch lokale Spannungsamplitude im (Zug)Eckpunkt des Belastungszyklus gleich der Fließspannung in den DR ist. Nach dem von Essmann und Differt entwickelten Modell [259] kann für die

Fließspannung der Wände unter Vernachlässigung einer Reibungsspannung geschrieben werden

$$\tau_W = \beta_W \frac{Gb}{4\pi(1-\nu)} \bar{h} \rho_{\text{Dip}}, \quad (5.8)$$

wobei  $\beta_W$  ein dimensionsloser Parameter ist und  $\rho_{\text{Dip}}$  die Dichte der Versetzungen in Dipolen. Mit diesem Ansatz wird die elastische Wechselwirkung zwischen beweglichen Versetzungen, denen im dynamischen Gleichgewicht stationäre Ströme zugeordnet werden, und den Dipolen in der Wand beschrieben. Die Wechselwirkung zwischen den gleitenden Versetzungen und den als immobil angenommenen Dipolen führt nach Neumann [87] im Gleichgewichtszustand zu einer charakteristischen Verteilung der Dipolhöhen um einen Mittelwert  $\bar{h}$ , die nach oben durch die mit der lokalen (Zerreiß)Spannung verbundenen maximalen Dipolhöhe  $h_{\text{max}}$  und nach unten durch den Annihilationsabstand  $y_e$  für Stufenversetzungen beschränkt ist.

Wenn man annimmt, dass die gefundene Amplitude der lokalen Spannung der Fließspannung in den versetzungsdichten Gebieten entspricht, so lässt sich unter Einbeziehung der von Tippelt et al. [44][231] gemessenen mittleren Dipolhöhen der Parameter  $\beta_W$  bestimmen, der Auskunft über den Grad der Polarisation der Dipole in den Wänden gibt. Kommen alle vier möglichen Typen der Anordnung eines Dipols bezüglich einer gleitenden Stufenversetzung gleich häufig vor, so ergibt sich  $\beta_W \approx 5$ , im Extremfall ausschließlich polarisierter Versetzungen ist  $\beta_W = 7,6$  [259].

Für die PGB-Wände kann sehr sicher vermutet werden, dass die Fließspannung im Verformungszyklus erreicht wird und zumindest eine effektive Versetzungsbewegung durch die Wände auftritt. Diese Schlussfolgerung kann sowohl aus dem schon diskutierten Versetzungslaufweg  $l_{0,W}$  als auch aus der Sättigung des Asymmetrieparameters im Verformungszyklus (s. Bild 5.32 in Abschnitt 5.1.2.3) und der daraus folgenden Berechnung des  $\Gamma$ -Akkommodationsfaktors gezogen, aus dem die Abgleitampplituden für die PGB-Wände folgen (s. Bild 5.33). Für die Matrix-Bündel können folgende Überlegungen angestellt werden. Einerseits folgt aus dem Sachverhalt, dass  $l_{0,B}$  deutlich kleiner als die Abmessung der Bündel in Gleitrichtung ist, dass auch eine effektive Bewegung von Versetzungen durch die Bündel wenig wahrscheinlich ist. Andererseits wurden allerdings nach Verformung bei 77K und bei Raumtemperatur in der „Matrix“-Struktur keine mesoskopisch weitreichenden Eigenspannungen beobachtet, d.h. sie sollten damit unterhalb eines vom Messfehler für den Asymmetrieparameter bestimmten Werts liegen. Die Abgleitung der Matrix-Bündel in den untersuchten Proben lässt sich dann im Rahmen eines Verbundmodells abschätzen über  $\gamma_{\text{paB}} = \gamma_{\text{pa}} + (1-f_{\text{DR}})\Delta\tau^E/(\Gamma G)$ , wobei für 77 und 293K der Wert  $\Delta\tau^E \approx -4\text{MPa}$  aus dem maximalen Messfehler sowie für 600 und 750K die Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E$  nach Bild 5.13 a) verwendet wird. Für den Matrix-Akkommodationsfaktor wird hier ein Wert von  $\Gamma=1/(4(1-\nu)) \approx 0,36$  nach [264] eingesetzt. Wenn dieser Wert für alle Temperaturen zutrifft, so beträgt das Verhältnis  $\gamma_{\text{paK}}/\gamma_{\text{paB}}$  der plastischen Verformung von Matrix-Kanal zu -Bündel 1,3 bei 77K, 3,6 bei 293K sowie etwa 15 bei 600 und 80 bei 750K unter Verwendung der in Tabelle 9.1 gegebenen Daten für  $\gamma_{\text{pa}}$  und  $f_{\text{DR}}$ . Dies bedeutet, dass in jedem Fall die Abgleitung in den Kanälen deutlich höher als in den Bündeln ist, wobei mit wachsender Temperatur der Anteil der Bündel an der plastischen Verformung noch weiter abnimmt,

jedoch nicht gleich Null wird. Ausgehend von diesen Ergebnissen und der experimentellen Tatsache, dass sich die Dipolhöhenverteilungen in Matrix-Bündeln und PGB-Wänden bei gegebener Temperatur nicht wesentlich unterscheiden, enthält Bild 5.17 die Messwerte der lokalen Spannungsamplituden für PGB-Wände und Matrix-Bündel in Abhängigkeit von  $\bar{h}_{\text{Dip}}\rho_{\text{DR}}$  in einem Plot nach Gleichung (5.8). Damit wird die Spannungsamplitude  $\tau_{\text{loc,DR}}$  als Fließspannung aufgefasst.

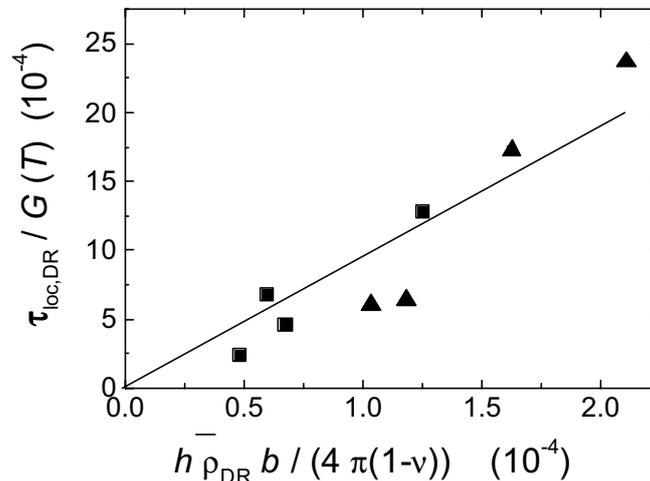


Bild 5.17: Abhängigkeit der auf den temperaturabhängigen Schubmodul normierten lokalen Spannung in Matrix-Bündeln (■) und PGB-Wänden (▲) vom Produkt  $\bar{h} \rho_{\text{DR}}$  aus mittlerer Dipolhöhe und mesoskopisch lokaler Versetzungsdichte ( $\bar{h}$  nach [44][231]).

Für die Berechnung der Messpunkte in Bild 5.17 wurde die gesamte röntgenographisch ermittelte Versetzungsdichte  $\rho_{\text{DR}}$  nach Tabelle 9.2 für die Dipolversetzungsdichte eingesetzt sowie die in Tabelle 5.4 angegebenen lokalen Spannungen und mittleren Dipolhöhen. Es zeigt sich, dass man in Bild 5.17 eine Ausgleichsgerade einzeichnen kann, die einen Parameter  $\beta_{\text{DR}} = 9,5 \pm 1$  liefert. Dieser Wert liegt etwas über dem von Essmann und Differt ermittelten Maximalwert. Bei der Diskussion des Ergebnisses muss man jedoch zum einen bedenken, dass für die Prüfung der Gültigkeit von Gleichung (5.8) eine Kombination von Parametern erforderlich ist, die mit ganz verschiedenen experimentellen Methoden ermittelt wurden. Sowohl bei der Bestimmung von  $\tau_{\text{loc}}$  als auch von  $\rho_{\text{loc}} \bar{h}$  ist mit einem Fehler von etwa 25% zu rechnen. Darüber hinaus soll noch einmal darauf hingewiesen werden, dass die TEM- und Röntgenuntersuchungen an verschiedenen Einkristallproben in unterschiedlichen Verformungsstadien durchgeführt wurden, was ebenfalls eine gewisse Streuung der Daten verursachen könnte. Trotzdem scheinen die Schlussfolgerungen gerechtfertigt, dass die für die PGB-Wände und Matrix-Bündel erhaltenen Messdaten grundsätzlich mit dem Essmann/Differt-Modell [86][259] für die Plastizierungsvorgänge in versetzungsdichten Gebieten bei Ermüdung vereinbar sind und dass die, die versetzungsdichten Wände und Bündel durchlaufenden, Stufenversetzungen auf eine stark polarisierte Anordnung von Stufenversetzungsdipolen treffen sollten. Für die Verformungsprozesse in den Bündeln der Matrix deuten die hier erhaltenen Ergebnisse darauf hin, dass die Matrix in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur ein Verhalten zeigt, das zwischen den von Kuhlmann-Wilsdorf vertretenen LEDS-Auffassungen über die vollkommene Teilnahme der Bündel an der plastischen Verformung der Matrix ohne mesoskopisch weitreichende Eigenspannungen

[257][265] und dem von Pedersen und Winter [264] entwickelten Modell über die, sich unter hohen inneren Spannungen befindenden, nicht-deformierbaren Bündel liegt.

Für den Parameter  $\beta_w$  ergibt sich ebenfalls ein relativ hoher Wert, wenn man ausschließlich Messgrößen für die PGB-Wände aus TEM-Untersuchungen benutzt. Nimmt man wie bei Tippelt et al. [44][231] an, dass die lokale Spannung für das Zerreißen der Dipole einer Höhe  $h_{\max}$  (Gleichung (5.7)) gleich der Passierspannung nach Gleichung (5.8) ist und benutzt die Verknüpfung  $h_{\max} = 1/(2\beta_w \bar{h} \rho_{\text{dip}})$ , findet man  $\beta_w \approx 7,2$ . Die in [44],[231] und [233] entwickelten Modelle über die Bildung von „temporären“ pile-ups aus Stufenversetzungen, die zum Aufbau der Fließspannungen in den Wänden notwendig sind, sich jedoch beim Entlasten wieder auflösen, können in dieser Form jedoch nicht bestätigt werden, da die, die lokalen Spannungen im Eckpunkt der Hystereseschleife erzeugenden, weitreichenden inneren Spannungen auch im entlasteten Zustand gemessen wurden.

In der Arbeit von Brown [92] wird ein anderer Weg beschritten zur Interpretation der Struktur und des Verhaltens der PGB-Wände, indem versucht wird, die Plateauspannung  $\tau_p$ , die PGB-Dehnungsamplitude  $\gamma_{\text{pa}}^{**}$  sowie die experimentell bestimmte Dipolhöhenverteilung ausschließlich durch das Ausbeulen und weitreichende Gleiten von Schraubenversetzungen in den PGB-Kanälen und über eine gewisse Anzahl von PGB-Wänden hinweg zu beschreiben. Dabei werden sowohl Prozesse der Annihilation von Schraubenversetzungsdipolen durch thermisch aktiviertes Quergleiten, als auch Prozesse eines statistischen Abblockens der Bewegung von Stufenversetzungssegmenten in den PGB-Wänden einbezogen. Im Unterschied zu dem von Essmann/Differt vorgeschlagenen Modell haben dabei die Spannungen in den Dipol-Wänden keinen Einfluss auf die äußere Spannung. Den Wänden wird auch keine wohldefinierte Fließspannung zugeordnet, da sie als nur statistisch deformierbar angesehen werden infolge des Eindringens beweglicher Versetzungen mit einer Durchdringungswahrscheinlichkeit von 1/3 für Stufenversetzungen. Ganz abgesehen von dem in [92] grundlegend anderen Ansatz über die plastische Verformung der Wände im Vergleich zu dem hier verfolgten Konzept, in dem das Erreichen der Fließspannung in den PGB-Wänden bei Unterstützung durch die mesoskopischen Eigenspannungen einen zentralen Punkt darstellt, ist das Brown-Modell auch sonst nur teilweise mit anderen vorliegenden experimentellen Daten vereinbar. Die Hauptprobleme bestehen dabei in folgenden Punkten. Erstens wird die Sättigungsspannung mit der Basis-Gleichung des Modells in [92]  $\tau_{\text{sat}} = Gb(\pi(1-\nu)(d_w+d_c))^{-1} \ln(d_w/b)$  unter Verwendung der sehr exakt messbaren Strukturparameter  $d_w$  und  $d_c$  gegenüber der experimentell gemessenen Plateauspannung zu klein bestimmt, wobei dieser Effekt mit wachsender Temperatur steigt. Zweitens wird angenommen, dass die Spannung  $\tau_{\text{sat}}$  auch als „lokale“ Spannung in den PGB-Wänden wirkt und mit der maximalen Dipolhöhe korreliert sein sollte über  $\tau_{\text{sat}} = \tau_{\text{diss}}/2 = Gb/(16\pi(1-\nu)h_{\max})$  mit  $\tau_{\text{diss}}$  nach Gleichung (5.7). Berechnet man aus dieser Beziehung die maximale Dipolhöhe, indem man die aus den Strukturlängen ermittelte Spannung  $\tau_{\text{sat}}$  einsetzt, so werden die maximalen Dipolhöhen überschätzt. Insbesondere für 600 und 750K ist die Diskrepanz beträchtlich. Es ist bemerkenswert, dass man in diesem Temperaturbereich die experimentell beobachteten maximalen Dipolhöhen exakt erhält, wenn statt  $\tau_{\text{sat}}$  die für die PGB-Wände röntgenographisch ermittelten, höheren lokalen Spannungen  $\tau_w$  eingesetzt werden. Das bedeutet, dass bei den erhöhten Temperaturen bzw. bei geringeren Wandversetzungsdichten der von Brown beschriebene Effekt der Absenkung

der Dipolzerreißspannung durch das Eindringen einer Stufenversetzung in die Dipolanordnung der Wände wirksam werden könnte. Zum Dritten sollte nach dem Brown-Modell für die Dipolanordnung in den PGB-Wänden kein Zusammenhang zwischen der Fließspannung und der Versetzungsdichte in der Form  $\tau \propto \rho^{1/2}$  bestehen. Der röntgenographisch erhaltene lineare Zusammenhang zwischen der Wurzel aus der mittleren Wandversetzungsdichte und der lokalen Wandspannung (Bild 5.11) zeigt zwar, dass tatsächlich wegen des Auftretens eines spannungsunabhängigen Terms  $\rho_0^{1/2}$  in Gleichung (5.4) keine einfache Beschreibung im Sinne eines Taylor-Gitters für die ermüdungstypische Versetzungsanordnung möglich ist, jedoch sollte der erhaltene Parameter  $\alpha_w \approx 0,3$  neben allen anderen bereits angeführten Argumenten auch für die Interpretation der lokalen Spannung als Fließspannung sprechen.

### → Mesoskopische Strukturlängen und Abschneideradien

Abschließend sollen in diesem Abschnitt die Ergebnisse der Analyse der BBP bezüglich der äußeren effektiven Abschneideradien  $R_{\text{eff,loc}}$  für die Reichweite des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnungen in den mesoskopischen Strukturelementen von Matrix- und PGB-Struktur diskutiert werden. Sie wurden durch Auswertung des Verhaltens der Fourierkoeffizienten der, den PR und DR zuzuordnenden, Partialprofile gemäß Gleichung (3.73) bis (3.76) berechnet. In Bild 5.18 a) sind die mesoskopisch lokalen, effektiven Abschneideradien sowie die Strukturlängen PGB-Kanalweite und -Wanddicke (nach [44][231]) in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Ähnlich wie für die Zellstruktur nach Zugverformung tritt eine bemerkenswerte Übereinstimmung zwischen den Abschneideradien und den Strukturlängen auf. Für die versetzungsreichen Matrix-Bündel und PGB-Wände betragen die  $R_{\text{eff,B}}$ - und  $R_{\text{eff,W}}$ -Werte unabhängig von der Temperatur im Mittel  $(170 \pm 50)\text{nm}$ , was genau dem mittleren Wert für die PGB-Wanddicke  $d_w$  entspricht, der ebenfalls für alle untersuchten Temperaturen konstant ist. Damit liegt  $R_{\text{eff,DR}}$  um etwa einen Faktor 30 über der mittleren Dipolhöhe und um mindestens eine Größenordnung über der maximalen Dipolhöhe in Bündeln und Wänden. Das bedeutet, dass die Reichweite des Verzerrungsfeldes, welches das den DR zuzuordnende Partialprofil beeinflusst, von mesoskopischer Dimension ist und im Rahmen eines 2-Komponenten-Modells mit den geometrisch notwendigen Versetzungen an den Grenzen der DR korreliert werden kann. Dass der Wert von  $R_{\text{eff,B}} \approx 170\text{nm}$  auch für die Bündel der Matrix zutrifft, könnte ein Hinweis auf die Möglichkeit der Transformation von Matrix-Bündeln in „Elementareinheiten“ mit dieser Abmessung in Gleitrichtung sein. Ein solches Konzept wird beispielsweise in dem statisch-dynamischen Modell von Pedersen verfolgt [88][264].

Wenn man den Argumenten von Brown [92] folgt mit den Annahmen, dass jede kristallographische Gleitebene im Abstand  $d_{111}$  genau eine Versetzung enthalten sollte und die minimale Dipolhöhe der temperaturunabhängigen kritischen Höhe für die Umwandlung eines Dipols aus primären Versetzungen in faulted dipoles entspricht, so lässt sich die Wanddicke abschätzen zu  $d_w \approx 6 h_{\text{min}}^2 / d_{111} = \text{konst.}$  Die Übereinstimmung von  $R_{\text{eff,DR}}$  mit  $d_w$  kann damit als ein Bindeglied zwischen dem 2-Komponentenmodell und dem Modell der statistisch deformierbaren PGB-Wand aufgefasst werden.

Die Abschneideradien für Matrix- und PGB-Kanäle  $R_{\text{eff,K}}$  bzw.  $R_{\text{eff,C}}$  stimmen bei 77 und 293K in etwa mit der PGB-Kanalweite  $d_c$  überein. Für höhere Temperaturen ist  $d_c$  deutlich

größer als der Abschneideradius für die Matrix-Kanäle von etwa  $2\mu\text{m}$ , der wiederum über dem Wert für die Abschneideradien der PGB-Kanäle von ca.  $1\mu\text{m}$  liegt. In jedem Fall hat  $R_{\text{eff,PR}}$  wieder mesoskopische Dimension und kann nicht auf die um etwa 2 Größenordnungen geringere Höhe der in den versetzungsarmen Gebieten beobachteten Dipole zurückgeführt werden.

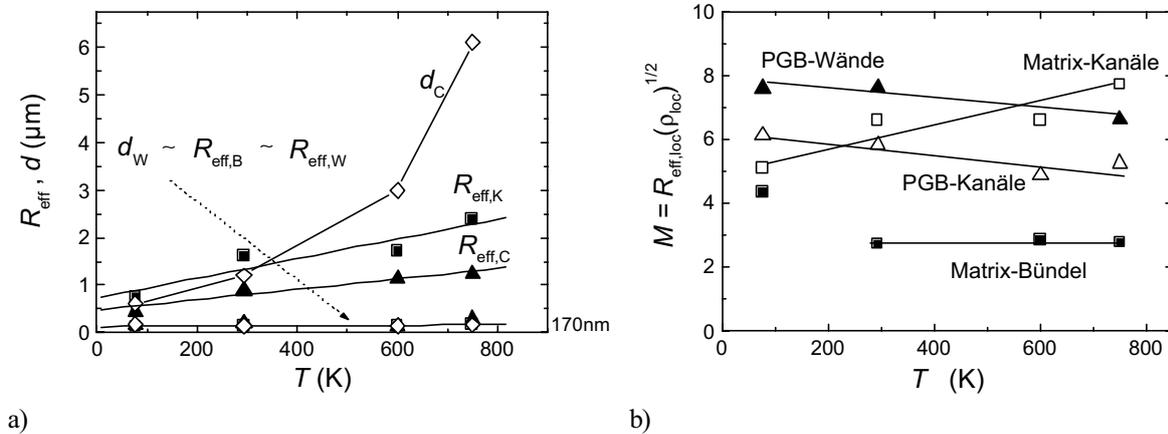


Bild 5.18: Abhängigkeit der effektiven, mesoskopisch lokalen Abschneideradien für PGB- (?) und Matrix-Struktur (■) sowie der PGB-Kanalweiten und –Wanddicken (?) von der Temperatur (a) und Abhängigkeit des  $M$ -Parameters (nach Wilkens [139]) der mesoskopischen Strukturelemente von der Temperatur (b).

Das Bild 5.18 b) zeigt den aus den lokalen Abschneideradien und Versetzungsdichten berechneten Parameter  $M$  nach Wilkens [139]. Für PGB-Wände und -Kanäle sowie für Matrix-Kanäle wird ein von der Temperatur nur wenig abhängender, gemeinsamer Wert von etwa  $6,5 \pm 1$  gefunden, was auf einen ausgeprägt weitreichenden Charakter des Verzerrungsfeldes hinweist. Allein für die Matrix-Bündel bei  $T \geq 293\text{K}$  wird ein signifikant geringerer  $M$ -Parameter gemessen, der der ausgeprägten Dipolkonfiguration in den Bündeln ohne bzw. mit nur geringen mesoskopischen Eigenverzerrungen entspricht.

Insgesamt unterstützen die Ergebnisse für die mesoskopisch lokalen Abschneideradien die Aussagen über die Existenz mesoskopisch weitreichender Eigenverzerrungen bzw. -spannungen. Darüber hinaus ist das Ergebnis  $R_{\text{eff,loc}} \approx d_{\text{loc}}$  konsistent mit einer der Grundannahmen für die Auswertung der BBP, die die Übereinstimmung von mesoskopischen Strukturelementen mit den kohärent streuenden Bereichen voraussetzt.

An dieser Stelle soll erwähnt werden, dass es insbesondere für die Matrix-Struktur mit einem hohen Volumenanteil an versetzungsdichten Gebieten hoher Dipoldichte nicht möglich ist, die Gesamtversetzungsdichte und einen mittleren Abschneideradius aus einer geschlossenen Analyse des gesamten BBP nach dem von Wilkens in [139] vorgeschlagenen Algorithmus zu ermitteln. Man erhält für das Gesamtprofil  $M$ -Parameter, die deutlich kleiner als 0,5 sind und die damit eine physikalisch sinnvolle Analyse des BBP unmöglich machen, da die Theorie nur für Versetzungsanordnungen mit Reichweiten des Verzerrungsfeldes größer als ein Drittel des mittleren Dipolabstands, d.h. für  $M > 0,47$  entwickelt wurde. Die vorgeschlagene Zerlegung der BBP in zwei Partialprofile, die die mittleren Eigenschaften von PR und DR als mesoskopische Strukturelemente widerspiegeln, lässt sich dagegen für alle betrachteten Verformungszustände problemlos ausführen und führt zu physikalisch plausiblen Ergebnissen.

### 5.1.2.2 Zur Abhängigkeit röntgenographisch ermittelbarer Mikrostrukturparameter von der kristallographischen Orientierung der Lastachse

Die Zyklischen Spannungs-Dehnungskurven für Ni-Einkristalle, die bei Raumtemperatur einer symmetrischen Zug-Druck-Wechselverformung mit konstanter Amplitude  $\epsilon_{pa}$  der plastischen Dehnung bis zur mechanischen Stabilisierung bei einer Sättigungsspannungsamplitude  $\sigma_{as}$  unterworfen wurden, hängen in charakteristischer Weise von der kristallographischen Orientierung der Lastachse ab. Bild 5.19 enthält neben eigenen Messwerten auch Daten von Mecke und Blochwitz [30] sowie Buque [266], die von Schwab und Holste in [99] zusammengestellt wurden. Für die eckorientierten EK sind die Abweichungen der Lastachse von der Idealrichtung  $[\bar{1}11]$ ,  $[001]$  bzw.  $[011]$  bei allen Proben kleiner als  $6^\circ$ .

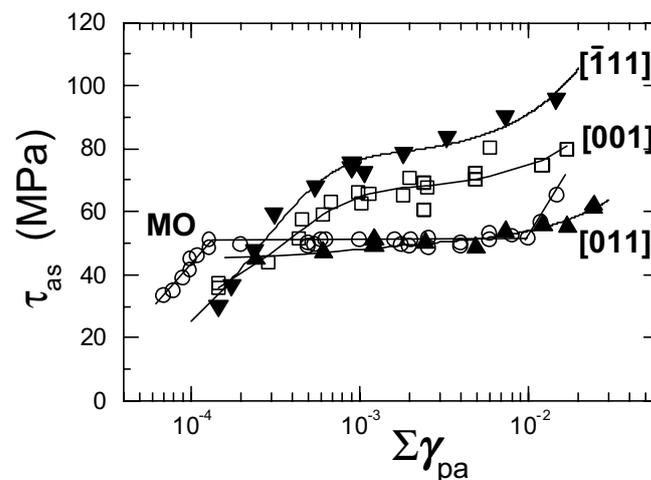


Bild 5.19: ZSD-Kurven von Ni-Einkristallen mit unterschiedlicher kristallographischer Orientierung der Lastachse, die bei Raumtemperatur mit konstanter Amplitude der plastischer Dehnung bis zur mechanischen Stabilisierung verformt wurden. ( $\blacktriangledown$ :  $[\bar{1}11]$ -,  $\square$ :  $[001]$ -,  $\circ$ : MO-,  $\blacktriangle$ :  $[011]$ -Orientierung)

Dabei wurde die Schubspannungsamplitude  $\tau_{as}$  in der Sättigung aus dem Schmid-Faktor  $\mu$  des primären bzw. der Gleitsysteme mit maximalem  $\mu$  berechnet mit  $\tau_{as} = \sigma_{as} \mu$ . Die Größe  $\Sigma\gamma_{pa} = \epsilon_{pa} / \mu$  ist damit streng genommen als die Summe der gleich großen plastischen Scherdehnungsamplituden auf den  $n$  aktiven Gleitsystemen zu interpretieren. Zur Unterscheidung der Proben hinsichtlich der kristallographischen Richtung ihrer Lastachsen bezogen auf das stereographische Standarddreieck wird im Weiteren kurz geschrieben MO für Lastachsen innerhalb des Dreiecks,  $[\bar{1}11]$  für die Richtung  $[\bar{1}11]$  sowie  $[001]$  und  $[011]$  für die entsprechenden Ecken des Standarddreiecks. Das Bild 5.19 zeigt für die MO-EK die schon diskutierte 3-Bereichseinteilung der ZSD mit dem Plateau. Die Messwerte für die  $[001]$ -,  $[011]$ - und  $[\bar{1}11]$ -EK wurden durch Funktionen vom Voce-Typ [267] angefitet.

Ähnlich wie für MO-EK tritt für  $[011]$ -EK ein Plateau in der ZSD etwa zwischen  $2,5 \times 10^{-4} \leq \Sigma\gamma_{pa} \leq 5 \times 10^{-3}$  auf, wobei die Plateauspannung mit  $\tau_p \approx 48$  MPa etwa der von MO-EK entspricht. Vor allem im Bereich mittlerer  $\Sigma\gamma_{pa}$ -Werte liegen die Spannungsamplituden  $\tau_{as}$  von  $[\bar{1}11]$ -EK deutlich über den Messwerten von  $[001]$ -EK und diese wieder über denen von MO- und  $[011]$ -EK. Ein plateauähnliches Verhalten der ZSD von  $[001]$ - und  $[\bar{1}11]$ -EK wird nicht beobachtet.

Unabhängig von der Orientierung bilden sich in allen EK nach zyklischer Verformung Anordnungen scharf voneinander abgegrenzter Bereiche hoher und geringer Versetzungsdichte heraus, wobei der Typ der Anordnung (kurz: Strukturtyp) von der Richtung der Lastachse abhängt. Die Versetzungsstrukturen in [011]-EK ähneln sehr denen von MO-EK. Für Amplituden am Anfang des Plateaus wird eine 2-Phasenstruktur aus Matrix- und PGB-ähnlichen Versetzungsanordnungen beobachtet. Bei größeren Amplituden tritt vorrangig eine Wandstruktur aus langgestreckten und kürzeren Versetzungswänden auf, während es bei großen  $\Sigma\gamma_{pa} > 1 \times 10^{-2}$  zur Bildung von Zellstrukturen kommt [266]. Die Kanalweite in der Wandstruktur beträgt  $d_{C[011]} = 0,9 \mu\text{m}$ , die Wanddicke etwa  $0,2 \mu\text{m}$ , wobei die Strukturlängen aus REM-Aufnahmen im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen bestimmt wurden. Ein direkter Nachweis der Persistenz sowie eine experimentelle Überprüfung der Stärke der Verformungslokalisation in den PGB-ähnlichen Strukturen steht bisher noch aus.

Die Versetzungsanordnung in [001]-EK kann ganz allgemein als labyrinthartig bezeichnet werden [208]. Typischerweise treten versetzungsarme Kanäle auf, die sich bei geeigneter Beobachtungsrichtung in zwei zueinander senkrecht liegenden Richtungen kreuzen. Die versetzungsdichten Gebiete weisen einen rechteckigen, teilweise auch quadratischen Querschnitt auf. Die mittlere Kanalweite  $d_{C[001]}$  beträgt zwischen  $0,5 \mu\text{m}$  und  $0,8 \mu\text{m}$  unabhängig von  $\Sigma\gamma_{pa}$ . Mit zunehmender Verformungsamplitude „kondensieren“ die DR zu dünneren Wänden [30], [208] die parallel zu  $\langle 001 \rangle$ -Richtungen ausgerichtet sind.

In  $[\bar{1}11]$ -EK treten vorrangig langgestreckte, parallel liegende Versetzungswände auf [266]. Diese Wände liegen senkrecht zur Belastungsrichtung und haben damit eine Normalenrichtung  $[\bar{1}11]$ . Die mittlere Kanalweite beträgt  $0,35 \mu\text{m}$  für  $\Sigma\gamma_{pa} = 7 \times 10^{-3}$ , die Wanddicke  $0,15 \mu\text{m}$ . Auch in  $[\bar{1}11]$ -EK „kondensieren“ die versetzungsdichten Wände mit wachsender Verformungsamplitude.

#### a) Phänomenologische Profilparameter

Unter Einbeziehung von Messdaten an MO-EK und [001]-EK aus [174] zeigt Bild 5.20 die Abhängigkeit der phänomenologischen Profilparameter  $B$ ,  $F$  und  $\vartheta_a$  in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  für MO- und eckorientierte Ni-EK im Stadium der mechanischen Stabilisierung. Die Messpunkte stellen wieder Mittelwerte dar für die an einer Probe in unterschiedliche Messrichtungen gemessenen BBP vom Reflextyp 311. Da Vorzeichen und Betrag des Asymmetrieparameters wieder stark von der Messrichtung abhängen, wurde in Bild 5.20 c) für diesen Parameter die Mittelung nur über solche Reflexe vorgenommen, die auf einer Probenflächenfläche mit einer Normalen senkrecht zur Lastachse gemessen wurden, wobei die BBP an den Proben jeweils nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hystereschleife aufgenommen wurden.

Die Messwerte für die Halbwertsbreite  $B$  von MO- und [011]-EK sowie von [111]- und [001]-EK stimmen im betrachteten Amplitudenbereich jeweils nahezu überein. Es ist bemerkenswert, dass ab  $\Sigma\gamma_{pa} > 10^{-3}$  nicht nur für die [111]- und [001]-EK, sondern auch für die MO- und [011]-EK eine stetige Zunahme der Halbwertsbreite mit  $\Sigma\gamma_{pa}$  beobachtet wird, obwohl hier die Sättigungsspannung wegen des ZSD-Plateaus konstant ist. Der Formparameter ist, unabhängig von der Kristallorientierung, mit  $F \approx 1,6$  hoch für Amplituden  $\Sigma\gamma_{pa} < 10^{-3}$  und nimmt dann in einem kleinen Amplitudenbereich ab auf einen Wert von  $F \approx$

1,35, der danach wiederum nicht signifikant von der Orientierung und von  $\Sigma\gamma_{pa}$  abhängt. Dieses Verhalten des Formparameters ist eng korreliert mit dem des Volumenanteils  $f_{DR}$  versetzungsdichter Gebiete, der in ähnlicher Weise von  $\Sigma\gamma_{pa}$  abhängt (Bild 5.20 d).

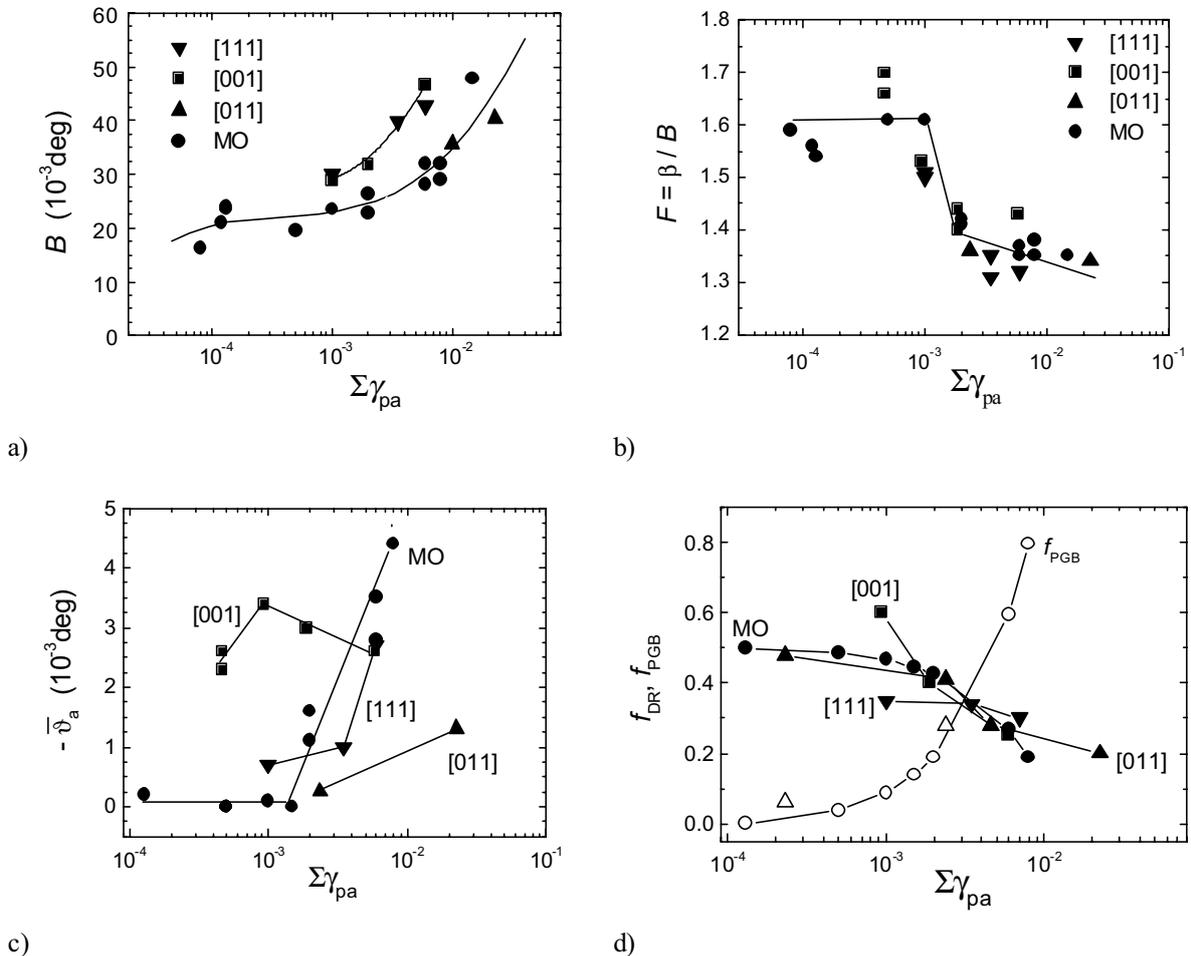


Bild 5.20: Abhängigkeit phänomenologischer Profilparameter von BBP vom Reflex-Typ 311 von der Ableitungsamplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  für MO- und eckorientierte Ni-EK: (a) Halbwertsbreite  $B$ , (b) Formparameter  $F$ , (c) Asymmetrieparameter  $\bar{\vartheta}_a$  sowie (d) des Volumenanteils  $f_{DR}$  versetzungsdichter Gebiete und  $f_{PGB}$  von Versetzungsanordnungen mit PGB-Leiternstruktur.

Das Verhalten des Asymmetrieparameters für MO-EK ist bereits ausführlich diskutiert worden. Der Betrag von  $\vartheta_a$  steigt deutlich mit dem PGB-Volumenanteil an. Für [001]-EK ist die Profilsymmetrie bereits bei kleinen Verformungsamplituden hoch und ändert sich dann nur wenig, obwohl der Volumenanteil der DR in der Labyrinthstruktur abnimmt. Bei [111]-EK mit der ausgedehnten Wandstruktur steigt der Betrag von  $\vartheta_a$  deutlich mit wachsender Verformungsamplitude an, während für [011]-EK auch bei relativ großen Amplituden die Asymmetrie der BBP nur schwach ausgeprägt ist, obwohl PGB-ähnliche Leiternstrukturen gebildet werden.

#### b) Aktive Gleitsysteme

Für die quantitative Analyse der BBP ist es erforderlich, für alle Probenorientierungen und Verformungsamplituden die für die Ermittlung der mesoskopischen Eigenspannungen

und mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten notwendigen Parameter  $K_\gamma$  sowie  $C_{PR}$  und  $C_{DR}$  zu bestimmen. Diese hängen bei gegebener  $[hkl]$ -Messrichtung davon ab, in welchen  $n$  Gleitsystemen und mit welcher Stärke die plastische Verformung mesoskopisch heterogen verläuft bzw. in welchen Gleitsystemen überhaupt Versetzungen gebildet werden.

Gestützt auf die Ergebnisse bei Zugverformung von MO- und [001]-EK (s. Tabelle 5.1) wird hier für die Berechnung von  $K_\gamma$  erstens angenommen, dass die plastische Verformung in denjenigen Gleitsystemen mesoskopisch heterogen verläuft, denen jeweils die größten Schmid-Faktoren zuzuordnen sind. Zum zweiten wird vorausgesetzt, dass die Beiträge aller aktivierten Gleitsysteme  $j$  bei der Überlagerung der zugehörigen Eigenverzerrungen  $\varepsilon_{12,j}$  im primären Gleitsystem gleich groß sind, d.h.  $\varepsilon_{12,j} / \varepsilon_{12,j}^{\max} = 1$ . Die Anzahl  $n$  aktivierter Gleitsysteme, sortiert nach ihren  $\mu$ -Faktoren, kann dann analog zu dem Vorgehen in [173] aus der Anwendung eines Minimum-Prinzips für die Summe  $S_K$  der Abweichungsquadrate der Eigenspannungen  $\tau_{PR}^{E(i)}(n)$  von der mittleren Eigenspannung  $\overline{\tau_{PR}^E}(n)$  nach Gleichung (5.9) erfolgen. Die Anzahl  $n$  der, die experimentellen Werte am besten anfitenden, Systeme berechnet man mit Hilfe von

$$S_K = \sum_i \left[ -\frac{2G\pi}{180^\circ \tan \vartheta_0} \frac{\vartheta_a^{(i)}}{K_\gamma^{(i)}(n)} - \overline{\tau_{PR}^E}(n) \right]^2 = \sum_i \left[ \tau_{PR}^{E(i)}(n) - \overline{\tau_{PR}^E}(n) \right]^2. \quad (5.9)$$

Dabei ist  $\vartheta_a^{(i)}$  der Asymmetrieparameter des  $i$ -ten BBP und  $K_\gamma^{(i)}(n)$  der bei Aktivierung der ersten  $n$  Gleitsysteme der  $i$ -ten Messrichtung zuzuordnende Parameter, der mit Hilfe von Gleichung (3.81) berechnet werden kann. Die Schubspannung  $\overline{\tau_{PR}^E}(n)$  in den versetzungsarmen Gebieten ist der Mittelwert der Eigenspannungen  $\tau_{PR}^{E(i)}(n)$ , die man für alle  $i$  BBP bei gegebener Anzahl von  $n$  aktivierten Gleitsystemen nach Gleichung (3.84) aus  $\vartheta_a^{(i)}$  und  $K_\gamma^{(i)}(n)$  erhält.

Für die Bestimmung der  $C$ -Faktoren wird ganz ähnlich vorgegangen. Fasst man die Gleichungen (3.74) und (3.76) als Geradengleichungen in der Form  $\Omega(\ln L)$  bzw.  $\Lambda(\ln L)$  für die Fourierkoeffizienten der den PR und DR zugeordneten Partialprofile mit den Anstiegen  $m_{PR}$  bzw.  $m_{DR}$  auf, wobei gilt  $m = -\rho(gb)^2 \pi C/2$ , so ergibt sich die Anzahl  $n$  der Gleitsysteme, auf denen Versetzungen vorliegen, aus der minimalen Summe  $S_C$  mit

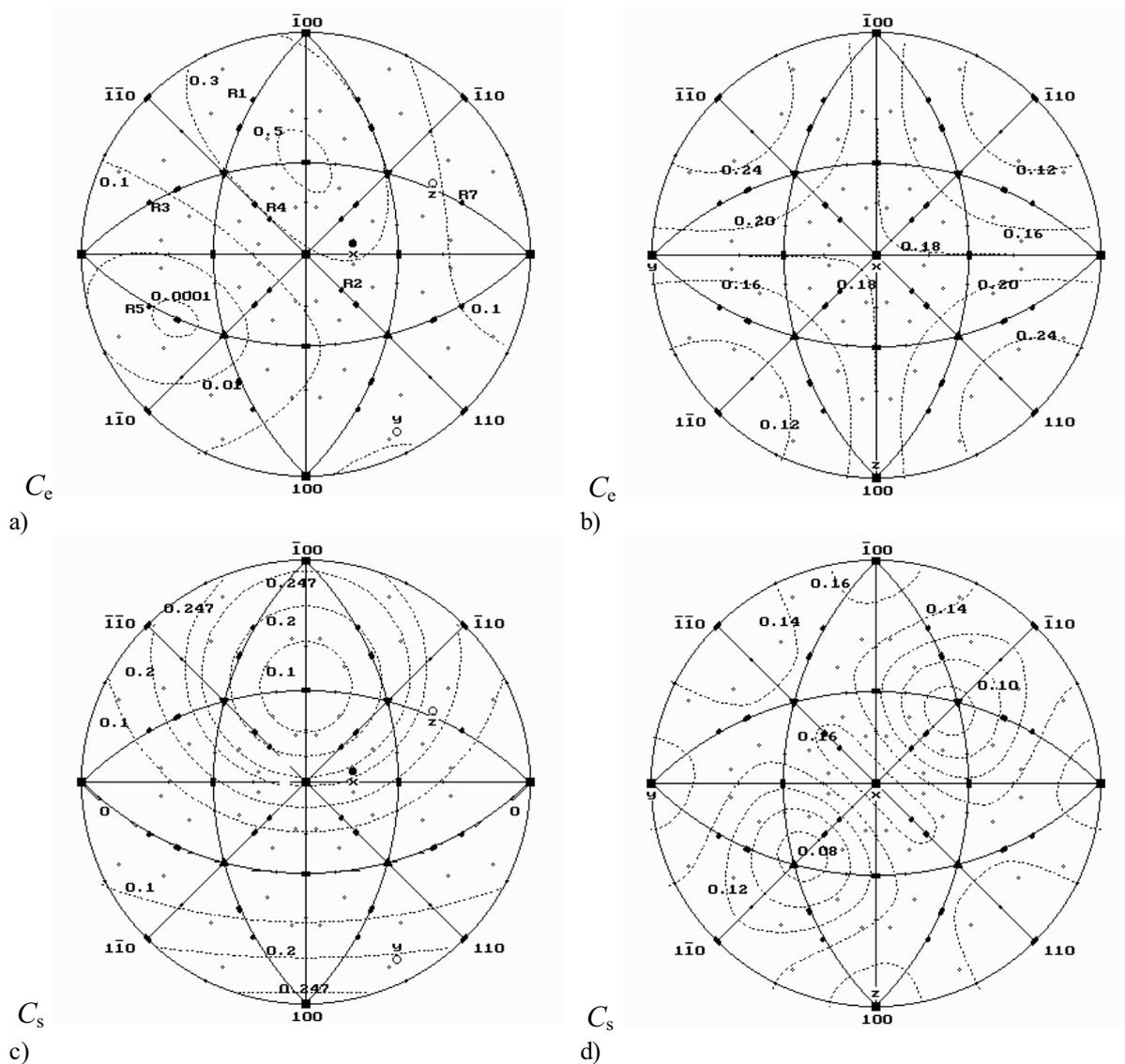
$$S_C = \sum_i \left[ -\frac{2}{(gb)^2 \pi} \frac{m_{PR,DR}^{(i)}}{C_{PR,DR}^{(i)}(n)} - \overline{\rho_{PR,DR}}(n) \right]^2 = \sum_i \left[ \rho_{PR,DR}^{(i)}(n) - \overline{\rho_{PR,DR}}(n) \right]^2. \quad (5.10)$$

Die Anstiege  $m_{PR}$  bzw.  $m_{DR}$  ergeben sich aus einem linearen Fit der Funktionen  $\Omega(\ln L)$  bzw.  $\Lambda(\ln L)$  für das  $i$ -te BBP.  $C_{PR,DR}^{(i)}(n)$  ist der Kontrastfaktor, der bei Aktivierung der ersten  $n$  Gleitsysteme der  $i$ -ten Messrichtung zugeordnet wird und für  $n = 1$  mit Hilfe der Gleichungen (3.40) und (3.41) in elastisch isotroper Behandlung oder mit (3.44) in anisotroper Behandlung berechnet werden kann. Liegen Sätze von Versetzungen auf  $n$  verschiedenen Gleitsystemen vor, so ist Gleichung (3.45) für die Mittelung der Faktoren anzuwenden. Die Versetzungsdichten  $\overline{\rho_{PR,DR}}(n)$  für die PR bzw. DR sind dann die Mittelwerte

der Versetzungsdichten  $\rho_{\text{PR,DR}}^{(i)}(n)$ , die man für alle  $i$  BBP bei gegebener Anzahl von  $n$  aktivierten Gleitsystemen nach Gleichung (3.74) bzw. (3.76) jeweils aus  $m_{\text{PR,DR}}^{(i)}$  und den Kontrastfaktoren  $C_{\text{PR,DR}}^{(i)}(n)$  erhält.

Die folgende Grafik zeigt exemplarisch für  $n=1$  (Bild 5.21a,c,e) und  $n=12$  (Bild 5.21 b,d,f), wie sich die Belegung von Gleitsystemen mit Versetzungen auf die, Stufen- und Schraubenversetzungen zuzuordnenden, Parameter  $C_c$  und  $C_s$  sowie auf  $K\gamma$  auswirkt.

Während sowohl in elastisch isotroper als auch in anisotroper Betrachtung jeweils die Mittelwerte für die Parameter  $C_c$  und  $C_s$  über alle  $hkl$ -Reflexe eines Reflextyps (s. Gleichung (3.48) und Tabelle 3.3) unabhängig davon sind, welche, wie viele und wie stark die einzelnen Systeme jeweils mit Stufen- und Schraubenversetzungen belegt sind, hängen bei Einkristalluntersuchungen die für die Auswertung eines BBP einer speziellen  $[hkl]$ -Messrichtung erforderlichen Parameter empfindlich von den beteiligten Gleitsystemen ab, wie man aus den Isolinienbildern für die drei Parameter in Bild 5.21 erkennen kann.



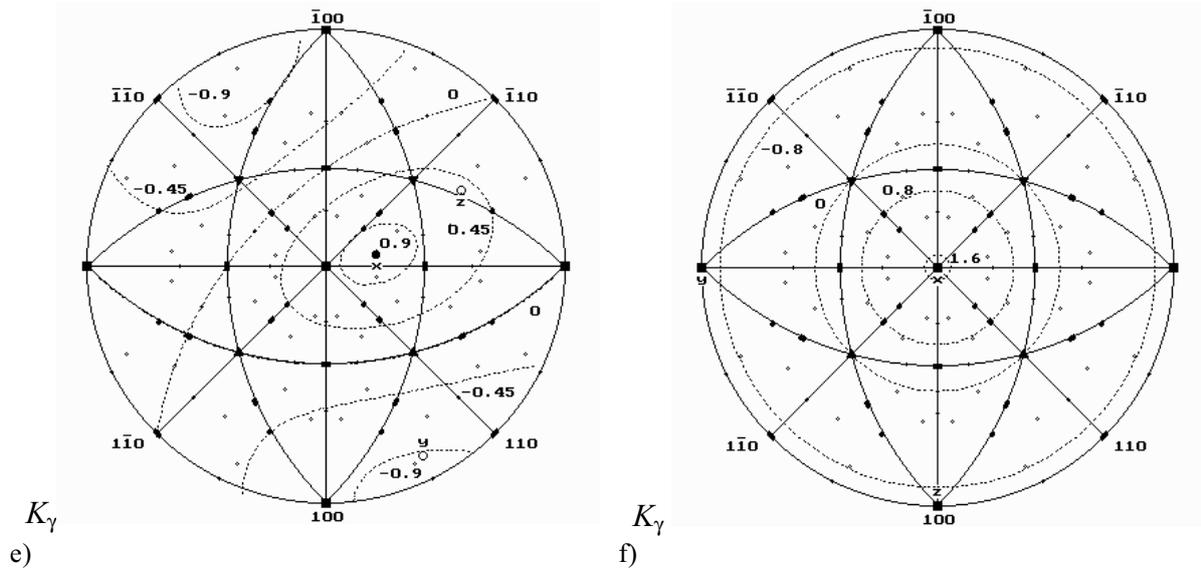


Bild 5.21: Stereographische Projektion von Isolinenbildern für die Parameter  $C_e$  (a),  $C_s$  (c) und  $K_\gamma$  (e) in elastisch isotroper Näherung für einen MO-EK, in dem nur Versetzungen im primären Gleitsystem  $(111)\langle 101 \rangle$  vorliegen sowie für die Parameter  $C_e$  (b),  $C_s$  (d) und  $K_\gamma$  (f) in elastisch isotroper Näherung für einen  $[001]$ -orientierten EK mit Versetzungen in den 12 symmetrischen Gleitsystemen; das  $x$ - $y$ - $z$ -Probenkoordinatensystem ist in allen Abbildungen eingezeichnet; die Parameterwerte sind unmittelbar den gestrichelt gezeichneten Isolinen angefügt; die Abbildung a) enthält zusätzlich die Lage von mit R1 – R7 bezeichneten Reflexen vom Typ 311 (s. Tabelle 9.1, Tabelle 9.2).

Im Allgemeinen wird durch das Auftreten von Versetzungen in mehr als einem Gleitsystem der Wertebereich für die Parameter  $C_e$  und  $C_s$  eher eingeschränkt. So kann  $C_e$  bei einer Poissonzahl von 0,31 in isotroper Näherung Werte zwischen 0 und 0,538 annehmen und der Parameter  $C_s$  Werte zwischen 0 und 0,25, wenn nur primäre Versetzungen vorliegen (Bild 5.21 a) und b)). In dem in Bild 5.21 b) und d) betrachteten Fall von 12 Gleitsystemen schwankt  $C_e$  je nach Messrichtung zwischen 0,101 und 0,26 und  $C_s$  zwischen 0,071 und 0,167.

Für den Parameter  $K_\gamma$  tritt eher eine Vergrößerung des Wertebereichs ein, wenn die plastische Verformung auf mehr als dem primären Gleitsystem heterogen verläuft. So nimmt  $K_\gamma$  Werte zwischen -1 und 1 für das primäre Gleitsystem an (s. Abschnitt 3.3.2.1). Ist die plastische Verformung beispielweise auf allen 12 Gleitsystemen gleich heterogen, so liegen die  $K_\gamma$ -Werte, die die elastische Dehnung in Messrichtung mit der mesoskopischen Eigendehnung im primären Gleitsystem korrelieren, zwischen -0,816 und 1,633.

In einer elastisch anisotropen Betrachtung verstärkt sich der Effekt der Messrichtungsabhängigkeit der Versetzungskontrastparameter  $C_e$  und  $C_s$  noch mehr, da sich bereits die Mittelwerte  $\overline{C_e}$  und  $\overline{C_s}$  für Stufen- und Schraubenversetzungen über alle  $[hkl]$ -Messrichtungen der einzelnen  $hkl$ -Reflextypen stärker voneinander unterscheiden. Allerdings hängen die Ergebnisse dieser nur numerisch ausführbaren Rechnungen von den verwendeten elastischen Konstanten sowie von der numerischen Methode ab.

Bild 5.22 zeigt in Abhängigkeit vom Kehrwert des Netzebenenabstands  $d_0$  der  $hkl$ -Netzebenen die Mittelwerte  $\overline{C_e}$  und  $\overline{C_s}$  für Stufen- und Schraubenversetzungen in Ni, die unter Verwendung der elastischen Konstanten nach [176] und [263] mit Hilfe des Programms Anizc [147] sowie nach den phänomenologischen Beziehungen in [146] berechnet wurden.

Je nach numerischer Methode und der Größe der elastischen Konstanten sind für Reflexe vom Typ 311 im Mittel die Parameter  $C_e$  in elastisch anisotroper Betrachtung gegenüber denen in isotroper Näherung etwa 15%, und die Parameter  $C_s$  etwa 30% größer. Für die Berechnung der messrichtungsabhängigen Werte  $C_e$  und  $C_s$  für Reflexe vom Typ 311 ist damit der Einfluss der elastischen Anisotropie geringer als der Einfluss der Anzahl und der Art aktiver Gleitsysteme. Zudem zeigte sich, z.B. an MO-EK mit PGB-Struktur, dass die Messrichtungsabhängigkeit der Profilverbreiterung nicht so ausgeprägt ist, wie man bei anisotroper Betrachtung von auf dem primären Gleitsystem statistisch verteilten Stufen- und Schraubenversetzungen erwarten würde.

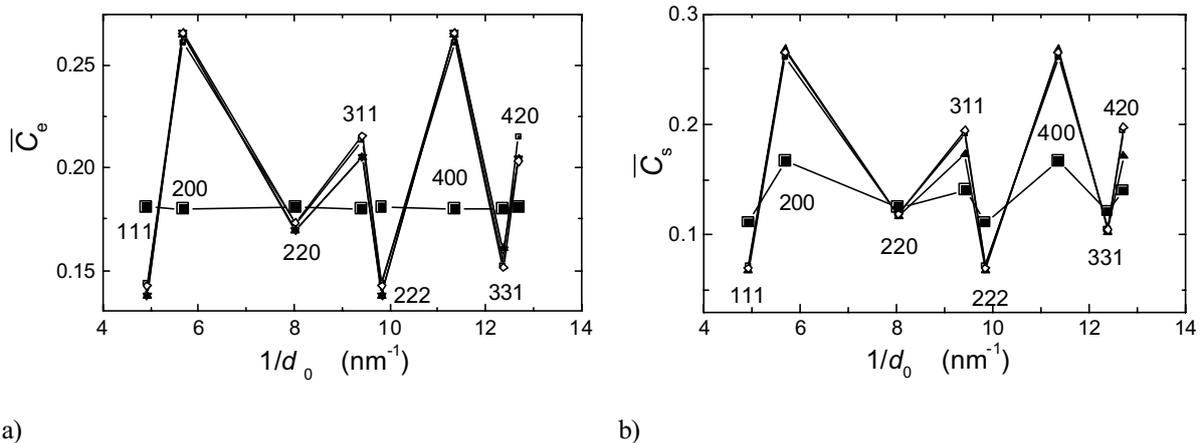


Bild 5.22: Mittlere Kontrastfaktoren  $\overline{C_e}$  (a) und  $\overline{C_s}$  (b) für Stufen- und Schraubenversetzungen in Ni in Abhängigkeit vom Kehrwert des Netzebenenabstands  $d_0$ . ■... elastisch isotrop mit Poissonzahl  $\nu=0,31$ , anisotrope Rechnung mit Pogramm Anizc [147] und elastischen Konstanten nach [176](■) und [263](◇) sowie nach phänomenologischen Gleichungen für anisotrope Rechnungen und elastischen Konstanten nach [176](▲) und [263](▽).

Bei der Ermittlung der aktiven Gleitsysteme wurde deshalb zunächst die Anzahl  $n$  der aktiven Gleitsysteme mit den höchsten Schmid-Faktoren nach Gleichung (5.9) aus der Asymmetrie der in einem Zustand der EK-Probe gegebener Orientierung gemessenen BBP bestimmt, da die Erhöhung der Anzahl  $n$  die Messrichtungsabhängigkeit der Profilsymmetrie noch erhöhen und damit einen stärkeren Messeffekt hervorrufen sollte. Wenn eine genügende Anzahl hinreichend asymmetrischer BBP vorlagen, lieferte diese Anzahl  $n$  zugleich immer die kleinste Summe  $S_C$  nach Gleichung (5.10) in elastisch isotroper Näherung, so dass für alle an der Probe gemessenen BBP die Parameter  $C_{PR}$  und  $C_{DR}$  berechnet werden konnten, die zur Bestimmung der absoluten Versetzungsdichten notwendig sind. Wenn Probenzustände untersucht wurden, in denen keine Profilsymmetrie auftrat, so wurde die Anzahl  $n$  aktiver Gleitsysteme allein aus der Anwendung der Gleichung (5.10) mit elastisch isotropen  $C$ -Faktoren bestimmt. Bis auf die MO-EK mit reiner PGB-Struktur, für die der beste Fit  $n = 1$ ,  $C_{PR}^{(i)} = C_s^{(i)}$  und  $C_{DR}^{(i)} = C_e^{(i)}$  lieferte, ergab sich für alle anderen Probenzustände  $C_{PR}^{(i)} = C_{DR}^{(i)} = (C_e^{(i)} + C_s^{(i)})/2 = \overline{C^{(i)}}$  bei  $n > 1$ . Die Verwendung der, im Vergleich zur elastisch anisotropen Rechnung, kleineren  $C$ -Faktoren in isotroper Behandlung trägt indirekt wieder der sonst auftreten Unterschätzung der Versetzungsdichte Rechnung, die sich aus der Vernachlässigung von faulted dipoles ergeben würde, deren Auftreten man für alle Kristallorientierungen erwarten kann. Der aus diesem Vorgehen resultierende Fehler für mesoskopische Eigenspannungen und Versetzungsdichten wird auf insgesamt etwa 25% abgeschätzt. Die Tabelle 9.3 im Anhang gibt eine Übersicht über die Anzahl  $n$  aktiver Gleit-

systeme mit den höchsten Schmidfaktoren  $\mu^{(j)}$ , die jeweiligen Gleitebenen und Gleitrichtungen für die untersuchten ermüdeten MO- und eckorientierten EK sowie über die Parameter  $K_\gamma^{(i)}(n)$  und die Kontrastfaktoren  $C_e^{(i)}(n)$  und  $C_s^{(i)}(n)$  der untersuchten  $[hkl]$ -Reflexe.

Wie aus Symmetriegründen erwartet, wurden für [001]-orientierte Einkristalle 4 aktive Gleitsysteme gefunden. Für die [011]-EK erhält man im betrachteten Amplitudenbereich für den besten Fit  $n = 3$ . Es kann nicht ausgeschlossen werden, dass dies durch eine Abweichung der Lastachse der Proben von der idealen [011]-Richtung um etwa  $3^\circ$  bzw.  $5^\circ$  verursacht wird, und man deshalb nicht die Aktivierung der 4 gleichberechtigten Systeme findet. Für die Proben mit  $[\bar{1}11]$ -Orientierung erhält man im Bereich kleiner Amplituden  $n = 5$  und für größere Amplituden  $n = 4$ , obwohl die Abweichung der Lastachsen der untersuchten EK-Proben weniger als  $2^\circ$  von der idealen  $[\bar{1}11]$ -Richtung betrug und man damit die Aktivierung von 6 Gleitsystemen hätte erwarten können.

### c) Mesoskopisch lokale Versetzungsdichten und Eigenspannungen

Mit den auf die oben beschriebene Weise ermittelten Kontrastfaktoren  $C_{PR}^{(i)}$  und  $C_{DR}^{(i)}$  sowie unter Verwendung der zugehörigen Volumenanteile  $f_{DR}$  versetzungsdichter Gebiete wurden für alle EK unterschiedlicher Orientierung die mesoskopisch lokalen und mittleren Versetzungsdichten analog zu dem bei MO-EK angewendeten Algorithmus durch Analyse der Fourierkoeffizienten der gemessenen BBP berechnet. Bild 5.23 zeigt  $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$  und  $\rho$  in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$ .

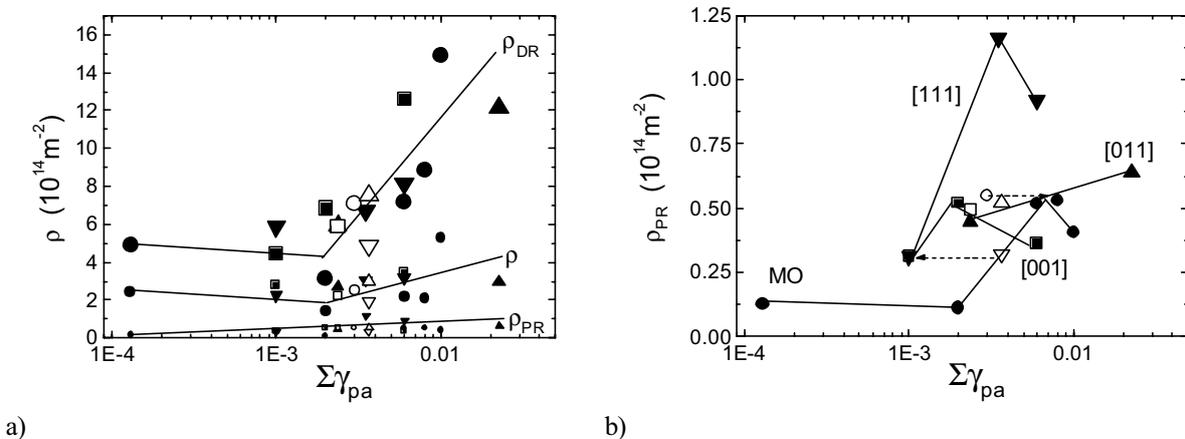


Bild 5.23: Überblick über die mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$  (kleine Symbole),  $\rho_{DR}$  (große Symbole) und die totale Versetzungsdichte  $\rho$  (mittelgroße Symbole) in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  (a) sowie vergrößerte Darstellung von  $\rho_{PR}(\Sigma\gamma_{pa})$  (b) für verschieden orientierte Ni-EK (●: MO-EK, ■: [001]-EK; ▲: [011]-EK; ▼:  $[\bar{1}11]$ -EK); die offenen Symbole stehen für Versetzungsdichten, die an grobkristallinen Vielkristallen in einzelnen Kristalliten (single grain: SG) mit Lastachsen folgender Orientierung gemessen wurden: ? : MO-SG; □: [001]-SG; △: [011]-SG; ▽:  $[\bar{1}11]$ -SG); die Größe  $\Sigma\gamma_{pa}$  erhält man für die SG aus der äußeren plastischen Dehnungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  und dem Taylorfaktor  $M^{SG}$  des SG über  $\Sigma\gamma_{pa} = \epsilon_{pa} M^{SG}$  [199].

Die in Bild 5.23 a) eingezeichneten Kurven sollen nur der Veranschaulichung der Trends für die Verformungsamplitudenabhängigkeit der Versetzungsdichten dienen und resultieren nicht aus mathematischen Fitroutinen. Bei einer solchen groben Mittelung über alle EK-Orientierungen bzw. Versetzungsstrukturtypen steigt die Versetzungsdichte  $\rho_{DR}$  in den DR

mit der Abgleitamplitude an für  $\Sigma\gamma_{pa} > 1 \times 10^{-3}$ , wobei ab dieser Amplitude der Volumenanteil  $f_{DR}$  mit  $\Sigma\gamma_{pa}$  abnimmt (Bild 5.20 d). Für die Versetzungsdichte  $\rho_{PR}$  in den PR kann bei gegebener Kristallorientierung keine monotone Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  festgestellt werden (Bild 5.23 b). Es deutet sich an, dass  $\rho_{PR}$  für jeden Versetzungsstrukturtyp ein Maximum bei einer von der Probenorientierung abhängenden Amplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  annimmt. Es liegt deshalb nahe zu prüfen, ob unter Berücksichtigung der mesoskopischen Eigenspannungen für die EK unterschiedlicher Orientierung ähnliche systematische Zusammenhänge zwischen lokaler Versetzungsdichte und lokaler Spannung auftreten wie in MO-EK (s. Bild 5.11, Bild 5.16).

Zunächst wird dazu aus dem Asymmetrieparameter  $\vartheta_a^{(i)}$  der einzelnen BBP (Bild 5.20 c) und dem Parameter  $K_\gamma^{(i)}(n)$  (Tabelle 9.3) die mittlere mesoskopische Schubeigenspannung  $\tau_{PR}^E$  im primären Gleitsystem für die versetzungsarmen Gebieten nach Gleichung (3.84) berechnet und daraus mit Hilfe des Volumenanteils  $f_{DR}$  versetzungsdichter Gebiete mit der Mischungsregel (Gleichung (3.85)) die mittlere mesoskopische Schubeigenspannung  $\tau_{DR}^E$  in den DR. Das Bild 5.24 zeigt die mesoskopischen Eigenspannungen nach Entlastung der Proben vom Zugeckpunkt der mechanischen Hystereseschleife in Abhängigkeit von der Abgleitamplitudensumme  $\Sigma\gamma_{pa}$  und von der Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{as}$ . Die Abbildung zeigt, in Analogie zu den Abbildungen für PGB- und Matrixstruktur in Bild 5.13, zusätzlich die Abhängigkeit der lokalen Spannung  $\tau_{loc} = \tau_{loc}^E + \tau_{as}$  im Zugeckpunkt von der äußeren Schubspannungsamplitude  $\tau_{as}$ . Betont werden sollte hier nochmals, dass die unterschiedlichen Schubspannungsamplituden  $\tau_{as}$  für Matrix- und PGB-Struktur in Bild 5.13 durch Variation der Verformungstemperatur erreicht wurden, während für alle Messpunkte in Bild 5.24 die Verformung einheitlich bei Raumtemperatur ausgeführt wurde.

Wie aus Bild 5.24 zu ersehen, treten mesoskopisch weitreichende Eigenspannungen nicht nur in der PGB-Struktur auf. Sie sind eine charakteristische Erscheinung für alle hier betrachteten Typen von Versetzungsanordnungen, die in EK bei zyklischer plastischer Verformung in Abhängigkeit von der kristallographischen Orientierung der Lastachse gebildet werden. In allen Strukturtypen stehen nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese die versetzungsarmen Gebiete unter Druckeigenspannungen, die versetzungsdichten Gebiete unter Zugeigenspannungen. Bis auf die Eigenspannungen in den PR der Labyrinthstruktur von [001]-EK nehmen die Eigenspannungsbeträge in allen mesoskopischen Strukturelementen mit der Verformungsamplitude zu. Für MO-, [011]- und  $\bar{1}11$ -EK steigt die Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = \tau_{PR}^E - \tau_{DR}^E$  mit  $\Sigma\gamma_{pa}$  im untersuchten Verformungsamplitudenbereich, für [001]-EK bleibt sie ab  $\Sigma\gamma_{pa} \geq 1 \times 10^{-3}$  konstant.

Die Zunahme der mittleren mesoskopischen Eigenspannungen  $\tau_{PR}^E$  und  $\tau_{DR}^E$  für PR und DR in der 2-Phasenstruktur von MO-EK ist nach der Winter-Regel [253] auf die Zunahme des Volumenanteils der mit hohen Eigenspannungen behafteten PGB-Struktur und der Verringerung des Volumenanteils der bei Raumtemperatur nahezu von mesoskopischen Eigenspannungen freien Matrix-Struktur mit wachsendem  $\Sigma\gamma_{pa}$  zurückzuführen (Bild 5.24 a). Wegen des ZSD-Plateaus für MO-EK sind die Anstiege für die zugehörigen Kurven  $\tau_{PR}^E(\tau_{as})$  und  $\tau_{DR}^E(\tau_{as})$  sowie der Kurven  $\tau_{PR}(\tau_{as})$  und  $\tau_{DR}(\tau_{as})$  in Bild 5.24 b und c) sehr groß. Von allen Versetzungsstrukturtypen nach zyklischer plastischer Verformung besitzt die PGB-Struktur die größten mesoskopischen Eigenspannungen  $\tau_{DR}^E$  in den PGB-Wänden und die

größte Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = -90\text{MPa}$  mit einer Differenz der Abgleitung in Kanälen und Wänden von  $\Delta\gamma_p = 2,8 \times 10^{-3}$ .

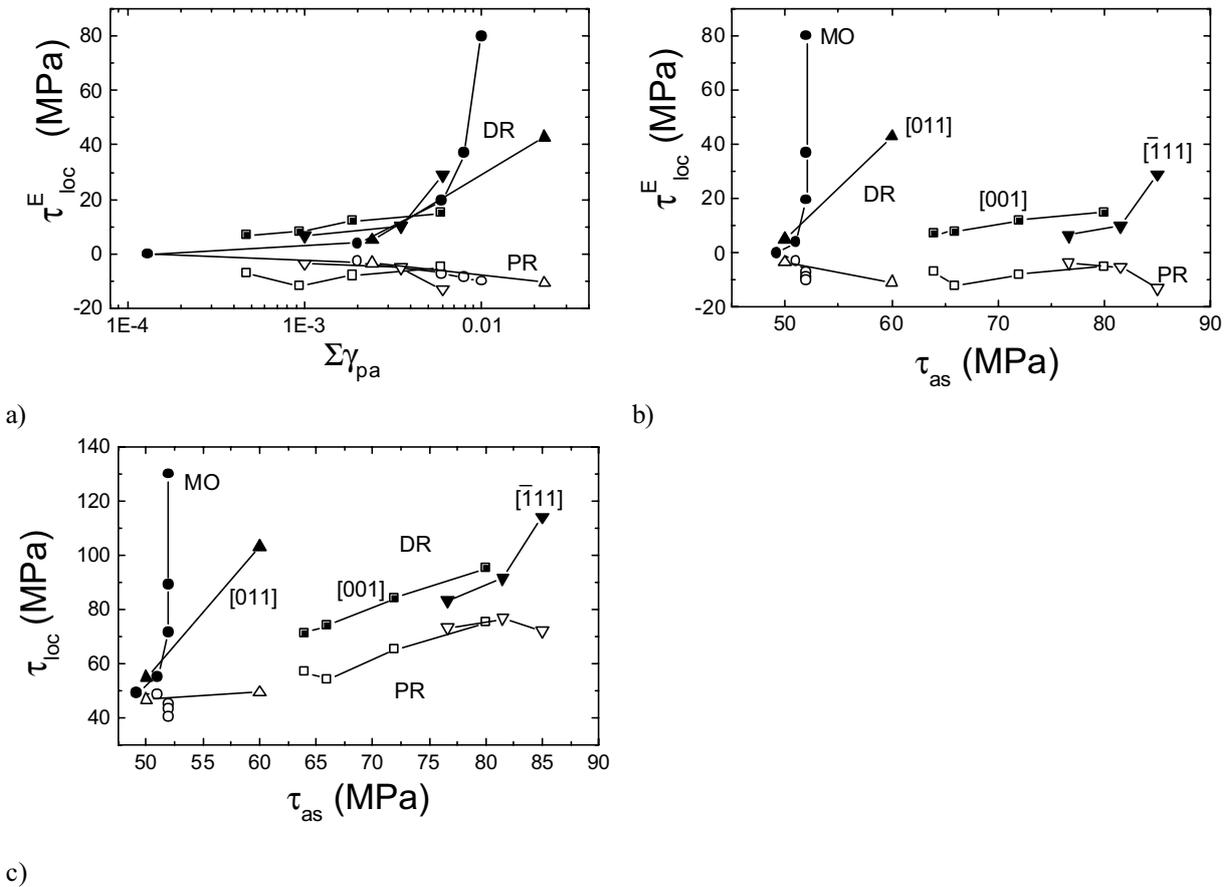


Bild 5.24: Lokale mesoskopische Eigenspannungen  $\tau_{loc}^E$  im mechanisch stabilisierten Zustand in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  (a) und von  $\tau_{as}$  (b) sowie lokale Spannungen  $\tau_{loc}$  in PR und DR im Zugeckpunkt des stabilisierten Belastungszyklus in Abhängigkeit von  $\tau_{as}$  (c) für Ni-EK unterschiedlicher Orientierung. Offene Symbole: PR, ausgefüllte Symbole: DR; ●: MO-EK, ■: [001]-EK; ▲: [011]-EK; ▼: [111]-EK.

Für [011]-EK liegen nicht genügend Messpunkte vor, um eine funktionale Abhängigkeit der mesoskopischen Eigen- bzw. lokalen Spannungen von  $\tau_{as}$  zu bestimmen. Während der Messpunkt bei  $\Sigma\gamma_{pa} = 2,4 \times 10^{-3}$  innerhalb des plateauartigen Bereichs der ZSD für [011]-EK liegt und damit der 2-Phasenstruktur aus Matrix- und PGB-ähnlichen Versetzungsanordnungen zuzuordnen ist, gehören die Messpunkte bei  $\Sigma\gamma_{pa} = 2,3 \times 10^{-2}$  zu einer Art Zellstruktur, in der höhere mesoskopische Eigenspannungen auftreten mit einem Verhältnis von  $\tau_{PR}^E / \tau_{as} = -0,18$  und von  $\tau_{DR}^E / \tau_{as} = 0,72$ . Für diese Verformungsamplitude ergibt sich eine Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = -54\text{MPa}$ . Benutzt man die Gleichung (5.16) mit dem für PGB ermittelten Akkommodationsfaktor  $\Gamma$ , so erhält man daraus für die Differenz der Abgleitsummen  $\Delta(\Sigma\gamma_p)$  von PR und DR einen Wert von  $1,7 \times 10^{-3}$ .

Für die Versetzungswandstruktur in [111]-EK werden Eigenspannungen beobachtet, die bei Bezug auf  $\Sigma\gamma_{pa}$  mit denen von MO-EK vergleichbar sind. Bezogen auf die äußere Spannungsamplitude wird für die Wände maximal ein Verhältnis  $\tau_{DR}^E / \tau_{as} = 0,34$  bei der größten untersuchten Verformungsamplitude von  $\Sigma\gamma_{pa} = 6 \times 10^{-3}$  erreicht, was im Vergleich zur PGB-

Struktur mit  $\tau_{DR}^E/\tau_{as} = 1,6$  deutlich kleiner ist. Für die versetzungsarmen Kanäle liegt das Verhältnis  $\tau_{PR}^E/\tau_{as} = -0,15$  in der gleichen Größenordnung wie für die PGB-Kanäle mit  $\tau_{PR}^E/\tau_{as} = -0,2$  und die versetzungsarmen Gebiete der [011]-Zellstruktur. Aus der größten gemessenen Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = -54\text{MPa}$  ergibt sich mit dem  $\Gamma$ -Faktor für PGB wiederum ein Wert von  $\Delta(\Sigma\gamma_p) = 1,7 \times 10^{-3}$ .

Die ausführlichsten Untersuchungen an eckorientierten EK liegen für die Labyrinthstruktur in [001]-EK vor (s. auch [174] und [208]). Bemerkenswert ist hier, dass ab einer Verformungsamplitude von  $\Sigma\gamma_{pa} = 1 \times 10^{-3}$  die Eigenspannungsbeträge in den versetzungsdichten Gebieten mit der Sättigungsspannungsamplitude  $\tau_{as}$  linear zunehmen und zugleich die Eigenspannungsbeträge in den PR abnehmen, so dass die Eigenspannungsdifferenz von  $\Delta\tau^E = -20\text{MPa}$  konstant bleibt. Der Anstieg  $m$  der linearen Funktionen  $\tau_{PR}(\tau_{as})$  und  $\tau_{DR}(\tau_{as})$  beträgt im betrachteten Bereich der Verformungsamplituden für beide Strukturelemente  $m = 1,5$ .

Mit den berechneten mesoskopisch lokalen Spannungen kann nun geprüft werden, welcher Zusammenhang zwischen den mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten und Spannungen nach zyklischer Verformung bei Raumtemperatur besteht. Aus den vorliegenden Resultaten folgt, dass für die DR aller Versetzungsstrukturtypen näherungsweise eine gemeinsame lineare Abhängigkeit der Wurzel aus der Versetzungsdichte  $(\rho_{DR})^{1/2}$  von der lokalen Spannung  $\tau_{DR}$  in Analogie zu Gleichung (5.4) mit  $(\rho_{DR})^{1/2} = \tau_{DR}/(\alpha_{DR}bG) + (\rho_{0,DR})^{1/2}$  gefunden werden kann. Für die Versetzungsdichte  $(\rho_{PR})^{1/2}$  in den PR in Abhängigkeit von der lokalen Spannung  $\tau_{PR}$  sowie für die Gesamtversetzungsdichte  $\rho^{1/2}$  in Abhängigkeit von der Sättigungsspannungsamplitude  $\tau_{as}$  liegen die Abweichungen der Messwerte von einer linearen Funktion weit über dem Messfehler, so dass kein physikalisch sinnvoller „Taylor-Typ“-Zusammenhang für die PR und für die Gesamtversetzungsstrukturen vorliegt.

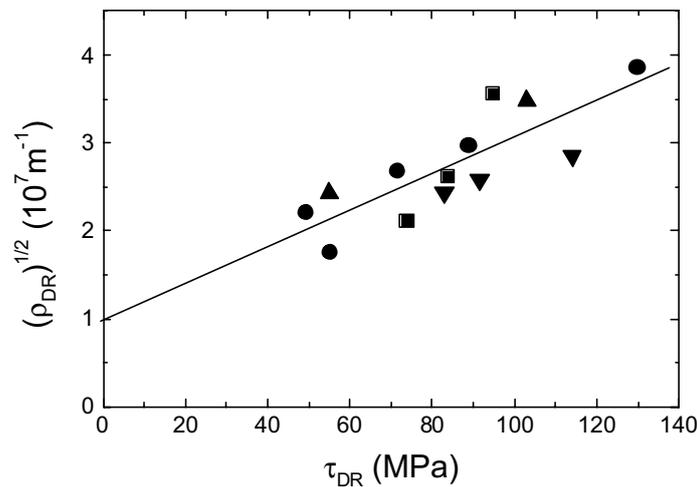


Bild 5.25: Abhängigkeit der Wurzel aus der Versetzungsdichte in den versetzungsdichten Gebieten DR von der lokalen Spannung in den DR im Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese für zyklisch verformte EK mit unterschiedlicher Orientierung der Lastachse (●: MO-EK, ■: [001]-EK; ▲: [011]-EK; ▼: [111]-EK).

Aus dem linearen Fit der DR-Messdaten in Bild 5.25 erhält man für  $\alpha_{DR} = 0,25 \pm 0,05$  und für  $\rho_{0,DR} = (10 \pm 5) \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ . Fasst man wieder  $1/\sqrt{\rho_0} = l_0$  als einen minimalen Abstand zwi-

schen Versetzungen auf, die ohne Einfluss auf die äußere Schubspannungsamplitude bei zyklischer Verformung in die Versetzungsstruktur eingebaut werden können, so ergibt sich für die „mittleren“ DR aller betrachteten Versetzungsstrukturtypen  $l_{0,DR} \approx (100 \pm 40) \text{ nm}$ . Der aus dem Anstieg der Messwertfunktion ermittelte Parameter  $\alpha_{DR}$  liegt wieder im Bereich der für eine Versetzungswechselwirkung nach Taylor erwarteten Größenordnung für heterogene Versetzungsanordnungen. Erstaunlich ist, dass sich in erster Näherung für alle Versetzungsstrukturtypen eine Größe  $l_{0,DR}$  ergibt, die wieder etwa der minimalen Dicke versetzungsdichter Bereiche in Gleitrichtung entspricht, die sich nach zyklischer Verformung mit genügend großen Verformungsamplituden einstellt. Es sollte an dieser Stelle betont werden, dass unter Beachtung des Messfehlers für die DR keine lineare Abhängigkeit zwischen  $(\rho_{DR})^{1/2}$  und  $\tau_{as}$  besteht, d.h. erst die Berücksichtigung der mesoskopischen Eigenspannungen gestattet eine Beschreibung des zyklischen Verformungsverhaltens der DR mit einer an das Taylor-Modell angelehnten, für alle EK-Orientierungen einheitlichen Vorstellung.

Für das Verformungsverhalten der versetzungsarmen Gebiete scheint der Versetzungsstrukturtyp bzw. die aktivierten Gleitsysteme sowie die Abgleitamplitude größeren Einfluss zu haben als für die versetzungsdichten Gebiete, so dass sich im Unterschied zu den DR für die PR von MO- und eckorientierten EK im betrachteten Amplitudenbereich kein einheitlicher Zusammenhang der Form  $(\rho_{PR})^{1/2} = \tau_{PR}/(\alpha_{PR}bG) + (\rho_{0,PR})^{1/2}$  finden lässt. Dieses Ergebnis stimmt überein mit den Erwartungen des von Pedersen diskutierten inclusion substructure model [88]. Ein solches Verhalten deutete sich schon für die Kanäle in der Matrix- und PGB-Struktur bei unterschiedlichen Verformungstemperaturen an (Bild 5.16 und Tabelle 5.6). Genauere Aussagen sind hier jedoch auf Grund der geringen Anzahl von Messdaten insbesondere für [011]- und [111]-EK nicht möglich.

#### *d) Strukturlängen und röntgenographisch bestimmbare Mikrostrukturparameter*

Für die Beschreibung des Verformungsverhaltens der ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen im Fall von Einfachgleitung wurden bereits verschiedene Modellvorstellungen diskutiert, die zu Voraussagen über Zusammenhänge zwischen den lokalen Spannungen und Abmessungen mesoskopischer Strukturelemente führen (s. z.B. 5.1.2.1 c). Für die in diesem Abschnitt betrachteten EK unterschiedlicher Orientierung und unterschiedlicher Anzahl aktivierter Gleitsysteme liegen bisher sehr wenige Untersuchungen vor, so dass kaum Vergleichsmöglichkeiten bestehen.

#### **→ Messdaten**

In einem ersten Schritt wird versucht, zunächst rein phänomenologisch Abhängigkeiten zwischen den lokalen Spannungen in PR und DR und den Abmessungen  $d_{PR}$  und  $d_{DR}$  in Richtung eines für die Versetzungsanordnung charakteristischen effektiven Burgersvektors zu finden. Dazu wurden von allen Untersuchungsproben REM-Aufnahmen im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen angefertigt und die mittleren Abstände  $d_{PR}$  zwischen benachbarten versetzungsdichten Gebieten sowie die mittlere Dicke  $d_{DR}$  der DR senkrecht zur Längsausdehnung der DR gemessen (s. Tabelle 9.4). Beispielsweise für MO-EK mit PGB-Struktur entspricht  $d_{PR}$  damit der Kanalweite  $d_C$  und  $d_{DR}$  der Wanddicke  $d_W$ . Das Bild 5.26 zeigt die lokale Spannung  $\tau_{PR}$  und  $\tau_{DR}$  in PR und DR jeweils in Abhängigkeit vom Kehrwert von  $d_{PR}$  und  $d_{DR}$ .

In Bild 5.26 a) und b) ist jeweils eine Ausgleichsgerade eingetragen, die einer Gleichung von folgendem Typ

$$\tau_{\text{PR}} = \tau_{\text{PR}}^{\text{fric}} + \beta_{\text{PR}} Gb \frac{1}{d_{\text{PR}}} \quad \text{bzw.} \quad (5.11)$$

$$\tau_{\text{DR}} = \tau_{\text{DR}}^{\text{fric}} + \beta_{\text{DR}} Gb \frac{1}{d_{\text{DR}}} \quad (5.12)$$

entspricht. Diese Beziehungen sind analog zu der Gleichung (5.6), die für die Darstellung der temperaturabhängigen lokalen Schubspannung in den PGB-Kanälen in Abhängigkeit von  $1/d_C$  unter Berücksichtigung einer Reibungsspannung  $\tau^{\text{fric}}$  benutzt wurde. Der von  $1/d$  abhängige Term beschreibt die Orowan-Spannung, die zum Ausbeulen einer Versetzung notwendig ist, die an Hindernissen im Abstand  $d$  gepinnt ist. Für die versetzungsarmen Gebiete erscheint es natürlich, dass die lokale (Fließ)spannung über eine Beziehung vom Typ der Gleichung (5.11) beschrieben werden kann, da in den meisten physikalischen Modellen angenommen wird, dass die plastische Verformung durch Bewegung von Versetzungen mit vorrangig Schraubencharakter erzeugt werden sollte, die sich mehr oder weniger weitreichend zwischen den versetzungsreichen Gebieten ausbeulen. Die relativ großen Abweichungen von der linearen Funktion liegen noch im Rahmen des Messfehlers für die lokale Spannung  $\tau_{\text{PR}}$  und die Abmessung  $d_{\text{PR}}$ . Man erhält eine Reibungsspannung von  $\tau_{\text{PR}}^{\text{fric}} = (34 \pm 6)$  MPa und einen Parameter  $\beta_{\text{PR}} = (0,72 \pm 0,15)$ . Dass auch ganz zwanglos für die lokalen Spannungen  $\tau_{\text{DR}}$  der DR eine lineare Abhängigkeit von  $1/d_{\text{DR}}$  vom Typ der Gleichung (5.12) auftritt, überrascht jedoch. Es ergibt sich eine Reibungsspannung  $\tau_{\text{DR}}^{\text{fric}} = (46 \pm 7)$  MPa und ein Parameter  $\beta_{\text{DR}} = (0,59 \pm 0,08)$ . Ein erster Versuch zur Interpretation dieser Ergebnisse soll im Folgenden gegeben werden.

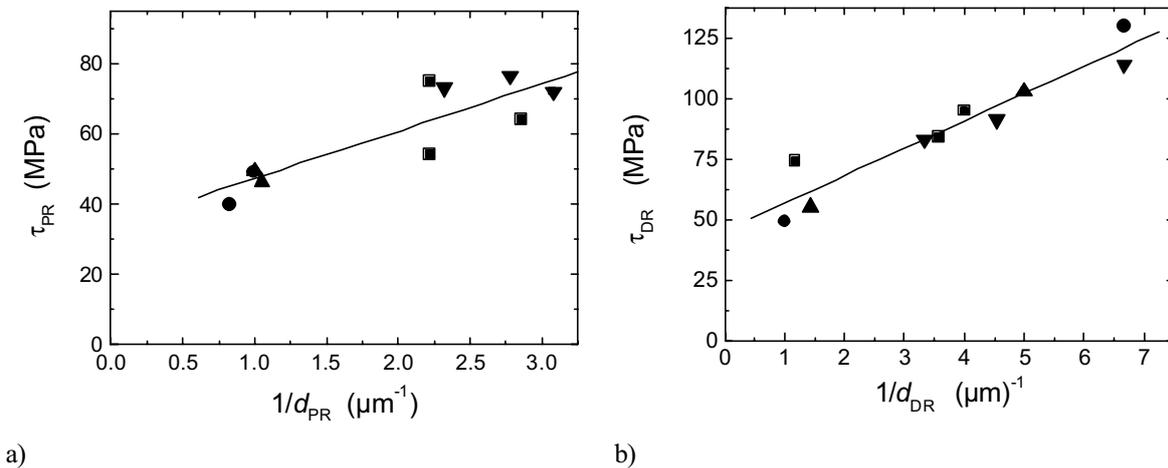


Bild 5.26: Abhängigkeit der lokalen Spannung in PR und DR im Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese vom Kehrwert der Abmessungen von PR und DR in zyklisch verformten EK mit unterschiedlicher Orientierung der Lastachse (●: MO-EK, ■: [001]-EK; ▲: [011]-EK; ▼: [111]-EK).

### → Lokale Spannungen in den PR – Vergleich mit Modellaussagen

Für die PR liegt mit den Daten von  $\beta_C = 1,79 \pm 0,05$  und  $\tau_C^{\text{fric}} (T=293\text{K}) = (12 \pm 1)$  MPa für PGB-Kanäle (Bild 5.6 a) bereits ein experimentelles Ergebnis vor, das mit dem Modell

von Essmann und Differt [259] gut erklärt werden kann. Man muss jedoch bedenken, dass die Bestimmung von  $\beta_C$  und  $\tau_C^{\text{fric}}$  für PGB-Kanäle aus der Funktion  $\tau_C(1/d_C)$  durch Variation der Verformungstemperatur bei einem qualitativ von der Temperatur unabhängigen leiternartigen Versetzungsanordnungstyp mit vorrangiger Gleitung auf dem primären Gleitsystem ermöglicht wurde. Die aus den Daten in Bild 5.26 a) durch Mittelung über versetzungsarme Gebiete mit unterschiedlicher Geometrie und unterschiedlicher Gleitsystemaktivität bei Raumtemperatur berechnete Reibungsspannung  $\tau_{\text{PR}}^{\text{fric}}$  ist wesentlich höher als  $\tau_C^{\text{fric}}$  ( $T=293\text{K}$ ) und der Parameter  $\beta_{\text{PR}}$  wesentlich geringer als  $\beta_C$ . Dies zeigt deutlich, dass bei der Diskussion des Verhaltens von Parametern in Abhängigkeit von der Spannung unbedingt zwischen temperatur- und strukturell bedingten Effekten unterschieden werden muss. Die folgende Diskussion soll sich insofern auf eine physikalisch begründete Deutung des „mittleren“ PR-Verhaltens bei Raumtemperatur beschränken.

Zunächst kann festgestellt werden, dass sich weder  $\beta_{\text{PR}}$  noch  $\tau_{\text{PR}}^{\text{fric}}$  stark ändern, wenn man die äußere Spannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}$  statt der, wegen der kleinen Druckeigenspannungen, etwas geringeren lokalen Spannung  $\tau_{\text{PR}}$  über  $1/d_{\text{PR}}$  aufträgt. Die Reibungsspannung erhöhte sich dadurch noch um 5MPa und der Parameter  $\beta_{\text{PR}}$  würde 0,78 betragen, wobei die o.a. Fehler erhalten bleiben. Wegen des hier verfolgten Grundkonzepts des 2-Komponentenmodells werden deshalb im Weiteren konsequent die lokalen Spannungen  $\tau_{\text{PR}}$  als die das Verformungsverhalten bestimmenden Fließspannungen betrachtet.

Zum zweiten zeigt sich, dass im Rahmen des Messfehlers bei Betrachtung der Messwertpaare  $\tau_{\text{PR}}(1/d_{\text{PR}})$  für jeweils nur eine EK-Orientierung keine systematischen Zusammenhänge nach Gleichung (5.11) mit orientierungsabhängigen Anstiegen und Absolutgliedern gefunden werden können. Der Grund besteht vermutlich in der für einen Orientierungstyp nur sehr begrenzten Änderung der mesoskopischen Abmessungen und lokalen Spannungen im untersuchten Verformungsamplitudenbereich, so dass die lineare Funktion in Bild 5.26 a) nur durch die Mittelung über MO- und [011]-EK mit kleinen lokalen Spannungen und relativ großen PR-Weiten einerseits und [001]- und  $[\bar{1}11]$ -EK mit großen lokalen Spannungen und entsprechend geringen PR-Weiten andererseits gefunden werden kann.

Die Größe der als Reibungsspannung bezeichneten Spannung  $\tau_{\text{PR}}^{\text{fric}}$  ist im Vergleich mit der Sättigungsspannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}$  insbesondere für MO- und [011]-EK hoch. Die physikalische Bedeutung dieser Spannungskomponente entspricht jedoch nicht der aus der Analyse von Hystereseschleifen ermittelbaren Spannungskomponente mit gleicher Bezeichnung, die in den Arbeiten von Cottrell [242] und KuhlmannWilsdorf und Laird [51] diskutiert, und z.B. für MO-Ni-EK von Bretschneider et al. [31] und von Dickson et al. [26] an Cu-Vielkristallen gemessen wurde. Während letztere Spannungskomponente immer proportional mit der äußeren Spannungsamplitude wächst und etwa 0,25% der Spannungsamplitude ausmacht, ist der hier betrachtete Anteil  $\tau_{\text{PR}}^{\text{fric}}$  unabhängig von der äußeren Sättigungsspannungsamplitude und stellt damit den bei Raumtemperatur allen EK-Orientierungen gemeinsamen Spannungsamplitudenanteil dar, der unabhängig von der Abmessung  $d_{\text{PR}}$  der mesoskopischen Strukturelemente ist. Wegen dieser Strukturabhängigkeit kann  $\tau_{\text{PR}}^{\text{fric}}$  auch nicht unmittelbar mit der aus der Temperaturabhängigkeit der lokalen Spannungen bestimmten Spannungskomponente  $\tau_C^{\text{fric}}$  ( $T=293\text{K}$ ) für PGB-Kanäle verglichen werden. Die

Größe von  $\tau_{PR}^{\text{fric}}$  spricht dafür, dass die Bewegung der Schraubenversetzungen in den PR wesentlich durch Hindernisse beeinflusst werden sollte, deren Abstand deutlich geringer als die PR-Weite ist. Bei den hier betrachteten EK-Orientierungen mit einer Anzahl  $n > 1$  aktivierter Gleitsysteme könnten die Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen unterschiedlicher Systeme in den PR sein.

Geht man von dem von Scattergood und Bacon [18] vorgeschlagenen Modell für die Beschreibung der Orowan-Spannung  $\tau_{oro}^s$  für eine Schraubenversetzung aus, so können aus dem von  $1/d_{PR}$ -abhängigen Spannungsanteil Aussagen über die Geometrie der Hindernisse abgeleitet werden. Nach [18] gilt

$$\tau_{oro}^s \approx Gb \frac{1}{L} \frac{1}{2\pi(1-\nu)} \left( \ln \frac{\bar{w}}{b} + B^s \right), \quad (5.13)$$

wobei  $L$  der Hindernisabstand,  $\bar{w} = (1/L + 1/D)^{-1}$  mit dem Hindernisdurchmesser  $D$  und  $B^s = 0,6$  eine versetzungstypabhängige Konstante ist. Setzt man  $\tau_{oro}^s = \beta_{PR} Gb/d_{PR}$ , erhält man mit  $L = d_{PR}$  und  $\beta_{PR} = 0,72$  für  $\bar{w} = 3\text{nm}$ , was wegen  $d_{PR} \gg \bar{w}$  etwa dem Hindernisdurchmesser  $D$  entspricht. Nach den Ergebnissen der weak-beam Untersuchungen an MO-EK [44][231] beträgt bei Raumtemperatur die mittlere Dipolhöhe  $\bar{h}$  in den PR unabhängig vom Versetzungsstrukturtyp zwischen 3,9 und 4,5nm, die minimale Dipolhöhe etwa 2nm. Es könnte vermutet werden, dass Dipole mit solchen Höhen auch in Versetzungsstrukturen mit mehr als einem aktiven Gleitsystem gebildet werden, und als Kandidaten für die, diesen Spannungsanteil an  $\tau_{PR}$  verursachenden, Hindernisse betrachtet werden können. Damit unterscheiden sich die Verformungsprozesse in den in diesem Abschnitt untersuchten „mittleren“ PR bei Raumtemperatur deutlich von denen in den PGB-Kanälen in Abhängigkeit von der Temperatur, für die  $\beta_C = 1,79$  gefunden wurde, was bei Gültigkeit von Gleichung (5.13) einem Hindernisdurchmesser in der Größenordnung der gesamten PGB-Wanddicke entspricht.

### → Lokale Spannungen in den DR – Vergleich mit Modellaussagen

Im Weiteren sollen Vorschläge zur Interpretation der doch überraschenden linearen Abhängigkeit zwischen  $\tau_{DR}$  und  $1/d_{DR}$  gegeben werden. Im Unterschied zu dem Verhalten der PR besteht keine systematische Abhängigkeit zwischen  $\tau_{as}$  und dem Kehrwert der mesoskopischen Abmessung der DR, d.h. erst durch die Berücksichtigung der mesoskopisch weitreichenden Eigenspannungen ergibt sich die lineare Messwertefunktion in Bild 5.26 b). Der Reibungsspannungsanteil  $\tau_{DR}^{\text{fric}}$  ist höher als für die PR, was jedoch mit der wegen der Zug-eigenspannungen insgesamt höheren lokalen Spannung in den DR im Sinne eines Cottrell-Stokes-Verhaltens interpretiert werden könnte.

Abgesehen von den Überlegungen im Rahmen der LED-Theory zur homogenen plastischen Verformung in den versetzungsdichten Gebieten durch Dipolflips wird in der Literatur die plastische Verformung der DR immer mehr oder weniger mit der Durchdringung der DR durch von außen kommende Schrauben- oder Stufenversetzungen verbunden (z.B. [92][259]). Insofern liefern die hier gezeigten experimentellen Ergebnisse ggf. einen neuen Ansatzpunkt für die geschlossene Modellierung des Verformungsverhaltens von DR und PR,

ohne dass z.Z. abschließende Aussagen getroffen werden können. Es zeigt sich nämlich, dass die experimentellen Ergebnisse an Ni-EK unterschiedlicher Orientierung auch mit Voraussagen nach dem von Hähner et al. [233] für PGB-Strukturen entwickelten Modell übereinstimmen. Dort wird angenommen, dass in den PGB-Wänden die Fließspannung auf Grund des Wirkens von pile-ups an der Grenze zwischen PGB-Kanal und -Wand erreicht wird. Ausgehend von der Beziehung für den Spannungsverlauf  $\tau(x)$  im Abstand  $x$  vor einem pile-up aus Stufenversetzungen und unter der Annahme, dass für  $x=d_W/2$  die Fließspannung erreicht werden muss, ergibt sich die Gleichung

$$\tau_W = \tau_C \sqrt{\frac{d_C}{d_W}} \quad (5.14)$$

für den Zusammenhang zwischen den lokalen Spannungen in PGB-Wänden und -Kanälen und den Abmessungen  $d_W$  und  $d_C$ . Das Bild 5.27 zeigt die Messdaten in einem „Hähner-Plot“, in dem für  $\tau_W$  und  $\tau_C$   $\tau_{DR}$  bzw.  $\tau_{PR}$  sowie für  $d_W$  und  $d_C$   $d_{DR}$  bzw.  $d_{PR}$  eingesetzt sind.

Die in Bild 5.27 eingezeichnete Ausgleichsgerade durch den Koordinatenursprung hat einen Anstieg von  $1,04 \pm 0,05$ . Damit verhalten sich bei Raumtemperatur die lokalen Spannungen und mesoskopischen Abmessungen in unterschiedlichen Versetzungsstrukturen genau so, wie man erwartet, wenn die Fließspannung in den DR durch die Wirkung von pile-ups erreicht würde. Es muss allerdings betont werden, dass die in Bild 5.27 enthaltenen Spannungswerte aus den im entlasteten Zustand gemessenen Eigenspannungen berechnet wurden, von denen Hähner et al. [233] annehmen, dass sie wegen der Auflösung der pile-ups nach dem Entlasten verschwunden sind. Die Anordnung der für das Erreichen der Fließspannung in den DR verantwortlichen Überschussversetzungen nach Entlastung sollte also eher der in Einschlussnäherungen angenommenen Verteilung entsprechen, was als ein Artefakt der pile-up Anordnung im Eckpunkt der Hysterese interpretiert werden könnte.

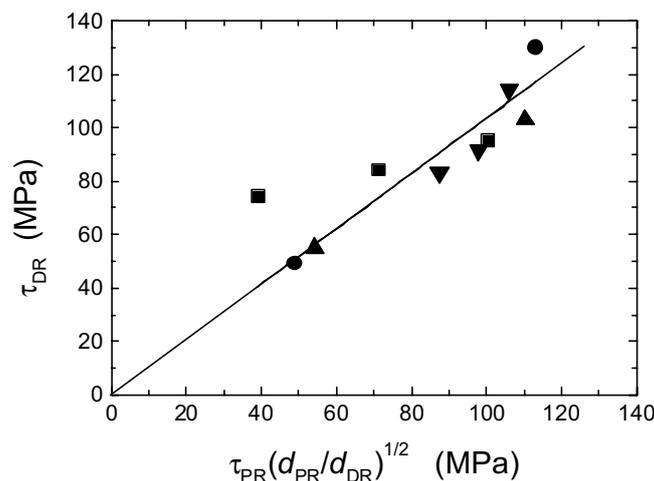


Bild 5.27: Abhängigkeit der lokalen Spannung  $\tau_{DR}$  von der durch  $(d_{PR}/d_{DR})^{1/2}$  normierten lokalen Spannung  $\tau_{PR}$  (Hähner-Plot nach [233]). (●: MO-EK, ■: [001]-EK; ▲: [011]-EK; ▼: [111]-EK)

### → Mesoskopische Strukturlängen und Abschneideradien

Abschließend in diesem Abschnitt soll die Abhängigkeit der röntgenographisch bestimmten Abschneideradien  $R_{eff}$  für das Verzerrungsfeld in PR und DR von der äußeren

Spannungsamplitude und ihr Verhältnis zu den mesoskopischen Strukturlängen diskutiert werden. Die Parameter  $R_{\text{eff,PR}}$  und  $R_{\text{eff,DR}}$  wurden neben den lokalen Versetzungsdichten aus der Analyse der Fourierkoeffizienten jedes einzelnen BBP ermittelt. Das Bild 5.28 zeigt die Mittelwerte über die an einer EK-Probe in einem Verformungszustand in unterschiedliche  $[hkl]$ -Messrichtungen erhaltenen Parameter in Abhängigkeit von der Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}$ .

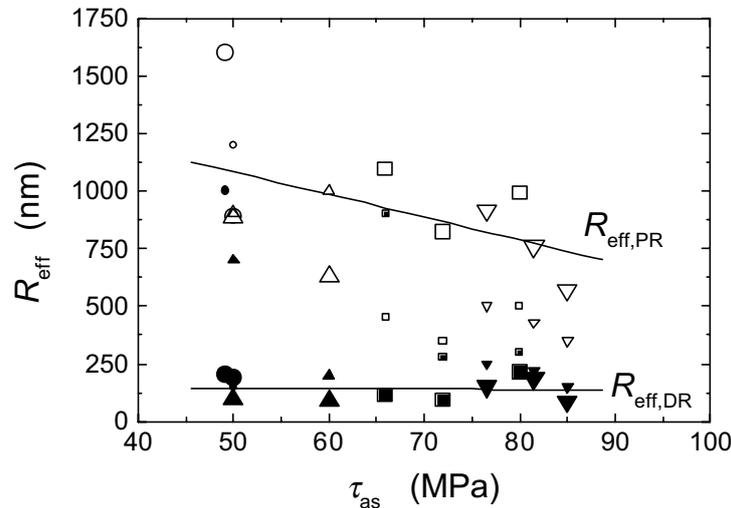


Bild 5.28: Effektive Abschneideradien  $R_{\text{eff,PR}}$  (offene große Symbole) und  $R_{\text{eff,DR}}$  (ausgefüllte große Symbole) in Abhängigkeit von der Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{\text{as}}$  für Ni-EK unterschiedlicher Orientierung. (●: MO-EK, ■: [001]-EK; ▲: [011]-EK; ▼:  $[\bar{1}11]$ -EK); zusätzlich eingetragen sind die mesoskopischen Strukturlängen  $d_{\text{PR}}$  (offene kleine Symbole) und  $d_{\text{DR}}$  (ausgefüllte kleine Symbole).

Man erhält, ähnlich wie bei der Zugverformung, dass  $R_{\text{eff,PR}}$  mit wachsender Spannungsamplitude abnimmt. Anders gesagt nimmt die Reichweite des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnungen in den PR mit wachsendem  $\tau_{\text{as}}$  ab.

Das Bild 5.28 enthält neben den  $R_{\text{eff,loc}}$ -Werten auch die mesoskopischen Strukturlängen  $d_{\text{PR}}$  und  $d_{\text{DR}}$ . Bis auf eine Ausnahme ([011]-EK bei  $\tau_{\text{as}} = 60$  MPa) gilt für alle Versetzungsstrukturtypen und Sättigungsspannungsamplituden  $d_{\text{PR}} < R_{\text{eff,PR}} \leq 2 d_{\text{PR}}$ , d.h. der äußere Abschneideradius für das Verzerrungsfeld der begrenzt regellosen Versetzungsverteilung in den PR hat wieder eine mesoskopische Dimension.

Für die versetzungsdichten Gebiete wird wieder ein weitgehend von  $\tau_{\text{as}}$  unabhängiger Wert  $R_{\text{eff,DR}}$  gefunden von im Mittel  $(140 \pm 50)$  nm. Wie aus der Grafik ersichtlich, ist  $R_{\text{eff,DR}}$  immer kleiner oder höchstens gleich  $d_{\text{DR}}$ , aber größer als der mittlere Abstand  $l_{0,DR}$  zwischen den „spannungsunwirksamen“ Versetzungen aus Bild 5.25, der etwa 100 nm beträgt. Wenn man annimmt, dass  $R_{\text{eff,DR}}$  für die Ausdehnung einer „Elementareinheit“ ermüdungstypischer versetzungsdichter Gebiete in Richtung eines effektiven Burgersvektors steht, so ist bemerkenswert, dass  $R_{\text{eff,DR}}$  nicht nur von der Verformungsamplitude und der zugehörigen Sättigungsspannungsamplitude unabhängig ist, sondern auch von der Anzahl aktiver Gleitsysteme sowie von der Verformungstemperatur, da der für PGB-Wände bei verschiedenen Temperaturen gefundene Wert  $R_{\text{eff,W}}$  mit  $R_{\text{eff,DR}}$  übereinstimmt.

e) Röntgenographisch ermittelbare Mikrostrukturparameter in Kristalliten mit unterschiedlicher Orientierung zur Probenlastachse grobkristalliner Ni-Vielkristalle

Die in Kapitel 3.3.2.1 dargestellte Methode zur Auswertung von BBP an EK wird im Folgenden zur Gewinnung von Aussagen zu Mikrostruktur und Verformungsverhalten von einzelnen Kristalliten (single grains: SGs) unterschiedlicher kristallographischer Orientierung bezüglich der Probenlastachse in grobkristallinen Ni-Vielkristallen eingesetzt. Dabei wird eine Analyse von BBP vorgenommen, die nur durch Streuprozesse innerhalb eines Kristalliten entstehen.

→ Messdaten

Der mittlere Durchmesser  $d$  der untersuchten Kristallite beträgt  $250\mu\text{m}$ . Die zyklische Verformung erfolgte mit konstanter Amplitude der plastischen Dehnung  $\epsilon_{\text{pa}} = 1 \times 10^{-3}$  bis zur mechanischen Sättigung bei einer Spannungsamplitude  $\sigma_{\text{as}} = 197\text{ MPa}$ . Die Röntgenuntersuchungen wurden nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese mit Hilfe von Synchrotronstrahlung durchgeführt (s. 4.1.2). Das Bild 5.29 a) zeigt die ZSD-Kurven für feinkristalline ( $d \approx 25\mu\text{m}$ ) und grobkristalline Ni-VK-Proben, die ausgehend von einem rekristallisierten, weitgehend spannungsfreien Zustand bei Raumtemperatur bis zur mechanischen Sättigung verformt wurden. Im Rahmen des Messfehlers stimmen die ZSD-Kurven für beide Korngrößen überein.

Wie die Messungen von Buque et al. [23] und Schwab et al. [99] zeigen, treten in MO- und eckorientierten Kristalliten von fc Ni-VK die gleichen Versetzungsstrukturtypen wie in entsprechend orientierten Einkristallen bei vergleichbarer Verformungsamplitude auf. Für die röntgenographisch untersuchten SGs der cc Proben wurden die erwarteten Versetzungsstrukturen im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen abgebildet (s. [199]) und daraus der Volumenanteil  $f_{\text{DR}}$  versetzungsdichter Gebiete ermittelt (Bild 5.29 b).

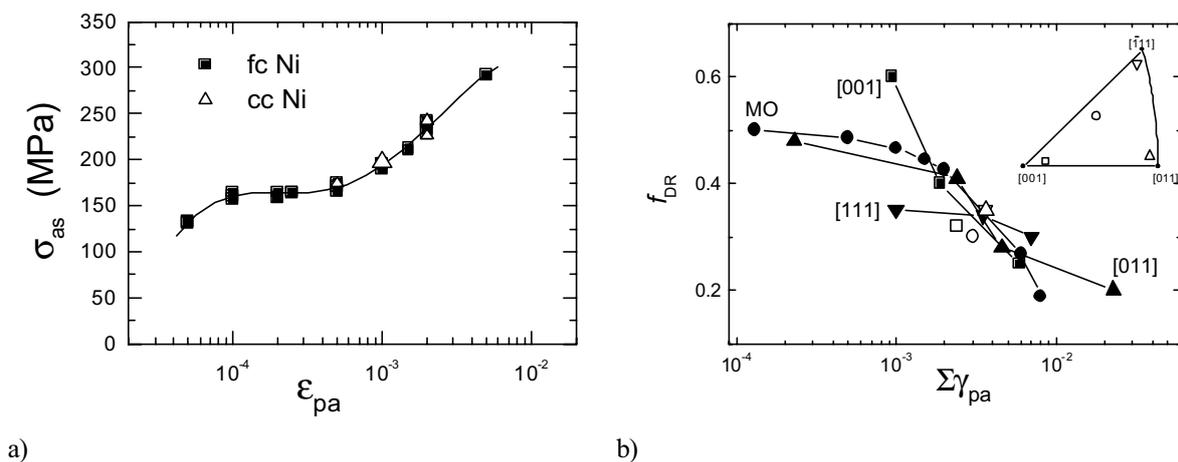


Bild 5.29: a) Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Raumtemperatur für fein- (ausgefüllte Symbole) und grobkristalline (offene Symbole) Ni-VK (Daten nach [23] und eigene Messwerte). Das größere Symbol  $\Delta$  steht für die röntgenographisch untersuchte cc Probe. b) Volumenanteil  $f_{\text{DR}}$  versetzungsdichter Gebiete in EK (ausgefüllte Symbole) und in SGs der cc Probe  $\Delta$  (offene Symbole) mit unterschiedlicher Orientierung der Lastachse in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{\text{pa}}$ . (●/○: MO-EK/SG; ■/□: [001]-EK/SG; ▲/△: [011]-EK/SG; ▼/▽:  $[\bar{1}11]$ -EK/SG). Das eingesetzte stereographische Standarddreieck zeigt die kristallographische Orientierung der Probenlastachse in den SGs.

Während für die EK-Messdaten die Scherdehnungsamplitude jeweils aus dem Schmid-Faktor  $\mu$  berechnet wurde mit  $\Sigma\gamma_{pa} = \epsilon_{pa}/\mu$ , wurde für die Daten der SGs in der vielkristallinen Probe in Übereinstimmung mit dem von Schwab und Holste [99] modifizierten Taylor-Modell (MTM) die Scherdehnungsamplitude ermittelt über  $\Sigma\gamma_{pa} = \epsilon_{pa}M^{SG}$ .  $M^{SG}$  ist der Taylor-Faktor für das SG, der von der kristallographischen Orientierung des Kornes zur Lastachse abhängt und beispielsweise in [99] für das kristallographische Standarddreieck berechnet wurde. Die in den Kristalliten gemessenen Werte  $f_{DR}$  passen sich bei diesem Vorgehen gut in die Amplitudenabhängigkeit der Daten für die entsprechend orientierten EK ein. Die Verwendung des Schmid-Faktors der SGs für die  $\Sigma\gamma_{pa}$ -Berechnung würde im Rahmen des Messfehlers nichts Grundsätzliches an dieser Feststellung ändern.

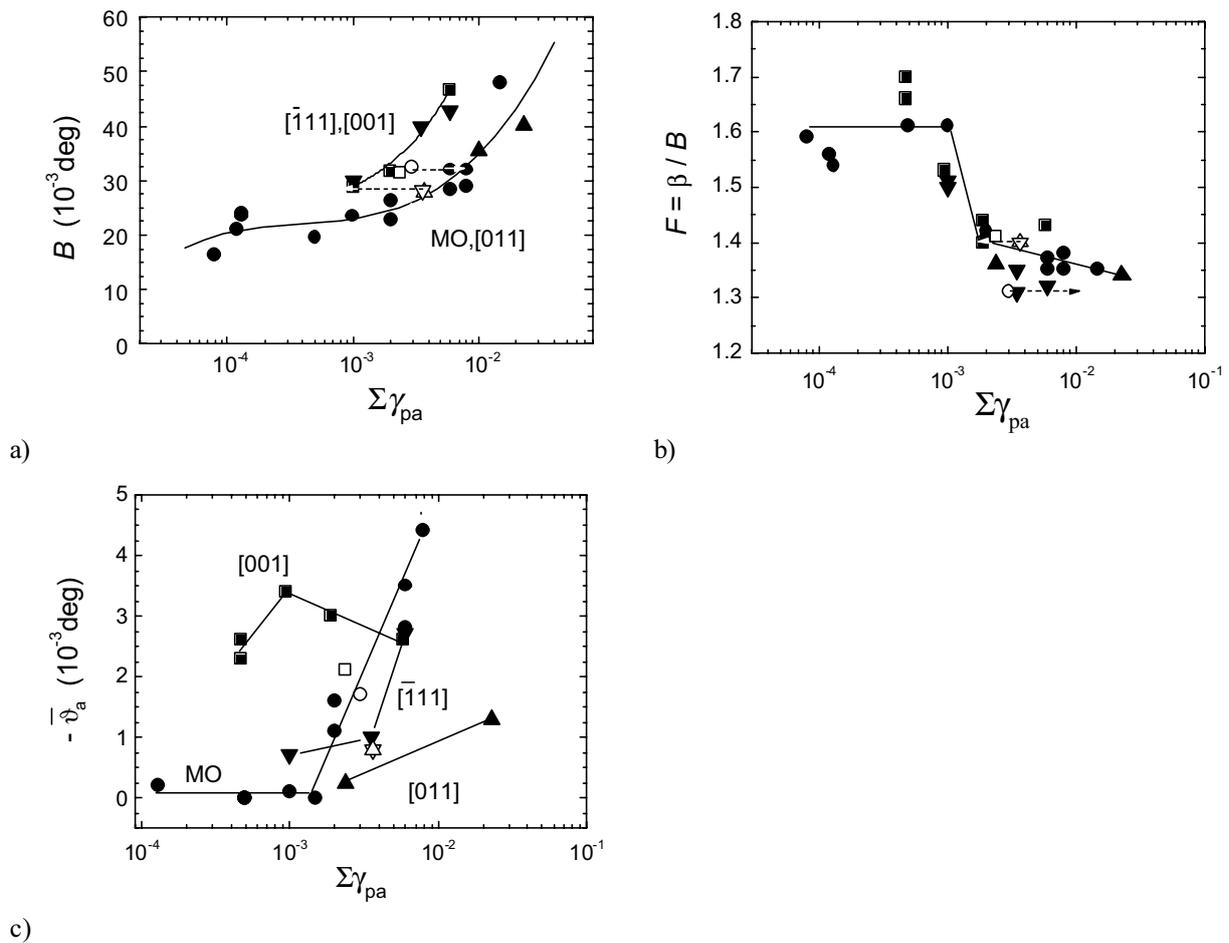


Bild 5.30: Abhängigkeit phänomenologischer Profilparameter von BBP vom Typ 311 für MO- und eckorientierte Ni-EK (ausgefüllte Symbole) und SGs (offene Symbole): (a) Halbwertsbreite  $B$ , (b) Formparameter  $F$  und (c) Asymmetrieparamter  $\bar{v}_a$  von der Abgleitamplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$ . (●/○: MO-EK/SG, ■/□: [001]-EK/SG; ▲/△: [011]-EK/SG; ▼/▽:  $[\bar{1}11]$ -EK/SG). In a) und b) ist mit Pfeilen angedeutet, zu welchen  $\Sigma\gamma_{pa}$ -Werten die SG-Messpunkte für das MO- und das  $[\bar{1}11]$ -SG bei einem genau dem EK entsprechenden Verhalten verschoben werden müssten.

Wegen der einschränkend nur an einer Probenoberfläche (Oberflächennormale senkrecht zur Proben-Lastachse) ausführbaren Messung der BBP in den ausgewählten SGs unterschiedlicher Orientierung, mussten neben den sonst für EK-Untersuchungen gewählten Reflexen vom Typ 311 zusätzlich weitere Reflextypen (220, 222, 400, 331) für die komplexe

Analyse verwendet werden. Eine genaue Aufstellung über die jeweils 6 an einem SG gemessenen BBP enthält [199]. Die Ermittlung des Tensors der kristallinen Eigenspannung in den SGs konnte nicht wie ursprünglich geplant vorgenommen werden, da aus experimentellen Gründen nicht sechs voneinander unabhängige Messrichtungen untersucht werden konnten.

Die Darstellungen in Bild 5.30 zeigen für die SGs die phänomenologischen Profilparameter  $B$ ,  $F$  und  $\bar{\vartheta}_a$ , die zunächst nur Mittelwerte über die vermessenen 311-Reflexe sind, zusammen mit den EK-Daten aus Bild 5.20, in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$ . Die kompletten Daten für alle BBP finden sich in [199].

Im Prinzip zeigt sich wieder eine gute Übereinstimmung zwischen den EK-Messwerten und den SG-Daten, wenn man sie mit dem MTM verknüpft. Unter der Annahme des MTM, dass das SG-Verhalten dem von EK bei gleichem  $\Sigma\gamma_{pa}$ -Wert entsprechen sollte, scheint es allerdings so, dass die gemessene Halbwertsbreite und der Formparameter für das MO-SG eher auf eine tatsächlich größere Abgleitamplitude als nach dem MTM berechnet, und für das  $[\bar{1}11]$ -SG eher auf einen kleineren  $\Sigma\gamma_{pa}$ -Wert als nach dem MTM bestimmten hindeuten. Diese Tendenzen sind in Bild 5.30 a) und b) durch Pfeile gekennzeichnet. Die an SGs gemessenen Profilsymmetrien passen im Rahmen des MTM und unter Berücksichtigung des Messfehlers für  $\bar{\vartheta}_a$  von  $\pm 0,001^\circ$  gut zu den bei EK gemessenen Werten.

### → Mesoskopisch heterogene plastische Verformung und Eigenspannungen – Vergleich mit Modellaussagen

Aus der Analyse der Profilsymmetrie aller an einem SG gemessenen BBP wurde zunächst für jedes Korn wieder die Anzahl  $n_{het}$  aktiver Gleitsysteme mit mesoskopisch heterogener plastischer Verformung nach dem Minimumprinzip für die Summe  $S_K$  (Gleichung (5.9)) sowie der Parameter  $K_\gamma^{(i)}(n_{het})$  für jeden einzelnen Reflex ermittelt. Dieser verbindet die mittlere mesoskopische Eigenspannung in den PR mit dem Asymmetrieparameter eines BBP unter Berücksichtigung des Braggwinkels  $\vartheta_0$  nach Gleichung (3.84), woraus unter Verwendung des aus den REM-Aufnahmen bekannten Volumenanteils  $f_{DR}$  nach Gleichung (3.85) auch die mesoskopische Eigenspannung der DR bestimmt werden kann. Für die Ermittlung der Kontrastfaktoren  $\bar{C}$  in elastisch isotroper Näherung, die zur Berechnung der Versetzungsdichte aus den Fourierkoeffizienten eines BBP notwendig sind, wurde die Anzahl  $n_V$  von Gleitsystemen, auf denen Stufen- und Schraubenversetzungen zu gleichen Anteilen vorkommen sollen, aus der minimalen Summe  $S_C$  nach Gleichung (5.10) bestimmt. Für die Kontrastfaktoren jedes einzelnen  $i$ -BBP gilt dann  $C_{PR}^{(i)}(n_V) = C_{DR}^{(i)}(n_V) = [C_e^{(i)}(n_V) + C_s^{(i)}(n_V)]/2 = \bar{C}^{(i)}(n_V)$ .

Bei diesem Vorgehen erhält man, dass für das MO-SG gilt  $n_{het} = n_V = 6$ , für das  $[001]$ -SG und das  $[\bar{1}11]$ -SG gilt  $n_{het} = n_V = 4$  und für das  $[011]$ -SG ergibt sich  $n_{het} = 2$  und  $n_V = 4$ . Das kommt den Ergebnissen für das Verhalten der EK sehr nahe (vgl. Tabelle 9.3).

Die mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$  und  $\rho_{DR}$  sowie die mittlere Versetzungsdichte  $\rho$  für die SGs sind bereits in den Abbildungen Bild 5.23 a) und b) eingetragen. Für alle vier Orientierungstypen liegen die SG-Werte für  $\rho$  sehr gut im Bereich der EK-Daten. Für den Kristalliten mit der Orientierung  $[\bar{1}11]$  könnte man aus den ermittelten Größen von  $\rho_{PR}$  und  $\rho_{DR}$  vermuten, dass die mit dem MTM berechnete Abgleitamplitude

$\Sigma\gamma_{pa}$  wahrscheinlich größer ist, als die im Kristalliten tatsächlich aufgetretene (s. Pfeile in Bild 5.23 b), wenn sich die Mikrostruktur im Korn so einstellt wie in einem Einkristall bei entsprechender Amplitude. Für das MO-SG erhält man umgekehrt, dass zumindest die Versetzungsdichte  $\rho_{PR}$  größer ist als für einen EK bei der zugehörigen Ableitamplitude, was darauf hindeuten könnte, dass die tatsächliche Abgleitung im MO-SG größer ist, als nach dem MTM erwartet. Diese aus dem Verhalten der Fourierkoeffizienten ermittelten Ergebnisse entsprechen damit den Ergebnissen für die phänomenologischen Profilparameter  $B$  und  $F$ .

Mit Hilfe der für jedes BBP ermittelten Parameter  $K_{\gamma}^{(i)}(n_{het})$  wurde jeweils die mesoskopische Schubeigenspannung  $\tau_{PR}^E$  und  $\tau_{DR}^E$  in den PR und DR der SGs nach Entlastung vom Zugeckpunkt der Hysterese berechnet (s. Tabelle 9.5) und in Bild 5.31 a) in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  dargestellt. Beim Vergleich mit dem Verlauf der EK-Eigenspannungen stellt man eine gute Übereinstimmung fest. In Bild 5.31 b) sind zusätzlich die Werte der lokalen Spannungen  $\tau_{loc}$  in den Kristalliten im Zugeckpunkt der Hysterese in Abhängigkeit von der Schubspannungsamplitude  $\tau_{as}^{MTM}(\Sigma\gamma_{pa})$  zusammen mit den entsprechenden EK-Kurven  $\tau_{loc}(\tau_{as})$  eingezeichnet. Für die SG wurde die lokale Spannung nach dem MTM berechnet mit  $\tau_{loc} = \tau_{loc}^E + \tau_{as}^{MTM}(\Sigma\gamma_{pa})$ . Dabei ist  $\tau_{as}^{MTM}(\Sigma\gamma_{pa})$  die Sättigungsschubspannungsamplitude, die ein Einkristall gleicher Orientierung wie das Korn bei zyklischer plastischer Verformung mit einer Ableitamplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  erreichen würde. Dies setzt die Kenntnis der ZSD für MO-, [001]-, [011]- und  $[\bar{1}11]$ -EK voraus [99].

Obwohl die so ermittelten mesoskopisch lokalen Spannungen in den SGs einer cc Ni-VK-Probe ganz unterschiedlich ausfallen, liegt die Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = \tau_{PR}^E - \tau_{DR}^E$  für alle SG-Orientierungen im Bereich zwischen  $-16$  und  $-22$  MPa. Das könnte darauf hinweisen, dass nach Gleichung (5.16) bei der gegebenen äußeren plastischen Dehnungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  in allen SGs etwa gleich große Differenzen der plastischen Verformung zwischen PR und DR auftreten.

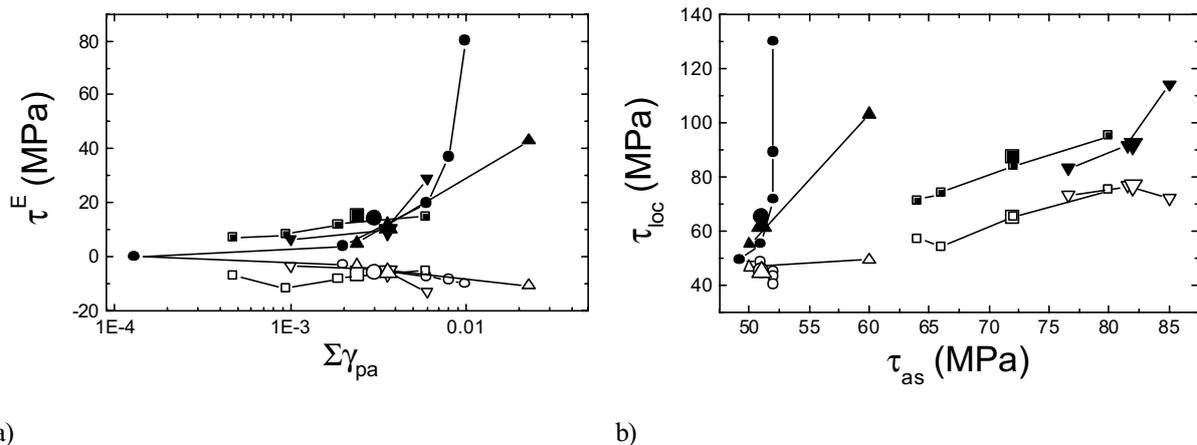


Bild 5.31: Abhängigkeit der Schubeigenspannungen in PR (offene Symbole) und DR (ausgefüllte Symbole) von  $\Sigma\gamma_{pa}$  (a) sowie Abhängigkeit der lokalen Spannung im Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese in PR (offene Symbole) und DR (ausgefüllte Symbole) von  $\tau_{as}$  bzw.  $\tau_{as}^{MTM}(\Sigma\gamma_{pa})$  (b) in EK (kleine Symbole) und SG (vergrößerte Symbole) mit unterschiedlicher Orientierung. (●/○: MO-EK/SG, ■/□: [001]-EK/SG; ▲/△: [011]-EK/SG; ▼/▽:  $[\bar{1}11]$ -EK/SG).

Es ist sehr bemerkenswert, dass die für SGs berechneten mesoskopischen Eigenspannungen bzw. lokalen Spannungen sich in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  bzw.  $\tau_{as}$  genauso verhalten, wie es nach den Grundannahmen des MTM für EK erwartet werden kann und sich sehr gut in die entsprechenden EK-Kurven einfügen. Würde man dagegen annehmen, dass sich in den SGs eine Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{as}^{Sachs} = \sigma_{as}\mu$  einstellte, so würden die Daten  $\tau_{loc}(\tau_{as}^{Sachs})$  der SGs ein völlig anderes Verhalten der mesoskopischen Eigenspannungen als in EK gleicher Orientierung bedeuten.

Auf Grund der vergleichsweise geringen Anzahl von REM-Aufnahmen der Versetzungsstruktur in den SGs kann hier keine Diskussion über den Zusammenhang zwischen den lokalen Spannungen und den mesoskopischen Strukturlängen geführt werden. Hinsichtlich der Relationen zwischen den beobachteten mesoskopischen Strukturlängen  $d_{PR}$  sowie  $d_{DR}$  und den röntgenographisch ermittelten effektiven Abschneideradien  $R_{eff,PR}$  sowie  $R_{eff,DR}$  (Tabelle 9.5) lässt sich feststellen, dass  $R_{eff,PR}$  wie für EK unterschiedlicher Orientierung (s. Bild 5.28) wieder in der Größenordnung von  $d_{PR}$  liegt. Für die versetzungsdichten Gebiete gilt ebenfalls wieder wie für EK  $R_{eff,DR} \leq d_{DR}$ , wobei der Abschneideradius dabei eher der Dicke der kondensierten Versetzungs-Wände als der lockeren Versetzungs-Bündel entspricht und wie bei EK in der Größenordnung von etwa 100nm liegt.

Die insgesamt gute Übereinstimmung zwischen den hier vorgelegten röntgenographischen Messdaten und den Vorhersagen des modifizierten Taylor-Modells für eine mittlere Amplitude der plastische Dehnung  $\epsilon_{pa}$  kann jedoch nicht vollständig sein, da beispielsweise für die Berechnung des Taylor-Faktors  $M^{SG}$  für das SG, der die Abgleitsumme  $\Sigma\gamma_{pa} = \epsilon_{pa}M^{SG}$  im Korn bestimmt, angenommen wird, dass immer 5 unabhängige Gleitsysteme mit unterschiedlichem Beitrag zur plastischen Verformung aktiviert werden, während sich aus der oben diskutierten Methode der Auswertung der BBP für jeden Orientierungstyp eine unterschiedliche Anzahl jeweils gleichmäßig betätigter Gleitsysteme ergab.

### 5.1.2.3 Zum Verhalten röntgenographisch bestimmbarer Mikrostrukturparameter innerhalb eines mechanisch stabilisierten Lastzyklus

#### a) Mittlere mesoskopisch lokale Eigenspannungen

In diesem Abschnitt werden aus dem Verhalten des Asymmetrieparameters im Lastzyklus Aussagen über die Änderung der mittleren mesoskopischen Eigenspannungen von PR und DR in PGB- und Labyrinthstruktur abgeleitet. Der Analyse des Verlaufs von  $\vartheta_a(\gamma_p)$  im Zyklus nach den Gleichungen (3.78) bis (3.85) gemäß des Auswertekonzepts in 3.3.2.1 liegt hier das 2-Komponentenmodell [73] für das Verformungsverhalten der mesoskopischen Volumenelemente zugrunde.

#### → PGB-Struktur

Das Bild 5.32 zeigt  $\text{sig}(K_\gamma)\vartheta_a(\gamma_p)$ , womit das Vorzeichen der jeweils zugehörigen  $K_\gamma$ -Faktoren berücksichtigt wurde, sowie die aus dem Asymmetrieparameter und dem Volumenanteil  $f_w$  der Wände ermittelten Schubeigenspannungen  $\tau_w^E$  und  $\tau_c^E$  in den PGB-Wänden und -Kanälen nach Entlastung von verschiedenen Punkten im Zyklus bei Raumtemperatur.

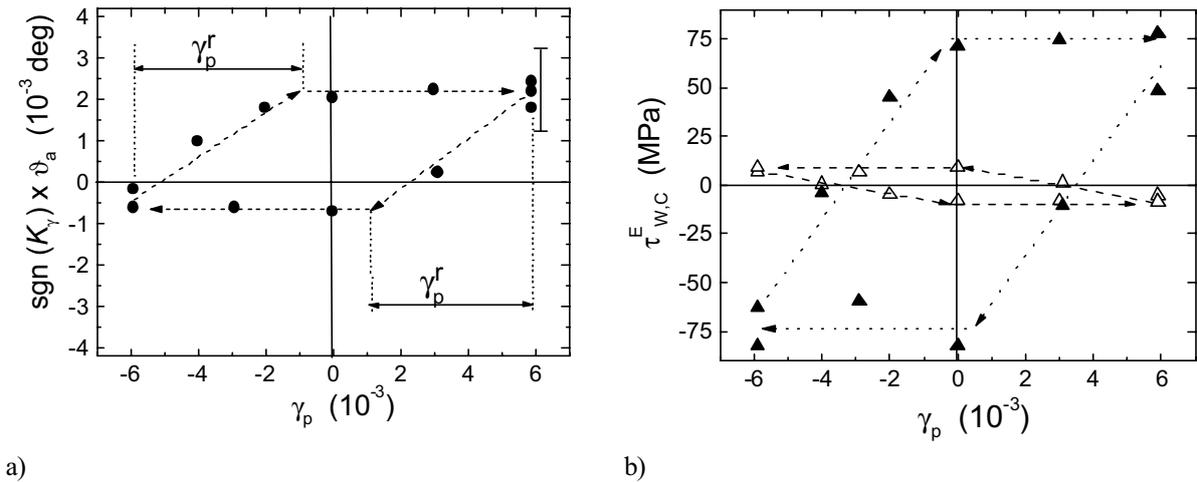


Bild 5.32: Abhängigkeit des über 3 Reflexe vom Typ 311 gemittelten Asymmetrieparameters  $\vartheta_a$ , multipliziert mit dem Vorzeichen der zugehörigen  $K_\gamma$ -Orientierungsfaktoren, von der plastischen Scherdehnung  $\gamma_p$  im Lastzyklus für MO-EK (a), Verhalten der mittleren mesoskopischen Schubeigenspannungen  $\tau_w^E$  und  $\tau_c^E$  in PGB-Wänden ( $\blacktriangle$ ) und -Kanälen ( $\triangle$ ) nach Entlastung von verschiedenen Punkten im Verformungszyklus (b); die Richtung des Durchlaufens der Eigenspannungs-Hysteresen ist durch Pfeile gekennzeichnet.

Die Asymmetrie der BBP nimmt vom Druckeckpunkt ausgehend ab, wechselt das Vorzeichen und nimmt dann wieder zu, bis sich nach einer plastischen Scherdehnung  $\gamma_p^r$  ein konstanter Wert  $\vartheta_a$  einstellt. Vom Zugeckpunkt ausgehend kehrt sich das Verhalten genau um. Ein elastisch - ideal plastisches Verformungsverhalten der beiden Komponenten vorausgesetzt, kann dieses Verhalten  $\vartheta_a(\gamma_p)$  damit erklärt werden, dass sich in jedem Halbzyklus die DR im Mittel zunächst rein elastisch verformen und auf Grund der plastischen Verformung der PR die Ableitdifferenz  $\Delta\gamma_p$ , damit nach Gleichung (2.3) die inneren Spannungen und somit auch  $\vartheta_a$  stetig zunehmen, bis die Fließspannung auch in den DR erreicht wird, womit dann  $\Delta\gamma_p$  und damit  $\vartheta_a$  konstant bleiben. Das Verhalten der daraus ermittelten mittleren mesoskopischen Schubeigenspannungen von PGB-Wänden und -Kanälen im Lastzyklus hat dann die in Bild 5.32 b) abgebildete Hystereseform. (Man beachte den entgegengesetzten Durchlaufsinne der Kurven!). Diese experimentellen Ergebnisse für die PGB-Struktur sind in voller Übereinstimmung mit den Aussagen des 2-Komponentenmodells nach Mughrabi (z.B. [73][79]).

Die für das Erreichen der Fließspannung in den DR notwendige äußere Scherdehnung  $\gamma_p^r$  kann aus dem Zyklusverhalten des Asymmetrieparameters in Bild 5.32 abgelesen werden. Es ist bemerkenswert, dass demnach in einem Eckpunktkoordinatensystem der mechanischen Hysterese (maximale plastische Dehnung  $2\gamma_{pa}$  in jedem Halbzyklus) die Fließspannung in den PGB-Wänden bereits nach einer plastischen Dehnung von  $\gamma_p \approx \gamma_{pa}$  erreicht wird. Wegen des geringen Verfestigungskoeffizienten in dem nachfolgenden Teil der Hysterese steigt die äußere Spannung bei den betrachteten großen Verformungsamplituden danach nur noch geringfügig an [30],[32]. Man erhält allgemein die Ableitdifferenz  $\Delta\gamma_p$  zwischen PR und DR aus

$$\Delta\gamma_p = \frac{\gamma_p^r}{2(1 - f_{DR})}. \quad (5.15)$$

Den Ansatz von Eshelby [59] für eine Einschlussnäherung nutzend, kann die maximale Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E = \tau_{PR}^E - \tau_{DR}^E$  zwischen PR und DR im Lastzyklus mit der Differenz  $\Delta\gamma_p = \gamma_{pPR} - \gamma_{pDR}$  der Abgleitungen in versetzungsarmen und versetzungsreichen Gebieten korreliert werden über

$$\Delta\tau^E = -G\Gamma\Delta\gamma_p, \quad (5.16)$$

wobei  $\Gamma$  der sog. Akkommodationsfaktor ist.

Sind wie hier  $\Delta\tau^E$  und  $\Delta\gamma_p$  unabhängig voneinander ermittelt, kann der Akkommodationsfaktor  $\Gamma$  nach Gleichung (5.16) berechnet werden. Für PGB bei Raumtemperatur mit  $\Delta\tau^E = 90\text{MPa}$ ,  $\gamma_p^r \approx 5 \times 10^{-3}$  und  $f_{DR} = 0,11$  ergibt sich  $\Gamma = 0,43$  (vgl. [174]). Dies ist in guter Übereinstimmung mit dem nach dem Eshelby-Modell für Ellipsoid-Einschlüsse erwarteten Wert für PGB bei Raumtemperatur, der von Hähner et al. [233] mit  $\Gamma \approx 0,38$  angegeben wird.

Im Folgenden soll gezeigt werden, dass sich im Rahmen einer kontinuumsmechanischen Betrachtung aus der röntgenographisch bestimmten, maximalen Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E$  zwischen PR und DR im Zyklus Aussagen über die Heterogenität der plastischen Verformung von PGB-Kanälen und Wänden ableiten lassen. Nimmt man zusätzlich an, dass die Abgleitamplitude  $\gamma_{pa}^{**}(T)$  am Plateauende der makroskopisch einheitlichen Abgleitung der PGB-Struktur entspricht (d.h. man sieht ab von allen Effekten der temporären Aktivität einzelner PGB [210][211]) mit  $\gamma_{pa}^{**} = f_W\gamma_{paW} + (1 - f_W)\gamma_{paC}$ , so erhält man für die lokale Abgleitamplitude  $\gamma_{paC}$  in den Kanälen

$$\gamma_{paC} = \gamma_{pa}^{**} - f_W \frac{\Delta\tau^E}{G\Gamma}. \quad (5.17)$$

Im analogen Ausdruck für die Abgleitamplitude  $\gamma_{paW}$  der Wände ersetzt man in (5.17)  $f_W$  durch  $(f_W - 1)$ .

Da sich qualitativ die geometrische Anordnung der Versetzungen in der PGB-Struktur nicht wesentlich mit der Temperatur ändert und die Wanddicke sogar für alle Temperaturen konstant ist [44][231], wird angenommen, dass auch  $\Gamma$  weitgehend unabhängig von der Temperatur ist.

Die folgende Tabelle 5.7 fasst die unter dieser Voraussetzung erhaltenen Ergebnisse der Berechnung mesoskopisch lokaler Abgleitamplituden für die PGB-Struktur in Abhängigkeit von der Temperatur zusammen.

Tabelle 5.7: Abgleitamplituden  $\gamma_{paC}$  und  $\gamma_{paW}$  für Kanäle und Wände in PGB-Strukturen in Abhängigkeit von der Temperatur

$T$ (K)	$G$ (GPa)	$f_W$ [44][231]	$\gamma_{pa}^{**}$ [232]	$\Delta\tau^E$ (MPa)	$\Delta\gamma_p$ ( $10^{-4}$ )	$\gamma_{paW}$ ( $10^{-3}$ )	$\gamma_{paC}$ ( $10^{-3}$ )	$\gamma_{paC}/\gamma_{paW}$
77	81	0,22	0,024	-115	33,0	21,4	24,7	1,15
293	75	0,11	0,012	-90	27,9	9,5	12,3	1,29
600	63	0,045	0,0047	-20	7,4	4,0	4,7	1,18
750	56	0,025	0,0031	-20	8,3	2,3	3,1	1,36

Das Bild 5.33 zeigt grafisch das Verhalten von  $\gamma_{pa,C}$ ,  $\gamma_{pa,W}$  und  $\Delta\gamma_p$  in Abhängigkeit von der Temperatur. Selbst bei tiefen Temperaturen tragen die PGB-Wände wesentlich zur plastischen Verformung bei. Mit steigender Temperatur, d.h. mit abnehmender Amplitude  $\gamma_{pa}^{**}$  für das obere ZSD-Plateauende, nimmt auch die Ableitdifferenz  $\Delta\gamma_p$  wie erwartet ab. Es ist jedoch bemerkenswert, dass das Ableitampplitudenverhältnis  $\gamma_{pa,C} / \gamma_{pa,W}$  nahezu unabhängig von  $T$  ist und im Mittel 1,25 beträgt. Dies lässt vermuten, dass die Plastizierungsvorgänge in PGB-Kanälen und -Wänden nicht unabhängig voneinander ablaufen.

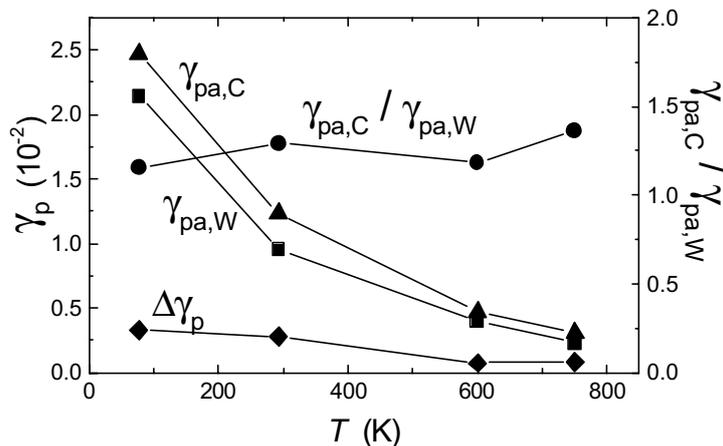


Bild 5.33: Ableitampplituden  $\gamma_{pa,C}$  und  $\gamma_{pa,W}$  in PGB-Kanälen und -Wänden, Ableitampplitudendifferenz  $\Delta\gamma_p$  sowie –Verhältnis  $\gamma_{pa,C} / \gamma_{pa,W}$  in Abhängigkeit von der Temperatur.

### → Labyrinthstruktur

Für die Labyrinthstruktur wurden ebenso wie für die PGB-Struktur Messungen des Asymmetrieparameters im Lauf des Verformungszyklus ausgeführt. Das Bild 5.34 zeigt den über vier Reflexe vom Typ 311 gemittelten Parameter  $\text{sgn}(K_\gamma)\vartheta_a$  in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_p$ . Man kann wieder, wie für die PGB-Struktur in Bild 5.32 markiert, aus der, bis zur Sättigung von  $\vartheta_a$  im Zyklus erreichten Ableitung  $\Sigma\gamma_p^r$ , die Ableitdifferenz  $\Delta(\Sigma\gamma_p)$  zwischen PR und DR nach Gleichung (5.15) berechnen.

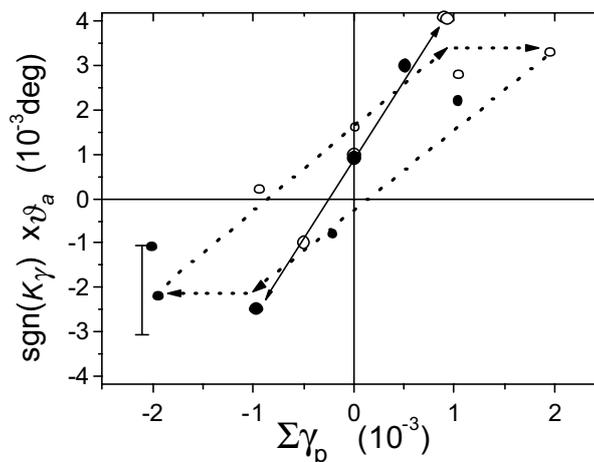


Bild 5.34: Abhängigkeit des über 4 Reflexe vom Typ 311 gemittelten Asymmetrieparameters  $\vartheta_a$ , multipliziert mit dem Vorzeichen des zugehörigen  $K_\gamma$ -Orientierungsfaktors, von der plastischen Scherdehnung  $\Sigma\gamma_p$  im Lastzyklus für [001]-EK für zwei Verformungsamplituden  $\Sigma\gamma_{pa} = 1 \times 10^{-3}$  (große Symbole) und  $\Sigma\gamma_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  (kleine Symbole); offene Symbole: Zughalbzyklus, ausgefüllte Symbole: Druckhalbzyklus (nach [174]).

Für die beiden Verformungsamplituden in Bild 5.34 erhält man  $\Delta(\Sigma\gamma_p) = 2,5 \times 10^{-3}$  sowohl für  $\Sigma\gamma_{pa} = 1 \times 10^{-3}$  mit  $f_{DR} = 0,6$  als auch für  $\Sigma\gamma_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  mit  $f_{DR} = 0,4$ . Die Abgleitdifferenz für Labyrinthstruktur liegt damit in der gleichen Größenordnung wie für die PGB-Struktur mit  $\Delta(\Sigma\gamma_p) = 2,8 \times 10^{-3}$  und könnte als ein maximaler Wert für ermüdungsinduzierte Versetzungsanordnungen aufgefasst werden.

Aus der unabhängig voneinander bestimmten Abgleitdifferenz  $\Delta(\Sigma\gamma_p)$  und der Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E$  ergibt sich entsprechend Gleichung (5.16) formal ein Akkommodationsfaktor  $\Gamma = 0,11$  für die betrachtete Labyrinthstruktur. In der Literatur liegen dafür keine vergleichbaren experimentellen Werte vor. Die Kleinheit von  $\Gamma$  deutet darauf hin, dass die plastische Verformung in einer Labyrinthstruktur nicht durch eine Parallelschaltung von PR und DR beschrieben werden kann. Für Verformungsamplituden  $\Sigma\gamma_{pa} \geq 2 \times 10^{-3}$  sollte allerdings wegen der Sättigung von  $\vartheta_a$  im Zyklus die Fließspannung auch in den versetzungsdichten Gebieten erreicht werden.

### b) Spektren mesoskopischer Eigenspannungen

Den Abschluss der röntgenographischen Untersuchungen an EK sollen Ergebnisse über das Verhalten von Breite und Form der BBP in einem mechanisch stabilisierten Lastzyklus bilden. Daraus lassen sich Informationen über die Änderung des Spektrums der mesoskopischen Eigenverzerrungen und -spannungen von PR und DR gewinnen. Der Analyse des Verlaufs von  $\beta(\gamma_p)$  im Zyklus nach Gleichung (3.77) gemäß des Auswertekonzepts in 3.3.2.1 liegt hier das statistische mesoskopische Zyklusmodell nach Holste und Burmeister ([81][82]) für das Verformungsverhalten der mesoskopischen Volumenelemente zugrunde.

Das Bild 5.35 zeigt exemplarisch für einen MO-EK mit vorrangig PGB-Struktur sowie bei zwei Verformungsamplituden für einen [001]-EK mit Labyrinthstruktur die Abhängigkeit der Halbwertsbreite  $B$  und des Formparameters  $F$  von der Ableitung  $\gamma_p$  im Zyklus nach Entlastung.  $B$  und  $F$  sind wieder Mittelwerte über die Profilparameter, die an BBP vom Typ 311 an einer Probenseitenfläche mit einer Normalen senkrecht zur Probenlastachse gemessen wurden. Unabhängig von der EK-Orientierung ist  $B$  generell maximal nach Entlastung von den Eckpunkten der mechanischen Hysterese und minimal jeweils nach Verformung um ungefähr  $\gamma_{pa}/2$  (große Verformungsamplituden) bis zu  $\gamma_{pa}$  (d.h.  $\gamma_p = 0$  bei kleinen Verformungsamplituden) in jedem Halbzyklus, bezogen auf ein Eckpunkt-Koordinatensystem. Für den Formparameter  $F$  gilt umgekehrt, dass er nach Entlastung von den Eckpunkten generell minimale, und dann ungefähr nach einem Viertelzyklus maximale Werte annimmt.

Die Änderung der Profilbreite im Zyklus beträgt demnach zwischen 10 und 15% bezogen auf die maximale Breite  $B_{max}$ . Da die Änderung von  $F(\gamma_p)$  gerade gegenläufig zu der Änderung von  $B(\gamma_p)$  erfolgt, ist die Änderung der Integralbreite  $\beta = FB$  im Zyklus noch geringer als die der Halbwertsbreite, jedoch zeigt sich qualitativ für  $\beta(\gamma_p)$  das gleiche Verhalten wie für  $B(\gamma_p)$ . Damit kann aus der maximalen und minimalen Integralbreite  $\beta_{max}$  und  $\beta_{min}$  der BBP im Verformungszyklus das mittlere mesoskopische Eigenverzerrungsquadrat  $\langle \Delta\epsilon_\omega^2 \rangle$  in Messrichtung nach Entlastung von den Eckpunkten der mechanischen Hystereseschleife entsprechend Gleichung (3.77) abgeschätzt werden. Dabei wird vorausgesetzt, dass sich die Änderung der Profilbreite allein auf die Änderung des mesoskopischen Eigenverzerrungsanteils zurückführen lässt und die mesoskopischen Strukturelemente als KSB wirken, deren mittlere Eigenverzerrung in Messrichtung die Lage der zugehörigen Partialprofile bestimmt.

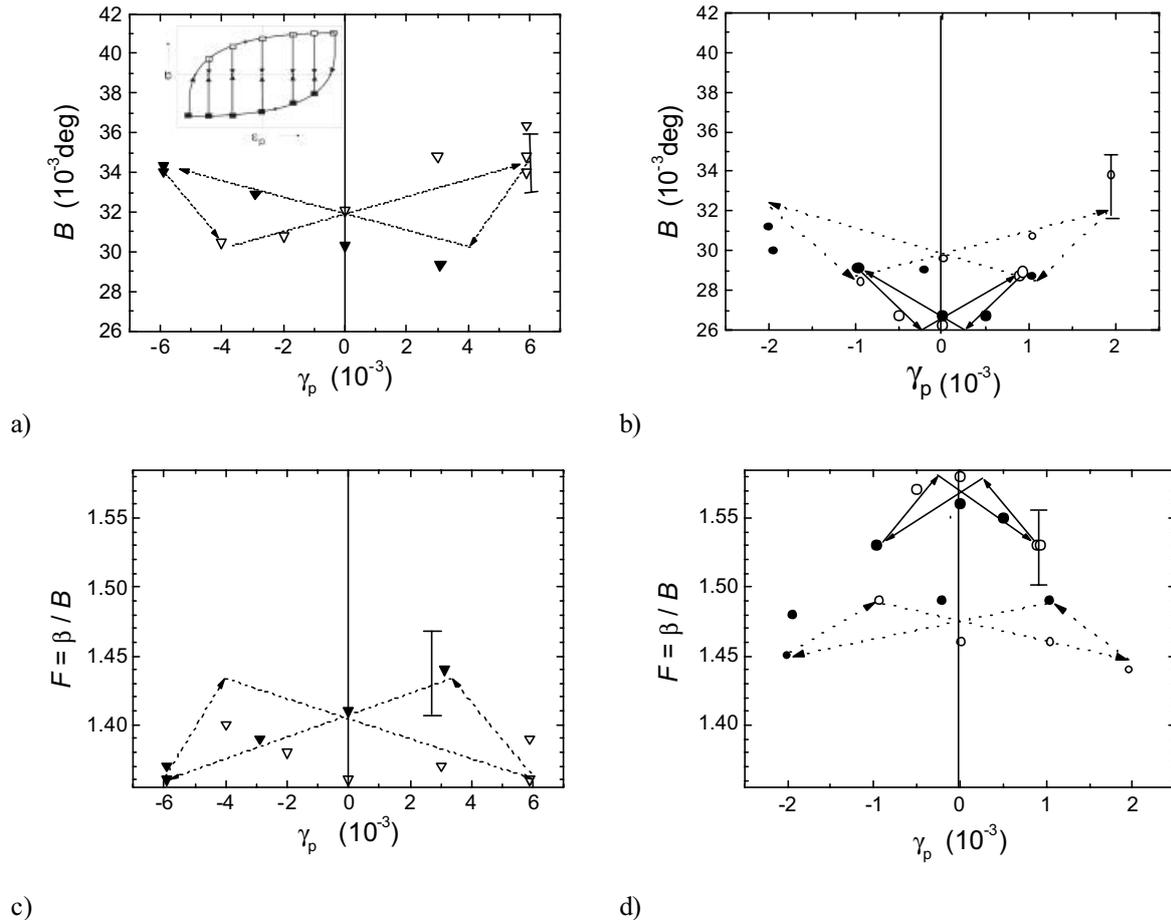


Bild 5.35: Abhängigkeit der Halbwertsbreite  $B$  (a), (b) und des Formparameters  $F$  (c), (d) von der plastischen Scherdehnung  $\gamma_p$  im Verformungszyklus nach Entlastung. (MO-EK: (a), (c); [001]-EK: (b), (d)). Die offenen Symbole stehen für Messwerte im Zughalbzklus, die geschlossen für den Druckhalbzyklus. In (b) und (d) gelten die größeren Symbole für die Scherdehnungsamplitude  $\gamma_{pa}=1 \times 10^{-3}$ , die kleineren für  $\gamma_{pa}=2 \times 10^{-3}$ . In (a) ist eine schematische äußere  $\sigma$ - $\epsilon_p$ -Hystereseschleife eingefügt, die die Versuchsführung beim Entlasten veranschaulichen soll.

Das Bild 5.36 a) zeigt  $\langle \Delta \epsilon_\omega^2 \rangle^{1/2}$  in Abhängigkeit von  $\Sigma \gamma_{pa}$  für MO-EK mit mesoskopisch heterogener Verformung auf dem primären Gleitsystem und für EK, die eine mesoskopisch heterogene plastische Verformung auf verschiedenen Gleitsystemen (multiple slip: MS) aufweisen. Der Anteil dieser mesoskopisch weitreichenden Eigenverzerrungsspektren an der, in EK ausschließlich durch Verzerrungen verursachten, Verbreiterung des Gesamtprofils beträgt für beide EK-Orientierungen und die betrachteten Verformungsamplituden etwa 10 – 15%.

Aus der Größe  $\langle \Delta \epsilon_\omega^2 \rangle$ , die ein Maß für die Breite des sich im Lastzyklus auf- und wieder abbauenden mesoskopischen Eigenverzerrungsspektrums in Messrichtung ist, kann das mittlere mesoskopische Schubeigenspannungsquadrat  $\langle (\Delta \tau_\omega^E)^2 \rangle$  berechnet werden. Dazu muss zunächst wieder aus der Profilsymmetrie von BBP in unterschiedliche Messrichtungen die Anzahl  $n_{het}$  aktiver Gleitsysteme mit mesoskopisch heterogener plastischer Verformung nach dem Minimumprinzip für die Summe  $S_K$  (Gleichung (5.9)) bestimmt, und daraus der Parameter  $K_\gamma^{(i)}(n_{het})$  für jede  $i$ -te Messrichtung berechnet werden (s. Tabelle 9.6).

Aus der Änderung der Integralbreite innerhalb eines Verformungszyklus in Messrichtung  $i$  lässt sich dann letztlich  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle$  abschätzen zu

$$\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle = \frac{4G^2}{(K_\gamma^{(i)})^2} \langle (\Delta\varepsilon_\omega)^2 \rangle. \quad (5.18)$$

Es muss hier nochmals betont werden, dass erstens bei dieser Abschätzung angenommen wird, dass die mesoskopischen Eigenverzerrungsbeiträge am Punkt mit minimaler Integralbreite innerhalb des Verformungszyklus alle gleichzeitig verschwinden und maximal an den Eckpunkten sind, in denen die Integralbreite maximal ist. Zum zweiten wird in Übereinstimmung mit den Leitfähigkeitsmessungen an Ni-EK [69] vorausgesetzt, dass sich im mechanisch stabilisierten Lastzyklus die Versetzungsdichten in PR und DR nicht ändern, so dass sich nur die Lagen, nicht aber die Form der den mesoskopischen Strukturelementen zuzuordnenden Partialprofile im Zyklus ändern. Mit diesen Annahmen wird die Breite des mesoskopischen Eigenspannungsspektrums sicher unterschätzt, da die Rechnungen in [81][268] zeigen, dass  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle$  im Lastzyklus zwar ein Minimum annimmt, aber nicht Null wird, so dass der Beitrag der mesoskopisch weitreichenden Eigenverzerrungen zur Breite des Messprofils sicher noch größer ist. Die Tabelle 9.6 im Anhang enthält Daten, die zur Bestimmung der in Bild 5.36 b) dargestellten Werte  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle^{1/2}$  der Wurzel aus dem mittleren mesoskopischen Eigenspannungsquadrat erforderlich sind.

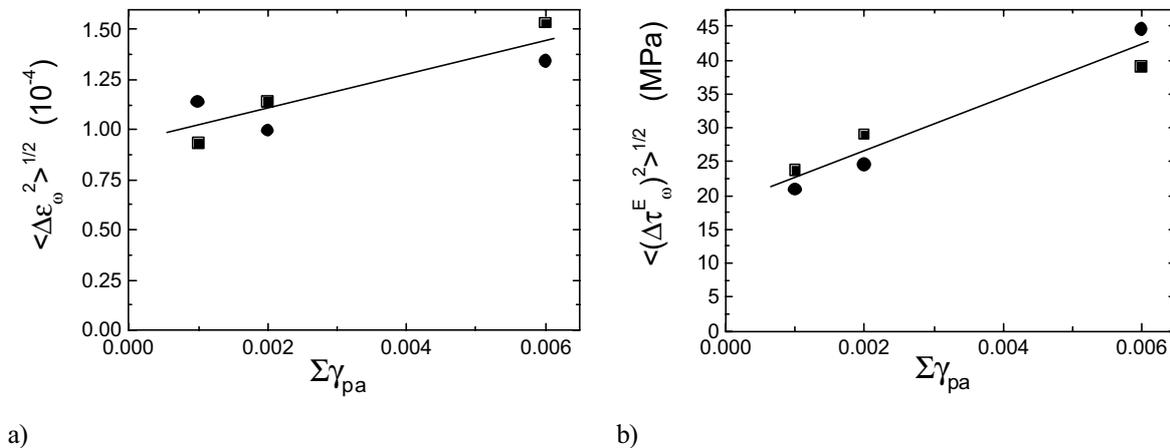


Bild 5.36: Abhängigkeit der Wurzel aus dem mittleren mesoskopischen Eigenverzerrungsquadrat  $\langle \Delta\varepsilon_\omega^2 \rangle^{1/2}$  in Messrichtung (a) und der Wurzel aus dem mittleren mesoskopischen Schubeigenspannungsquadrat  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle^{1/2}$  (b) von der plastischen Scherdehnungsamplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  für MO-EK (●) und EK mit MS (■).

Im betrachteten Bereich der Verformungsamplituden nimmt das mittlere mesoskopische Eigenspannungsquadrat mit  $\Sigma\gamma_{pa}$  zu. Die rms Schubeigenspannungen in MO-EK und in EK mit MS haben dabei etwa gleiche Größenordnung, d.h. die Breite des mesoskopischen Eigenspannungsspektrums ist für die betrachtete PGB- und Labyrinth-Versetzungsstruktur bei gleicher Verformungsamplitude etwa gleich.

Grobe Aussagen über die Form des mesoskopischen Eigenspannungsspektrums liefert der Vergleich der experimentell ermittelten Werte  $\langle (\Delta\tau_\omega^E)^2 \rangle^{1/2}$  mit den rms Eigenspannungen  $\langle (\Delta\tau_{\omega,2K}^E)^2 \rangle^{1/2}$ , die man erhält, wenn sich die mesoskopischen Strukturelemente im Sinn

eines reinen 2-Komponentensystems verhalten würden, d.h, wenn die mesoskopische Eigen-  
spannung in allen PR und DR jeweils gleich groß wäre. Für diesen Fall ergibt sich

$$\langle (\Delta\tau_{\omega,2K}^E)^2 \rangle^{1/2} = \sqrt{\left(f_{PR} + \frac{f_{PR}^2}{f_{DR}}\right)(\tau_{PR}^E)^2}. \quad (5.19)$$

Wie aus Tabelle 9.6 ersichtlich, liegt  $\langle (\Delta\tau_{\omega}^E)^2 \rangle^{1/2}$ , das im Rahmen des statistischen  
Zyklusmodells aus der Änderung der Profilbreite im Zyklus berechnet wurde, für alle unter-  
suchten Verformungsamplituden und Kristallorientierungen immer deutlich über  
 $\langle (\Delta\tau_{\omega,2K}^E)^2 \rangle^{1/2}$ , was im Rahmen des 2-Komponentenmodells aus der Asymmetrie des  
Profils nach Entlastung vom Zug- und Druckeckpunkt der mechanischen Hystereseschleife  
ermittelt wird. Dies bedeutet, dass das 2-Komponentenmodell zwar wesentliche Eigen-  
schaften des Verformungsverhaltens der mesoskopisch heterogenen Versetzungsstrukturen  
richtig beschreibt, man jedoch für genauere Beschreibungen beispielsweise der Form der  
mechanischen Hystereseschleife das breite Spektrum der mesoskopisch heterogenen  
Verformung berücksichtigen muss.

## 5.2 Feinkristalline Vielkristalle

Alle in diesem Kapitel dargestellten Ergebnisse der Analyse von BBP an feinkristallinen  
(fc) Ni-Vielkristallen wurden an Proben erhalten, die im Ausgangszustand nach der  
Rekristallisationsglühung eine mittlere Kristallitgröße von 25  $\mu\text{m}$  bei statistisch regelloser  
Verteilung der Kristallitorientierungen aufweisen und weitgehend spannungsfrei sind. Die  
plastische Verformung der Proben erfolgte im symmetrischen Zug-Druck-Versuch bei  
Raumtemperatur mit mittleren Verformungsgeschwindigkeiten von  $\dot{\epsilon}_p \approx 0,5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  bis zum  
Erreichen der Stabilisierung der mechanischen Eigenschaften (mechanische Sättigung). Die  
Zyklische Spannungs-Dehnungskurve sowie die Volumenanteile versetzungsdichter Gebiete  
in Abhängigkeit von der Verformungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  sind bereits in Bild 5.29 gezeigt  
worden. In der vorliegenden Arbeit steht damit für fc VK vor allem die Diskussion der  
Abhängigkeit röntgenographisch ermittelbarer Charakteristika der Mikrostruktur und des  
Verformungsverhaltens von der plastischen Dehnungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  sowie von der plasti-  
schen Dehnung  $\epsilon_p$  im Lastzyklus im Vordergrund.

### 5.2.1 Mittlere weitreichende Eigenspannungsbeiträge auf makroskopischem, kristallinem und mesoskopischem Strukturniveau

Aus der Untersuchung der Verschiebung von BBP, die an fc Ni-VK nach zyklischer  
plastischer Verformung mit  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ ,  $1,4 \times 10^{-3}$  und  $1,5 \times 10^{-3}$  gemessen wurden, soll ver-  
sucht werden, Aussagen über makroskopische, mittlere kristalline und mesoskopische  
Eigenverzerrungs- bzw. -spannungsbeiträge in diesem Verformungsamplitudenbereich zu  
gewinnen. Das Bild 5.37 a), d), g) zeigt für die genannten Verformungsamplituden die Ver-  
schiebung  $\Delta\vartheta_p$  des Profilpeaks von BBP vom *hkl*-Reflex typ 311, 331 bzw. 420 in Abhän-

gigkeit von der durch  $\sin^2\psi$  bzw.  $\sin^2\eta$  gekennzeichneten Messrichtung  $\mathbf{n}$  (Winkeldefinition vgl. Bild 3.1). Die Röntgenmessungen wurden nach Entlasten der Proben vom Zugeckpunkt der mechanisch stabilisierten Hysterese durchgeführt.

Darüber hinaus zeigt das Bild 5.37 die numerisch berechneten Parameter  $\langle K_V^\circ \rangle^* = -180^\circ \tan\vartheta_0 \langle K_V \rangle^* / \pi$  und  $\langle K_\omega^\circ \rangle^* = -180^\circ \tan\vartheta_0 \langle K_\omega \rangle^* / \pi$  für die bei der Messung der Profilpeakverschiebung verwendeten  $hkl$ -Reflextypen und  $\mathbf{n}$ -Messrichtungen. Dabei beschreibt  $\langle K_V^\circ \rangle^*$  (s. Gleichung (3.95)) den Beitrag der mittleren Kristalliteigenverzerrungen in den röntgenographisch selektierten Kristalliten zur Profilverschiebung, während  $\langle K_\omega^\circ \rangle^*$  (s. Gleichung (3.102)) proportional ist zum mittleren Beitrag der PR-Eigenverzerrungen in den röntgenographisch selektierten Kristalliten zur Verschiebung des Profilpeaks. Die Berechnung dieser Parameter erfolgte numerisch auf der Grundlage der unter 3.3.2.2 erläuterten Modellannahmen.

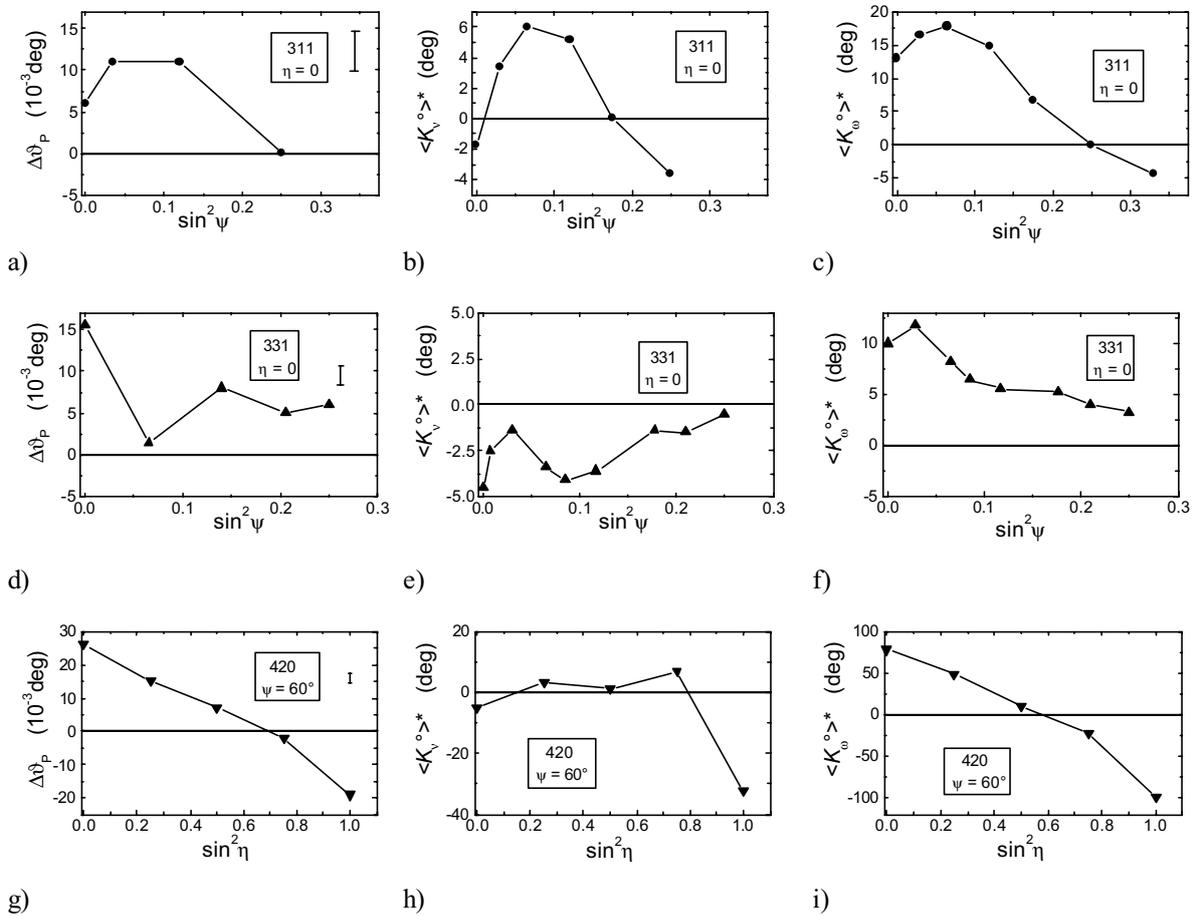


Bild 5.37: Profilpeakverschiebung  $\Delta\vartheta_P$  nach zyklischer plastischer Verformung mit  $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  (a),  $1,4 \times 10^{-3}$  (d) und  $1,5 \times 10^{-3}$  (g) in Abhängigkeit von  $\sin^2\psi$  (a,d) bzw.  $\sin^2\eta$  (g) für Reflexe vom Typ 311 (a), 331 (d) und 420 (g) (nach Daten in [269], [96], [270]). Die Bilder b), e) und h) zeigen den Faktor  $\langle K_V^\circ \rangle^*$  in Abhängigkeit von  $\sin^2\psi$  (b,e) bzw.  $\sin^2\eta$  (h) für Reflexe vom Typ 311 (b), 331 (e) und 420 (h) (nach Daten in [270][271]). Die Bilder c), f) und i) zeigen den Faktor  $\langle K_\omega^\circ \rangle^*$  in Abhängigkeit von  $\sin^2\psi$  (c,f) bzw.  $\sin^2\eta$  (i) für Reflexe vom Typ 311 (c), 331 (f) und 420 (i).

Die experimentell gemessene Peakverschiebung weist vor allem für Reflexe vom Typ 311 und 331 einen über den Messfehler hinausgehenden nichtlinearen Verlauf in Abhängigkeit

von  $\sin^2\psi$  auf. Für eine komplexe Bestimmung der Tensoren der makroskopischen, mittleren kristallinen und mesoskopischen Eigenverzerrungsbeiträge in den PR  $\overline{\Delta\epsilon_T}$ ,  $\langle\overline{\Delta\epsilon_v}\rangle^*$  und  $\langle\overline{\Delta\epsilon_{\omega,PR}}\rangle^*$  nach Gleichung (3.96) liegen jedoch pro Verformungszustand zu wenige Messpunkte vor. Es wird deshalb hier nur geprüft, ob die gemessenen Peakverschiebungen jeweils allein durch makroskopische, kristalline oder mesoskopische Eigenverzerrungsbeiträge hervorgerufen werden könnten.

#### a) Makroskopische Eigenspannungen

Da keine Aufspaltung der  $\Delta\vartheta_P(\sin^2\psi)$ - bzw.  $\Delta\vartheta_P(\sin^2\eta)$ -Messwertkurven vorliegt, kann man im einfachsten Fall annehmen, dass ein zweiachsiger Eigenspannungszustand mit den makroskopischen Eigenspannungen  $\sigma_I$  und  $\sigma_{II}$  parallel zur  $x$ - bzw.  $y$ -Probenachse im röntgenographisch untersuchten Oberflächenbereich vorliegt (s. 3.2.1 b). Dann müssten sich die Messdaten durch lineare Messwertfunktionen anfitzen lassen. Da die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung größenordnungsmäßig 10  $\mu\text{m}$  beträgt, würden die röntgenographisch ermittelten Spannungen etwa für die oberste Kornschicht der Probe gelten. Die Spannungen könnten z.B. durch ein unterschiedliches Plastizierungsverhalten von oberflächennahen und innenliegenden Kristalliten verursacht werden.

Entsprechend Gleichung (3.24) kann dann die gemessene Peakverschiebung  $\Delta\vartheta_P(\sin^2\psi)$  für  $\eta = 0$  durch die Funktionen

$$\Delta\vartheta_S = \Delta\vartheta_P = m_\psi \sin^2\psi + n_\psi \quad \text{mit} \quad (5.20)$$

$$m_\psi = -\frac{180^\circ \tan \vartheta_0}{\pi} \frac{1}{2} S_2 \sigma_I \quad \text{und} \quad n_\psi = \frac{180^\circ \tan \vartheta_0}{\pi} S_1 (\sigma_I + \sigma_{II}),$$

und  $\Delta\vartheta_P(\sin^2\eta)$  durch

$$\Delta\vartheta_S = \Delta\vartheta_P = m_\eta \sin^2\eta + n_\eta \quad \text{mit} \quad (5.21)$$

$$m_\eta = -\frac{180^\circ \tan \vartheta_0}{\pi} \frac{1}{2} S_2 (\sigma_{II} - \sigma_I) \sin^2\psi \quad \text{und}$$

$$n_\eta = -\frac{180^\circ \tan \vartheta_0}{\pi} \left[ \frac{1}{2} S_2 \sigma_I \sin^2\psi + S_1 (\sigma_I + \sigma_{II}) \right]$$

beschrieben werden, wobei  $S_1$  und  $S_2/2$  die  $hkl$ -abhängigen sogenannten röntgenelastischen Konstanten sind, die die elastische Anisotropie berücksichtigen. In der Einschlussnäherung nach Kröner ist für 311-, 331- und 420-Reflexe in Ni  $-S_1 = 1,59, 1,24$  bzw.  $1,56$  sowie  $S_2/2 = 6,55, 5,59$  bzw.  $6,49$  in Einheiten von  $10^{-12}\text{Pa}^{-1}$  [272].

Nähert man die Messwertkurven durch die o.a. Fitfunktionen an, so erhält man folgende Ergebnisse:

Tabelle 5.8: Zur Interpretation der Profilpeakverschiebung mit makroskopischen Eigenspannungen

$\epsilon_{pa}$	$3 \times 10^{-4}$	$1,4 \times 10^{-3}$	$1,5 \times 10^{-3}$
$hkl$	311	331	420
$\sigma_I$ (MPa)	$77 \pm 65$	$25 \pm 25$	$-27 \pm 8$
$\sigma_{II}$ (MPa)	$39 \pm 100$	$26 \pm 43$	$6 \pm 11$

Es ist offensichtlich, dass zumindest für die Messwertkurven von 311- und 331-BBP wegen des großen Fehlers keine sinnvollen Angaben über makroskopische Eigenspannungen getroffen werden können, wenn diese allein die beobachtete Profilverschiebung hervorrufen sollten. Darüber hinaus unterscheiden sich die für etwa gleiche Verformungsamplituden erhaltenen Eigenspannungen  $\sigma_I$  aus Reflexen vom Typ 331 von denen aus Reflexen vom Typ 420, für die die Fehler durch Abweichungen vom linearen Funktionsverlauf klein sind, durch ihr Vorzeichen, was sich ebenfalls kaum physikalisch interpretieren lässt. Selbst unter Berücksichtigung der angegebenen Messfehler für die Peakverschiebung scheint es daher sehr unwahrscheinlich, dass makroskopische Eigenspannungen allein für das Verhalten der  $\Delta\vartheta_p$ -Messwerte bei ermüdeten fc Ni-VK verantwortlich sind. Für die weiteren Betrachtungen wird daher zunächst vereinfachend angenommen, dass keine makroskopischen Eigenspannungen auftreten.

### b) Kristalliteigenverzerrungen

Wenn sich die gemessenen Profilverschiebungen allein auf Eigenverzerrungsbeiträge mit Kristallit-Reichweite im Rahmen der unter 3.3.2.2 erläuterten Modellvorstellungen nach Schmidt et al. [96] zurückführen lassen sollen, so müssten die gemessenen  $\Delta\vartheta_p(\sin^2\psi)$ - bzw.  $\Delta\vartheta_p(\sin^2\eta)$ - Zusammenhänge prinzipiell die gleiche Form einschließlich der relativen Lage zur Abszissenachse aufweisen wie die zugehörigen Zusammenhänge  $\langle K_v^\circ \rangle * (\sin^2\psi)$  bzw.  $\langle K_v^\circ \rangle * (\sin^2\eta)$ , da entsprechend Gleichung (3.95) für jede einzelne Messrichtung gelten müsste  $\Delta\vartheta_p = \alpha_v \varepsilon_T^p \langle K_v^\circ \rangle$ , wobei der Akkommodationsfaktor  $\alpha_v$  und die plastische Dehnung  $\varepsilon_T^p$  des makroskopischen Strukturelements nicht von der  $n$ -Messrichtung und vom  $hkl$ -Reflextyp abhängen sollten. Wenn man wie unter a) vorgeschlagen annimmt, dass keine Makrospannungen vorliegen, so ist  $\varepsilon_T^p$  gleich der plastischen Dehnung  $\varepsilon_p$  der Probe nach Entlastung. Aus jedem einzelnen der vier  $\Delta\vartheta_p(\sin^2\psi)$ -Messpunkte für  $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  sowie der jeweils fünf  $\Delta\vartheta_p(\sin^2\psi)$ - bzw.  $\Delta\vartheta_p(\sin^2\eta)$ -Messpunkte für  $\varepsilon_{pa} = 1,4 \times 10^{-3}$  bzw.  $\varepsilon_{pa} = 1,5 \times 10^{-3}$  ist dann als einziger offener Parameter der Akkommodationsfaktor  $\alpha_v$  zu berechnen.

Tabelle 5.9: Akkommodationsfaktoren  $\alpha_v$  aus der Profilpeakverschiebung

$\varepsilon_{pa}$	$3 \times 10^{-4}$	$1,4 \times 10^{-3}$	$1,5 \times 10^{-3}$
$\alpha_v$	$1,3 \pm 10$	$-3,2 \pm 3$	$0,7 \pm 2,7$

Die Werte in Tabelle 5.10 zeigen, dass es im Rahmen der zugrunde liegenden Modellvorstellungen über das Plastizierungsverhalten der Kristallite wegen der großen Diskrepanz zwischen den  $\alpha_v$ -Werten für die verschiedenen Verformungsamplituden, der z.T. enormen Standardabweichungen und wegen des physikalisch sinnlosen negativen  $\alpha_v$ -Wertes für  $\varepsilon_{pa} = 1,4 \times 10^{-3}$  unmöglich ist, die nichtlinearen Messwertkurven allein auf den Einfluss von Kristalliteigenstress zurückzuführen. Ein Ausweg könnte die in [96] vorgeschlagene Überlagerung makroskopischer und kristalliner Eigenverzerrungsbeiträge sein. Abgesehen davon, dass die Anzahl der Messwertpaare für eine entsprechende Auswertung noch zu gering und der Fehler damit erheblich ist, erhält man für die drei Verformungsamplituden ganz unterschiedliche Makro-Eigenspannungen ( $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ :  $\sigma_I \approx 0$ ,  $\sigma_{II} > 0$ ;  $\varepsilon_{pa} = 1,4 \times 10^{-3}$ :  $\sigma_I > 0$ ,  $\sigma_{II} \approx 0$ ;  $\varepsilon_{pa} = 1,5 \times 10^{-3}$ :  $\sigma_I < 0$ ,  $\sigma_{II} \approx 0$ ). Es ist sehr unwahrscheinlich, dass sich das Verformungs-

verhalten der Oberflächenkristallite derart mit der Verformungsamplitude ändert. Insgesamt muss daher resümiert werden, dass das in [96] vorgeschlagene Modell für die sich im Rahmen einer Einschlussnäherung nach Kröner ergebenden Kristallit-Eigenverzerrungen die experimentell beobachteten Eigenverzerrungen nicht richtig beschreibt. Das bedeutet, dass die Grundvoraussetzungen dieses Modells (ausschließlich Einfachgleitung auf dem primären Gleitsystem in den Kristalliten, Proportionalität zwischen der Kristallitabgleitung und dem Schmid-Faktor des Kristalliten) modifiziert werden müssen.

### c) Mesoskopische Eigenverzerrungen

Zunächst soll wieder vorausgesetzt werden, dass keine makroskopischen und kristallinen Eigenverzerrungsbeiträge die Lage des Peaks eines BBP beeinflussen. Dann gilt entsprechend Gleichung (3.102)  $\Delta\vartheta_P = \langle K_\omega^\circ \rangle * \alpha_\omega(P/f_{PR}-1) \varepsilon_P$ . Da der Akkommodationsfaktor  $\alpha_\omega$  und das Verhältnis  $P/f_{PR}$  im Mittel für alle Kristallite gleich und damit unabhängig von der Messrichtung sein sollen, müsste wegen der Proportionalität zwischen  $\Delta\vartheta_P$  und  $\langle K_\omega^\circ \rangle *$  jeweils der Verlauf der  $\Delta\vartheta_P(\sin^2\psi)$ - bzw.  $\Delta\vartheta_P(\sin^2\eta)$ -Messwertkurven demjenigen der  $\langle K_\omega^\circ \rangle * (\sin^2\psi)$ - bzw.  $\langle K_\omega^\circ \rangle * (\sin^2\eta)$ -Kurven entsprechen, was, wie Bild 5.37 zeigt, für alle drei Verformungsamplituden zutrifft.

Aus dem Verhältnis  $\Delta\vartheta_P / (\langle K_\omega^\circ \rangle * \varepsilon_P)$  kann das Produkt  $\alpha_\omega(P/f_{PR}-1)$  für jeden einzelnen Messpunkt berechnet werden. Bei der kleinen Verformungsamplitude ergibt sich  $\alpha_\omega(P/f_{PR}-1) = 2,1 \pm 0,4$ , für die größeren Amplituden erhält man im Mittel  $\alpha_\omega(P/f_{PR}-1) = 0,6 \pm 0,2$ . Da  $\alpha_\omega > 0$  ist, folgt für die betrachteten Verformungsamplituden, dass das Verhältnis  $P/f_{PR} = \gamma_{v\omega,PR}^p / \gamma_v^p > 1$  sein muss, d.h. im Mittel ist die Abgleitung in den versetzungsarmen Gebieten PR eines Kristalliten stets größer als die Abgleitung im gesamten Kristalliten. Im Extremfall wird  $\gamma_v^p = f_{PR} \gamma_{v\omega,PR}^p$  wenn die Abgleitung  $\gamma_{v\omega,DR}^p$  in den DR Null ist. Unter Verwendung des Volumenanteils  $f_{PR}$ , der für feinkristalline Ni-VK von Buque et al. [23] in Abhängigkeit von  $\varepsilon_{pa}$  nach zyklischer Verformung bei Raumtemperatur bestimmt wurde ( $f_{PR} \approx 0,5$  bei  $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ ,  $f_{PR} \approx 0,68$  bei  $\varepsilon_{pa} = 1,5 \times 10^{-3}$ ), lässt sich dann für den Grenzfall  $\gamma_{v\omega,DR}^p = 0$  der Faktor  $\alpha_\omega$  abschätzen. Man erhält physikalisch sinnvolle Werte von  $\alpha_\omega \approx 2$  für  $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  und  $\alpha_\omega \approx 1,2$  für  $\varepsilon_{pa} \approx 1,5 \times 10^{-3}$ . Nehmen die DR an der plastischen Verformung des Kristalliten teil mit  $\gamma_{v\omega,DR}^p > 0$ , führt das zu einer Erhöhung der Akkommodationsfaktoren  $\alpha_\omega$ . Selbst wenn man berücksichtigt, dass in Ni-VK mit zunehmender Verformungsamplitude auch eine „Kondensation“ der versetzungsdichten Gebiete zu dünnen Wänden erfolgt, ergeben sich damit im Vergleich mit den an Ni-EK aus der Profilasymmetrie ermittelten Akkommodationsfaktoren  $\Gamma = \alpha/2$  (PGB-Struktur:  $\alpha_{PGB} = 0,86$ ; Labyrinth-Struktur  $\alpha_L = 0,22$ ; Matrix-Struktur  $\alpha_M = 0,72$ ) für Ni-VK unerwartet hohe Werte  $\alpha_\omega$  aus der Analyse der Profilpeakverschiebung. Das bedeutet, dass mit den hier verwendeten Annahmen über die plastische Verformung der Kristallite in fc VK bereits kleine Differenzen der plastischen Verformung von DR und PR zu großen mesoskopischen Eigenspannungen führen.

Für eine grobe Abschätzung der mittleren mesoskopischen Schubeigenspannungen nach Entlastung vom Zugeckpunkt des Verformungszyklus kann man wie folgt vorgehen. Nach den in 3.3.2.2 entwickelten Modellvorstellungen, die Einfachgleitung in den Kristalliten bei Proportionalität zwischen der Abgleitung  $\gamma_v^p$  und dem Schmid-Faktor  $\mu_v$  des Kristalliten

voraussetzen, ergibt sich die mittlere Abgleitamplitude der Kristallite aus  $\gamma_V^p = \epsilon_{pa}/\mu_{11T}$ . Unter Verwendung der Beziehung (5.16) für die Eigenspannungsdifferenz mit  $\Delta\tau^E = -G\Gamma\Delta\gamma_p$  sowie von Gleichung (3.102) folgt

$$\Delta\tau^E = \frac{-G}{2(1-f_{PR})\mu_{11T} <K_\omega^\circ>} \frac{\Delta\vartheta_p^\circ}{}, \quad (5.22)$$

wobei man wiederum voraussetzt, dass die Verschiebung des Profilpeaks allein durch die mesoskopischen Eigenverzerrungsbeiträge in den versetzungsarmen Gebieten hervorgerufen wird.

Aus den vorliegenden Messdaten  $\Delta\vartheta_p$  und  $f_{PR}$  sowie den messrichtungsabhängigen  $<K_\omega^\circ>^*$ -Werten erhält man im Mittel  $\Delta\tau^E \approx -100\text{MPa}$  bzw.  $-220\text{MPa}$  für  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  bzw. für  $\epsilon_{pa} \approx 1,5 \times 10^{-3}$ . Daraus ergeben sich für die mittleren mesoskopischen Eigenspannungsbeiträge  $\tau_{PR}^E = f_{DR}\Delta\tau^E$  in den PR etwa  $-50\text{MPa}$  und  $-70\text{MPa}$  sowie für die entsprechenden Eigenspannungsbeiträge  $\tau_{DR}^E = -f_{PR}\Delta\tau^E$  in den DR etwa  $50\text{MPa}$  und  $150\text{MPa}$  jeweils für die Verformungsamplituden  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  bzw.  $\epsilon_{pa} \approx 1,5 \times 10^{-3}$ . Vergleicht man die Eigenspannungsdifferenzen wiederum mit den an Ni-EK bei entsprechenden Verformungsamplituden ermittelten Differenzen  $\Delta\tau^E$  (für  $\Sigma\gamma_{pa} \approx 10^{-3}$  liegen diese je nach Versetzungsstrukturtyp zwischen  $-5$  und  $-20\text{MPa}$ , für  $\Sigma\gamma_{pa} \approx 5 \times 10^{-3}$  etwa zwischen  $-20$  und  $-45\text{MPa}$ , vgl. Bild 5.31), so ist ein deutlich höheres Niveau der mesoskopischen Eigenspannungen in fc Ni-VK zu konstatieren.

Als Ursache für die ungewöhnlich hohen Akkommodationsfaktoren  $\alpha_\omega$  und mesoskopischen Eigenspannungsbeträge kann nur in Betracht kommen, dass bei der unter c) vorgenommenen Interpretation der  $\Delta\vartheta_p\text{-sin}^2\psi$  bzw.  $\Delta\vartheta_p\text{-sin}^2\eta$ -Messwertkurven die Beiträge von makroskopischen und kristallinen Eigenverzerrung zur Peakverschiebung  $\Delta\vartheta_p$  vernachlässigt wurden. Dies muss man annehmen, weil die der Daten-Analyse zugrunde liegende Annahme von Einfachgleitung proportional zu  $\mu$  in den Kristalliten, die dem Sachs-Modell der VK-Plastizität nahe kommt, eher zu einer Überschätzung der kristallinen Eigenverzerrungsbeiträge  $<\Delta\epsilon_v>^*$  in den röntgenographisch selektierten Kristalliten, damit zu zu hohen Werten  $<K_\omega^\circ>^*$  und deshalb eher zu einer Unterschätzung von  $\alpha_\omega$  und  $\Delta\tau^E$  führen sollte. Für eine bessere quantitative Beurteilung der mesoskopischen Eigenspannungen in Ni-VK wären weitere Messungen der Profilpeak- und -schwerpunktverschiebung in unterschiedliche Messrichtungen und für verschiedene *hkl*-Reflextypen erforderlich. Für die Auswertung der gemessenen nichtlinearen Messwertkurven ist eine Modifizierung des Modells für die Kristallitverformung (beispielsweise in Richtung auf das von Holste und Schwab entwickelte Modifizierte Taylor-Modell [99]) vorzunehmen, da keine einheitliche Interpretation der experimentellen Daten im Rahmen des Modells nach Schmidt [96] möglich ist. Als sicher kann jedoch gelten, dass bereits bei relativ kleinen Verformungsamplituden auch in fc Ni-VK Eigenspannungen mit mesoskopischer Reichweite auftreten, die darauf hindeuten, dass unter Last die lokalen Spannungen in den PR deutlich kleiner, und in den DR deutlich größer als die äußere Spannung sind.

### 5.2.2 Versetzungsanordnung auf mesoskopischem Strukturniveau

Um Aussagen über die Versetzungsanordnung auf mesoskopischem Maßstabniveau für fc Ni-VK zu gewinnen, soll die Form von BBP analysiert werden, die an Proben im Zustand der Stabilisierung der mechanischen Eigenschaften nach Entlastung gemessen wurden. Die Messrichtung  $n$  liegt dabei für alle untersuchten  $hkl$ -Reflextypen parallel zur  $z$ -Achse des Probenkoordinatensystems und damit senkrecht zur Lastachse (s. Bild 3.1). Die zur Verfügung stehende Sammlung von Daten verschiedener Autoren (u.a. [116][271][273] [274]) enthält Ergebnisse röntgendiffraktometrischer Messungen an fc Ni-VK mit verschiedenen  $hkl$ -Reflextypen über einen weiten Bereich von Verformungsamplituden. Das Bild 5.38 a) zeigt eine Gesamtschau dieser Daten zum Verhalten der Integralbreite in Abhängigkeit von der Verformungsamplitude. Um eine Vergleichbarkeit der für unterschiedliche  $hkl$ -Reflextypen ermittelten Integralbreiten zu ermöglichen, ist in Bild 5.38 a) die Größe  $\beta_\epsilon = \beta\pi\cot\vartheta_0/180^\circ$  eingetragen, womit man wie für fc VK physikalisch sinnvoll voraussetzt, dass die Profilverbretterung ausschließlich auf Gitterverzerrungen zurückgeführt werden kann. Zum Vergleich mit EK-Daten wird in Bild 5.38 a) als Verformungsamplitude für fc VK die Größe  $\Sigma\gamma_{pa} = M\epsilon_{pa}$  genutzt mit  $M = 3,06$ .

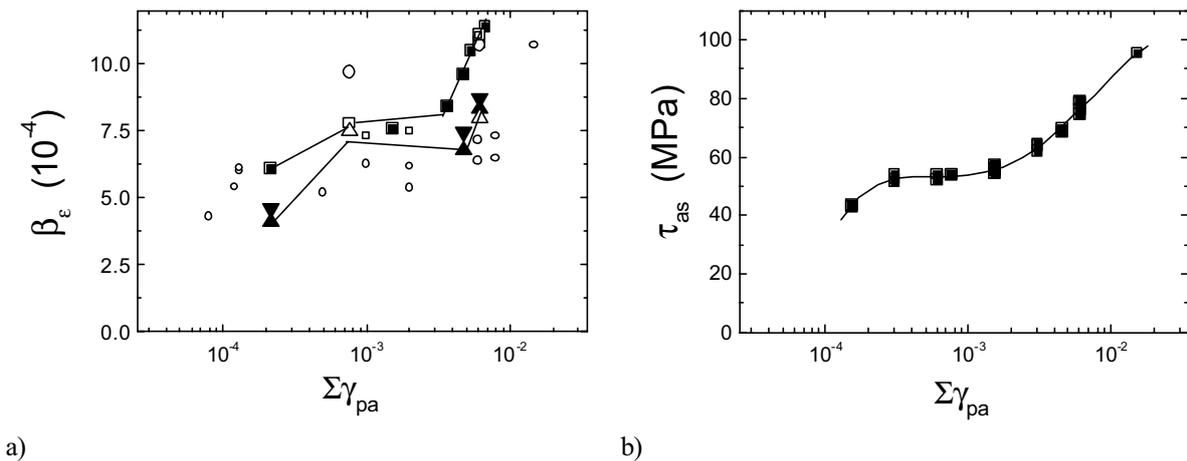


Bild 5.38: a) Abhängigkeit der Integralbreite  $\beta_\epsilon$  von der Verformungsamplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  für fc Ni-VK (große Symbole; 400 Reflex:  $\blacksquare, \square$ , 331 Reflex:  $\blacktriangle, \triangle$ , 420 Reflex:  $\blacktriangledown, \triangledown$ , 311 Reflex:  $\circ$ ) und Ni-EK unterschiedlicher Orientierung (kleine Symbole; MO-EK:  $\circ$ , [001]-EK:  $\square$ ; alles Mittelwerte über 311 Reflexe an einer Probe); die offenen Symbole folgen aus HRXD-Messungen und die ausgefüllten Symbole aus konventionellen Messungen von BBP in Bragg-Brentano Fokussierung mit Cu- $K_\alpha$ -Dublett nach Stokes-Reduktion; b) ZSD-Kurve für fc Ni-VK nach Bild 5.29 a) mit  $\tau_{as} = \sigma_{as}/M$  und  $\Sigma\gamma_{pa} = M\epsilon_{pa}$ .

Die in Bild 5.38 a) eingetragenen Kurven sollen der Veranschaulichung des prinzipiellen Verhaltens der an fc VK bei 400 Reflexen (obere Kurve) sowie 420 bzw. 331 Reflexen (untere Kurve) gemessenen Profilbreiten dienen. Es ist bemerkenswert, dass die Integralbreite  $\beta_\epsilon$  unabhängig vom Reflextyp qualitativ dem Verhalten der Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{as} = \sigma_{as}/M$  in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  folgt (Bild 5.38b).  $\beta_\epsilon$  wächst für kleine Verformungsamplituden zunächst mit  $\Sigma\gamma_{pa}$ , woran sich um  $\Sigma\gamma_{pa} \approx 10^{-3}$  ein plateauartiges Verhalten anschließt, das für  $\Sigma\gamma_{pa} > 4 \times 10^{-3}$  in einen steilen Anstieg der Funktion  $\beta_\epsilon$  ( $\Sigma\gamma_{pa}$ ) übergeht. Die immer an 311 Reflexen für MO-EK gemessenen mittleren Integralbreiten sind für  $\Sigma\gamma_{pa} > 10^{-4}$  eher kleiner als die an fc VK gemessenen Werte, die für [001]-orientierte EK

erhaltenen Integralbreiten liegen zwischen den Werten, die an fc VK einerseits bei 400 und andererseits bei 420 bzw. 331 Reflexen gemessen wurden.

Es zeigt sich, dass sich für fc Ni-VK bei allen Verformungsamplituden jeweils etwa konstante Verhältnisse  $\beta_\epsilon^{hkl} / \beta_\epsilon^{h'k'l'}$  der mit verschiedenen Reflex-Typen  $hkl$  und  $h'k'l'$  gemessenen Profilbreiten ergeben. Wenn die Profilbreite vorrangig durch das Verzerrungsfeld von Versetzungen in einer mesoskopisch heterogenen Anordnung hervorgerufen wird, so sollten nach Gleichung (3.30) und (3.35) die Integralbreitenverhältnisse  $\beta_\epsilon^{hkl} / \beta_\epsilon^{h'k'l'}$  jeweils den Verhältnissen  $\sqrt{C^{hkl} / C^{h'k'l'}}$  der zugehörigen Kontrastfaktoren entsprechen, damit in einem Verformungszustand für jeden Reflex-Typ aus den BBP gleiche Versetzungsdichten und Abschneideradien resultieren. Gemäß der in 3.3.2.2 getroffenen Vereinbarungen bleiben bei dieser Betrachtung insbesondere Effekte der röntgenographischen Kristallitselektion im Fall einer kristallitorientierungsabhängigen mesoskopischen Versetzungsanordnung sowie der Einfluss weitreichender mesoskopischer und kristalliner Eigenverzerrungsbeiträge auf die Profilbreite unberücksichtigt. Unter Nutzung der in Tabelle 3.3 angegebenen Kontrastfaktoren für eine Gleichverteilung von unendlich langen, jeweils parallelen Stufen- und Schraubenversetzungen auf allen Gleitsystemen ergeben sich in elastisch isotroper bzw. anisotroper Näherung folgende Verhältnisse im Vergleich zu den experimentellen Befunden.

Tabelle 5.10: Verhältnisse von Kontrastfaktoren und experimentell an ermüdeten fc VK ermittelten Integralbreiten unterschiedlicher  $hkl$  Reflextypen (Mittelwerte über alle Verformungsamplituden)

$hkl / h'k'l'$	400 / 331	420 / 331	311 / 331
$\sqrt{C^{hkl} / C^{h'k'l'}}$ (isotrop)	1,077	1,033	1,033
$\sqrt{C^{hkl} / C^{h'k'l'}}$ (anisotrop)	1,428	1,266	1,256
$\beta_\epsilon^{hkl} / \beta_\epsilon^{h'k'l'}$	1,30	1,08	1,31

Die experimentell ermittelten Integralbreitenverhältnisse entsprechen damit weder in elastisch isotroper noch anisotroper Näherung genau den aus den Kontrastfaktorverhältnissen abgeleiteten Erwartungen. Die Ursachen für dieses Verhalten können wegen der bereits angeführten modellmäßig bedingten Einschränkungen sehr vielfältig sein. In Anbetracht der für detaillierte weiterführende Analysen nicht ausreichenden Datenbasis wird hier darauf verzichtet, beispielsweise eine Anpassung der  $\sqrt{C^{hkl} / C^{h'k'l'}}$ -Daten an die  $\beta_\epsilon^{hkl} / \beta_\epsilon^{h'k'l'}$ -Werte durch einen Fit der Verhältnisse von Stufen- und Schraubenversetzungen wie z.B. in [163],[165],[275] vorzunehmen, oder von einer ungleichmäßigen Belegung der Gleitsysteme mit Versetzungen auszugehen. Statt dessen wurden für eine erste Näherung, ausgehend von den Gleichungen (3.104) und (3.105) unter Verwendung der mittleren anisotropen Kontrastfaktoren  $\bar{C}_{\text{aniso}}$ , aus hochaufgelöst gemessenen BBP vom Reflex typ 311, 400 und 331 jeweils die mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten und Abschneideradien im 2-Komponentenmodell berechnet. Die Nutzung der in elastisch anisotroper Näherung berechneten Kontrastfaktoren für die Berechnung der Versetzungsdichten in VK im Unterschied zum Vorgehen bei EK wird durch die Einbeziehung von BBP vom Typ 400 begründet, für die die Abweichung zwischen den in elastisch isotroper und anisotroper Näherung berechneten Kontrastfaktoren besonders groß ist (Bild 5.22). Der Einfluss der

elastischen Anisotropie sollte auch im Wesentlichen verantwortlich sein für die in Bild 5.38 a) gezeigte höhere Integralbreite der Reflexe vom Typ 400 im Vergleich zu den Werten für Reflexe vom Typ 420 bzw. 331 bei gegebener Verformungsamplitude.

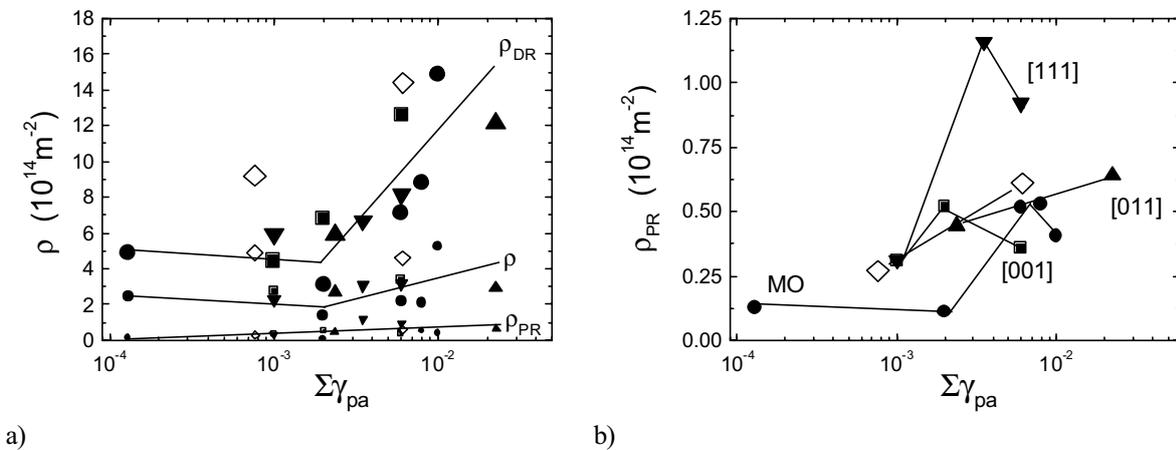


Bild 5.39: a) Mesoskopisch lokale und mittlere Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$ ,  $\rho_{DR}$  und  $\rho$  in fc VK (offene Symbole) und EK (ausgefüllte Symbole: ■: [001]-EK, ●: MO-EK, ▲: [011]-EK, ▼: [111]-EK) in Abhängigkeit von der Verformungsamplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$ . Das Bild b) zeigt  $\rho_{PR}(\Sigma\gamma_{pa})$  in einem vergrößerten Maßstab.

Die Tabelle 9.7 enthält eine Übersicht der Daten zu mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten und effektiven Abschneideradien für zwei Verformungsamplituden. Die für die Auswertung der BBP erforderlichen Volumenanteile  $f_{DR}$  versetzungsdichter Gebiete wurden aus der Arbeit von Buque et al. [23] entnommen. Das Bild 5.39 zeigt die an fc VK bestimmten und über die 3 Reflextypen gemittelten Versetzungsdichten in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$ , gemeinsam mit den für EK erhaltenen Versetzungsdichten.

Das Bild 5.39 b) zeigt, dass sich die für die versetzungsarmen Gebiete in fc VK ermittelten Versetzungsdichten  $\rho_{PR}(\Sigma\gamma_{pa})$  sehr gut in die bei Einkristallen gefundenen Zusammenhänge einordnen. Sie liegen vernünftigerweise im betrachteten Amplitudenbereich oberhalb der Versetzungsdichte  $\rho_{PR}$  für MO-EK mit Matrix- und PGB-Strukturen, in denen Einfachgleitung dominiert, und unterhalb der  $\rho_{PR}$ -Werte von [111]-EK mit 4 aktiven Gleitsystemen.

Für die Versetzungsdichten  $\rho_{DR}$  versetzungsdichter Gebiete und für die mittleren Versetzungsdichten  $\rho$  gilt, dass sie größer als die für EK unterschiedlicher Orientierung ermittelten Werte sind. Bei der Interpretation dieses Ergebnisses sind mehrere Aspekte zu berücksichtigen. Ausgeschlossen werden kann, dass das vorgeschlagene Verfahren der Fourierkoeffizientenanalyse nach (3.104) und (3.105) prinzipiell nicht auf die BBP von fc VK angewendet werden kann, da sich der Fit der Funktionen  $\Omega_{VK}$  und  $\Lambda_{VK}$  wie bei BBP an Einkristallen problemlos ausführen lässt, wenn der Volumenanteil  $f_{DR}$  bekannt ist, der für Nickel-EK und fc VK im betrachteten Amplitudenbereich  $\Sigma\gamma_{pa}$  sogar recht gut übereinstimmt (vgl. Bild 5.29 b) und Tabelle 9.7). Auch die Verwendung der anisotropen Kontrastfaktoren zur Berechnung von  $\rho$  kann nicht Ursache für die für die Verformungsamplitude unerwartet hohen Versetzungsdichten sein, da dies zu geringeren Versetzungsdichtebeträgen führt als bei Nutzung der Kontrastfaktoren in isotroper Näherung.

Verantwortlich für die in fc VK höhere Versetzungsdichte  $\rho_{DR}$  könnte dagegen sein, dass in den DR von fc VK bei gegebener Amplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  größere mesoskopisch lokale Spannungen

gen als in EK vorliegen. Zur Prüfung dieser Annahme werden die für fc VK berechneten Versetzungsdichten  $(\rho_{DR})^{1/2}$  in das

Bild 5.25 eingetragen und mit Hilfe einer Ausgleichgeraden für  $\rho_{DR}^{1/2}(\tau_{loc,DR})$ , die auch die an Einzelkristalliten von cc VK erhaltenen Wertepaare umfasst, die mittleren mesoskopisch lokalen Schubspannungsamplituden  $\tau_{loc,DR}$  in den DR für fc VK bestimmt, wobei angenommen wird, dass der Zusammenhang  $\rho_{DR}^{1/2}(\tau_{loc,DR})$  universell für zyklisch verformte EK, cc und fc VK gilt. Man erhält für  $\Sigma\gamma_{pa} = 7,6 \times 10^{-4}$  eine lokale Schubspannung  $\tau_{loc,DR}$  von etwa 100MPa und für  $\Sigma\gamma_{pa} = 6,1 \times 10^{-3}$  etwa 140MPa (s. Bild 5.40 a), womit sich aus den Sättigungsspannungsamplituden  $\tau_{as} = 54$ MPa bzw. 77MPa mittlere Eigenspannungen  $\tau_{DR}^E$  von 46MPa bzw. 63MPa nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese ergeben würden. Die nach der Mischungsregel daraus folgenden mittleren Eigenspannungen  $\tau_{PR}^E$  in den versetzungsarmen Gebieten würden unter Beachtung des Volumenanteils  $f_{DR}$  von 0,52 bzw. 0,29 dann -50MPa bzw. -26MPa betragen, und damit insbesondere für die kleine Verformungsamplitude zu unverhältnismäßig kleinen lokalen Spannungen in den PR führen. Es ist deshalb eher wahrscheinlich, dass die hohe Versetzungsdichte  $\rho_{DR}$  in fc VK z. T. ein Rudiment der Versetzungsstrukturentwicklung sein könnte, und nicht – wie bei EK beobachtet – der Ausdruck eines Zusammenhangs zwischen lokaler Versetzungsdichte und lokaler Spannung im Sinn einer Fließspannung ist. Grundsätzlich deuten die erhaltenen hohen Versetzungsdichten  $\rho_{DR}$  genau wie die Lage des Profilpeaks darauf hin, dass auch in fc VK mesoskopische Eigenspannungen auftreten sollten, die in den DR die äußere Spannung unterstützen und in den PR der äußeren Spannung entgegengesetzt sind. Zum Beitrag von Spektren mesoskopischer Eigenspannungen zur Profilverbreiterung in fc VK enthält der folgende Abschnitt 5.2.3. quantitative Abschätzungen.

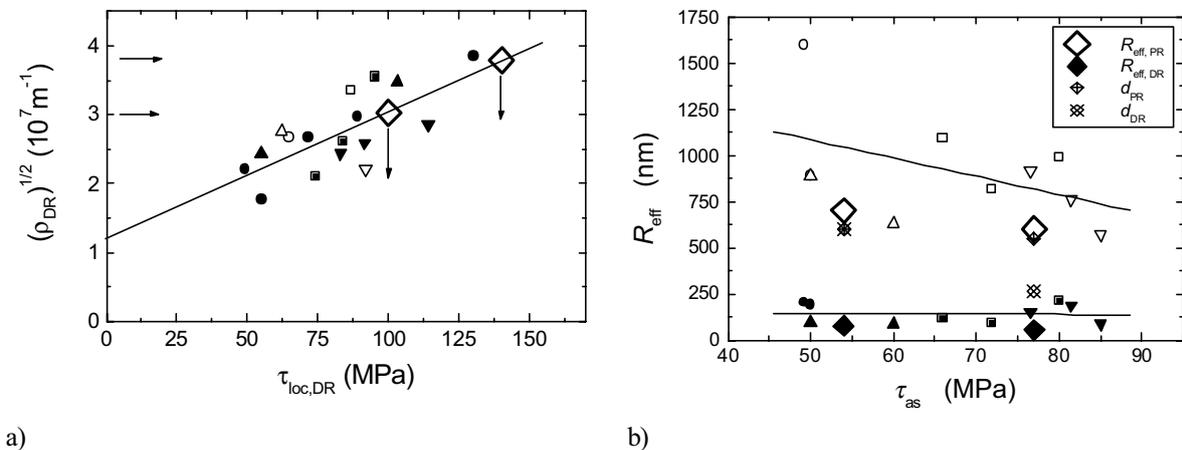


Bild 5.40: a) Abhängigkeit der Wurzel aus der lokalen Versetzungsdichte  $\rho_{DR}$  von der lokalen Spannung  $\tau_{loc,DR}$  für fc VK (große  $\diamond$ ), SG in cc VK (kleine offene Symbole) und EK (ausgefüllte Symbole:  $\blacksquare$ : [001]-EK,  $\bullet$ : MO-EK,  $\blacktriangle$ : [011]-EK,  $\blacktriangledown$ : [111]-EK). Die Pfeile veranschaulichen das Vorgehen zur Bestimmung der lokalen Spannung für die DR in fc VK. b) Effektive Abschneideradien  $R_{eff}$  für fc VK (große Symbole) und EK (kleine Symbole, Symbolform wie in a)) in Abhängigkeit von der äußeren Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{as}$ . Die offenen Symbole stehen für die PR, ausgefüllte Symbole für die DR. Zusätzlich eingetragen sind für fc VK mittlere mesoskopische Strukturlängen  $d_{PR}$  und  $d_{DR}$  (nach [23]).

Das Verhalten der für versetzungsarme und versetzungsreiche Gebiete in fc VK ermittelten effektiven Abschneideradien  $R_{eff,PR}$  und  $R_{eff,DR}$  in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  (Bild 5.40 b) entspricht qualitativ dem für EK erhaltenen Bild 5.28 und unterstützt insgesamt die Vorstel-

lung vom Auftreten von Verzerrungen mit mesoskopischer Reichweite. Die für fc VK gemessene quantitative Übereinstimmung zwischen  $R_{\text{eff,PR}}$  und der mesoskopischen Strukturlänge  $d_{\text{PR}}$ , die beide mit der Sättigungsspannungsamplitude abnehmen, ist auffallend. Für fc VK ist  $R_{\text{eff,DR}}$  mit einem mittleren Wert von etwa 65 nm im Vergleich zu EK ( $R_{\text{eff,DR}} \approx 140$  nm) deutlich geringer und liegt, vor allem bei der kleinen Amplitude, auch signifikant unter der mittleren mesoskopischen Strukturlänge  $d_{\text{DR}}$ . Auch für die DR wird eine Abnahme von  $R_{\text{eff,DR}}$  und  $d_{\text{DR}}$  mit wachsendem  $\tau_{\text{as}}$  beobachtet. Möglicherweise führt die Veränderung der Gleitaktivität in den Kristalliten der fc VK vom Beginn der zyklischen plastischen Verformung bis zum Erreichen der mechanischen Stabilisierung infolge der Wechselwirkung zwischen den Kristalliten [56] zu Versetzungsanordnungen mit insgesamt kleinerer Reichweite der Verzerrungsfelder und der schon diskutierten hohen Versetzungsdichte. Der für EK formulierte Grundgedanke, dass  $R_{\text{eff,DR}}$  für die Ausdehnung einer „Elementareinheit“ ermüdungstypischer versetzungsdichter Gebiete in Richtung eines effektiven Burgersvektors steht, dürfte jedoch erhalten bleiben können.

### 5.2.3 Spektren weitreichender Schubeigenspannungen

Analog zum Vorgehen in Abschnitt 5.1.2.3 für Ni-EK sollen aus der Änderung der Profilbreite im mechanisch stabilisierten Verformungszyklus Aussagen über Spektren weitreichender Schubeigenspannungen abgeleitet werden, die durch eine heterogene plastische Verformung auf mesoskopischen und kristallinem Strukturniveau hervorgerufen werden. Die wesentlichen experimentellen Daten zum Verhalten der Integralbreite von BBP im Verformungszyklus bei fc Ni-VK stammen von Weile und Schmidt [67][273] und wurden bereits im einleitenden Abschnitt im Zusammenhang mit dem mesoskopischen Zyklusmodell von Holste und Burmeister [81] diskutiert. Man erhält, dass unabhängig vom  $hkl$  Reflextyp in fc VK die Integralbreite  $\beta$  maximal nach Entlastung von den Eckpunkten des Verformungszyklus ist, und einen minimalen Wert nach Weiterverformung um  $\epsilon_{\text{pa}}$  (d.h. bei  $\epsilon_{\text{p}} = 0$ ) bei kleinen Verformungsamplituden bzw. um  $\epsilon_{\text{pa}}/2$  (d.h. bei  $\epsilon_{\text{p}} = \pm\epsilon_{\text{pa}}/2$ ) bei größeren Verformungsamplituden hat. Damit verändert sich im Lastzyklus die Form der BBP an fc VK genauso wie an EK unterschiedlicher Orientierung (vgl. Bild 5.35). Die Tabelle 9.8 enthält die wesentlichen Angaben zur Abschätzung der Breite  $\langle(\Delta\epsilon_{\text{v}\omega})^2\rangle^{1/2}$  von Spektren weitreichender Eigenverzerrungsbeiträge in fc VK aus der Änderung der Integralbreite im Verformungszyklus für drei  $hkl$  Reflextypen. Für die drei betrachteten Verformungsamplituden liegt das Verhältnis  $(\beta_{\text{max}} - \beta_{\text{min}})/\beta_{\text{max}}$  zwischen 0,07 und 0,21. Bei gleicher Amplitude ist das ein geringfügig höherer Effekt als man für EK unterschiedlicher Orientierung findet, wo  $(\beta_{\text{max}} - \beta_{\text{min}})/\beta_{\text{max}}$  zwischen 0,06 und 0,12 liegt (vgl. Tabelle 9.6). Dies entspricht in der Tendenz den Ergebnissen von Koerzitivfeldstärkemessungen an ermüdeten Ni-EK und VK nach Entlastung im Verformungszyklus, die auf die Änderung mesoskopisch weitreichender Eigenspannungen zurückgeführt werden. Beispielweise erhält man bei einer Verformungsamplitude  $\epsilon_{\text{a}} = 2,5 \times 10^{-3}$  bei 77K Werte von  $(H_{\text{c,max}} - H_{\text{c,min}})/H_{\text{c,max}}$  von etwa 0,1 für EK und 0,19 für VK [65],[66]. Die aus der Analyse der Form von mechanischen Hystereseschleifen mit dem mesoskopischen Zyklusmodell abgeschätzten Änderungen der mittleren mesoskopischen Eigenspannungen liegen dagegen mit  $(\sqrt{(\sigma^E)_{\text{max}}^2} - \sqrt{(\sigma^E)_{\text{min}}^2})/\sqrt{(\sigma^E)_{\text{max}}^2} \approx 0,45$  für Ni-VK [81] deutlich über den relativen Änderungen von Integralbreite und Koerzitivfeldstärke

im Zyklus. Dies ist verständlich, da nicht nur sich im Zyklus ändernde mesoskopische Eigenstressungen zu  $\beta$  bzw.  $H_c$  beitragen.

Die Berechnung des mittleren Schwankungsquadrats  $\langle(\Delta\varepsilon_{v\omega})^2\rangle$  der weitreichenden Eigenverzerrungen, das sich aus Beiträgen mit mesoskopischer und Kristallit-Reichweite zusammensetzt, erfolgt nach Gleichung (3.107) aus  $\beta_{\max}$  und  $\beta_{\min}$ . Dabei wird vorausgesetzt, dass die Änderung der Integralbreite im Verformungszyklus allein durch die Änderung der mittleren Eigenverzerrung  $\Delta\varepsilon_{v\omega} = \Delta\varepsilon_v + \Delta\varepsilon_\omega$  in den kohärent streuenden Bereichen hervorgerufen wird, was zu einer Änderung der Lage der zugehörigen Partialprofile führt und damit die Profilbreite beeinflusst. Strukturell entsprechen die KSB den versetzungsdichten und versetzungsarmen Gebieten in den heterogenen Versetzungsanordnungen der Kristallite. Das Bild 5.41 a) zeigt die über jeweils drei *hkl* Reflextypen gemittelten Werte  $\langle(\Delta\varepsilon_{v\omega})^2\rangle^{1/2}$  für fc Ni-VK in Abhängigkeit von der Amplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  der plastischen Dehnung gemeinsam mit den Ergebnissen für  $\langle(\Delta\varepsilon_\omega)^2\rangle^{1/2}$  an Ni-EK unterschiedlicher Orientierung, die aus der Analyse von 311 Reflexen bestimmt wurden.

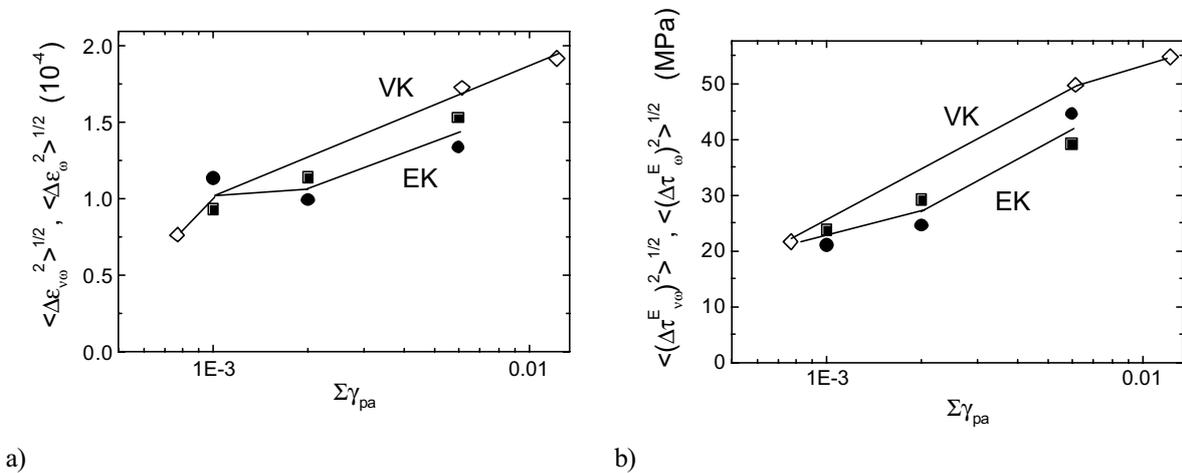


Bild 5.41: a) Breite  $\langle(\Delta\varepsilon_{v\omega})^2\rangle^{1/2}$  von Spektren weitreichender Eigenverzerrungen in fc Ni-VK (offene Symbole) bzw. von  $\langle(\Delta\varepsilon_\omega)^2\rangle^{1/2}$  in Ni-EK (ausgefüllte Symbole; Einfachgleitung ●, Mehrfachgleitung ■) in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$ ; b) Breite  $\langle(\Delta\tau_{v\omega}^E)^2\rangle^{1/2}$  bzw.  $\langle(\Delta\tau_\omega^E)^2\rangle^{1/2}$  von Spektren weitreichender Schubeigenstressungen in Abhängigkeit von  $\Sigma\gamma_{pa}$  für fc Ni-VK und Ni-EK.

Es ist überraschend, dass die an Ni-EK und VK erhaltenen Werte für die weitreichenden Eigenverzerrungen bei vergleichbaren Verformungsamplituden von etwa gleicher Größe sind. Das bedeutet, dass die Eigenverzerrungen mit Kristallit-Reichweite nur wenig zur Breite des Spektrums weitreichender Eigenverzerrungen beitragen. Für kleine Amplituden können sie ganz vernachlässigt werden, so dass das Gesamtspektrum nur durch Eigenverzerrungen mit mesoskopischer Reichweite bestimmt wird. Führt man die bei  $\Sigma\gamma_{pa} = 6 \times 10^{-3}$  an fc VK beobachtete Zunahme der Breite des Spektrums weitreichender Eigenverzerrungen  $\langle(\Delta\varepsilon_{v\omega})^2\rangle^{1/2}$  von etwa 20% im Vergleich zu dem an EK ermittelten Spektrum  $\langle(\Delta\varepsilon_\omega)^2\rangle^{1/2}$  auf das zusätzliche Auftreten von Eigenverzerrungen  $\Delta\varepsilon_v$  mit Kristallitreichweite zurück, so ergibt sich maximal nach Gleichung (3.109)  $\langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle^{1/2} = 1 \times 10^{-4}$  (Gauß-Verteilungen von  $\varphi(\Delta\varepsilon_v)$  und  $\varphi(\Delta\varepsilon_\omega)$ ) und minimal  $\langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle^{1/2} = 0,3 \times 10^{-4}$  (Cauchy-Verteilungen). Dieses Ergebnis stimmt mit der Schlussfolgerung aus der Analyse der Profilpeakverschiebung an fc VK in Abschnitt 5.2.1 überein, dass mesoskopisch-weitreichende Eigenverzerrungen gegenüber kristallinen in betrachteten Bereich der Verformungsamplituden dominieren sollten.

Um die aus der Analyse der verschiedenen  $hkl$  Reflextypen erhaltenen Spektren weitreichender Eigenverzerrungen  $\langle(\Delta\varepsilon_{v\omega})^2\rangle^{1/2}$  nach Gleichung (3.110) mit Spektren von Schubeigenspannungen  $\langle(\Delta\tau_{v\omega}^E)^2\rangle^{1/2}$  zu korrelieren, wird wieder das  $hkl$ -abhängige mittlere Quadrat des Parameters  $K_\gamma(n)$  benötigt. Die folgende Tabelle enthält für alle  $hkl$  Reflextypen die mit Hilfe der Gleichungen (3.79), (3.81) und (3.82) für VK mit statistischer Verteilung der Kristallorientierung berechneten Werte  $\langle K_\gamma^2(n)\rangle^{1/2}$  für die Grenzfälle  $n = 1$  (heterogene plastische Verformung nur auf dem primären Gleitsystem) und  $n = 12$  (heterogene plastische Verformung auf allen 12 Gleitsystemen).

Tabelle 5.11: rms-Werte des Parameters  $K_\gamma(n)$  für  $n = 1$  sowie 12 Gleitsysteme mit heterogener plastischer Verformung

$hkl$	111, 222	220	311	200, 400	331	420
$\langle K_\gamma^2(n=1)\rangle^{1/2}$	0,385	0,471	0,552	0,666	0,448	0,472
$\langle K_\gamma^2(n=12)\rangle^{1/2}$	0	0,580	0,839	1,15	0,481	0,833

Bei Reflexen vom Typ 400 und 420 hängt  $\langle K_\gamma^2(n)\rangle^{1/2}$  stark von  $n$  ab, während für den Reflextyp 331 nur eine schwache Abhängigkeit von  $n$  auftritt und man hier für die Grenzfälle  $n = 1$  und  $n = 12$  etwa gleiche rms Schubeigenspannungen  $\langle\Delta\tau_{v\omega}^2\rangle_{IGS}^{1/2}$  bzw.  $\langle\Delta\tau_{v\omega}^2\rangle_{12GS}^{1/2}$  erhält. Da sich für alle  $hkl$ -Reflextypen gleiche rms Schubeigenspannungen ergeben müssen, wenn die Anzahl  $n$  der Gleitsysteme bekannt ist, kann umgekehrt aus der Übereinstimmung der rms Schubeigenspannungen verschiedener  $hkl$ -Reflextypen auf  $n$  geschlossen werden. Die Tabelle 9.8 im Anhang enthält für die betrachteten Verformungsamplituden die rms Schubeigenspannungen aus drei  $hkl$  Reflexen für  $n = 1$  und  $n = 12$ . Die bessere Übereinstimmung zwischen den rms Schubeigenspannungen aus BBP der Reflexe 400 und 420 mit den Ergebnissen an 331 Reflexen ergibt sich bei allen Amplituden für  $n = 1$ . Dies bedeutet, dass in den Kristalliten eine heterogene plastische Verformung vorrangig jeweils nur auf dem Gleitsystem mit maximalem Schmid-Faktor auftreten sollte. Das Bild 5.41 b) zeigt die über die drei Reflex-Typen gemittelten rms Schubeigenspannungen für fc VK gemeinsam mit den an EK unterschiedlicher Orientierung erhaltenen Daten. Für kleine Verformungsamplituden stimmen in EK und VK die Schubeigenspannungsspektren wieder etwa überein, während für größere Amplituden um 20% breitere Spektren bei VK berechnet werden. Dies könnte z.B. auf das zusätzliche Auftreten von Eigenspannungen mit Kristallit-Reichweite infolge heterogener plastischer Verformung auf dem Kristallit-Maßstabniveau zurückgeführt werden.

### 5.3 Vielkristalle mit mikro- bis nanokristallinem Korngefüge

Die im Folgenden beschriebenen experimentellen Ergebnisse wurden an Ni-Vielkristallen gewonnen, deren mikro- bis nanokristallines Korngefüge durch Anwendung spezieller Verfahren eingestellt wurde. Eingesetzt wurden die Methoden der gepulsten Elektrodeposition (PED) sowie des equal channel angular pressing (ECAP) bei Raumtemperatur (RT) und bei einer erhöhten Temperatur (ET) von 250°C. Durch eine anschließende Wärmebehandlung konnte in RT-ECAP-Proben ein mikrokristallines (mc) Gefüge erzeugt werden. Die Reinheit

in den Materialklassen beträgt 99,96% für PED-, 99,99% für RT-ECAP- sowie 99,95% für ET-ECAP- und mc-Ni-Proben. Einzelheiten der Probenherstellungsverfahren sind u.a. in [28] und [249] für PED-Proben, in [202],[202] und [203] für ECAP-Proben und in [24] und [45] für mc-Proben enthalten. Im Unterschied zu den in Abschnitt 5.1 und 5.2 dargestellten Untersuchungen an im Ausgangszustand weitgehend spannungsfreien Ein- und Vielkristallen ist für die hier betrachteten Ni-Proben zunächst eine Charakterisierung der Mikrostruktur im Ausgangszustand nach Herstellung (as-produced) erforderlich, um anschließend Veränderungen infolge plastischer Verformung registrieren und bewerten zu können. Im Mittelpunkt steht dabei die Untersuchung des Einflusses der Korngröße auf Mikrostrukturänderungen und das Verformungsverhalten während einsinniger und zyklischer Beanspruchung bei Raumtemperatur, wobei die röntgendiffraktometrischen Messungen durch elektronenmikroskopische Beobachtungen ergänzt werden. Um das Feld der variablen Mikrostruktur- und Verformungsparameter überschaubar zu halten, wird im Weiteren weder auf Effekte einer von der regellosen Orientierungsverteilung abweichenden Textur eingegangen noch werden Veränderungen von Verformungsgeschwindigkeit und -temperatur vorgenommen, die man z.B. in [249],[276] und [277] zur Analyse von thermisch aktivierbaren Verformungsprozessen einsetzt.

### 5.3.1 Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur im Ausgangszustand

#### 5.3.1.1 Bestimmung von mittleren Strukturlängen mit unterschiedlichen experimentellen Methoden

Bei der Diskussion der Abhängigkeit des Verformungsverhaltens vielkristalliner Materialien von der Korngröße wird oft für quantitative Aussagen nur auf den Parameter „mittlere Korngröße“ zurückgegriffen. Damit vernachlässigt man beispielsweise Aspekte der Korngrößenverteilung, der Anisotropie der Kristallitform und auch der Missorientierungsverteilung. So hilfreich dieses vereinfachende Vorgehen in vielen Fällen auch ist, so kommt für Vielkristalle mit einem submikrokristallinem (smc) bis nanokristallinem (nc) Gefüge und einer im Ausgangszustand hohen Dichte an Gitterdefekten jedoch erschwerend hinzu, dass die angegebene „mittlere Korngröße“ z.T. stark an die experimentelle Methode geknüpft ist, mit der das Gefüge analysiert wurde (s. Kapitel 4). Dieser Parameter sollte deshalb wegen der unterschiedlichen Sensitivität der experimentellen Methoden für unterschiedliche Struktureigenschaften besser als „mittlere Strukturlänge“ bezeichnet werden. Mit dem folgenden, für alle hier betrachteten Proben mit smc/nc-Gefüge verallgemeinerbaren Beispiel einer PED-Probe soll diese Aussage belegt werden. Das Bild 5.42 zeigt das Verhältnis verschiedener mittlerer Strukturlängen  $D$  zur mittleren, röntgenographisch bestimmten Größe  $D_{X\text{-ray}}$  kohärent streuender Bereiche in Abhängigkeit von  $D$ .

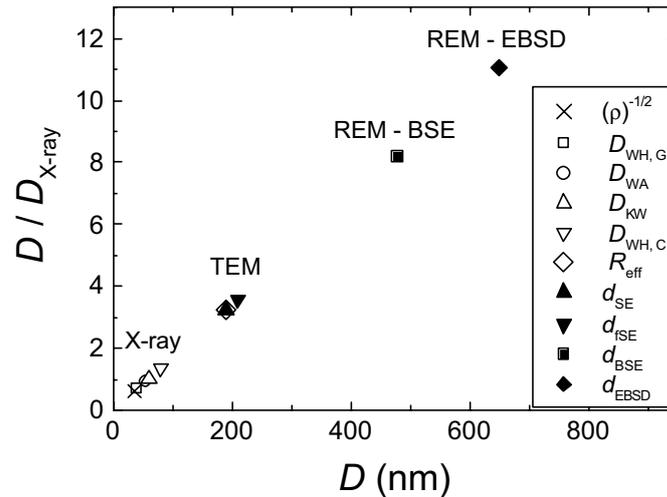


Bild 5.42: Verhältnis mittlerer Strukturlängen  $D$  zur mittleren Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{X\text{-ray}}$  in Abhängigkeit von  $D$  für die PED-Ni-Probe E16 im Ausgangszustand. (Erläuterung der Symbole im Text).

Man erhält, dass die mit verschiedenen Auswertemethoden röntgenographisch bestimmten Größen kohärent streuender Bereiche ( $D_{WH,C}$  und  $D_{WH,G}$  aus Williamson-Hall-Plots nach (3.114) bzw. (3.115),  $D_{WA}$  mit der Warren-Averbach-Analyse nach (3.58) und  $D_{KW}$  mit der Krivoglaz-Wilkens-Analyse nach (3.118) und Mittelung über jeweils sieben  $hkl$ -Reflex-typen) etwa gleich groß, jedoch immer um einen Faktor 2 bis 4 kleiner sind als die mittleren Abmessungen von Strukturelementen, die in TEM-Dunkelfeldaufnahmen einen einheitlichen Orientierungs-kontrast zeigen ( $d_{SE}$  ... mit der Linienschnittmethode bestimmte Größe aller Strukturelemente,  $d_{ISE}$ ... Größe defektfreier Bereiche). Die mittlere KSB-Größe  $D_{X\text{-ray}}$  ist andererseits bis zu einem Faktor 1,5 größer als der mittlere Abstand  $\rho^{-1/2}$  von Versetzungen, wobei die mittlere Versetzungsdichte  $\rho$  nach (3.118) in elastisch isotroper Näherung und Mittelung über sieben  $hkl$ -Reflex-typen berechnet wurde. Bestimmt man mit der Linienschnittmethode die Ausdehnung  $d_{BSE}$  von Gebieten, die in einer REM-Aufnahme mit rückgestreuten Elektronen gleichen Orientierungs-kontrast zeigen, so ist  $d_{BSE}$  um einen Faktor 6 bis 8 größer als  $D_{X\text{-ray}}$ . Dies deutet darauf hin, dass die KSB-Größe auch empfindlich auf die durch das Distorsionsfeld einzelner Versetzungen verursachten Kristallgitterverkip-pungen reagiert, während im einheitlichen Orientierungs-kontrast rückgestreuter Elektronen im Wesentlichen nur die durch Korn- bzw. Subkorn-grenzen voneinander abgegrenzten Bereiche im engeren Sinn abgebildet werden können.

Das Verhältnis von  $d_{BSE}$  zu  $d_{EBSD}$ , wobei  $d_{EBSD}$  die mit der Linienschnittmethode an EBSD-orientation-mappings bestimmte mittlere Größe von Kristalliten mit Großwinkel-korn-grenzen ist, hängt charakteristisch von der jeweiligen Probenherstellungsmethode ab, was zu unterschiedlichen Missorientierungswinkel-verteilungen zwischen Bereichen einheitlicher Kristallorientierung und damit zu unterschiedlichen Anteilen von Subkorn-grenzen führt.

Bei quantitativen Aussagen über mittlere Strukturlängen kennzeichnet in den folgenden Abschnitten der Index am Parameter immer die jeweils verwendete Methode, wobei mit den in Bild 5.42 angegebenen Größenverhältnissen die entsprechenden anderen Strukturlängen zumindest abgeschätzt werden können.

## 5.3.1.2 Elektronenmikroskopische Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur

Zur Veranschaulichung der Eigenschaften des Kristallitgefüges und der Mikrostruktur in den auf unterschiedliche Weise hergestellten mc- und smc-Ni-Vielkristallen dienen folgende Abbildungen.

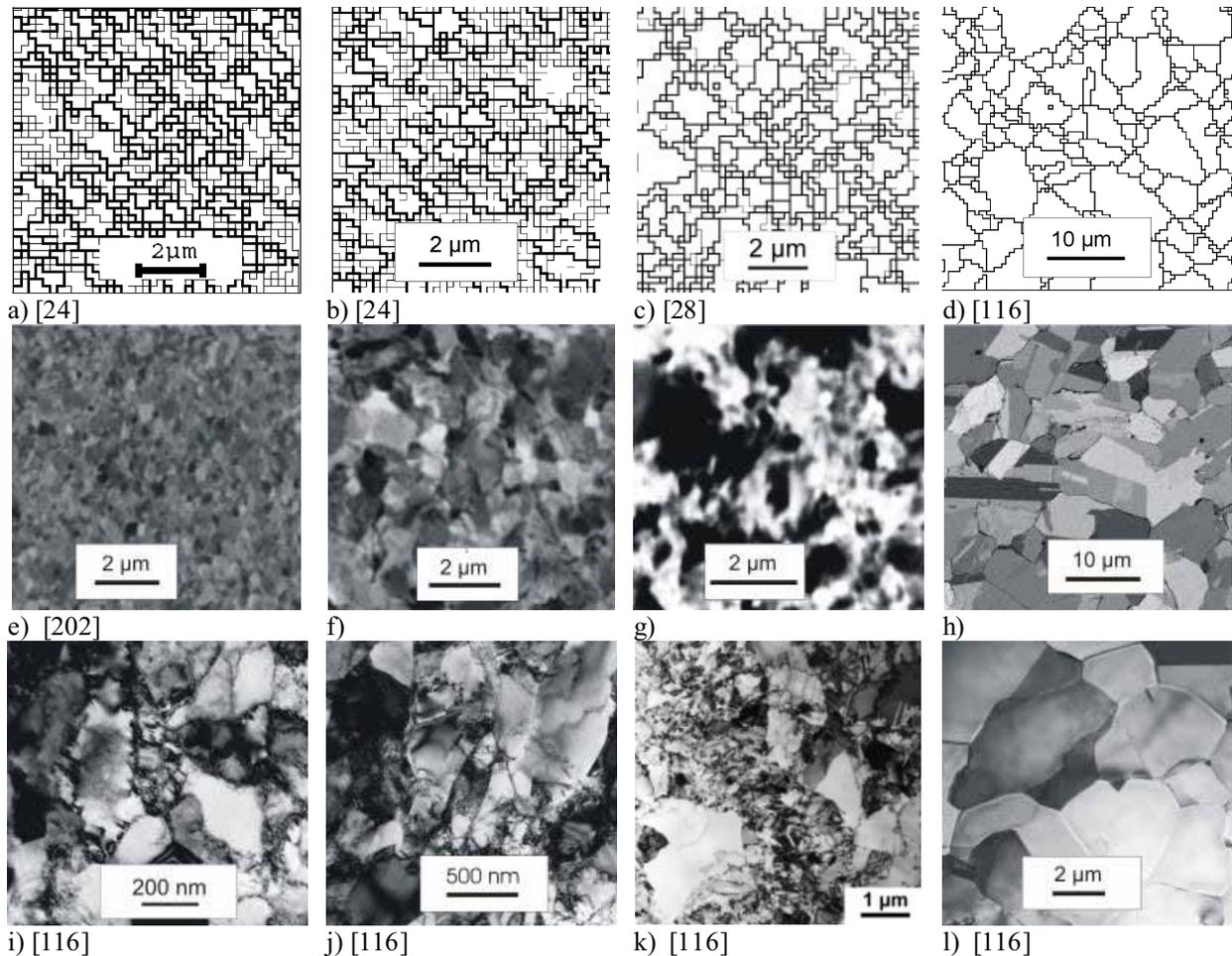


Bild 5.43: a)-d) EBSD-orientation-mappings (fett: Großwinkelkorn Grenzen, dünn: Kleinwinkelkorn Grenzen), e)-h) REM-Aufnahmen im Orientierungskontrast rückgestreuter Elektronen (BSE), i)-l) TEM-Hellfeldaufnahmen für RT-ECAP-Proben (erste Spalte), ET-ECAP-Proben (zweite Spalte), PED-Proben E16 (dritte Spalte) und rekristallisierte mc-Proben (vierte Spalte) im Ausgangszustand. (Literaturbezug in Klammern)

Aus den EBSD-orientation-mappings (Bild 5.43 a-d) ist bereits ersichtlich, dass der Anteil von Kleinwinkelkorn Grenzen mit Missorientierungswinkeln  $\varphi$  im Bereich von  $2^\circ < \varphi < 15^\circ$  zwischen benachbarten Subkörnern für die ECAP-Materialien hoch, und bei PED- und mc Ni-VK geringer ist. Hinsichtlich der Größen  $d_{\text{EBSD}}$  und  $d_{\text{BSE}}$  zeigt das RT-ECAP-Material die kleinsten Strukturlängen, für ET-ECAP- und die PED-Nickelprobe E16 sind diese Größen etwas erhöht und etwa gleich groß, jedoch deutlich kleiner als in den mc-Proben.

In Bild 5. wird zur Charakterisierung der vier untersuchten Materialklassen gezeigt, dass sie sich außer in der mittleren Korngröße  $d_{\text{EBSD}}$  und dem Anteil an Subkorn Grenzen auch noch im Anteil an Zwillingskorn Grenzen in typischer Weise voneinander unterscheiden, da deren Anteil vor allem im mc- aber auch im PED-Ni erhöht ist.

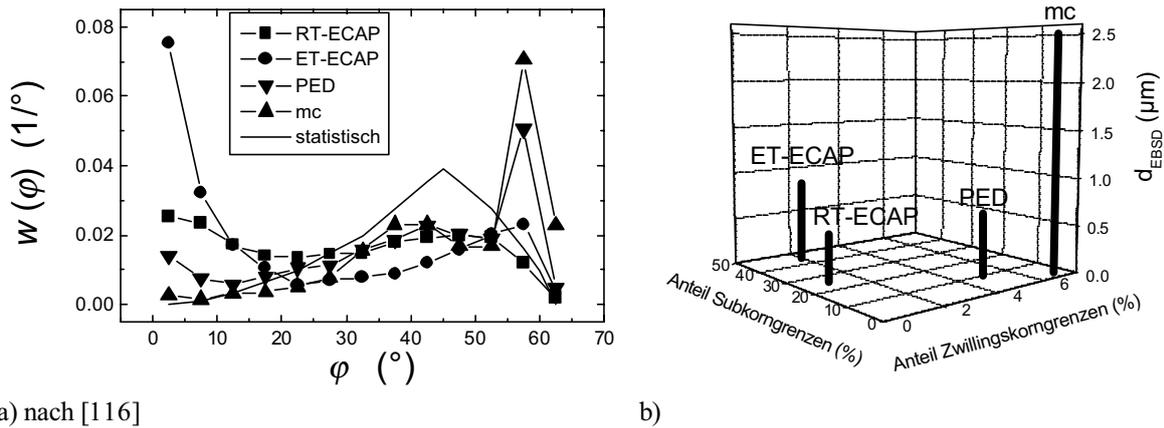


Bild 5.44: Missorientierungswinkelverteilung  $w(\varphi)$  für RT- und ET-ECAP-, PED-Proben E16 und mc-Proben (a) sowie Schaubild zur Korrelation zwischen der mittleren Korngröße  $d_{\text{EBSD}}$  und dem Anteil an Zwillings- und Subkorngrenzen in den vier Materialklassen (b) im Ausgangszustand.

Ausführliche Untersuchungen von Klemm [116] zur Strukturlängenverteilung in EBSD-orientation-mappings und BSE-Aufnahmen sowie in TEM-Hell- und Dunkelfeldbildern ergaben, dass unabhängig von der verwendeten Methode und von den mittleren Strukturlängen log-normal-Verteilungen sehr gut geeignet sind zur Beschreibung aller Strukturlängenverteilungen.

Die TEM-Aufnahmen (Bild 5.43 i-l) zeigen eine hohe Dichte von Gitterdefekten für alle smc-Proben, wobei es immer auch Probenbereiche gibt, die fast völlig defektfrei sind.

In Tabelle 5.12 sind die mittleren Strukturlängen sowie weitere Gefüge- und Mikrostruktur-Kenngrößen für die vier Materialklassen zusammengefasst.

Tabelle 5.12: Mittlere Strukturlängen  $d_{\text{EBSD}}$ ,  $d_{\text{BSE}}$ ,  $d_{\text{SE}}$  und  $d_{\text{ISE}}$ , Anteile  $f_{\text{SKG}}$  an Kleinwinkelkorngrenzen und Volumenanteile  $f_{\text{ISE}}$  defektfreier Bereiche sowie Vielfache der regellosen Orientierungsverteilung (m.r.d.) für RT- und ET-ECAP-Ni, PED-Ni (Probe E16) und mc-Ni (unter Verwendung von Daten aus [116] und [202]); in Klammern sind Standardabweichungen für den Einzelmesswert angegeben.

Materialklasse	RT-ECAP	ET-ECAP	PED (E16)	mc
$d_{\text{EBSD}}$ ( $\mu\text{m}$ )	0,50 (0,36)	0,82 (0,73)	$\leq 0,65$	2,5 (1,91)
$d_{\text{BSE}}$ ( $\mu\text{m}$ )	0,26	0,52	0,48	2,7
$d_{\text{SE}}$ (nm)	130 (80)	180 (130)	190 (150)	-
$d_{\text{ISE}}$ (nm)	190 (110)	270 (170)	210 (180)	-
$f_{\text{SKG}}$ (%)	18	30	65	3
$f_{\text{ISE}}$ (%)	25	45	10	100
m.r.d	0,5 – 1,5	0,2 – 3,1	0,8 – 1,5	0,2 – 1,7

Die Analyse der Verteilungsfunktionen der Strukturlängen ergab für alle in Tabelle 5.12 angegebenen Parameter Standardabweichungen für den Einzelmesswert in der Größenordnung von 25-100% des Mittelwertes. Besonders breite Verteilungsfunktionen für alle Strukturlängen treten bei den PED-Proben auf.

### 5.3.1.3 Röntgenographische Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur

Die einfachste Methode zur röntgendiffraktometrischen Charakterisierung des Gefüges und der Mikrostruktur von smc-Vielkristallen ist die Analyse der  $hkl$ -abhängigen Profil-

breiten nach Williamson-Hall. Eine herkömmliche Auftragung von  $\beta \cos \vartheta$  über  $\sin \vartheta$  liefert jedoch für die hier untersuchten Materialklassen keine linearen Zusammenhänge, wogegen in den in 3.3.2 vorgeschlagenen modifizierten Williamson-Hall-Plots nach Gleichung (3.114) und (3.115) im Rahmen der Messgenauigkeit lineare Messwertkurven gefunden werden, aus deren Anstieg die Wurzel aus dem mittleren Spannungsquadrat  $\langle \sigma_{\text{ini}}^2 \rangle^{1/2}$  und deren Absolutglied die Größe  $D_{\text{WH}}$  kohärent streuender Bereiche ermittelt werden kann. Bild 5.45 zeigt das an drei Beispielen.

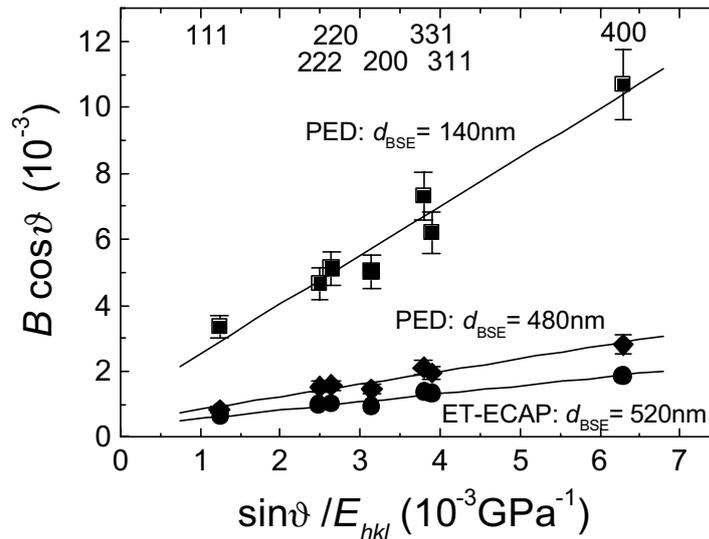


Bild 5.45: Modifizierter Williamson-Hall-Plot (Cauchy-Funktionen) für die Halbwertsbreite  $B$  der BBP von sieben  $hkl$ -Reflextypen in Abhängigkeit von  $\sin \vartheta / E_{hkl}$  ( $E_{hkl}$  ...  $hkl$ -abhängiger Elastizitätsmodul nach Tabelle 3.4) für drei smc-Vielkristallproben im Ausgangszustand.

Das einfache Modell zur Beschreibung der  $hkl$ -abhängigen Profilverbreiterung durch Verzerrungen bei Berücksichtigung der elastischen Anisotropie über die  $hkl$ -abhängigen elastischen Moduln  $E_{hkl}$  kann sowohl auf die durch das ECAP- als auch durch das PED-Verfahren hergestellten Vielkristalle angewendet werden. Für die ECAP-Proben ist das naheliegend, da hier die Eigenverzerrungen vor allem durch Versetzungen hervorgerufen werden sollten. Deren Verzerrungsfeld führt zu einer Profilverbreiterung, die über die anisotropen Kontrastfaktoren  $C_{\text{aniso}}$  (s. Tabelle 3.3) beschrieben werden kann, die eine ähnliche  $hkl$ -Abhängigkeit zeigen wie  $E_{hkl}$ . Für PED-Proben lässt sich das Modell ebenfalls anwenden, obwohl hier auch weitreichende Eigenverzerrungen durch Inkompatibilitäten beim Kornwachstum auftreten sollten, die nicht unmittelbar mit der Bildung von Einzelversetzungen verbunden sind, sich aber offensichtlich auch mit dem angenommenen einfachen Spannungszustand erfassen lassen. Eine röntgendiffraktometrische Analyse der mc-Proben im Ausgangszustand mit dem Williamson-Hall-Plot ist dagegen auf Grund ihrer Spannungsfreiheit und hohen Korngröße nicht möglich.

Eine detailliertere Analyse der BBP liefern das Warren-Averbach- und das Krivoglaz-Wilkens-Verfahren, die zusätzlich zur KSB-Größe  $D_{\text{WA}}$  bzw.  $D_{\text{KW}}$  quantitative Aussagen über die Verzerrungsverteilung aus  $\langle e_L^2 \rangle^{1/2}$  bzw. über die mittlere Versetzungsdichte  $\rho$  und die Reichweite  $R_{\text{eff}}$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung gestatten. Aus umfangreichen Untersuchungen von Klemm [116] geht hervor, dass bei diesen Verfahren die Einflüsse der elastischen Anisotropie auf die durch Verzerrungen bedingte Verbreiterung der

BBP und damit auf die Auswerteparameter dadurch eliminiert werden können, dass man eine Mittelung über die Reflextypen 111, 200, 220, 311, 222, 400 und 331 ausführt. Nach diesem Vorgehen wird im Weiteren verfahren.

Wie bereits in Abschnitt 5.3.1 a) ausgewiesen, erhält man röntgenographisch für die KSB-Größe immer Werte, die zwischen dem mittleren Versetzungsabstand und der Größe  $d_{SE}$  von Strukturelementen in TEM-Aufnahmen liegen. Im Detail gilt zusätzlich  $D_{WH,G} \leq D_{WA} \leq D_{KW} \leq D_{WH,C}$  (s. Bild 5.46).

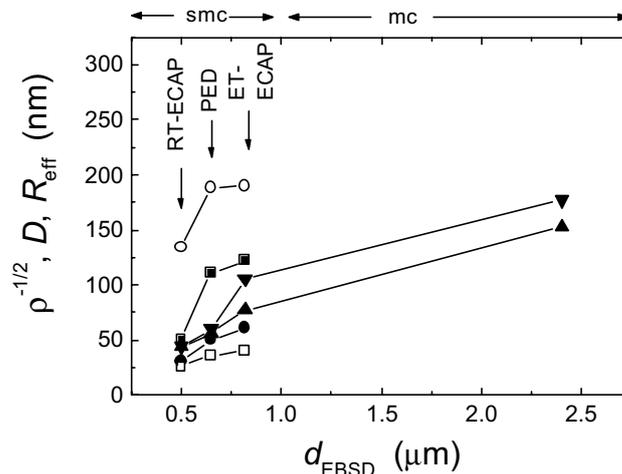


Bild 5.46: Röntgenographisch bestimmte Größen mittlerer Versetzungsabstand  $\rho^{-1/2}$  ( $\square$ ), KSB-Größe  $D$  ( $D_{WH,G}$   $\bullet$ ,  $D_{WA}$   $\blacktriangle$ ,  $D_{KW}$   $\blacktriangledown$ ,  $D_{WH,C}$   $\blacksquare$ ) und effektiver äußerer Abschneideradius  $R_{eff}$  ( $\circ$ ) in Abhängigkeit von der Korngröße  $d_{EBS D}$  für smc- und mc-Ni-Vielkristalle im Ausgangszustand.

Es ist bemerkenswert, dass die mit dem Krivoglaz-Wilkens-Verfahren ermittelte effektive Reichweite  $R_{eff}$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung wie schon bei Ni-EK und fc-VK auch für smc-VK wieder sehr gut mit der Größe  $d_{SE}$  der Strukturelemente in TEM-Aufnahmen übereinstimmt (Bild 5.42 und Tabelle 5.1). Die Streuung der Messwerte  $D(d_{EBS D})$  in Bild 5.46 deutet darauf hin, dass in PED-Proben die Korngröße  $d_{EBS D}$  und röntgenographisch bestimmte Strukturlängen  $D_{X-ray}$  in etwas anderer Weise als in den ECAP-Proben miteinander verbunden sind, was wegen der unterschiedlichen Mikrostruktur nicht überrascht. Grundsätzlich bleiben jedoch die in 5.3.1 a) getroffenen Aussagen über etwa konstante Verhältnisse  $d_{SE}/D_{X-ray}$ ,  $d_{BSE}/D_{X-ray}$  und  $d_{EBS D}/D_{X-ray}$  erhalten.

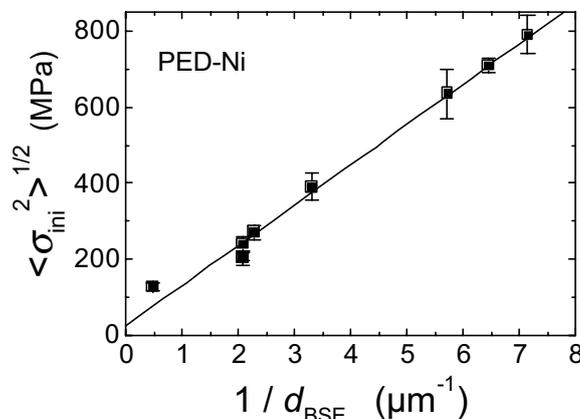


Bild 5.47: Abhängigkeit der rms Eigenspannungen  $\langle \sigma_{ini}^2 \rangle^{1/2}$  im Ausgangszustand vom Kehrwert der mittleren Strukturlänge  $d_{BSE}$  für PED-Ni.

Betrachtet man die Zusammenhänge zwischen Strukturlängen und inneren Spannungen, so kann man für Proben eines Herstellungsverfahrens allgemein feststellen, dass im Ausgangszustand umso größere innere Spannungen auftreten je kleiner die mittleren Strukturlängen sind. So gilt z.B. für die PED-Ni-Proben  $\langle \sigma_{\text{ini}}^2 \rangle^{1/2} d_{\text{BSE}} \approx 100 \text{ MPa } \mu\text{m}$  (s. Bild 5.47).

Auch bei Einbeziehung verschiedener Materialklassen gilt, dass die inneren Spannungen  $\langle \sigma_{\text{ini}}^2 \rangle^{1/2}$ , die mittlere Ausgangs-Versetzungsdichte  $\rho_0$  sowie die rms Eigenverzerrungen  $\langle e_L^2 \rangle^{1/2}$  zunehmen mit abnehmender Korngröße  $d_{\text{EBSD}}$  (Bild 5.48).

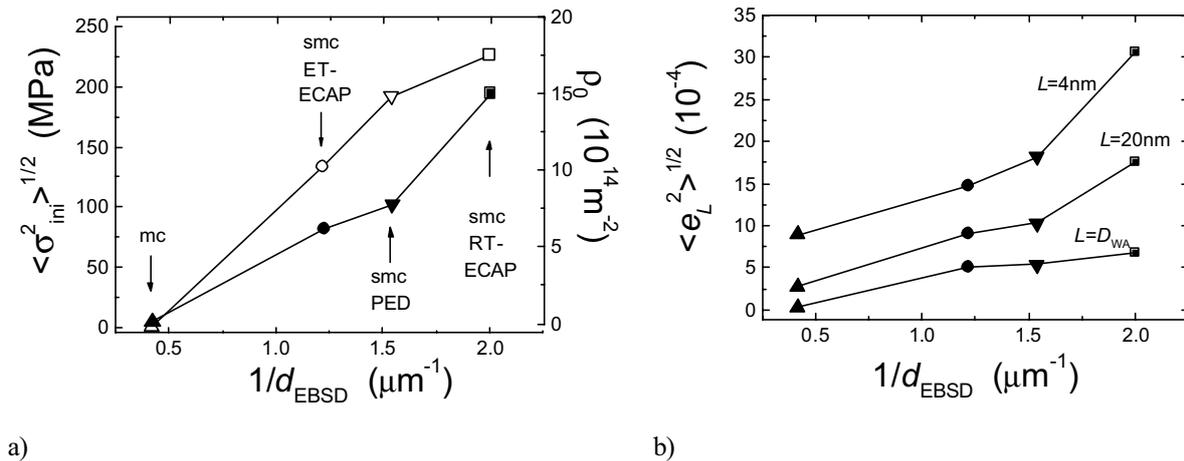


Bild 5.48: Zusammenhang zwischen (a) rms Eigenspannungen  $\langle \sigma_{\text{ini}}^2 \rangle^{1/2}$  (offene Symbole), Ausgangsversetzungsdichte  $\rho_0$  (ausgefüllte Symbole) sowie (b) rms Eigenverzerrungen  $\langle e_L^2 \rangle^{1/2}$  für verschiedene Fourierlängen  $L$  und dem Kehrwert der Korngröße  $d_{\text{EBSD}}$  für die untersuchten Materialklassen (jeweils gleiche Symbolform in a) und b)) im Ausgangszustand.

Für mc Ni mit der höchsten Korngröße der in diesem Abschnitt betrachteten Materialklassen ist es verständlich, dass nur minimale innere Spannungen und Versetzungsdichten auftreten, da das Gefüge durch eine Rekristallisationsglühung eingestellt wurde. Für die ECAP-Materialien, bei denen das Korngefüge durch starke plastische Verformung erzeugt wird, erwartet man eine Zunahme der mittleren Versetzungsdichte mit abnehmender Korngröße, wenn die kleinere Korngröße vor allem Folge der Herausbildung neuer Korn- bzw. Subkorn Grenzen mit erhöhter Missorientierung aus sich geeignet anordnenden Versetzungen ist (vgl. Bild 5. a). Demgegenüber sollten im PED-Ni die aus der Profilhalbweitsbreite ermittelten hohen inneren Spannungen  $\langle \sigma_{\text{ini}}^2 \rangle^{1/2}$  sowohl durch einzelne Versetzungen, die durch Positronenannihilationsmessungen nachgewiesen wurden [278], aber vor allem auch durch Kristallit-Eigenspannungen bedingt sein, die durch Inkompatibilitäten beim Wachsen der Kristallite während der Elektrodeposition entstehen. Diese Vermutung wird für die PED-Proben durch TEM-Untersuchungen (hoher Anteil versetzungsfreier Gebiete (Bild 5.43 k), relativ geringe Ausgangsversetzungsdichte  $\rho_0$  (Bild 5.48a)) sowie durch das Auftreten von hohen, den Korngrenzenregionen zuzuordnenden Eigenverzerrungsbeiträgen  $\langle e_L^2 \rangle^{1/2}$  bei Fourierlängen  $L = 4\text{nm}$  (Bild 5.48 b) gestützt.

Experimentelle Untersuchungen über den Zusammenhang zwischen „Korngröße“ und dem Verzerrungszustand von smc/nc-Proben nach der Herstellung gibt es in der Literatur nur in geringem Umfang. So versuchen Ungár et al. [279] an nanostrukturierten Cu-Proben Versetzungsdichte, Korngröße und die Dichte planarer Defekte zu ermitteln. Grundsätzlich

stimmen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit mit denen von Zhilyaev et al. [280] überein. So wurden in [280] für RT-ECAP Ni ganz ähnliche Versetzungsdichten ( $\rho=9 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ) und Größen kohärent streuender Bereiche ( $D_{\text{X-ray}}=71 \text{ nm}$ ) gemessen, für PED-Ni bei kleinerem  $D_{\text{X-ray}}=24 \text{ nm}$  eine deutlich höhere, absolut gesehen jedoch unrealistisch hohe Versetzungsdichte von  $\rho=82 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , wobei für alle in [280] untersuchten Materialien stets galt  $D_{\text{X-ray}} < d_{\text{SE}}$ .

### 5.3.2 Zugverformung

#### 5.3.2.1 Korngrößenabhängigkeit der Fließspannung $\sigma_{0,2\%}$

##### a) Mechanisches Verhalten

Massive Proben mit Querschnitten und Messlängen von mindestens  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  und  $10 \text{ mm}$  der vier in 5.3.1 beschriebenen Materialklassen wurden bei Raumtemperatur mit einer Dehnungsgeschwindigkeit von  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  einer einsinnigen Zugverformung unterworfen. Die Tabelle 9.9 enthält eine Übersicht zu Gefüge- und Mikrostrukturparametern sowie mechanischen Eigenschaften der im Zugversuch untersuchten Proben. Das

Bild 5.49 zeigt die Zugkurven  $\sigma(\epsilon_p)$  für Proben mit dem in Bild 5.43) gezeigten Gefüge und der Mikrostruktur im Ausgangszustand sowie für eine nc PED-Probe [249].

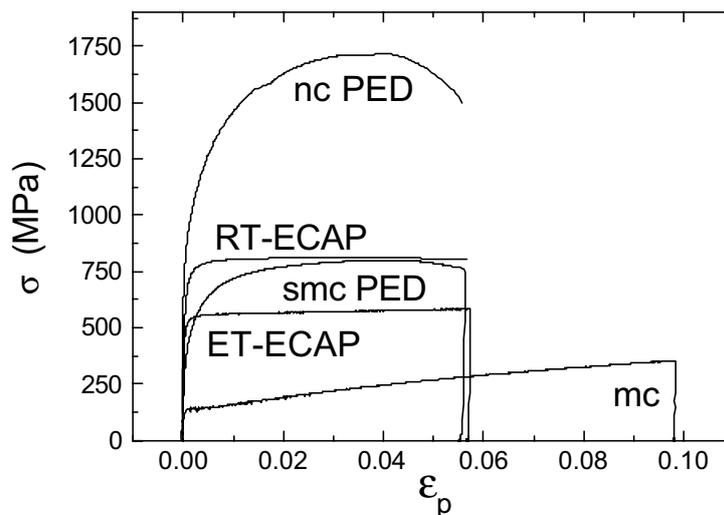


Bild 5.49: Zugkurven  $\sigma(\epsilon_p)$  für mc Ni ( $d_{\text{BSE}}=2,7 \mu\text{m}$ ), ET- und RT- ECAP-Ni ( $d_{\text{BSE}}=520 \text{ nm}$  bzw.  $d_{\text{BSE}}=260 \text{ nm}$ ), smc PED- (Probe E16 mit  $d_{\text{BSE}}=480 \text{ nm}$ ) und nc PED-Ni (Probe E18 mit  $d_{\text{BSE}}=140 \text{ nm}$ ) bei Raumtemperatur und  $\Delta\epsilon_p/\Delta t = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Die Zugkurve für das mc-Ni verläuft so, wie es für rekristallisiertes Material in diesem Korngrößenbereich erwartet wird. Nach Erreichen der Fließspannung  $\sigma_{\text{flow}} \approx 130 \text{ MPa}$  tritt ein Wendepunkt bei  $\epsilon_p \approx 1\%$  auf, der z.B. auch an Cu mit einer Korngröße von  $2 \mu\text{m}$  beobachtet und mit der Herausbildung von rücktreibenden weitreichenden Eigenspannungen infolge der Speicherung von Versetzungen im Korngrenzenbereich korreliert wurde [281]. Im weiteren Verlauf des Zugversuchs nimmt der Verfestigungskoeffizient ab auf etwa  $1,6 \text{ GPa}$ , was dem Übergang vom Bereich II zum Bereich III der Verfestigungskurve entspricht (u.a. [21]), wo

bei die dabei erreichten Spannungen sowie die gute Duktilität des Materials mit Literaturdaten (z.B. [282]) übereinstimmen.

Die  $\sigma(\epsilon_p)$ -Kurve für die ECAP-Proben zeigt im Fall des RT-ECAP, wie für eine bei Raumtemperatur stark vorverformte Probe üblich, nach Erreichen der Fließspannung bei  $\sigma_{\text{flow}} \approx 145\text{MPa}$  und einem Bereich mit fast sprunghaftem Spannungsanstieg, ein ausgeprägtes Plateau-Verhalten, was für ECAP-Ni ([283][284]) und z.B. auch ECAP-Cu typisch ([285][286]) ist. Die ultimative Spannung  $\sigma_U$  im Plateau stimmt etwa überein mit den in [283] und [284] gefundenen Spannungen und ist etwas geringer als  $\sigma_U = 1270\text{MPa}$  in Ni, das mit der Methode HPT (high pressure torsion) hergestellt wurde, was zu kleineren Werten  $D_{X\text{-ray}}$  von etwa 37nm führt [282]. Bei der ET-ECAP-Probe wird dagegen nach Erreichen von  $\sigma_{\text{flow}} \approx 125\text{MPa}$  und einem kurzen, ebenfalls fast sprunghaften Spannungsanstieg, eine schwache Verfestigung mit etwa konstantem Verfestigungskoeffizienten von 0,5GPa registriert, die im Vergleich mit dem RT-ECAP zu einer kleineren Spannung  $\sigma_U$  am Ende der Verformung führt. Ein solches Verfestigungsverhalten wird sowohl an Ni als auch an Cu beobachtet, wenn die Temperatur bei Zugverformung geringer als die ECAP-Prozesstemperatur ist [249][283].

Die Zugkurven für PED-Ni unterscheiden sich grundsätzlich von denen der anderen Materialklassen [249]. Es wird ab  $\sigma_{\text{flow}}$  ein parabolischer Verlauf der  $\sigma(\epsilon_p)$ -Kurve gemessen bis zu einer ultimativen Spannung  $\sigma_U$ , gefolgt von einer Phase starker Entfestigung, die zumindest bei der nc-PED-Probe auch mit Einschnürungseffekten verbunden ist, wie sie z.B. in [287] beschrieben werden. Ganz ähnliche Spannungen  $\sigma_U$  wie für die im Weiteren als smc PED-Ni bezeichnete Probencharge E16 aus [28] ( $\sigma_{\text{flow}}=145\text{MPa}$ ,  $\sigma_U=800\text{MPa}$  bei  $D_{X\text{-ray}}=75\text{nm}$ ) wurden an PED-Ni-Folien in [288] ( $\sigma_U=918\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=75\text{nm}$ ) und [22] ( $\sigma_U=1000\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=100\text{nm}$ ) erhalten. Für PED-Ni mit noch geringeren Kornabmessungen wie z.B. in der mit nc PED-Ni bezeichneten Probe E18 ( $\sigma_{\text{flow}}=550\text{MPa}$ ,  $\sigma_U=1715\text{MPa}$  bei  $D_{X\text{-ray}}=27\text{nm}$ ) gibt es eine Vielzahl von experimentellen Vergleichsdaten in der Literatur für Raumtemperaturverformung bei etwa gleicher Dehnrates, in die sich die vorliegenden Messwerte gut einordnen ([289]:  $\sigma_U=1200\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=40\text{nm}$ , [290]:  $\sigma_U=1500\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=30\text{nm}$ , [100]:  $\sigma_U=2200\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=26\text{nm}$ , [166]:  $\sigma_U=1920\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=21\text{nm}$ , [291]:  $\sigma_U=1280\text{MPa}$ ,  $D_{X\text{-ray}}=20\text{nm}$ ). Dabei muss berücksichtigt werden, dass  $\sigma_U$  mit abnehmender Probendicke zunimmt [166] und viele der o.a. Ergebnisse in Zugversuchen an dünnen Folien erhalten wurden.

### b) Diskussion von Modellaussagen

Angesichts der sehr verschiedenen Mikrostruktureigenschaften der Proben im Ausgangszustand scheint es von vornherein schwierig, eine für alle Materialklassen einheitliche Form des Zusammenhanges zwischen charakteristischen Größen in der  $\sigma(\epsilon_p)$ -Zugkurve und mittleren Strukturlängen zu finden, aus dem dann auf die physikalische Natur der Verformungsprozesse geschlossen werden kann. Seit den klassischen Arbeiten von Hall (1951) und Petch (1953) gibt es eine große Anzahl von experimentellen und theoretischen Arbeiten zur Beschreibung der Korngrößenabhängigkeit der Zugkurve. Unter der Annahme, dass die plastische Verformung durch die Bewegung von Versetzungen entsteht, wird die Fließspannung (yield stress) häufig mit linearen Funktionen von  $d^n$  beschrieben. Die extremen Fälle  $n=-1$  bzw.  $n=-1/2$ , welche hier im Weiteren als Orowan- bzw. Hall-Petch-Ansatz be-

zeichnet werden, kann man im Prinzip auf die zum Ausbeulen einer Versetzung der Segmentlänge  $d$  bzw. auf die zur Induzierung plastischer Verformung in einem benachbarten Korn durch einen an der Korngrenze angestauten Versetzungs-pile-up notwendige Spannung zurückführen. Da bei den hier untersuchten Ni-Proben selbst die kleinste Strukturlänge  $D_{X\text{-ray}}$  immer mindestens 20nm beträgt, ist nicht mit einem signifikanten Auftreten von inversem Hall-Petch-Verhalten ( $n > 0$ ), d.h. mit einer Abnahme der Fließspannung mit abnehmender Strukturlänge zu rechnen, das nach experimentellen ([12][291][292]) und theoretischen ([293] bis [296]) Untersuchungen in Ni bei Korngrößen  $< 20\text{nm}$  einsetzen sollte und im weitesten Sinn mit Diffusionsvorgängen bei der plastischen Verformung verknüpft ist.

Wie allgemein üblich wurde in Bild 5.49 für die gezeigten Zugkurven die Spannung  $\sigma_{0,2\%}$  bei  $\varepsilon_p = 0,2\%$  als eine für alle Materialklassen geeignete Spannung zur Kennzeichnung des Einsatzes des (makroskopischen) plastischen Fließens, d.h. am Ende des elastisch-plastischen Übergangs genutzt. Die Spannung  $\sigma_{0,2\%}$  soll auf ihre Strukturlängenabhängigkeit hin untersucht werden. Dabei würde eine besonders gute lineare Messwertverteilung in einem  $\sigma_{0,2\%}(d^n)$ -Plot auch einen Hinweis auf die Art der für die Verformungsprozesse entscheidenden Strukturgröße geben. Es zeigt sich jedoch aus den Grafiken in Bild 5.50, dass unter Berücksichtigung der Messfehler für  $\sigma_{0,2\%}$  und für die Strukturlängen weder eindeutige Entscheidungen über die Größe des Exponenten  $n$  noch über die mechanismenbestimmende Strukturlänge und damit über die dominierenden Verformungsmechanismen getroffen werden können. Dieses Ergebnis bestätigt das bereits von Sevillano et al. [21] beschriebene Problem der nicht eindeutigen Zuordnung der Messdaten zu einem einzigen Auswertekonzept für alle Materialklassen, selbst wenn alle Messdaten unter gleichen Bedingungen ermittelt werden.

Bei der Auswertung wurde hier der Orowan-Ansatz über die Gleichung

$$\sigma_{0,2\%} = \sigma_{00} + k_O d^{-1} \quad (5.23)$$

und der Hall-Petch-Ansatz über

$$\sigma_{0,2\%} = \sigma_{0HP} + k_{HP} d^{-1/2} \quad (5.24)$$

formuliert, wobei für  $d$  die verschiedenen mittleren Strukturlängen einzusetzen sind, und  $\sigma_0$  die physikalische Bedeutung einer Reibungs- bzw. Einsatzspannung besitzt. Das Bild 5.50 zeigt für beide Ansätze die mit linearen Funktionen gefitteten Messwertkurven für verschiedene Messmethode von  $d$  (vgl. Tabelle 9.9).

Für die Absolutglieder und die Anstiege der Plots erhält man die in Tabelle 5.13 angegebenen Daten. Die Korrelationskoeffizienten  $KK_O$  und  $KK_{HP}$  liegen für alle Plots zwischen 0,917 und 0,989 ohne Bevorzugung einer Plotart oder einer Strukturlänge. Dieses Resultat bestätigt erneut, dass für alle Materialklassen etwa konstante Verhältnisse zwischen den mittleren Strukturlängen bestehen, was für eine Art von Selbstähnlichkeit der Strukturelemente auf unterschiedlichen Maßstabsniveaus spricht. Natürlicherweise sind die Anstiege der Geraden um so größer, je höher das Maßstabsniveau für die Strukturlänge ist, d.h.  $k(d_{\text{EBSD}}) > k(d_{\text{BSE}}) > k(D_{\text{X-ray}})$ . Deutliche Anzeichen für das Auftreten von inversem Hall-Petch-Verhalten gibt es bei den untersuchten Materialklassen nicht.

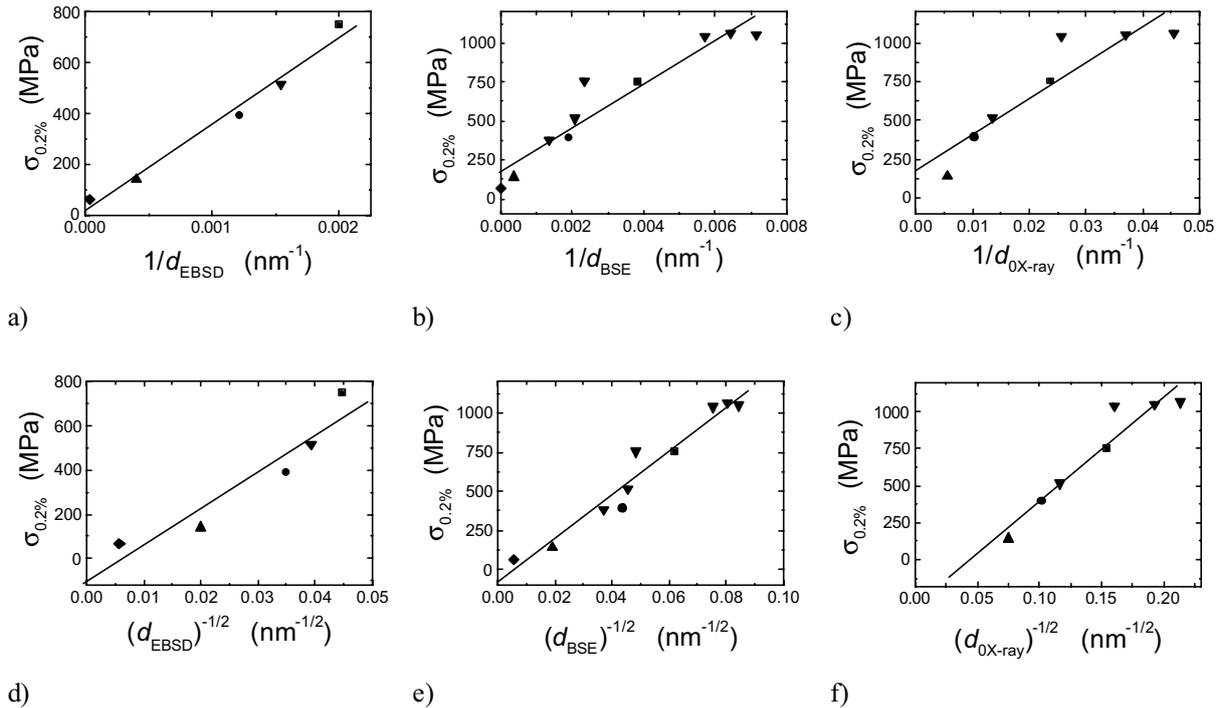


Bild 5.50: Orowan-Plot (a-c) und Hall-Petch-Plot (d-f) für die Spannung  $\sigma_{0,2\%}$  in Abhängigkeit von den mittleren Strukturlängen  $d_{\text{EBSD}}$ ,  $d_{\text{BSE}}$  und der über die Ergebnisse von vier Auswerteverfahren gemittelten Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{0\text{X-ray}}$  für fc-Ni (◆), mc-Ni (▲), ET-ECAP-Ni (●), PED-Ni (▼) und RT-ECAP-Ni (■) im Ausgangszustand.

Obwohl die Fehler für die Reibungsspannung beträchtlich sind, fällt auf, dass  $\sigma_0$  im Orowan-Plot immer größer, und im Hall-Petch-Plot immer kleiner als Null ist. Letzteres widerspricht der Idee einer Reibungsspannung, wurde jedoch z.B. auch in einer Übersichtsarbeit [21] für Al, Cu, Fe-C und Ti mit grob- bis submikrokristallinem Gefüge berichtet. Möglicherweise besteht die Ursache für dieses Verhalten in der Zusammenfassung von Messwertdaten, die an Proben mit ganz unterschiedlicher Mikrostruktur und damit möglicherweise unterschiedlicher Reibungs- oder Einsatzspannung gewonnen wurden. So folgt unter ausschließlicher Verwendung der eigenen Daten von PED-Ni-Proben  $\sigma_{\text{0HP}}=65\text{MPa}$  und  $k_{\text{HP}}=12,5\text{GPa nm}^{1/2}$  im  $d_{\text{BSE}}$ -Hall-Petch-Plot [28].

Tabelle 5.13: Absolutglieder und Anstiege der Orowan- und Hall-Petch-Geraden unter Verwendung der mittleren Strukturlängen  $d_{\text{EBSD}}$ ,  $d_{\text{BSE}}$  und  $D_{0\text{X-ray}}$

Strukturlänge	$\sigma_{00}$ (MPa)	$k_0$ (GPa nm)	$\text{KK}_0$	$\sigma_{\text{0HP}}$ (MPa)	$k_{\text{HP}}$ (GPa $\text{nm}^{1/2}$ )	$\text{KK}_{\text{HP}}$
$d_{\text{EBSD}}$	$18 \pm 37$	$341,5 \pm 28,9$	0,989	$-109 \pm 107$	$16,6 \pm 3,3$	0,945
$d_{\text{BSE}}$	$176 \pm 61$	$140,5 \pm 15,6$	0,954	$-89 \pm 65$	$14,0 \pm 1,2$	0,973
$D_{0\text{X-ray}}$	$168 \pm 120$	$23,4 \pm 4,5$	0,917	$-320 \pm 150$	$7,1 \pm 1,0$	0,954

Für Ni wurden in letzter Zeit viele  $\sigma_{0,2\%} - d^{-1/2}$ - und Vickers-Härte  $H_V - d^{-1/2}$ - Messwertkurven veröffentlicht. Die Spannung  $\sigma_{\text{0HP}}$  ist dabei meist sehr klein. Die angegebenen  $k_{\text{HP}}$ -Daten liegen etwa in der Größenordnung des hier unter Verwendung von  $D_{0\text{X-ray}}$  ermittelten Anstiegs ([288]:  $k_{\text{HP}}=8,3\text{GPa nm}^{1/2}$ , [290]:  $k_{\text{HP}}=5,57\text{GPa nm}^{1/2}$ , [291]:  $k_{\text{HP}}=4,3\text{GPa nm}^{1/2}$ , [283]:  $k_{\text{HP}}=11\text{GPa nm}^{1/2}$ ; unter Benutzung von  $H_V = 3\sigma_{0,2\%}$  in [166]:  $k_{\text{HP}}=7,8\text{GPa nm}^{1/2}$ , [297]:  $k_{\text{HP}}=7,0\text{GPa nm}^{1/2}$ ). Die Übereinstimmung dieser Anstiege mit dem hier berechneten Wert rührt sicher daher, dass in den meisten Publikationen röntgenographische und z.T.

TEM-Untersuchungen (mit  $d_{SE} < d_{BSE} < d_{EBSD}$ ) für die Ermittlung der „Korngröße“ in smc- und nc-Gefügebereich eingesetzt werden. Eine Einbeziehung von Daten in die Plots in Bild 5.50 c) und f) aus dem fc- und cc-Gefügebereich ist jedoch nicht möglich, da hier  $D_{X\text{-ray}}$  nicht sinnvoll ermittelt werden kann. Ob die Größe kohärent streuender Bereiche jedoch grundsätzlich die physikalisch bedeutsame Strukturlänge für die Plastizierungsprozesse ist, kann allein aus dem Fit der vorliegenden experimentellen Ergebnisse nicht beurteilt werden.

Auch ein Vergleich der  $\sigma_{0,2\%}(d)$ -Daten mit den nach verschiedensten theoretischen Konzeptionen zu erwartenden Zusammenhängen wird nicht unbedingt zu einer eindeutigen Wertung führen, da zum einen die meisten der in Frage kommenden Verformungsprozesse (z.B. Versetzungs-pile-up, Emission von Versetzungen aus (Sub)Korngrenzen, Waldversetzungsschneiden) ganz ähnliche  $\sigma_{0,2\%}(d)$ -Zusammenhänge liefern [17], zum anderen je nach statistischer Verteilung der Strukturlängen (z.B. Weibull-Verteilung in [298]) die Exponenten  $n$  beliebige Werte zwischen 0,5 und 1 annehmen können. Darüber hinaus ist es möglich, dass in dem untersuchten Korngrößenbereich auch bei linearen Messwertverteilungen im Hall-Petch- bzw. im Orowan-Plot  $d$ -abhängig unterschiedliche Prozesse in verschiedenen Proben, bei den vorliegenden z.T. sehr breiten Verteilungsfunktionen der Strukturlängen aber auch innerhalb einer Probe ablaufen, wobei wahrscheinlich die Prozesse in den jeweils größten Strukturelementen die bestimmenden sind [166][292][294]. Möglich ist allerdings auch, dass in Ni bei Raumtemperatur selbst bei schmaler Größenverteilung mehrere Plastizierungsprozesse parallel ablaufen [249]. Trotzdem soll versucht werden, einen Mechanismus und die entsprechende Strukturlänge zu finden, aus dem alle vorliegenden Messdaten vorhergesagt werden können, wobei davon ausgegangen wird, dass die Verformung im Wesentlichen durch die Bewegung von Versetzungen getragen wird.

Der Orowan-Mechanismus für das Ausbeulen von (vollständigen) Versetzungen einer Segmentlänge  $d$  erfordert die Spannung  $\sigma \approx MGb/d$  [18] (Spannung  $\sigma$  und Schubspannung  $\tau$  seien über den Taylor-Faktor  $M=3,06$  mit  $\sigma=M\tau$  verbunden, Schubmodul  $G=75\text{GPa}$ , Burgersvektor  $b=0,25\text{nm}$ ), der Anstieg  $k_0$  der  $\sigma_{0,2\%}-1/d$ -Geraden müsste daher  $\approx 57,5\text{GPa} \cdot \text{nm}$  betragen. Dieser Wert liegt zwischen dem ermittelten Anstieg für  $d=D_{X\text{-ray}}$  und  $d=d_{BSE}$ . Wenn man bedenkt, dass für die Größe  $d_{SE}$  der in TEM-Aufnahmen bestimmbar (defekt-freien) Strukturelemente  $D_{X\text{-ray}} < d_{(f)SE} < d_{BSE}$  gilt, und alle untersuchten Proben über solche Strukturelemente verfügen, so wäre dieser Mechanismus ein möglicher Kandidat.

Werden Versetzungen aus einer Frank-Read-Quelle emittiert und stauen sich in Form eines pile-up an einer Korngrenze auf, so ist der Mechanismus des Überwindens der Korngrenzenbarriere für die Fortsetzung der plastischen Verformung im Nachbarkorn prinzipiell auch bestimmend für die äußere Spannung. Die Anzahl  $n$  der im pile-up an der Korngrenze gestoppten Versetzungen lässt sich ermitteln aus  $n=\pi\sigma_{0,2\%}d/(8Gb)$  [288]. Für  $d=D_{X\text{-ray}}$  erhält man formal für alle untersuchten Proben  $n \approx 0,5$ , für  $d=d_{BSE}$  ergibt sich  $n$  zwischen 3 und 8. Setzt man im Grenzfall für den pile-up  $n=1$ , so beträgt die notwendige Spannung nach [12]  $\sigma=\pi MGb/d$ . Der Anstieg der  $\sigma_{0,2\%}-1/d$ -Geraden müsste dann  $180\text{GPa} \cdot \text{nm}$  betragen. Der für  $d=d_{BSE}$  beobachtete Anstieg von  $140\text{GPa} \cdot \text{nm}$  könnte daher bei  $n>1$  mit dem Wirken der Frank-Read-Quelle gedeutet werden. Ein anderes Vorgehen nach [299] bei der Betrachtung der elastischen repulsiven Wechselwirkung zwischen zwei geraden Stufenversetzungen gleichen Vorzeichens im Abstand  $d$  liefert  $\sigma=MGb/(2\pi(1-\nu)d)$  (Poissonzahl  $\nu = 0,31$ ) und damit

einen Anstieg der  $\sigma_{0,2\%}-1/d$ -Geraden von  $\approx 13 \text{ GPa} \cdot \text{nm}$ . Ein solch kleiner Anstieg wird jedoch mit keiner der betrachteten Strukturgrößen gemessen.

Insbesondere für den Bereich kleiner Korngrößen wird in letzter Zeit zunehmend die Spannungsabhängigkeit der Emission von Partialversetzungen aus der Korngrenze mit einer dem Korndurchmesser entsprechenden Segmentlänge diskutiert. Die für diesen Prozess notwendige Spannung kann nach [292][295] abgeschätzt werden zu  $\sigma \approx M\gamma_{\text{SF}}/b + Gb/d$ , wobei  $\gamma_{\text{SF}}$  die Stapelfehlerenergie ist (für Ni:  $\gamma_{\text{SF}}/(Gb) \approx 0,01$  [295]). Für den  $d$ -unabhängigen Anteil erhält man  $\approx 225 \text{ MPa}$ , für den Anstieg einer  $\sigma_{0,2\%}-1/d$ -Geraden ergibt sich  $19 \text{ GPa} \cdot \text{nm}$ . Beide Parameter liegen in der Größenordnung von Absolutglied und Anstieg der Geraden im  $D_{\text{X-ray}}$ -Orowan-Plot. Es ist allerdings wenig wahrscheinlich, dass die Emission von Partialversetzungen allein verantwortlich für die gemessene  $D_{\text{X-ray}}$ -Abhängigkeit von  $\sigma_{0,2\%}$  ist, da erst unterhalb einer kritischen Korngröße  $d_{\text{cPV}} = 2Gb^2/(3\gamma_{\text{SF}}) = 16 \text{ nm}$  die Partialversetzungsemission gegenüber der Emission von vollständigen Versetzungen energetisch begünstigt ist, die Strukturgröße  $D_{\text{X-ray}}$  jedoch hier  $20 \text{ nm}$  nicht unterschreitet.

Ein Modell, das zumindest für (Sub)korngrößen oberhalb einer kritischen Größe  $d_{\text{c2K}}$  zu einem „klassischen“ Hall-Petch-Plot führt, beschreibt die äußere Fließspannung im Rahmen eines 2-Komponentenmodells für das Korninnere und die Korngrenzenregion mit unterschiedlichen Fließspannungen  $\sigma_{\text{fB}}$  und  $\sigma_{\text{fGB}}$ , wobei die Dicke der Korngrenzenregion proportional zu  $d^{1/2}$  angenommen wird ([300][301]). Man erhält dann  $\sigma \approx \sigma_{\text{fB}} + 2(d_{\text{c2K}})^{1/2}(\sigma_{\text{fGB}} - \sigma_{\text{fB}})d^{-1/2}$ . Für  $d < d_{\text{c2K}}$  erwartet man in diesem Modell eine  $d$ -unabhängige Spannung. Aus Bild 5.50 e) und f) könnte eine kritische „Korngröße“ von  $d_{\text{c2K}}(d_{\text{BSE}}) = 155 \text{ nm}$  bzw.  $d_{\text{c2K}}(d_{\text{Xray}}) = 27 \text{ nm}$  für das Einsetzen eines Spannungsplateaus abgelesen werden. Wenn man zusätzlich annimmt, dass die aus den Untersuchungen an Einkristallen im Zugversuch bestimmte Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^{\text{E}} \approx 0,47\tau$  zwischen Zellinnerem und Zellwänden (vgl. 5.1.1 und Bild 5.4) auf die Verhältnisse im Korninnerem und im Korngrenzenbereich übertragbar ist mit  $(\sigma_{\text{fGB}} - \sigma_{\text{fB}}) \approx 0,47\sigma$ , so dürften bei äußeren Spannungen  $\sigma_{0,2\%}$  von maximal  $100 \text{ MPa}$  nur Anstiege mit  $k_{\text{HP}}(d_{\text{BSE}}) \leq 11,5 \text{ GPa} \cdot \text{nm}^{1/2}$  und  $k_{\text{HP}}(d_{\text{Xray}}) \leq 4,9 \text{ GPa} \cdot \text{nm}^{1/2}$  auftreten. Für beide Hall-Petch-Plots wurden jedoch größere Anstiege für den gesamten  $d$ -Bereich ermittelt, so dass das vorgeschlagene Modell unter Berücksichtigung von Eigenspannungen nicht ohne weiteres zur Interpretation der Messwertkurven genutzt werden kann.

Der ursprünglich bei der Aufstellung der Hall-Petch-Relation betrachtete Mechanismus, der von der Emission von Versetzungen aus einer Frank-Read-Quelle ausgeht, die sich in Form eines pile-up der Länge  $l_{\text{p}}$  an der Korngrenze anlagern, führt zu einem Ausdruck gemäß Gleichung (5.24) für die Spannung  $\sigma$ , die notwendig ist, um die plastische Verformung im Nachbarkorn zu induzieren mit einem Parameter  $k_{\text{HP}} = [\sigma_i Gbd / (\pi(1-\nu) l_{\text{p}})]^{1/2}$  mit der Korngrenzenstärke  $\sigma_i$ .  $k_{\text{HP}}$  ist konstant, wenn  $d/l_{\text{p}}$  konstant ist [17]. Wenn man annimmt, dass  $l_{\text{p}} \approx d/2$ , so lässt sich aus den experimentell ermittelten Parametern  $k_{\text{HP}}$  eine minimale Korngrenzenstärke  $\sigma_i$  abschätzen zu  $3 \text{ GPa}$  aus dem  $D_{\text{X-ray}}$ -Hall-Petch-Plot. Dies ist ein unrealistisch hoher Wert, so dass die gemessenen  $k_{\text{HP}}$ -Parameter nur verträglich sind mit der Annahme, dass  $l_{\text{p}} \ll d$ . Betrachtet man allerdings die bei den untersuchten Korngrößen abgeschätzte geringe Anzahl  $n$  von Versetzungen im pile-up, so scheint das pile-up-Modell nicht geeignet zur Beschreibung der experimentellen Ergebnisse.

Zum Abschluss sollen hier noch Mechanismen diskutiert werden, die indirekt mit der Strukturgröße  $D_{\text{X-ray}}$  verbunden sind. Wie in Bild 5.46 und Tabelle 9.9 gezeigt, gilt  $D_{\text{X-ray}} \approx$

$1,5\rho_0^{-1/2}$ , wobei  $\rho_0$  die Ausgangsversetzungsdichte ist. Es ist deshalb möglich, die Taylor-Beziehung  $\sigma = M\alpha G b \rho^{1/2}$  in der Form  $\sigma \approx 1,5 M \alpha G b / D_{X\text{-ray}}$  zu schreiben. Damit könnte man den Prozess des Versetzungsausbeulens zwischen (und des Schneidens von) Waldversetzungen im mittleren Abstand  $\rho_0^{-1/2}$  verantwortlich für den beobachteten  $\sigma_{0,2\%}$ - $d$ -Zusammenhang machen. Mit  $\alpha=0,3$  ergibt sich dann theoretisch für den Anstieg  $k_0(D_{X\text{-ray}})=25,8 \text{ GPa} \cdot \text{nm}$ , was gut mit dem experimentell gefundenen Wert von  $23,4 \text{ GPa} \cdot \text{nm}$  übereinstimmt. Umgekehrt erhält man aus dem experimentellen Wert  $k_0(D_{X\text{-ray}})$  einen Faktor  $\alpha=0,27$ , was dem für homogene Versetzungsanordnungen ermittelten Wert [247] nahe kommt. Formal entspricht dieses Vorgehen einem Vorschlag von Ashby [19], der, ausgehend von der Taylor-Beziehung, den Laufweg  $l$  von, für die Erzeugung einer Abgleitung  $\gamma = l b \rho_g$  geometrisch notwendigen Versetzungen der Dichte  $\rho_g$  mit der Korngröße  $d$  korreliert, woraus sich allerdings eine Hall-Petch-Beziehung der Form  $\sigma = \sigma_0 + \alpha G M (b \gamma)^{1/2} d^{1/2}$  ableiten lässt. Ein ähnliches Vorgehen findet sich in [9][302]-[305]. Die Proportionalität zwischen den hier unabhängig voneinander bestimmten Größen  $D_{X\text{-ray}}$  und  $\rho_0^{-1/2}$  führt jedoch zu einer Beziehung vom „Orowan-Typ“, die mit dem Ausbeulen von Versetzungen zwischen den Waldversetzungen des Ausgangszustandes (und derem anschließenden Schneiden) physikalisch anders als im Ashby-Modell begründet wird.

Verwendet man das in [281] entwickelte Modell  $\sigma = \sigma_0 + M \alpha G b \rho^{1/2} + M G b n (1 - n/n^*) / d$ , in dem der letzte, zusätzliche Term eine durch die an der Korngrenze gestoppten  $n$  Versetzungen erzeugte Rückspannung darstellt, so führen die experimentellen Daten für  $\rho_0$  mit  $\alpha=0,3$  zu der Schlussfolgerung, dass  $n$  gleich der maximal an einer Korngrenze aufnehmbaren Anzahl  $n^*$  von Versetzungen sein muss, somit keine Rückspannung auftritt und die äußere Spannung allein durch die Versetzungsmechanismen im Korninneren bestimmt wird.

Für die ECAP-Proben besteht die Möglichkeit einer unabhängigen Überprüfung des vorgeschlagenen Versetzungsmechanismus mit Hilfe der aus der Analyse von BBP bestimmten mittleren Versetzungsdichte  $\rho_0$  und des aus Spannungsrelaxationsexperimenten bestimmten effektiven Aktivierungsvolumens  $V^*$  [249]. Wenn das Schneiden von Versetzungen im Abstand  $\rho_0^{-1/2}$  der dominierende thermisch aktivierte Prozess ist, so muss gelten  $V^*/b^2 = \rho_0^{-1/2}$  [302]. Für ET-ECAP ist  $V^*/b^2 = 33 \text{ nm}$ , für RT-ECAP  $23 \text{ nm}$  bei maximaler Spannung  $\sigma_U$  (Tabelle 9.9). Die mittleren Versetzungsabstände im Ausgangszustand betragen  $40 \text{ nm}$  für ET-ECAP und  $26 \text{ nm}$  für RT-ECAP und liegen damit zumindest in der erwarteten Größenordnung. Messungen der Dehnratenempfindlichkeit  $m$  deuten allerdings darauf hin, dass in scmc-Ni-Proben bei Raumtemperatur außer dem Versetzungsschneiden mindestens noch ein zweiter thermisch aktivierter Prozess mit kleinerem Aktivierungsvolumen und größerer Aktivierungsenthalpie auftreten sollte.

Wegen der begrenzten Speicherung von Versetzungen in Gefügen mit Kornabmessungen, die kleiner als die bei Raumtemperatur beobachteten mesoskopischen Strukturlängen von etwa  $500 \text{ nm}$  sind ([24][28][45]), ist es indes vor allem für nc PED-Ni-Proben fraglich, ob der Mechanismus des Versetzungsausbeulens zwischen Waldversetzungen tatsächlich der für die Korngrößenabhängigkeit der Fließspannung dominierende ist. Ausgeschlossen werden kann andererseits für den betrachteten Korngrößenbereich, dass z.B. thermisch aktivierte Scherereignisse auf atomarer Ebene in der Korngrenzenregion die plastische Verformung zu wesentlichen Teilen tragen sollten, die eine freie Energie  $\Delta F$  in der Größenordnung für den Atom-Leerstellen-Platztausch oder die Korngrenzendiffusionsenergie aufweisen. Dies folgt

aus einer Abschätzung nach Conrad und Narayan [12] zum Beitrag dieser Prozesse zur plastischen Dehnungsgeschwindigkeit mit  $\dot{\gamma} = 6b\nu_D d^{-1} \sinh(\nu\sigma_{0,2\%}/(Mk_B T)) \exp(-\Delta F/k_B T)$ , wobei  $\nu_D = 10^{13} \text{s}^{-1}$  die Größenordnung der Debye-Frequenz hat und für das Volumen  $\nu = b^3$  gesetzt wird. Im günstigsten Fall erhält man durch diesen Prozess für RT-ECAP-Ni mit  $d = D_{\text{X-ray}} = 41 \text{nm}$  und  $\Delta F = 0,8 \text{eV}$  (Wanderungsenergie für Doppelleerstellen [306]) eine Verformungsgeschwindigkeit von  $\dot{\gamma} \approx 10^{-9} \text{s}^{-1}$  bei einer von außen aufgeprägten Geschwindigkeit von  $\approx 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

Über die Plastizierungsprozesse, die die Strukturlängenabhängigkeit der Fließspannung  $\sigma_{0,2\%}$  hervorrufen, lässt sich damit zusammenfassen, dass sie im betrachteten Korngrößenbereich mit der Bewegung von Versetzungen zusammenhängen sollten. Das zeigen auch molekular-dynamische Simulationen ([13][293][307][308]) für Korngrößen im Bereich von etwa 20nm selbst für außerordentlich hohe Werte von  $\dot{\gamma}$ . Als konkrete Prozesse kommen für die Interpretation der  $\sigma_{0,2\%}$ - $d$ -Messwertkurven insbesondere das Ausbeulen von Versetzungen in den nahezu defektfreien Bereichen sowie das Schneiden von Waldversetzungen im Abstand  $(\rho_0)^{-1/2} \approx D_{\text{X-ray}}/1,5$  in Frage. Die Bestimmung der Strukturlänge  $D_{\text{X-ray}}$  gewinnt daher auch für den mikro- und submikrokristallinen (und nicht nur nanokristallinen!) Korngrößenbereich an Bedeutung.

Während, wie schon von Sinclair et al. [281] betont, sich insbesondere aus dem Bereich kleiner plastischer Dehnungen in der Zugkurve (um  $\sigma_{0,2\%}$ ) der Einfluss der „Korngröße“ ablesen lässt, kann für Spannungen bei größeren Dehnungen, so u.a. auch für die ultimative Spannung  $\sigma_U$ , in Proben unterschiedlicher Materialklassen kein einfacher Zusammenhang mit den verschiedenen Strukturlängen gefunden werden. Die Spannung  $\sigma_U$  wird vermutlich durch ein komplexes Wechselspiel zwischen Gefügeabmessungen und Mikrostruktureigenschaften bestimmt, das im folgenden Abschnitt diskutiert wird.

### 5.3.2.2 Änderung röntgenographisch bestimmbarer Mikrostruktur- und Gefügeparameter durch Zugverformung

Zunächst muss betont werden, dass hier, im Unterschied beispielsweise zu den Untersuchungen an Ni-Einkristallen im Zugversuch, nur eine schwache Änderung der BBP registriert und mit Mikrostrukturparameteränderungen korreliert werden kann. Die BBP sind bereits im Ausgangszustand vor der Zugverformung wegen der hohen Defektdichte und der Kleinheit kohärent streuender Bereiche sehr breit, so dass es erheblicher experimenteller Aufwendungen bedarf, Änderungen der Profilparameter auch mit hinreichender Genauigkeit zu messen. So ist es z.B. an smc/nc-Materialien kaum möglich, die, u.a. von Müller et al. [9] sowie von Hebesberger et al. [196] an rekristallisiertem, grobkristallinem Cu bzw. Al im Verlauf der Verformung bis zum Erreichen des Stadiums V der Zugkurve bestimmte, Änderung der Profilsymmetrie zu messen, um daraus Aussagen über weitreichende Eigenspannungen in der Versetzungsstruktur abzuleiten. Erschwerend kommt für die Interpretation der vorliegenden röntgenographischen Ergebnisse noch hinzu, dass keine eigenen begleitenden TEM- und REM-Untersuchungen der Mikrostruktur nach Zugverformung vorliegen. Die entscheidende Schwierigkeit, aus den BBP Schlussfolgerung über die Verformungsprozesse abzuleiten, resultiert jedoch aus der mit abnehmender

Korngröße zunehmenden Reversibilität der bei Belastung auftretenden Profilform- und -lageänderungen nach Entlasten, da alle BBP-Messungen an entlasteten Proben durchgeführt wurden. Wenn man die Messdaten von Budrovic et al. [100] an nanokristallinem PED-Ni (Ausgangszustand  $D_{WA}=26\text{nm}$ ,  $\langle\varepsilon^2\rangle^{1/2}=4\times 10^{-3}$ ) beispielsweise mit dem modifizierten Williamson-Hall-Plot nach Gleichung (3.114) auswertet, dann ergeben sich unter Last bei  $\varepsilon_p\approx 5\%$  und  $\sigma\approx 2,25\text{GPa}$  Werte von  $\langle\sigma^2\rangle^{1/2}\approx 910\text{MPa}$  und  $D_{WH}\approx 19\text{nm}$ , während nach Entlastung  $\langle\sigma^2\rangle^{1/2}\approx 785\text{MPa}$  und  $D_{WH}\approx 27\text{nm}$  gemessen wird, was fast mit den Daten im Ausgangszustand vor der Zugverformung übereinstimmt, d.h., dass man daraus nicht auf Mikrostruktur- und Gefügeeigenschaften unter Last schließen kann. Ähnliche Effekte nach Entlasten wurden, jedoch wesentlich schwächer ausgeprägt, auch von Ungár an Einkristallen gefunden, wobei bei der Auswertung stets vorausgesetzt wurde, dass in erster Näherung die Eigenverzerrungen im entlasteten Zustand auch repräsentativ für die Verhältnisse unter Last sind. Die Ursache für das davon abweichende Verhalten von smc/nc Materialien könnte zum einen darin bestehen, dass in den kleinen Körnern ohne äußere Spannung wegen der repulsiven Wechselwirkung zwischen gleichnamigen Versetzungen keine Speicherung von Versetzungsnetzwerken mehr möglich ist und die, bei plastischer Verformung erzeugten Versetzungen, die eine deutliche Profilverbreiterung hervorrufen könnten, bei Entlasten wieder verschwinden. Dieser Prozess darf jedoch nicht mit einer reversiblen Reduzierung der Länge der unter Last ausgebeulten Versetzungen und damit mit plastischer Verformung verbunden sein, da die Entlastung im Wesentlichen ohne plastische Rückverformung stattfindet. Die Ursache für die unter Last beobachtete Profilverbreiterung sollte daher vor allem in nc PED-Ni eher in einem auf Kristallitniveau entstehenden Verzerrungsspektrum bestehen, dass z.B. durch elastische Inkompatibilitäten auf Grund unterschiedlicher kristallographischer Orientierung der Körner bei Belastung entsteht und beim Entlasten ohne plastische Rückverformung wieder verschwindet. Erst der Einsatz eines (makroskopischen) Fließens führt zur irreversiblen Strukturänderung, die dann auch im entlasteten Zustand nachweisbar sein sollte. Nach solchen Änderungen wird im Weiteren gesucht.

Die Anwendung des modifizierten Williamson-Hall-Plots (Gleichung (3.114) und (3.115)) für die Bestimmung der Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{WH}$  und der rms Eigenspannung  $\langle\sigma^2\rangle^{1/2}$  nach dem Zugversuch liefert für die smc/nc Proben keine über den Fehler hinausgehende Änderung gegenüber dem Ausgangszustand. Dabei bleibt jedoch unberücksichtigt, dass sich durch den Zugversuch nicht nur die in den WH-Plot eingehende Halbwertsbreite  $B$ , sondern die gesamte Form des Profils in charakteristischer Weise geringfügig ändert. Die Grafiken in Bild 5.51 zeigen deshalb die Änderungen von  $D_{KW}$ ,  $\rho$  und  $R_{eff}$  gegenüber dem Ausgangszustand nach Entlastung von der Spannung  $\sigma_{Ent}$  bei maximaler Dehnung  $\varepsilon_{Ent,p}$  (s. Tabelle 9.9) am Ende der einsinnigen Verformung, die mit Hilfe von Krivoglaz-Wilkens-Plots aus den Fourierkoeffizienten der BBP von sieben  $hkl$ -Reflextypen berechnet wurden.

Die mc-Ni-Probe weist in röntgendiffraktometrischen Untersuchungen ein Verhalten auf, dass mit der Bildung von Versetzungsstrukturen erklärbar ist, wie man sie für rekristallisierte Materialien erwartet, deren Körner nicht wesentlich kleiner als ein Grenzwert von  $d_{EBSD}^*\approx 3\mu\text{m}$  [45] sind, so dass die Korngröße oberhalb der bei Raumtemperatur üblichen Abmessung von mesoskopischen Versetzungsstrukturelementen  $d_{SE}$  liegt. Die deutliche Erhöhung der Versetzungsdichte im Zugversuch sollte daher auf die Herausbildung einer

Versetzungszellstruktur zurückgeführt werden können, die auch nach Entlastung in der Probe verbleibt. Die Erhöhung der mittleren Versetzungsdichte wiederum wird von einer Verringerung der Größe  $D_{KW}$  kohärent streuender Bereiche begleitet, wobei für den Zusammenhang zwischen  $D$  und dem mittleren Versetzungsabstand wieder gilt  $D_{KW} \approx 1,5x\rho^{-1/2}$ . Die Reichweite  $R_{eff} \approx 380\text{nm}$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsstruktur liegt zwischen den Werten  $R_{eff,PR}$  und  $R_{eff,DR}$  für Zellen und Zellwände in Einkristallen bei einer Schubspannung von  $\tau = \sigma_{Ent}/M = 115\text{MPa}$  (s. Bild 5.7). Der Wilkenssche Formparameter  $M_{Wilkens} = R_{eff}\rho^{1/2}$  (s. Gleichung (5.3)) beträgt für die zugverformte mc-Ni-Probe 5,5 und liegt damit auch zwischen den für Zellen und Zellwände in Ni-EK bestimmten Werten. Sein hoher Betrag deutet auf das Vorliegen von weitreichenden, mesoskopischen Eigenverzerrungen hin. Es ist daher anzunehmen, dass die Versetzungszellstruktur in mc-Ni Proben starke Ähnlichkeit mit der Zellstruktur in Ni-EK bei entsprechend hoher Spannung hat [173] und gleiche, von der Korngröße nur wenig beeinflusste Verformungsmechanismen ablaufen.

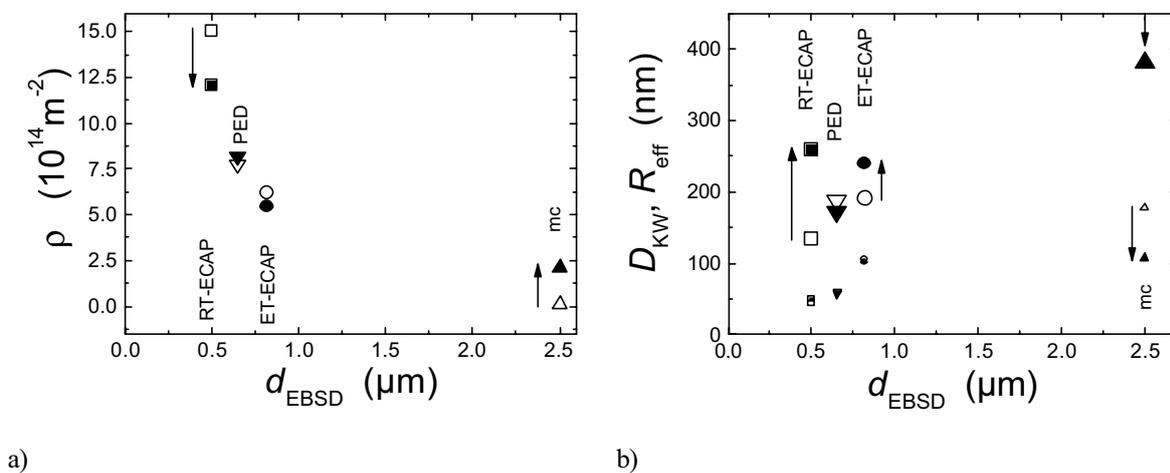
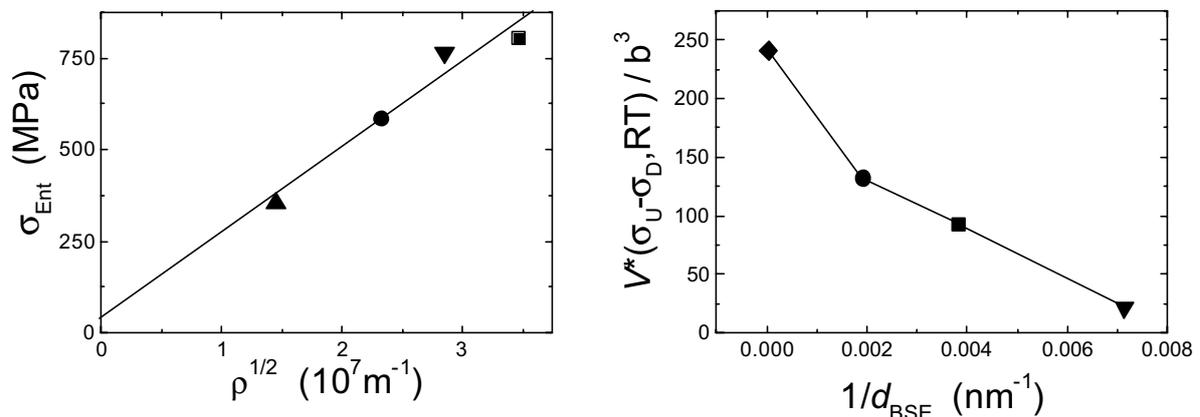


Bild 5.51: Versetzungsdichte  $\rho$  (a), Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{KW}$  (kleine Symbole) und effektiver Abschneideradius  $R_{eff}$  (große Symbole) (b) im Ausgangszustand (offene Symbole) und nach Entlastung bei maximal im Zugversuch erreichter plastischer Dehnung  $\epsilon_{Ent,p}$  (ausgefüllte Symbole) in Abhängigkeit von der Korngröße  $d_{EBS D}$  im Ausgangszustand für mc-Ni  $\blacktriangle$ , RT-  $\blacksquare$  und ET-ECAP-Ni  $\bullet$  sowie PED-Ni  $\blacktriangledown$  (Probe E16). Größere Änderungen sind durch Pfeile markiert.

Für die PED-Ni-Probe E16 zeichnen sich ähnliche Tendenzen bei der Änderung röntgenographisch bestimmbarer Parameter ab wie für mc-Ni, was auf eine Speicherung zusätzlicher Versetzungen im Korngefüge hinweist. So nimmt die Versetzungsdichte geringfügig zu und im Gegenzug die KSB-Größe  $D_{KW}$  geringfügig ab. Es ist zu vermuten, dass die bereits im Ausgangszustand vorhandene Versetzungsdichte (s. Bild 5.43 k) im Wesentlichen ausreicht, um die im Zugversuch geforderte plastische Dehnung aufzubringen, so dass nur wenige neue Versetzungen gebildet werden müssen. Bemerkenswert ist, dass die Reichweite  $R_{eff,Ent}$  des Verzerrungsfeldes nach dem Zugversuch im Vergleich mit dem Ausgangszustand abnimmt und deutlich unter derjenigen im mc-Ni liegt, was wegen der höheren Spannung  $\sigma_{Ent}$  des PED-Ni im Zugversuch der schon an EK beobachteten Spannungsabhängigkeit von  $R_{eff}$  entspricht. Allerdings ist der Parameter  $M_{Wilkens}$  in PED-Ni mit 4,9 deutlich kleiner als in Einkristallen, was auf eine vergleichsweise geringe Reichweite bzw. bessere gegenseitige Abschirmung des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung hinweist.

Das Verhalten der ECAP-Proben im Zugversuch unterscheidet sich wesentlich von mc- und PED-Ni. Man findet eine Verringerung der mittleren Versetzungsdichte nach Zugverformung, die für die RT-ECAP-Probe stärker ausgeprägt ist als für die ET-ECAP-Probe. Man kann vermuten, dass während des ECAP-Prozesses als starke plastische Verformung eine Versetzungsstruktur eingestellt wird, die der nachfolgenden „schwächeren“ Zugverformung nicht angepasst ist, so dass die überschüssigen Versetzungen dann im Zugversuch annihilieren [249]. Dieser Effekt sollte wegen der höheren Ausgangsversetzungsdichte im RT-ECAP stärker sein als im ET-ECAP. Versetzungsannihilation und ggf. Umbau der ECAP-Versetzungstruktur führen nach dem Zugversuch zu einer höheren Reichweite  $R_{\text{eff}}$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung. Der Wilkensparameter  $M_{\text{Wilkens}}$  beträgt für ET-ECAP 5,6 und für RT-ECAP 8,9, was deutlich über den an Einkristallen erhaltenen Werten liegt und ggf. mit einem Umbau von, z.B. in EK im Bereich II/III der Zugkurve üblichen, polarisierten dipolaren Zellwänden in sog. polarisierte Neigungswände (tilt walls) [9] bei stark verformten ECAP-Proben begründet werden kann.

Abschließend soll geprüft werden, ob im hier betrachteten Korngrößenbereich der für die Deutung des  $\sigma_{0,2\%}$ - $D_{\text{X-ray}}$ -Zusammenhangs gefundene thermisch aktivierte Verformungsmechanismus des Waldversetzungsschneidens auch für die Interpretation des  $\sigma_{\text{Ent}}\text{-}\rho_{\text{Ent}}$ -Zusammenhangs nach Entlastung bei der plastischen Dehnung  $\varepsilon_{\text{Ent,p}}$  am Ende der Verformung angewendet werden kann. Das Bild 5.52 a) zeigt den Taylor-Plot  $\sigma_{\text{Ent}}(\rho^{1/2})$  mit einer linearen Fitfunktion vom Typ  $\sigma_{\text{Ent}} = \sigma_0 + M\alpha G b \rho^{1/2}$  durch die verfügbaren Messpunkte.



a)

b)

Bild 5.52: Taylor-Plot  $\sigma_{\text{Ent}}(\rho^{1/2})$  für die Spannung  $\sigma_{\text{Ent}}$  am Ende der Zugverformung in Abhängigkeit von der nach Entlastung gemessenen Versetzungsdichte  $\rho$  (a) sowie Aktivierungsvolumen  $V^*/b^3$  für die maximale Spannung ( $\sigma_U - \sigma_D$ ) bei Raumtemperatur (nach [249]) in Abhängigkeit von der (Sub)korngröße  $d_{\text{BSE}}$  (b). (◆:fc, ▲:mc, ●:ET-ECAP, ▼:PED, ■:RT-ECAP)

Man erhält für die „Reibungsspannung“ einen kleinen Wert von  $\sigma_0 = (35 \pm 95) \text{ MPa}$  und aus dem Anstieg der Geraden einen Parameter  $\alpha$  von  $\alpha = 0,41 \pm 0,06$ . Unter Berücksichtigung des Messfehlers für  $\rho$  könnte also durchaus das Waldversetzungsschneiden auch bei größeren plastischen Dehnungen der bestimmende Verformungsmechanismus im Zugversuch bei Raumtemperatur sein, so dass im gesamten untersuchten „Korngrößenbereich“ vom EK bis zu smc-Korngefügen im Wesentlichen ein einheitlicher Verformungsmechanismus auftritt. Allerdings ist im Vergleich mit den Verhältnissen bei  $\sigma_{0,2\%}$  der  $\alpha$ -Wert für mc- bis smc-Ni am Verformungsende etwas erhöht. Dies könnte auf einen zusätzlichen Verformungsprozess

hindeuten, der zu einer Spannungserhöhung führt. Eine solche Schlussfolgerung lässt sich auch aus Messungen der Dehnratenempfindlichkeit ableiten, die bei Raumtemperatur mit abnehmender Korngröße deutlich zunimmt ([249][276][277][282][289][302]). Die Abnahme des Aktivierungsvolumens  $V^*$  (bei Raumtemperatur und jeweils maximaler Spannung  $\sigma_U$  im Zugversuch) mit abnehmender Korngröße (s. Bild 5.52 b und Tabelle 9.9) kann ebenfalls nicht ausschließlich auf die Versetzungsdichte bzw. den mittleren Versetzungsabstand zurückgeführt werden, wie Abschätzungen für das ET- und RT-ECAP-Ni nach Beendigung des Zugversuchs zeigen (ET-ECAP:  $V^*/b^2=33\text{nm} < \rho^{-1/2}=43\text{nm}$ , RT-ECAP:  $V^*/b^2=23\text{nm} < \rho^{-1/2}=29\text{nm}$ ). Ob einer der in [249] vorgeschlagenen zusätzlichen Mechanismen (dynamische Erholung und Instabilitäten, Korngrenzenmechanismen wie z.B. Korngrenzengleiten) vorliegt, kann aus den vorliegenden Messergebnissen nicht geschlussfolgert werden.

In Anlehnung an das 2-Komponenten-Modell von Mughrabi [258] hat Klemm [116] die Vorschrift  $\sigma_{\text{Ent}} = \sigma_0 + M G b f_{\text{fSE}} / d_{\text{fSE}} + (1 - f_{\text{fSE}})^{1/2} M \alpha G b \rho^{1/2}$  zur Bestimmung der Spannung  $\sigma_{\text{Ent}}$  entwickelt. Dabei wird vorausgesetzt, dass versetzungsfreie Strukturelemente und solche mit einer Versetzungsdichte von  $\rho_{\text{DR}} = \rho / (1 - f_{\text{fSE}})$  parallelgeschaltet sind, in den versetzungsfreien Strukturelementen Versetzungen mit der Segmentlänge  $d_{\text{fSE}}$  ausbeulen und in den versetzungsreichen Elementen Waldversetzungsschneiden stattfindet. Wendet man die Vorschrift für  $\sigma_{\text{Ent}}$  hier an, so beträgt die mit  $\sigma_0=35\text{MPa}$ ,  $\alpha=0,3$ , den in Tabelle 5.12 angegebenen Strukturlängen und Volumenanteilen sowie mit der mittleren Versetzungsdichte  $\rho$  nach Tabelle 9.9 berechnete Spannung  $\sigma_{\text{Ent}}$  im Mittel nur 75% der für mc-, ET- und RT-ECAP-Ni sowie PED-Ni (E16) tatsächlich gemessenen Spannung. Dies bedeutet, dass auch für dieses einfache Modell zusätzliche Annahmen (beispielsweise über eine Versetzungssegmentlänge  $< d_{\text{fSE}}$ ) getroffen werden müssten, um die experimentellen Daten zu deuten, was hier aber nicht weiter verfolgt werden soll.

### 5.3.3 Zug-Druck-Wechselverformung

#### 5.3.3.1 Transformation von Gefüge und Mikrostruktur bei zyklischer plastischer Verformung

Über die mechanischen Eigenschaften von smc/nc Metallen bei zyklischer plastischer Verformung liegen bisher in der Literatur nicht viele experimentelle Daten vor. Wegen der bereits durch den Herstellungsprozess bedingten komplexen Mikrostrukturen und Gefüge kann nicht erwartet werden, dass eine gemeinsame ZSD-Kurve existiert und sich nach Einstellung eines mechanisch stabilisierten Zustandes zumindest ähnliche Mikrostrukturen herausgebildet haben, wie es bei rekristallisierten cc und fc VK der Fall ist. In der Tat erhält man ein sehr differenziertes mechanisches Verhalten der verschiedenen Materialklassen. Häufig wird eine zyklische Entfestigung (z.B. an ECAP-Cu [311]-[314]), in selteneren Fällen eine Verfestigung (z.B. an ECAP-Cu [315], an mc Cu [316] und an PED-Ni [317]) oder weder Ver- noch Entfestigung in der Wechselverformungskurve (ECAP-Ti [33]) beobachtet. Von Maier et al. [318] wurden zyklische Entfestigung oder Plateauverhalten an ECAP-Cu in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP-Zyklen gemessen, in [319] stellten Kunz et al. an ECAP-Cu fest, dass bei spannungsgesteuerter zyklischer Verformung bei kleinen Amplituden eine Ver-, bei größeren Spannungsamplituden eine Entfestigung auftritt. Aus eigenen Messungen ist bekannt, dass Entfestigungseffekte bei zyklischer Verformung

u.a. begünstigt werden durch hohe Reinheit der Materialien, geringe Verformungsgeschwindigkeiten und erhöhte Verformungstemperaturen ([24][198][202][277]). Im Folgenden wird zunächst gezeigt, dass es ungeachtet dieser vielfältigen Einflussfaktoren gemeinsame Grundlinien für die Transformationsprozesse von Gefüge und Mikrostruktur der verschiedenen Materialklassen gibt, um dann im Abschnitt 5.3.3.2 das ZSD-Verhalten zu diskutieren auf der Grundlage von Ergebnissen der Mikrostruktur- und Gefügeuntersuchungen, die in Tabelle 9.10 zusammengefasst sind.

#### a) Mechanisches Verhalten

Das Bild 5.53 zeigt typische Wechselverformungskurven bei Raumtemperatur und mittleren Verformungsgeschwindigkeiten von ca.  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  für Ni-VK mit unterschiedlichem Korngefüge bei vergleichbarer Reinheit. Allgemein gilt, dass für die hier untersuchten smc/nc Korngefüge Entfestigungseffekte zunehmen mit zunehmender Verformungsamplitude, während im (rekristallisierten) mc Ni erwartungsgemäß eine umso stärkere Verfestigung auftritt, je größer die Verformungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  ist. Bei gleicher Verformungsamplitude wird eine stärkere Entfestigung mit abnehmender Korngröße gefunden. Dabei ist zu bedenken, dass für die vorliegenden smc/nc Gefüge im Ausgangszustand um so höhere Eigenverzerrungen vorliegen, je kleiner die Korngröße ist.

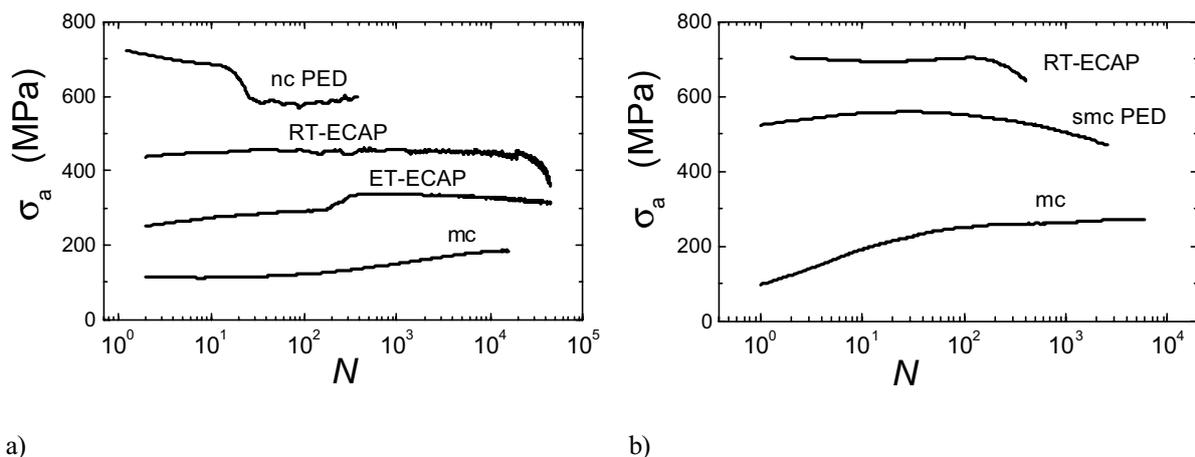


Bild 5.53: Wechselverformungskurven  $\sigma_a(N)$  von Ni-VK für konstante plastische Dehnungsamplituden  $\epsilon_{pa} = 2,5 \times 10^{-4}$  (a) und  $2 \times 10^{-3}$  (b).

Es ist daher anzunehmen, dass bei großer Defektdichte im Ausgangszustand diese Defekte durch zyklische plastische Verformung teilweise annihilieren und/oder dass deren Anordnung so verändert wird, dass die plastische Verformung bei geringeren äußeren Spannungen möglich ist, während in mc Ni mit einem anfangs nahezu defektfreien Gefüge bei zyklischer plastischer Verformung Versetzungen erzeugt und gespeichert werden, was zur Spannungserhöhung wie bei EK, cc und fc VK führt. Je größer  $\epsilon_{pa}$  und damit der Laufweg und/oder die Dichte der sich im Zyklus hin- und her bewegenden Versetzungen ist, umso effektiver können die Prozesse des Defektstrukturumbaus bzw. der Versetzungsgeneration ablaufen. Zur Verdeutlichung dieser Aussage ist in Bild 5.54 die Differenz  $\Delta\sigma_a$  zwischen der Spannungsamplitude am Ende der zyklischen Verformung und zu Verformungsbeginn in Abhängigkeit von der Korngröße  $d_{BSE}$  dargestellt für zwei Verformungsamplituden. Die

Korngröße  $d_{\text{BSE}}$ , bei der in sehr grober Näherung der Übergang zwischen Ent- und Verfestigung auftritt, liegt für  $\epsilon_{\text{pa}} = 2,5 \times 10^{-4}$  bei 350 nm. Für  $\epsilon_{\text{pa}} = 2 \times 10^{-3}$  sollte dieser Übergang bei deutlich größeren  $d$ -Werten erfolgen. Diese Kopplung zwischen amplituden- und korngrößen- bzw. defektabhängigem Ver- bzw. Entfestigungsverhalten, die z.B. auch von Mughrabi [314] betont wird, müsste bei der Deutung der eingangs erwähnten, zunächst widersprüchlich erscheinenden Daten in der Literatur beachtet werden.

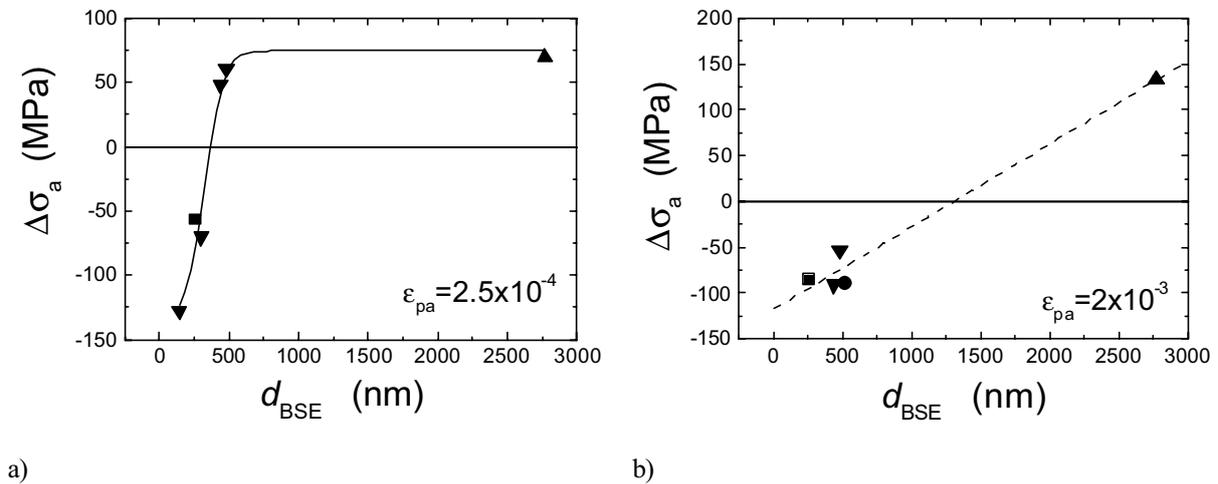


Bild 5.54: Änderung  $\Delta\sigma_a$  der Spannungsamplitude am Ende der zyklischen Verformung gegenüber dem Verformungsbeginn in Abhängigkeit von der Korngröße  $d_{\text{BSE}}$  für konstante plastische Dehnungsamplituden  $\epsilon_{\text{pa}} = 2,5 \times 10^{-4}$  (a) und  $2 \times 10^{-3}$  (b). (▲: mc, ▼: PED, ●: ET-ECAP, ■: RT-ECAP)

### b) Transformation des Gefüges

Wird die mit diesen mechanischen Eigenschaften verbundene Transformation des Gefüges und der Mikrostruktur im Detail analysiert, so ergibt sich für die hier betrachteten mc/smc/nc Materialien wie erwartet kein einheitliches Bild. Die mit elektronenmikroskopischen Methoden gemessenen Strukturlängen  $d_{\text{EBSD}}$  und  $d_{\text{BSE}}$  sowie der Volumenanteil  $f_{\text{fSE}}$  von nahezu defektfreien Gebieten in Abhängigkeit von  $\epsilon_{\text{pa}}$  und im Ausgangszustand ( $\epsilon_{\text{pa}} = 0$ ) sind in Bild 5.55 dargestellt.

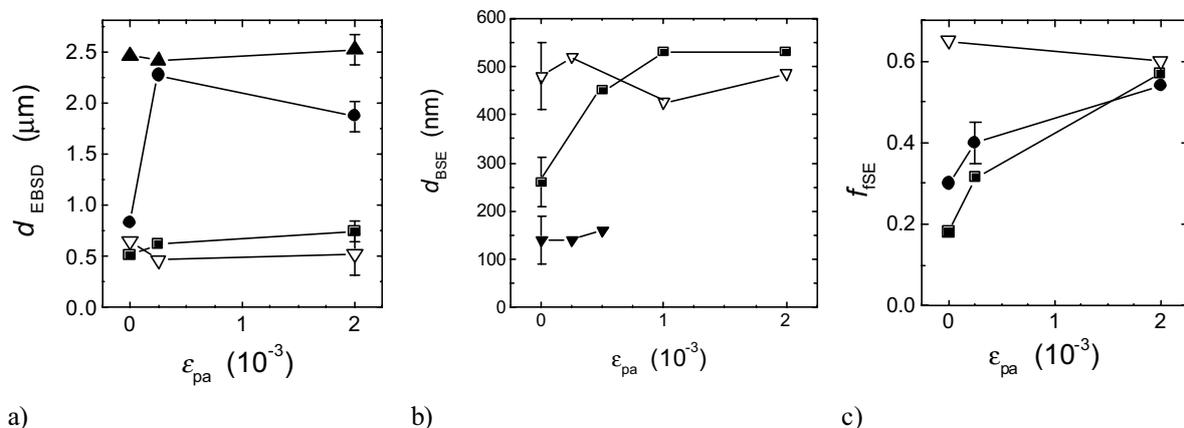


Bild 5.55: Strukturlängen  $d_{\text{EBSD}}$  (a),  $d_{\text{BSE}}$  (b) sowie Volumenanteil  $f_{\text{fSE}}$  defektfreier Gebiete (c) in Abhängigkeit von der Verformungsamplitude  $\epsilon_{\text{pa}}$  und im Ausgangszustand ( $\epsilon_{\text{pa}} = 0$ ). (▲: mc, ▽: smc PED-Ni E16, ●: ET-ECAP, ■: RT-ECAP, ▼: nc PED-Ni E18)

Für mc und PED-Ni ergeben sich unter Berücksichtigung des Messfehlers keine drastischen Änderungen von  $d_{\text{EBSD}}$  und  $d_{\text{BSE}}$  mit der Verformungsamplitude, was auf stabile Korngefüge hinweist. Für die beiden ECAP-Materialien findet man dagegen eine Vergrößerung der Kornstruktur. Ausführliche Messungen von Klemm [116] zeigen, dass sich die Missorientierungswinkelverteilungen bei den smc Ni-Proben durch zyklische plastische Verformung nicht wesentlich gegenüber dem Ausgangszustand verändern, d.h. in ECAP-Ni ist auch nach zyklischer Verformung ein hoher Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen zu finden. Das bedeutet, dass das Wachsen der Körner mit Großwinkelkorngrenzen nicht etwa auf Kosten der Körner mit Kleinwinkelkorngrenzen erfolgt bzw. eine Folge der Auflösung von Kleinwinkelkorngrenzen ist. Selbstverständlich tritt dagegen in mc Ni infolge der Herausbildung ermüdungsspezifischer Versetzungsstrukturen eine Zunahme von Missorientierungswinkeln  $<15^\circ$  zwischen benachbarten Kristallbereichen auf.

### c) Transformation der Mikrostruktur

Hinsichtlich der Transformation der Mikrostruktur können aus TEM-Aufnahmen folgende Schlussfolgerungen gezogen werden.

In den ECAP-Proben existiert auch nach zyklischer plastischer Verformung ein nicht unerheblicher Volumenanteil (RT-ECAP: ca. 80%, ET-ECAP: ca. 70%) von Gebieten mit einer gegenüber dem Ausgangszustand nahezu unverändert erscheinenden Defektstruktur (s. Bild 5.43 i, j), wobei der Anteil der transformierten Gebiete mit wachsender Verformungsamplitude zunimmt und die Transformation wie oben diskutiert in ET-ECAP schon bei kleineren Amplituden eintritt als in RT-ECAP-Ni. Deutlich ist die Zunahme des Volumenanteils nahezu defektfreier Gebiete gegenüber dem Ausgangszustand (Bild 5.55 c).

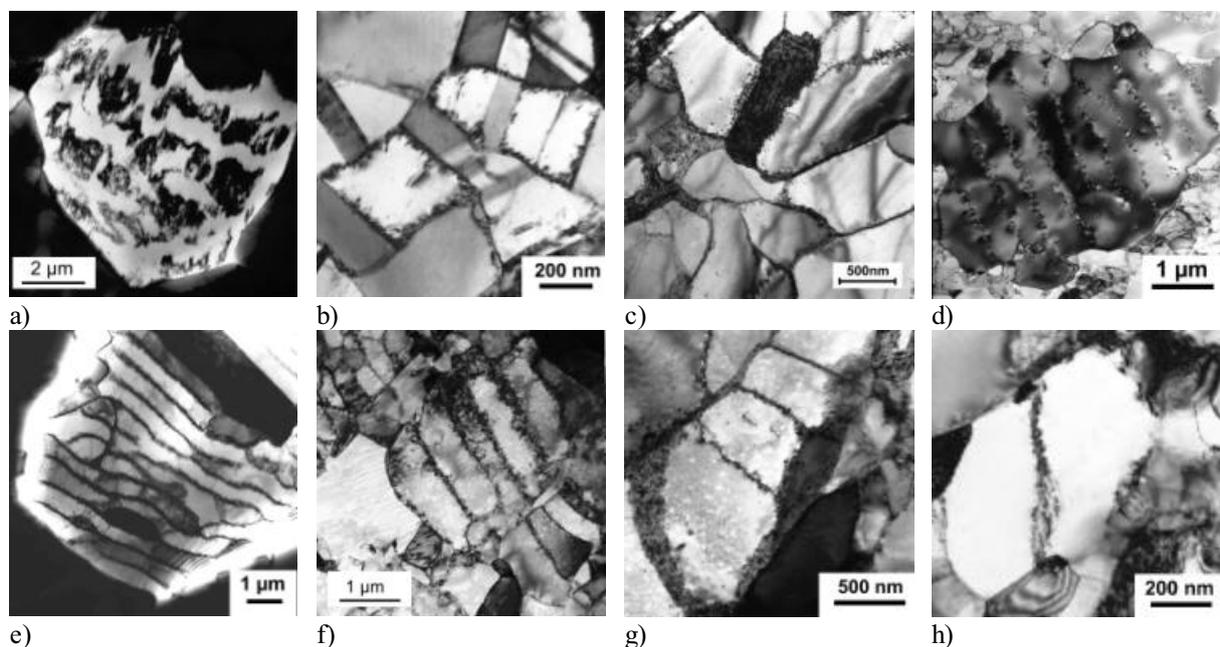


Bild 5.56: Ermüdungstypische Versetzungsanordnungen in mc Ni (a,e), smc PED-Ni E16 (b,f), ET-ECAP-Ni (c,g) und RT-ECAP-Ni (d,h) nach zyklischer plastischer Verformung mit  $\epsilon_{\text{pa}}=2,5 \times 10^{-4}$  (a-d) und  $\epsilon_{\text{pa}}=2 \times 10^{-3}$  (e-h) [116].

Ermüdungstypische Versetzungsstrukturen finden sich nur in Körnern, die größer als  $1 \mu\text{m}$  sind. In RT-ECAP-Ni sind solche Versetzungsstrukturen insbesondere zueinander parallele,

dünne Versetzungswände (Bild 5.56 d) bzw. einzelne Wände in einem Korn (Bild 5.56 h). Darüber hinaus gibt es sogenannte „Einzellenstrukturen“, bei denen sich die Versetzungen nur am Rand des Kornes anlagern, das dann auch kleiner als  $1\mu\text{m}$  sein kann. In ET-ECAP-Ni treten zusätzlich in großen Körnern auch Versetzungszellstrukturen auf (Bild 5.56 c). Damit ist nach der zyklischen Verformung die Versetzungsanordnung in ET-ECAP-Ni derjenigen in mc und fc Ni ähnlicher als es für RT-ECAP-Ni gefunden wird.

In PED-Ni bleibt auch nach zyklischer Verformung der Volumenanteil  $f_{\text{tSE}}$  defektfreier Gebiete fast unverändert hoch (Bild 5.55 c). In Körnern mit Abmessungen unterhalb von  $1\mu\text{m}$  werden ebenfalls nur die Korngrenzen mit Versetzungen dekoriert (Einzellenstruktur in Bild 5.56 b), ohne dass sich ermüdungstypische Anordnungen von Versetzungen innerhalb des Kornes ausbilden. In größeren Körnern findet man Versetzungswand- und -zellstrukturen (Bild 5.56 f), wobei die versetzungsdichten Wände sehr dünn sind. Insgesamt ist die Versetzungsanordnung von Kristallit zu Kristallit homogener als in den ermüdeten ECAP-Proben.

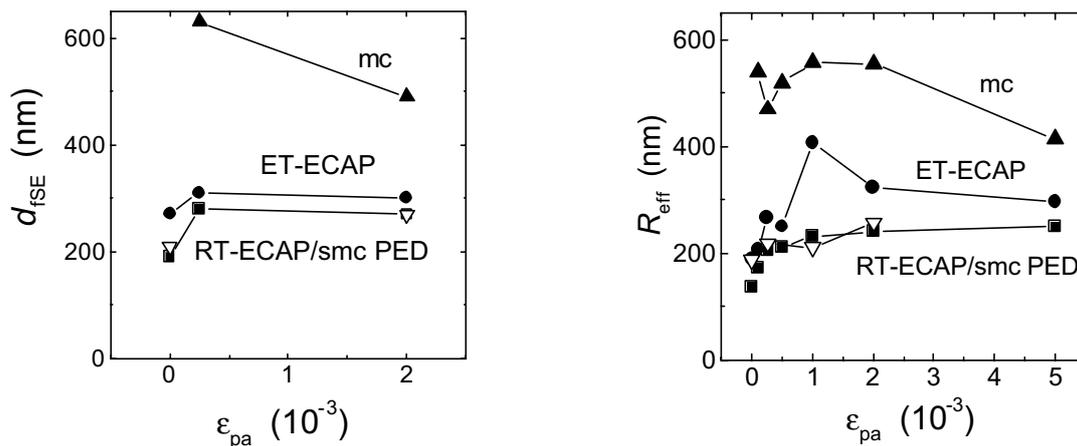
Mikrokristallines Ni zeigt dagegen die auch in cc und fc Vielkristallen zu beobachtende Ausbildung ermüdungstypischer Versetzungsstrukturen. Bei kleinen Amplituden entstehen Bündel- und Fleckenstrukturen (Bild 5.56 a), für größere Amplituden sind Zellstrukturen und fragmentierte Wandstrukturen häufig anzutreffen (Bild 5.56 e). In mc Ni wurden allerdings weder leiternähnliche Versetzungsanordnungen, die auf Verformungslokalisationen hinweisen könnten, noch Labyrinthstruktur gefunden. Insgesamt scheint sich die Vielfalt der Versetzungsstrukturtypen mit abnehmender Korngröße zu reduzieren, d.h. der Einfluss der axialen Orientierung des Kornes auf die Versetzungsanordnung geht zurück. Körner, die kleiner als  $1\mu\text{m}$  sind, bleiben in mc Ni im Wesentlichen frei von Versetzungen.

#### *d) Röntgendiffraktometrisch ermittelbare Strukturparameter*

Nach zyklischer plastischer Verformung findet man, dass die aus der Krivoglaz-Wilkens-Analyse des Gesamtmessprofils bestimmte mittlere Reichweite  $R_{\text{eff}}$  des Verzerrungsfeldes von Versetzungen wieder (vgl. Bild 5.42) gut mit mesoskopischen Strukturgrößen – z.B. mit der Abmessung  $d_{\text{tSE}}$  versetzungsfreier Gebiete – übereinstimmt, die man in TEM-Aufnahmen ermittelt. Das trifft für alle hier untersuchten mc, ECAP- und PED-Ni-Proben zu (Bild 5.57). Der Parameter  $R_{\text{eff}}$  charakterisiert also auch in diesem Korngrößenbereich wieder mesoskopische Mikrostruktureigenschaften.

Es deutet sich an, dass für alle smc/nc Materialien die Größen  $d_{\text{tSE}}$  und  $R_{\text{eff}}$  bei einer Verformungsamplitude von  $\approx 10^{-3}$  maximal sind. Das bedeutet, dass bei kleineren  $\varepsilon_{\text{pa}}$  in den Ausgangsstrukturen weniger Gebiete durch die zyklische Versetzungsbewegung „freigeräumt“ werden können, während bei größeren Amplituden eine höhere Gesamtversetzungsdichte (s. Bild 5.58 a) wieder mit geringeren Abmessungen der freien Gebiete verbunden ist.

Die Amplitude für das Maximum von  $d_{\text{tSE}}$  und  $R_{\text{eff}}$  fällt mit der für ein Minimum der mittleren Versetzungsdichte  $\rho$  in den smc/nc Proben zusammen (Bild 5.58). Dies bedeutet, dass die hohe Defektdichte bzw. die hohen Eigenverzerrungen und -spannungen im Ausgangszustand zunächst mit wachsender Verformungsamplitude drastisch verringert werden. Bei Amplituden oberhalb von  $\varepsilon_{\text{pa}} \approx 10^{-3}$  stellt sich dann das Gleichgewicht zwischen der verformungsbedingten Defektvernichtung und der für die Aufbringung der zyklischen plastischen Verformung erforderlichen Versetzungserzeugung auf einem insgesamt höheren Niveau der Gesamtversetzungsdichte ein.

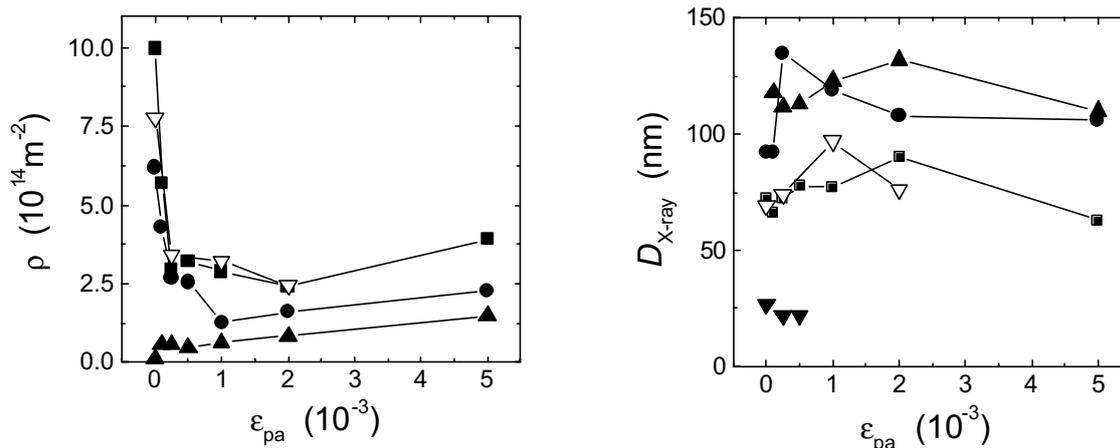


a)

b)

Bild 5.57: Abmessung  $d_{fSE}$  versetzungsfreier Strukturelemente (a) und Reichweite  $R_{eff}$  des Verzerrungsfeldes von Versetzungsanordnungen (b) in Abhängigkeit von der Verformungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  sowie im Ausgangszustand bei  $\epsilon_{pa} = 0$  (▲: mc, ▼: smc PED-Ni E16, ●: ET-ECAP, ■: RT-ECAP)

Das in Bild 5.58 a gezeigte Verhalten der mittleren Versetzungsdichte bei zyklischer plastischer Verformung wurde durch Positronenannihilationsmessungen bestätigt [278].



a)

b)

Bild 5.58: Mittlere Versetzungsdichte  $\rho$  (a) und mittlere Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{X-ray}$  (b) in Abhängigkeit von der Verformungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  sowie im Ausgangszustand bei  $\epsilon_{pa} = 0$ . (▲: mc, ▼: smc PED-Ni E16, ●: ET-ECAP, ■: RT-ECAP, ▼: nc PED-Ni E18)

Interessanterweise ändert sich für smc/nc Materialien die Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{X-ray}$  mit  $\epsilon_{pa}$  (Bild 5.58 b) wieder etwa so wie der mittlere Versetzungsabstand  $\rho^{-1/2}$  und es gilt wiederum  $D_{X-ray} \approx 1,5\rho^{-1/2}$ . Dies könnte darin begründet sein, dass nur eine teilweise Transformation der Ausgangsdefektstruktur bei zyklischer plastischer Verformung erfolgt und man insgesamt, trotz der Herausbildung von heterogenen ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen in größeren Körnern, noch eine relativ homogene räumliche Verteilung der Versetzungen wie im Ausgangszustand vorfindet, für die der beobachtete Zusammenhang zwischen  $D_{X-ray}$  und  $\rho^{-1/2}$  physikalisch erwartet werden kann. In mc Ni tritt dagegen wie in cc und fc Ni-VK eine Zunahme der mittleren Versetzungsdichte mit wachsender

Verformungsamplitude auf. Einen Zusammenhang  $D_{X\text{-ray}} \approx 1,5\rho^{-1/2}$  gibt es hier nicht wegen der starken räumlichen Heterogenität der in allen Körnern dominierenden ermüdungstypischen Versetzungsanordnungen.

Bei der Bewertung der absoluten mittleren Versetzungsdichten ist zu betonen, dass die angegebenen  $\rho$ -Werte obere Grenzen darstellen, da bei der Analyse der BBP nach dem Krivoglaz-Wilkens-Algorithmus nur die profilverbreiternden Effekte von  $D_{X\text{-ray}}$ ,  $\rho$  und  $R_{\text{eff}}$ , nicht aber die Spektren weitreichender Eigenverzerrungen berücksichtigt wurden, die in Abschnitt 5.3.3.3 diskutiert werden sollen.

### 5.3.3.2 Zum Einfluss von Mikrostruktur und Gefüge auf die ZSD-Kurven

Da es sich selbst bei symmetrischer zyklischer plastischer Verformung mit  $\epsilon_{\text{pa}} = \text{konst.}$  wegen der nur teilweisen Transformation der Ausgangsmikrostrukturen und -Gefüge in ermüdungstypische Strukturen als schwierig erweist, einen mechanisch stabilisierten Zustand in den smc/nc VK einzustellen (s. Bild 5.53), kann streng genommen die am Ende der Verformung erreichte Spannungsamplitude nicht immer als Sättigungsspannungsamplitude  $\sigma_{\text{as}}$  bezeichnet werden, wie es bei rekristallisierten VK berechtigter Weise möglich ist. Im Folgenden wird jedoch diese Bezeichnung beibehalten, und gibt immer die Spannungsamplitude am Ende der Verformung an, bevor das Probenverhalten durch Makrorisse bestimmt wird [116].

#### a) Mechanisches Verhalten

Das Bild 5.59 zeigt die ZSD-Kurven für mc, ET- und RT-ECAP- und PED-Ni-Proben bei Raumtemperatur und  $\Delta\epsilon_p/\Delta t \approx 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Zum Vergleich ist auch die ZSD-Kurve für fc Ni-VK angegeben. Man erkennt, dass das Spannungsniveau der ZSD-Kurven mit abnehmender Größe von  $d_{\text{BSE}}$  steigt.

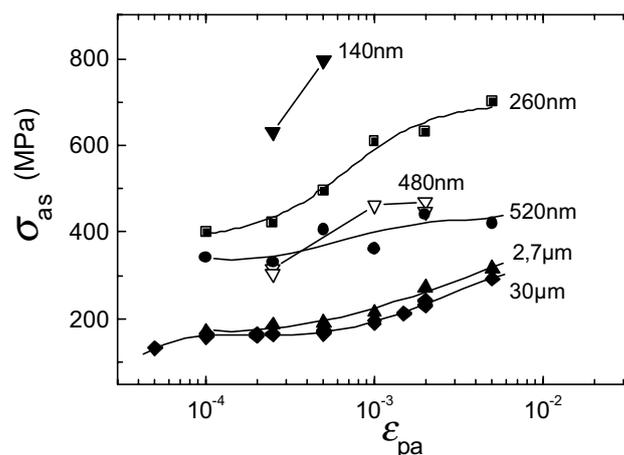


Bild 5.59: Zyklische Spannungs-Dehnungskurven  $\sigma_{\text{as}}(\epsilon_{\text{pa}})$  für fc (◆), mc (▲), ET-ECAP- (●), RT-ECAP (■) und PED-Ni (▽, ▼) bei Raumtemperatur und  $\Delta\epsilon_p/\Delta t \approx 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Angegeben sind jeweils die mittleren Korngrößen  $d_{\text{BSE}}$ .

Deutliche Einflüsse des Gefüges auf die ZSD-Kurven machen sich erst unterhalb einer kritischen Korngröße  $d^* \approx 3 \mu\text{m}$  bemerkbar [45], obwohl sich erste Anzeichen einer Korngrößenabhängigkeit schon im mc-Bereich an Ni zeigen [320]. Durch die grundlegenden Arbeiten von Feltner und Laird [29] ist seit langem bekannt, dass die ZSD-Daten im Bereich konventioneller Korngrößen im Wesentlichen unabhängig von der Vorverformung der Proben sind, solange diese nicht zu groß und die dann aufgeprägte Verformungsamplitude nicht zu klein sind. Die hier gemessene Abhängigkeit der ZSD-Kurven von  $d_{\text{BSE}}$  könnte deshalb zum einen durch einen echten Korngrößeneffekt und/oder zum anderen durch die stark gestörte Ausgangsmikrostruktur und die beobachtete nur teilweise Transformation dieser Struktur bei Ermüdung verursacht werden. Wenn nur letzteres der Fall wäre, sollte bei Einbeziehung aller Materialien mit den unterschiedlichsten Ausgangsstrukturen und -gefügen kein einfacher gemeinsamer Zusammenhang zwischen  $\sigma_{\text{as}}$  und einem Strukturparameter bei gegebener Verformungsamplitude  $\varepsilon_{\text{pa}}$  auftreten.

### b) Diskussion von Modellaussagen

Taylor-Ansatz. Das Bild 5.60 zeigt, dass nach zyklischer plastischer Verformung im untersuchten Amplitudenbereich weder für die untersuchten Materialklassen insgesamt noch für die Proben einer smc Materialklasse ein gemeinsamer Zusammenhang zwischen der Spannungsamplitude und der Versetzungsdichte nach Taylor-Art in der Form  $\sigma_{\text{as}} = \sigma_{\text{as0}} + M\alpha G b \rho^{1/2}$  besteht.

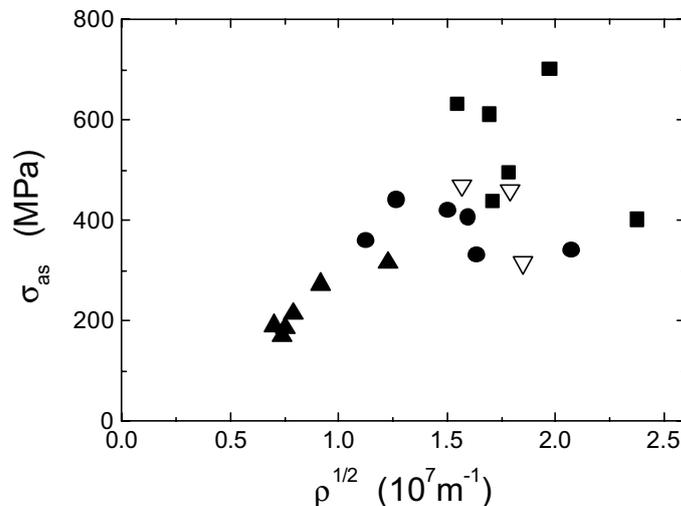


Bild 5.60: Messwertpaare  $\sigma_{\text{as}}(\rho^{1/2})$  für mc (▲), ET-ECAP- (●), RT-ECAP (■) und PED-Ni E16 (▽) am Ende der zyklischen Verformung mit unterschiedlichen Amplituden der plastischen Dehnung bei Raumtemperatur und  $\Delta\varepsilon_p/\Delta t \approx 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Die Ursachen für diesen Effekt können vielfältig sein. Eine könnte in der Vernachlässigung des Beitrages von weitreichenden Eigenverzerrungsspektren zur Verbreiterung der BBP bestehen, woraus eine Überschätzung der Versetzungsdichte folgt, die zudem noch von Probe zu Probe unterschiedlich sein kann. Aus Messungen der Profilform im Verlauf eines Verformungszyklus (s. 5.3.3.3) kann jedoch geschlossen werden, dass diese Beiträge zu gering sind, um eine signifikante Änderung der  $\sigma_{\text{as}}(\rho^{1/2})$ -Messwertpaare zu erhalten. Die Methode der Bestimmung einer mittleren Versetzungsdichte  $\rho$  nach dem unter 3.3.2.3 aufge-

stellten Algorithmus aus dem Gesamtprofil ohne Zerlegung in Teilprofile, die versetzungs-dichten und -armen Gebieten zuzuordnen sind, ist vor allem für große Verformungs-amplituden mit hohen Werten von  $f_{\text{FSE}}$  ebenfalls als eine Fehlerquelle zu betrachten. Es ist jedoch anzunehmen, dass wegen des Versetzungsdichteminimums aller smc Proben bei Verformungsamplituden von  $\epsilon_{\text{pa}} \approx 1 \times 10^{-3}$  eher die unvollständige Transformation der Ausgangsdefektstruktur bei zyklischer Verformung für die Verletzung des sonst sehr allgemein gültigen Taylor-Zusammenhanges verantwortlich ist.

Hall-Petch- und Orowan-Ansätze. Eine Analyse der insgesamt vorliegenden Messdaten ergibt, dass unter Berücksichtigung des Messfehlers weder im Orowan- noch im Hall-Petch-Plot lineare Zusammenhänge von Spannungsamplitude  $\sigma_{\text{as}}$  und Strukturlänge  $D_{\text{X-ray}}$  bei  $\epsilon_{\text{pa}} = \text{konst.}$  gefunden werden können, wie sie für den Zugversuch zwischen  $\sigma_{0,2\%}$  und  $D_{\text{X-ray}}$  bestehen. Allerdings skalieren  $\rho^{-1/2}$  und  $D_{\text{X-ray}}$  nach Ermüdung auch nicht mehr mit den Strukturlängen  $d_{\text{BSE}}$  und  $d_{\text{EBSD}}$ .

Überraschenderweise lassen sich dagegen für die Strukturlänge  $d_{\text{BSE}}$  in guter Näherung die Messwerte  $\sigma_{\text{as}}(d_{\text{BSE}})$  durch lineare Funktionen sowohl in einem „zyklischen“ Orowan- als auch in einem „zyklischen“ Hall-Petch-Plot anfitten. In Analogie zu den Gleichungen (5.23) und (5.24) wird hier für  $\epsilon_{\text{pa}} = \text{konst.}$  geschrieben

$$\sigma_{\text{as}} = \sigma_{0\text{ZO}}(\epsilon_{\text{pa}}) + k_{\text{ZO}}(\epsilon_{\text{pa}})/d_{\text{BSE}} \quad (5.25)$$

für den zyklischen Orowan-Plot und

$$\sigma_{\text{as}} = \sigma_{0\text{ZHP}}(\epsilon_{\text{pa}}) + k_{\text{ZHP}}(\epsilon_{\text{pa}})/(d_{\text{BSE}})^{1/2} \quad (5.26)$$

für den zyklischen Hall-Petch-Plot.

Die Tabelle 5.14 enthält die Fitparameter für 3 Verformungsamplituden und die zugehörigen Korrelationskoeffizienten. Es deutet sich an, dass die Messwerte im zyklischen Orowan-Plot besser gefittet werden können als im zyklischen Hall-Petch-Plot.

Tabelle 5.14: Fitparameter für den zyklischen Orowan- und Hall-Petch-Plot (KK... Korrelationskoeffizient)

$\epsilon_{\text{pa}}$	$\sigma_{0\text{ZO}}$ (MPa)	$k_{\text{ZO}}$ (GPa $\cdot$ nm)	KK <sub>O</sub>	$\sigma_{0\text{ZHP}}$ (MPa)	$k_{\text{ZHP}}$ (GPa $\cdot$ nm)	KK <sub>HP</sub>
$2,5 \times 10^{-4}$	$175 \pm 10$	$64,5 \pm 2,6$	0,995	$80 \pm 30$	$5,7 \pm 0,7$	0,966
$2 \times 10^{-3}$	$235 \pm 10$	$104,5 \pm 3,1$	0,998	$165 \pm 30$	$6,9 \pm 0,7$	0,978
$5 \times 10^{-3}$	$250 \pm 55$	$112 \pm 22$	0,981	$115 \pm 140$	$8,7 \pm 3,1$	0,941

Man erkennt, dass sowohl der Anstieg als auch das Absolutglied der Funktion (5.25) mit wachsender Verformungsamplitude zunehmen. In Bild 5.61 wird der zyklische Orowan-Plot  $\sigma_{\text{as}}(1/d_{\text{BSE}})$  für die in Tabelle 5.14 angegebenen Verformungsamplituden grafisch dargestellt. Das Absolutglied  $\sigma_{0\text{ZO}}(\epsilon_{\text{pa}})$  ist etwa gleich der Spannungsamplitude  $\sigma_{\text{as}}(\epsilon_{\text{pa}})$  für cc und fc Ni-VK mit  $d > d^*$ , wo nahezu keine Abhängigkeit von  $d_{\text{BSE}}$  mehr auftritt.

Die Zunahme der Anstiege  $k_{\text{ZO}}$  und  $k_{\text{ZHP}}$  mit  $\epsilon_{\text{pa}}$  soll im Folgenden mit Hilfe einfachster Modellvorstellung interpretiert werden.

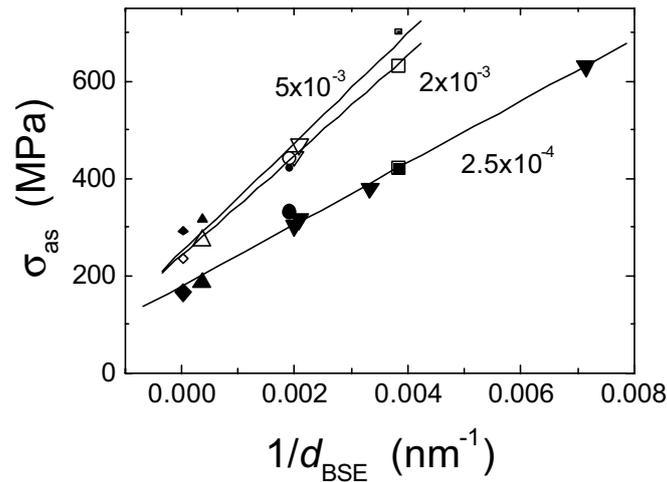


Bild 5.61: Zyklischer Orowan-Plot  $\sigma_{as}(1/d_{BSE})$  für die angegebenen Verformungsamplituden  $\epsilon_{pa}$ . (große ausgefüllte Symbole:  $\epsilon_{pa}=2,5 \times 10^{-4}$ , offene Symbole:  $\epsilon_{pa}=2 \times 10^{-3}$ , kleine ausgefüllte Symbole:  $\epsilon_{pa}=5 \times 10^{-3}$ ; fc (◆), mc (▲), ET-ECAP- (●), RT-ECAP (■) und smc PED-Ni (▼).

Für die Ableitung von Schlussfolgerungen im „Orowan-Bild“ wird vorausgesetzt, dass die Segmentlänge  $l_S$  der auszubeulenden Versetzung immer einen (amplitudenabhängigen) Anteil  $X_S$  von  $d_{BSE}$  annimmt. Dann lässt sich schreiben

$$\sigma_{as} \approx \sigma_{0zO} + MGb/l_S = \sigma_{0zO} + MGb/(X_S d_{BSE}) = \sigma_{0zO} + k_{zO}/d_{BSE}. \quad (5.27)$$

Aus den Anstiegen des zyklischen Orowan-Plots (Tabelle 5.14) erhält man die Parameter  $X_S$  und  $l_S$  für die drei betrachteten Verformungsamplituden  $\epsilon_{pa}$  (Tabelle 5.15). Die Größen  $l_S$  entsprechen bei smc Materialien genau der Größenordnung der nahezu defektfreien Gebiete  $d_{fSE}$  (Bild 5.57 a), in denen das Ausbeulen der Versetzungen bei zyklischer plastischer Verformung erfolgen könnte. Bei mc Ni ist  $l_S$  etwa zweimal so groß wie die Abmessung  $d_{PR}+d_{DR}$  eines mesoskopischen Strukturelements (Tabelle 9.10), was bei Ablaufen des Orowan-Mechanismus wieder auf eine zumindest teilweise Verformbarkeit der versetzungs-dichten Gebiete ermüdungstypischer Versetzungsstrukturen hinweisen würde. Sowohl  $d_{fSE}$  (Bild 5.57 a) als auch  $d_{PR}+d_{DR}$  (

Bild 5.62) nehmen mit wachsender Verformungs- bzw. Spannungsamplitude ab, was mit der beobachteten Zunahme des Anstiegs der zyklischen Orowan-Geraden korrespondieren würde.

Tabelle 5.15: Segmentlängen  $l_S$  sich ausbeulender Versetzungen und mittlere Verhältnisse  $X_S = l_S/d_{BSE}$  nach Gleichung (5.27) für mc, ECAP und smc PED Ni-VK

$\epsilon_{pa} (10^{-4})$	$X_S$	$l_S$ (nm)			
		mc	ET-ECAP	smc PED	RT-ECAP
2,5	0,89	2400	460	430	230
20	0,55	1480	280	260	140
50	0,51	1380	260	240	130

Die in

Bild 5.62 gezeigten Messdaten beschreiben die ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen, die sich in allen Materialklassen nur in Kristalliten mit Korngrößen  $>1\mu\text{m}$  ausbilden. Im Bereich von Spannungsamplituden  $\sigma_{as} < 400\text{MPa}$  nehmen die mesoskopischen

Abmessungen mit  $\sigma_{as}$  ab. Bei höheren Spannungsamplituden verringern sich die Strukturabmessungen nicht weiter. Offenbar beträgt die minimal mögliche Abmessung mesoskopischer Strukturelemente in Ni bei Raumtemperatur etwa 500nm. Dieser Wert müsste als zentrale Größe in Theorien für die Versetzungsstrukturformation in fc VK abgeleitet werden können. Schlüssige Modellvorstellungen gibt es dafür allerdings bislang nicht.

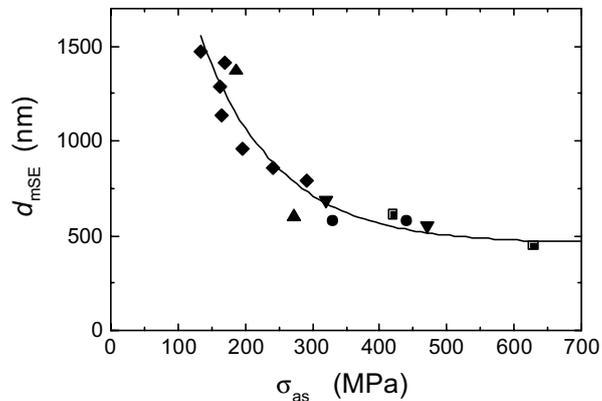


Bild 5.62: Abmessung  $d_{mSE} = d_{PR} + d_{DR}$  mesoskopischer Strukturelemente in ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen in Abhängigkeit von der Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$ . fc (◆), mc (▲), ET-ECAP- (●), RT-ECAP (■) und smc PED-Ni (▼) (unter Nutzung von Daten aus [116]).

Wenn der Orowan-Mechanismus auch bei höheren Spannungsamplituden ausschlaggebend sein soll, kann dafür nicht mehr das Versetzungsausbeulen in ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen großer Kristalliten verantwortlich sein, da die Versetzungsstrukturabmessungen zu groß sind, um quantitativ mit den beobachteten Anstiegen  $k_{zO}$  über die Orowan-Spannung korreliert zu werden, selbst wenn man den für das Ausbeulen von Stufen- bzw. Schraubenversetzungen in der Arbeit von Scattergood und Bacon [18] eingeführten logarithmischen Term noch mit berücksichtigt. Vielmehr müsste in smc Proben die höhere äußere Spannungsamplitude aus der Begrenzung der Versetzungssegmentlängen durch die während der zyklischen Verformung an den Korngrenzen in Körnern mit  $d_{BSE} < 1\mu\text{m}$  abgelagerten Versetzungen resultieren, die bei gegebenem smc Korngefüge mit zunehmender Verformungsamplitude die für das Versetzungsausbeulen notwendigen freien Gebiete mehr und mehr einschränken.

Für den Versuch, das mechanische Verhalten der hier untersuchten Proben im zyklischen Hall-Petch-Bild zu beschreiben, soll wieder der Ansatz nach Ashby [19] genutzt werden. Man geht zunächst aus vom Zusammenhang  $\gamma_{pa} = \rho_{mob} L_p b$  zwischen der Abgleitampplitude  $\gamma_{pa}$ , der Dichte  $\rho_{mob}$  mobiler Versetzungen und deren Laufweg  $L_p$ , wobei jetzt angenommen wird, dass die Dichte  $\rho_{mob}$  ein Bruchteil  $X_p$  der Gesamtversetzungsdichte  $\rho$  und der Laufweg  $L_p$  ein Anteil  $X_L$  von  $d_{BSE}$  ist.

Mit Hilfe des Taylor-Zusammenhangs zwischen Spannung und Gesamtversetzungsdichte (der nach Bild 5.60 streng genommen bei Ermüdung der smc/nc Ni-Proben nicht gilt!) lässt sich dann schreiben  $\sigma_{as} = \sigma_{0zHP} + M^{3/2} \alpha G b^{1/2} (\epsilon_{pa})^{1/2} (X_p X_L)^{-1/2} (d_{BSE})^{-1/2} = \sigma_{0zHP} + k_{zHP} (d_{BSE})^{-1/2}$ . Damit wäre  $k_{zHP}$  natürlicherweise proportional zu  $(\epsilon_{pa})^{1/2}$ . Aus den Anstiegen  $k_{zHP}(\epsilon_{pa})$  in Tabelle 5.14 ist allerdings zu schlussfolgern, dass das Verhältnis  $k_{zHP}/(\epsilon_{pa})^{1/2}$  nicht konstant ist, sondern mit wachsender Amplitude abnimmt. Das bedeutet, dass in dem

vorgeschlagenen Modell  $(X_p X_L)^{1/2}$  mit  $\epsilon_{pa}$  zunehmen muss. Man erhält mit  $\alpha=0,35$  bei  $\epsilon_{pa}=2,5 \times 10^{-4}$  für  $(X_p X_L)^{1/2} = 0,20$ , bei  $\epsilon_{pa}=2 \times 10^{-3}$  ergibt sich  $(X_p X_L)^{1/2}$  zu 0,46 und bei  $\epsilon_{pa}=5 \times 10^{-3}$  ist  $(X_p X_L)^{1/2} = 0,57$ . Daraus folgt, dass der Anteil mobiler Versetzungen an der Gesamtversetzungsdichte und/oder der Anteil des Laufweges der Versetzungen an  $d_{BSE}$  mit  $\epsilon_{pa}$  zunehmen müssten. Wegen des in smc/nc Ni mit  $\epsilon_{pa}$  zunehmenden Volumenanteils von Gebieten, in denen eine Transformation der Ausgangsdefektstruktur stattfindet, sind beide Effekte physikalisch plausibel.

Ein ähnliches Vorgehen für die Begründung einer zyklischen Hall-Petch-Abhängigkeit zwischen Spannung und Korngröße findet man in [33], wo von Vinogradov et al. versucht wird, die Hystereseschleife und damit letztlich auch die ZSD-Kurve für smc Ti mit einer aus TEM-Aufnahmen bestimmten Korngröße von 300nm zu simulieren. Für kleine Verformungen wird angesetzt  $\tau \approx \alpha G b (2\gamma / (b L_p))^{1/2} = 2\alpha G (\gamma b)^{1/2} d^{1/2}$ , d.h. der Anteil  $X_L$  des Laufweges  $L_p$  der Versetzungen an  $d$  beträgt 0,5 und liegt damit im Bereich der hier für Ni gefundenen Werte. Weitere systematische experimentelle und theoretische Untersuchungen der ZSD-Kurven von smc/nc Materialien mit unterschiedlicher Korngröße anderer Autoren liegen z.Z. noch nicht vor.

Insgesamt muss man leider feststellen, dass auf Grund der vorliegenden Messdaten auch für die zyklische Verformung nicht entschieden werden kann, welcher der vorgeschlagenen, versetzungs-basierten Mechanismen die Korngrößenabhängigkeit der Spannungsamplitude bei Ermüdung mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude bestimmt. Grundsätzlich muss bei der Interpretation der Ergebnisse beachtet werden, dass sich in den ZSD-Kurven das effektive Verhalten der komplexen Gefüge- und Defektstruktur widerspiegelt, deren makroskopisches mechanisches Verhalten von den Resten der materialklassentypischen Ausgangsstruktur, von den bei der zyklischen Beanspruchung transformierten sowie von den ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen in großen Körnern beeinflusst wird. Bei den betrachteten Korngrößen besteht andererseits noch nicht die Notwendigkeit der Berücksichtigung von Verformungsmechanismen, die vorrangig mit diffusiven Prozessen im Korngrenzenbereich verknüpft sein sollten. Allerdings deutet sich an, dass wegen der beachtlichen Ratenempfindlichkeit der ZSD-Kurven insbesondere in nc PED-Ni-Proben bei Raumtemperatur außer dem Waldversetzungsschneiden mindestens noch ein weiterer thermisch aktivierter Prozess ablaufen sollte [277].

### 5.3.3.3 Änderung der Spektren weitreichender Eigenspannungen im Lastzyklus

Wie bereits für Ni-EK und fc Ni-VK, soll auch für Ni-VK mit mc- bis nc-Gefüge aus der Änderung der Breite von BBP innerhalb eines Verformungszyklus auf rms Schubeigenspannungen  $\langle (\Delta \tau_v)^2 \rangle^{1/2}$  geschlossen werden, die Kristallit- bzw. mesoskopische Reichweite haben. Dieses Anliegen scheint physikalisch vernünftig, da die bisher diskutierten Ergebnisse auf Versetzungsmechanismen als die bestimmenden Verformungsprozesse hindeuten, und eine, mit einer Versetzungspolarisation vor allem an den (Sub)-Korngrenzen verbundene heterogene plastische Verformung als Ursache für die weitreichenden Eigenspannungen auch in diesen Gefügen erwartet werden kann. Wegen der mit fallender Kristallitgröße  $d$  zunehmenden Übereinstimmung von  $d$  mit den typischen Abmessungen der Anordnung von Versetzungen, die in 5.1.2.3 und 5.2.3 als mesoskopische Abmessungen bezeichnet wurden,

werden für smc und nc Ni die auf die heterogene plastische Verformung auf „Kristallit“-Niveau zurückzuführenden Eigenspannungen mit  $\Delta\tau_v$  bezeichnet. Für mc Ni, das zumindest in einem Teil der Kristallite ermüdungstypische Versetzungsanordnungen mit „echten“ mesoskopischen Eigenspannungen enthält, wird die Bezeichnung  $\Delta\tau_{ov}$  für die Gesamtheit der weitreichenden Eigenspannungen gewählt.

#### a) Röntgenographische Messdaten

Messungen von BBP im Verformungszyklus zeigen auch bei mc/smc/nc Ni, dass nach Entlastung von den Eckpunkten maximale, und nach Entlastung innerhalb des Zyklus minimale Integralbreiten auftreten, wobei sich die plastische Dehnung für das Minimum wieder von  $\epsilon_p \approx 0$  bis  $\epsilon_p \approx \epsilon_{pa}/2$  bei kleinen Amplituden verschiebt. Bild 5.63 zeigt für verschiedene Materialklassen und Verformungsamplituden beispielhaft die Abhängigkeit der Integralbreite  $\beta_{400}$  der BBP vom 400-Reflextyp von  $\epsilon_p$  im Zyklus. Zum Vergleich sind auch die Messwerte für fc Ni bei  $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  angefügt.

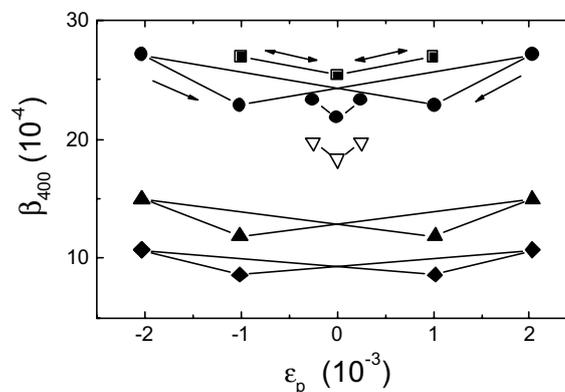
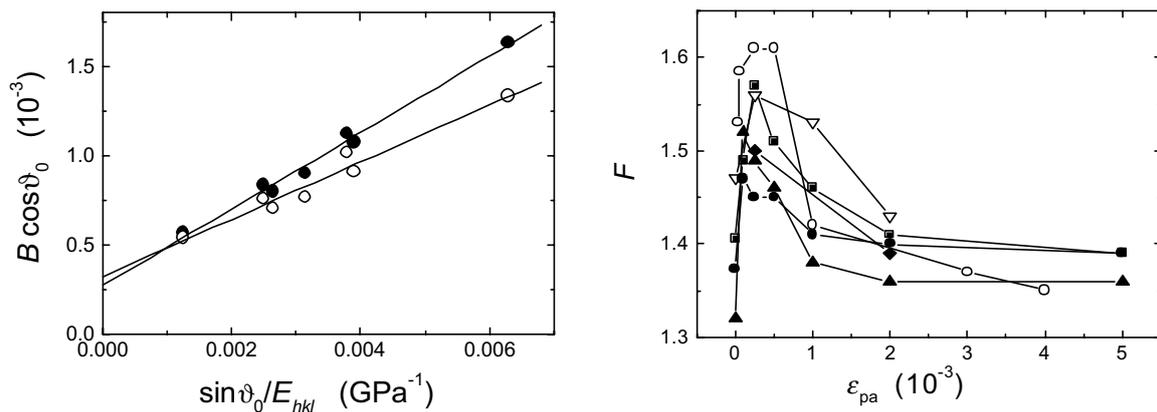


Bild 5.63: Integralbreite  $\beta_{400}$  (in rad) von 400-Reflexen in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung  $\epsilon_p$  im Verformungszyklus nach Probenentlastung. Die Pfeile geben exemplarisch die Durchlaufrichtung der Kurven im Druck- bzw. Zughalbzyklus an. (fc (◆), mc (▲), PED-Ni E17 (▽), ET-ECAP- (●), RT-ECAP-Ni (■))

Qualitativ wird für alle Reflexarten ein ähnliches Verhalten wie bei EK und fc Ni-VK, nur auf einem höheren Niveau der Integralbreite beobachtet. Quantitative Angaben sind in Tabelle 9.11 zusammengestellt. Die relative Änderung der Integralbreite  $\beta$  im Zyklus mit Werten zwischen 0,007 und 0,115 für mc/smc Ni ist etwas geringer als bei Ni-EK und fc Ni-VK. Dies ist z.T. darin begründet, dass in mc/smc Ni die Profile außer durch Verzerrungen zusätzlich durch den Teilchengrößeneffekt verbreitert sind und daher verzerrungsbedingte Effekte schwächer ausgebildet sind. Hinzu kommt, dass die Teilchengröße  $D_{WH,min}$  nach Entlastung im Zyklus etwas kleiner oder höchstens gleich  $D_{WH,max}$  nach Entlastung von den Eckpunkten der mechanischen Hystereseschleife ist (Tabelle 9.11), was der Verringerung der Messgröße  $\beta$  innerhalb des Zyklus ebenfalls entgegenwirkt. Ein markantes Beispiel für das Verhalten der mc und smc Proben findet sich in den Williamson-Hall-Plots für Cauchy-Funktionen bei einer smc ET-ECAP-Probe, die mit  $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  ermüdet wurde (Bild 5.64 a). Die Verringerung des Anstiegs der linearen Messwertkurven nach Entlastung bei  $\epsilon_p \approx \epsilon_{pa}/2$  im Vergleich zum Zustand nach Entlastung mit  $\epsilon_p \approx \epsilon_{pa}$  ist deutlich. Das entspricht der erwarteten Verringerung des verzerrungsbedingten Profiltanteils  $\beta_{v,C}$  im Zyklus. Allerdings wird gleichzeitig eine Erhöhung des Absolutglieds der Ausgleichgeraden gemessen, was als eine

Verringerung der Teilchengröße  $D_{WH,C}$  zu interpretieren ist. Ganz analoge Ergebnisse erhält man in der modifizierten Williamson-Hall-Auftragung für Gauß-Funktionen. Wegen dieser Effekte ergab sich die Notwendigkeit, für jeden Verformungszustand die Teilchengrößen  $D_{WH,C}$  und  $D_{WH,G}$  zu berechnen und bei der Bestimmung der verzerrungsbedingten Profilbreitenanteile  $\beta_{\tau,C}$  und  $\beta_{\tau,G}$  zu berücksichtigen.

Wie bei EK und fc Ni-VK ist auch bei mc/smc Gefügen die relative Änderung der Halbwertsbreite  $B$  im Zyklus größer als die der Integralbreite, weil wieder in Zuständen im Verformungszyklus mit minimaler Profilhalbwidthbreite der Formparameter  $F_{\min}$  etwas größer als der Formparameter  $F_{\max}$  nach Entlastung von den Eckpunkten der mechanischen Hysterese ist (s. Tabelle 9.11). Damit wird ebenfalls der Verringerung der Integralbreite innerhalb des Zyklus entgegenwirkt. Alle Materialklassen von Ni-EK bis zu smc Ni-VK zeigen neben der gemeinsamen charakteristischen Änderung von  $F$  im Verformungszyklus auch eine sehr ähnliche Abhängigkeit des Formparameters von der Verformungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  (Bild 5.64 b). Die hohen  $F$ -Werte bei kleinen Amplituden von  $\epsilon_{pa} \approx 5 \times 10^{-4}$  können zum einen materialklassenübergreifend auf hohe Anteile von etwa 50% defekt- bzw. versetzungsreicher Gebiete zurückgeführt werden, die als kohärent streuende Bereiche wirken und mit sehr breiten Partialprofilen verknüpft sind, die sich mit schmalen Partialprofilen defekt- bzw. versetzungsarmer Gebiete so überlagern, dass insgesamt das Verhältnis von Integralbreite zu Halbwertsbreite hoch ist. Nimmt mit wachsender Verformungsamplitude der Volumenanteil der nahezu defektfreien Gebiete zu, so verringert sich das Verhältnis von Integralbreite zu Halbwertsbreite natürlicherweise. Eine weitere Ursache für das beobachtete Maximum von  $F$  könnte auch im Vorherrschen von Gebieten mit ermüdungsinduzierten Versetzungsdipolen bestehen, die für sich genommen zu Partialprofilen mit hohen  $F$ -Werten führen. Die Abnahme von  $F$  mit zunehmender Amplitude ließe sich darüber hinaus auch auf eine Zunahme von Spektren weitreichender mesoskopischer bzw. kristalliner Eigenspannungen zurückführen, was sich vor allem in einer Erhöhung der Halbwertsbreite des Gesamtmessprofils äußern würde.



a)

b)

Bild 5.64: (a) Modifizierter Williamson-Hall-Plot für smc ET-ECAP-Ni nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese bei  $\epsilon_p \approx \epsilon_{pa}$  (ausgefüllte Symbole:  $D_{WH,max}=(143 \pm 20)\text{nm}$ ) und bei  $\epsilon_p=1 \times 10^{-3}$  (offene Symbole:  $D_{WH,min}=(120 \pm 20)\text{nm}$ ) bei Ermüdung mit  $\epsilon_{pa}=2 \times 10^{-3}$ . (b) Formparameter  $F$  (gemittelt über die untersuchten  $hkl$ -Reflexypen) nach Entlastung vom Zugeckpunkt der mechanischen Hysterese in Abhängigkeit von der Amplitude  $\epsilon_{pa}$  (EK (○), fc (◆), mc (▲), smc PED-Ni (▽), ET-ECAP- (●), RT-ECAP-Ni (■)).

Für die folgende Diskussion und Interpretation der weitreichenden Eigenverzerrungen  $\langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle^{1/2}$  und -spannungen  $\langle(\Delta\tau_v)^2\rangle^{1/2}$  auf kristallinen Strukturniveau ist der schon mehrfach diskutierte Fakt zu beachten, dass in smc/nc Gefügen die Größe  $D_{X\text{-ray}}$  kohärent streuender Bereiche in der Regel etwas geringer als z.B. die Korngröße  $d_{\text{BSE}}$  ist. Die aus der Änderung der Profilbreite im Verformungszyklus berechneten Verzerrungen und Spannungen sind streng genommen den mittleren Eigenverzerrungen bzw. -spannungen in den KSB zuzuordnen, die zu der gegenseitigen Verschiebung der Partialprofile führen, d.h. die Heterogenität der plastischen Verformung sollte auf noch kleineren Strukturlängen als den mittleren Korngrößen stattfinden.

Aus den maximalen und minimalen verzerrungsbedingten Profilbreitenanteilen  $\beta_{\tau,C}$  und  $\beta_{\tau,G}$  wurden entsprechend Gleichung (3.119) zunächst für alle Untersuchungsproben die rms Eigenverzerrungen  $\langle(\Delta\varepsilon_{ov})^2\rangle^{1/2}$  jedes  $hkl$ -Reflextyps für den „Cauchy“- und den „Gauß“-Fall berechnet. Danach wurde geprüft, für welche Anzahl  $n$  von Gleitsystemen mit heterogener plastischer Verformung aus sieben  $hkl$ -abhängigen  $\langle(\Delta\varepsilon_v)^2\rangle^{1/2}$ - bzw.  $\langle(\Delta\varepsilon_{ov})^2\rangle^{1/2}$ -Werten über  $\langle K^2\gamma(n)\rangle^{1/2}$  jeweils eine einheitliche rms Schubeigenspannung  $\langle(\Delta\tau_v)^2\rangle^{1/2}$ - bzw.  $\langle(\Delta\tau_{ov})^2\rangle^{1/2}$  gemäß (3.120) folgt. Dabei wurde unter Berücksichtigung des Messfehlers gefunden, dass für alle  $hkl$ -Reflex-Typen eine befriedigende Übereinstimmung der rms Eigenspannungswerte für  $n=1$  vorliegt (s. Bild 5.65). Auf eine weitere Anpassung der Schubspannungsdaten an einen gemeinsamen Mittelwert durch Variation von  $n$  bzw. von  $\langle K^2\gamma(n)\rangle^{1/2}$  wurde hier wegen der erheblichen Zunahme freier Parameter verzichtet. Die Güte der Anpassung ist für die Profilbearbeitung nach dem „Cauchy“- und dem „Gauß“-Fall etwa gleich gut, was wegen der tatsächlichen Form der BBP genau zwischen Cauchy- und Gauß-Funktion verständlich ist.

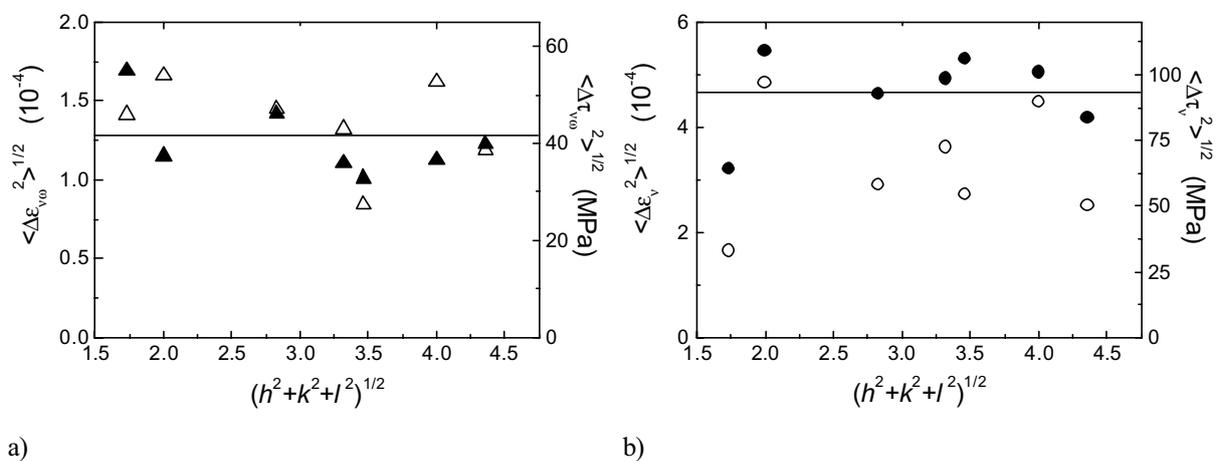


Bild 5.65: Kristalline rms Eigenverzerrungen  $\langle(\Delta\varepsilon_{ov,v})^2\rangle^{1/2}$  (offene Symbole) und rms Schubeigenspannungen  $\langle(\Delta\tau_{ov,v})^2\rangle^{1/2}$  (ausgefüllte Symbole) in Abhängigkeit von  $(h^2+k^2+l^2)^{1/2}$  für einen mc Ni-VK (a) und einen smc ET-ECAP Ni-VK (b) nach Ermüdung mit  $\varepsilon_{pa}=2\times 10^{-3}$ . Die horizontalen Geraden kennzeichnen den Mittelwert von  $\langle(\Delta\tau_{ov,v})^2\rangle^{1/2}$  für die Proben (a:  $41\pm 1$ )MPa, b:  $91\pm 15$ )MPa). Die Daten in a) resultieren aus der Profilbehandlung nach dem „Cauchy“-Fall, in b) nach dem „Gauß“-Fall.

### b) Diskussion und Vergleich mit Modellaussagen

Stellt man den Mittelwert aus den nach dem Vorgehen für Cauchy- und Gauß-Funktionen berechneten rms Schubeigenspannungen in Abhängigkeit von der plastischen Dehnungsamplitude dar (Bild 5.66), so wird deutlich, dass  $\langle(\Delta\tau_{\omega,ov,v})^2\rangle^{1/2}$  signifikant von der Korn-

größe abhängt. Für  $\Sigma\gamma_{pa} = \text{konst.}$  findet man die geringsten Eigenspannungen in Ni-EK und fc Ni-VK, die höchsten in smc RT-ECAP Ni-Proben mit der geringsten Korngröße  $d_{BSE}$  der hier untersuchten Proben. Das bedeutet, dass bei den vorliegenden mc/smc Gefügen eine Heterogenität der plastischen Verformung auf kristallinem Strukturniveau auftritt, die zu größeren Eigenspannungen führt als die heterogene plastische Verformung auf mesoskopischem Niveau in EK und fc VK. In den mc/smc Gefügen, bei denen die mittlere Korngröße etwa so groß wie die Standardabweichung der Korngrößenverteilung ist (s. Tabelle 5.12), nimmt die Breite des Spektrums kristalliner Eigenspannungen zu mit abnehmender mittlerer Korngröße. Bemerkenswert ist außerdem, dass in dem betrachteten Korngrößenbereich diese Effekte überhaupt im entlasteten Zustand der Proben gemessen werden können. Die die kristallinen Eigenspannungen wahrscheinlich hervorrufenden polarisierten Versetzungsanordnungen müssen demnach auch nach dem Entlasten erhalten bleiben und verschwinden nicht reversibel mit der Reduzierung der angelegten äußeren Spannung, wie es für echte nc Materialien nach den Ergebnissen von Budrovic et al. [100] erwartet werden könnte.

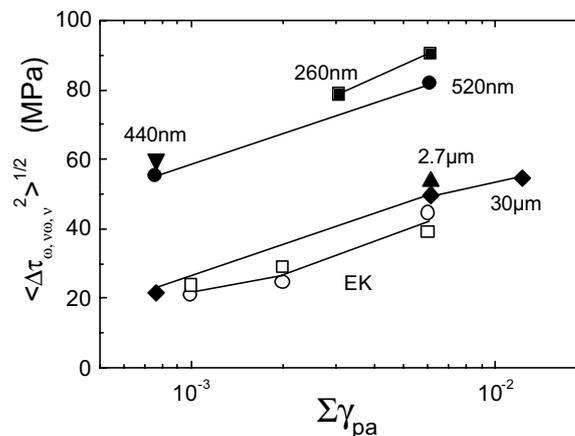


Bild 5.66: Mesoskopische bzw. kristalline rms Eigenspannungen  $\langle \Delta\tau_{\omega, \omega, v}^2 \rangle^{1/2}$  in Abhängigkeit von der Abgleitampplitude  $\Sigma\gamma_{pa}$  in MO-EK (○), EO-EK (□), fc (◆), mc (▲), smc PED-Ni E17 (▼), ET-ECAP- (●), RT-ECAP-Ni (■). An den Messdaten angefügt sind jeweils die mittleren Korngrößen  $d_{BSE}$ .

Da es wie in Bild 5.61 gezeigt, für  $\epsilon_{pa} = \text{konst.}$  jeweils lineare Zusammenhänge zwischen  $\sigma_{as}$  und  $1/d_{BSE}$  gibt, scheint es sinnvoll, den Zusammenhang zwischen den korngrößenabhängigen kristallinen rms Eigenspannungen und der Sättigungsspannungsamplitude zu prüfen. Unter Berücksichtigung eines Fehlers von ca. 20% für die rms Eigenspannungen kann aus der Messwertverteilung  $\langle (\Delta\tau_{\omega, \omega, v})^2 \rangle^{1/2}(\sigma_{as})$  in Bild 5.67 a), in die die Daten für EK ( $\langle (\Delta\tau_{\omega})^2 \rangle^{1/2}$ ), für fc und mc VK ( $\langle (\Delta\tau_{\omega v})^2 \rangle^{1/2}$ ) sowie für smc VK ( $\langle (\Delta\tau_v)^2 \rangle^{1/2}$ ) einbezogen wurden, auf eine Proportionalität zwischen den beiden Größen bei einem mittleren Verhältnis von  $M \langle (\Delta\tau_{\omega, \omega, v})^2 \rangle^{1/2} / \sigma_{as} = 0,45 \pm 0,04$  geschlossen werden. Das bedeutet, dass die Breite des Spektrums der kristallinen Eigenspannungen im betrachteten Bereich der „Korngrößen“ vom Einkristall bis zum smc Vielkristall in erster Näherung proportional mit der Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$  wächst und damit die Heterogenität der plastischen Verformung auf mesoskopischem bzw. kristallinem Strukturniveau zu einer erheblichen Abweichung der „lokalen“ Spannung von der äußeren Spannung im mesoskopischen bzw. kristallinen Strukturelement führen kann.

Allerdings deutet sich in Bild 5.67 a) an, dass bei höheren Spannungsamplituden die rms Eigenspannungen nicht mehr im gleichen Maß mit  $\sigma_{as}$  steigen. Das deutet darauf hin, dass in

nc VK, bei denen noch höhere  $\sigma_{as}$ -Werte auftreten, als sie hier maximal an den untersuchten RT-ECAP Proben beobachtet wurden, vermutlich mit geringeren rms Eigenspannungen  $\langle(\Delta\tau_v)^2\rangle^{1/2}$  gerechnet werden muss.

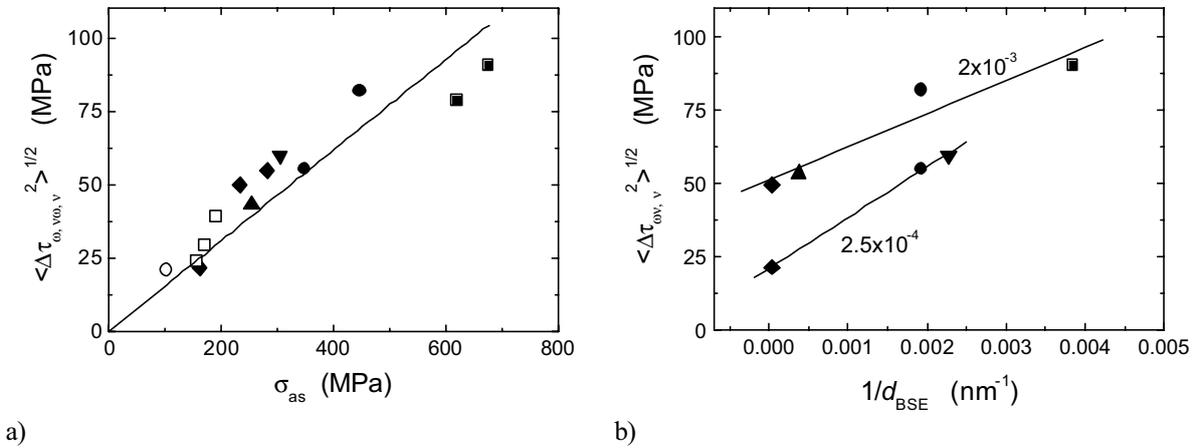


Bild 5.67: Abhängigkeit der mesoskopischen bzw. kristallinen rms Schubeigenspannungen  $\langle(\Delta\tau_{ov,v})^2\rangle^{1/2}$  von der Sättigungsspannungsamplitude  $\sigma_{as}$  nach Ermüdung (a) sowie von  $1/d_{BSE}$  für  $\epsilon_{pa}=2.5 \times 10^{-4}$  und  $2 \times 10^{-3}$  (b) MO-EK (○), EO-EK (□), fc (◆), mc (▲), PED-Ni E17 (▼), ET-ECAP- (●), RT-ECAP-Ni (■).

In Bild 5.67 b) wird versucht, aus den hier vorliegenden ersten Messdaten die Abhängigkeit zwischen  $\langle(\Delta\tau_{ov,v})^2\rangle^{1/2}$  und  $d_{BSE}$  quantitativ zu erfassen. Für die Verformungsamplituden  $\epsilon_{pa}=2,5 \times 10^{-4}$  und  $2 \times 10^{-3}$  lassen sich dafür lineare Funktionen der Form  $\langle(\Delta\tau_{ov,v})^2\rangle^{1/2} = \langle(\Delta\tau_{ov,v}^0)^2\rangle^{1/2}(\epsilon_{pa}) + K_{\tau}(\epsilon_{pa})/d_{BSE}$  aufstellen. Für  $\epsilon_{pa}=2,5 \times 10^{-4}$  erhält man für das Absolutglied  $\langle(\Delta\tau_{ov,v}^0)^2\rangle^{1/2} = (21 \pm 1) \text{MPa}$  und für den Anstieg  $K_{\tau} = (17 \pm 1) \text{GPa nm}$ , für  $\epsilon_{pa}=2 \times 10^{-3}$  ergibt sich  $\langle(\Delta\tau_{ov,v}^0)^2\rangle^{1/2} = (52 \pm 5) \text{MPa}$  und  $K_{\tau} = (11 \pm 2) \text{GPa nm}$ . Die Absolutglieder stimmen gut mit den an EK gemessenen rms Schubeigenspannungen  $\langle(\Delta\tau_o)^2\rangle^{1/2} = 19,5 \text{MPa}$  bzw.  $45 \text{MPa}$  überein und würden damit den Beitrag der mesoskopischen Eigenspannungsverteilung in heterogenen ermüdungstypischen Versetzungsanordnungen repräsentieren. Die Anstiege  $K_{\tau}$  nehmen offensichtlich mit wachsender Verformungsamplitude ab. Das weist darauf hin, dass eine größere Amplitude der plastischen Dehnung wegen der höheren Sättigungsspannungsamplituden zwar insgesamt mit höheren kristallinen rms Eigenspannungen verbunden ist, die sich jedoch weniger mit  $d_{BSE}$  ändern, was als eine Homogenisierung der plastischen Verformung auf kristallinem Strukturniveau interpretiert werden kann.

Die Bedeutung dieser Aussage wird deutlich, wenn man versucht, die kristallinen rms Eigenspannungen auf das Verformungsverhalten von Strukturelementen mit einem Spektrum von Strukturängen zurückzuführen. Dabei wird, wie schon in vorherigen Abschnitten, angenommen, dass die Fließspannung  $\tau_v^{flow}$  in einem kristallinen Strukturelement über einen Ansatz vom Orowan-Typ nach  $\tau_v^{flow} = \tau_{v,0}^{flow} + Gb/(X_S d_{BSE}) = \tau_{v,0}^{flow} + Gb/(d_{SL})$  mit der Strukturänge  $d_{SL}$  verknüpft ist. Die Standardabweichung der Fließspannungen  $\langle(\Delta\tau_v^{flow})^2\rangle^{1/2}$ , die den rms Eigenspannungen  $\langle(\Delta\tau_v)^2\rangle^{1/2}$  proportional ist, kann dann näherungsweise mit der Standardabweichung der Strukturängen korreliert werden über  $\langle(\Delta\tau_v^{flow})^2\rangle^{1/2} \approx \langle\Delta d_{SL}^2\rangle^{1/2} Gb/\overline{d_{SL}^2}$  und ist im Fall der Parallelschaltung der Strukturelemente maximal gleich  $\langle(\Delta\tau_{ov,v})^2\rangle^{1/2}$ . Im Rahmen dieses Modells kann man damit die Standardabweichung

$\langle \Delta d_{SL}^2 \rangle^{1/2}$  für sich mit unterschiedlicher Fließspannung plastisch verformende Strukturelemente aus den Eigenspannungen abschätzen über  $\langle \Delta d_{SL}^2 \rangle^{1/2} \approx \overline{d_{SL}}^{-2} [\langle (\Delta \tau_{\omega, v}^0)^2 \rangle^{1/2} (\epsilon_{pa}) + K_{\tau} (\epsilon_{pa}) / d_{BSE}] / (Gb)$ . Die entsprechenden Daten enthält Tabelle 5.16.

Tabelle 5.16: Aus röntgenographisch bestimmten weitreichenden Eigenspannungen mit einem Ansatz vom Orowan-Typ abgeschätzte Standardabweichungen der Strukturlängen  $\langle \Delta d_{SL}^2 \rangle^{1/2}$  für mc, ECAP und smc PED Ni-VK

$\epsilon_{pa} (10^{-4})$	$X_S$	$\langle \Delta d_{SL}^2 \rangle^{1/2} (nm)$			
		mc	ET-ECAP	smc PED	RT-ECAP
2,5	0,89	8400	610	490	250
20	0,55	6600	320	240	100

Wenn man diese Werte mit den von Klemm [116] experimentell ermittelten Verteilungsfunktionen für die Korngrößen  $d_{EBSD}$  nach Wechselverformung (mc:  $d_{EBSD} \approx 2,5 \pm 2,1 \mu m$ , ET-ECAP:  $d_{EBSD} \approx 2,0 \pm 2,0 \mu m$ , smc PED:  $d_{EBSD} \approx 0,8 \pm 0,7 \mu m$ , RT-ECAP:  $d_{EBSD} \approx 0,7 \pm 0,5 \mu m$ ; nach  $\pm$  steht jeweils die Standardabweichung) vergleicht, so muss man schlussfolgern, dass für mc/smc Ni nicht die Verteilungsfunktion der Korngrößen  $d_{EBSD}$  verantwortlich für die beobachteten rms Eigenspannungen sein können. Vielmehr sollten in mc Ni wie in EK und fc VK die ermüdungsspezifischen Versetzungsstrukturen eine mesoskopisch heterogene plastische Verformung zeigen, die zu entsprechenden mesoskopischen Eigenspannungen führen. Bei smc Ni-Proben stimmt dagegen die Standardabweichung  $\langle \Delta d_{SL}^2 \rangle^{1/2}$  des gesuchten Strukturlängenspektrums überraschend gut mit den Mittelwerten  $d_{fSE}$  (Bild 5.57) der Abmessung von defektfreien Gebieten überein. Zur Größe  $d_{fSE}$  gibt es Untersuchungen der Verteilungsfunktionen nach Wechselverformung im betrachteten Amplitudenbereich nur für ECAP-Materialien (ET-RCAP:  $d_{fSE} \approx (300 \pm 200) nm$ , RT-ECAP:  $d_{fSE} \approx (275 \pm 170) nm$  [116]). Vorausgesetzt, Mittelwert und Standardabweichung stimmen auch bei smc PED-Ni für diese Strukturlänge wieder etwa überein, könnte man in erster Näherung die beobachteten Eigenspannungsspektren  $\langle (\Delta \tau_v)^2 \rangle^{1/2}$  in smc Ni auf die Verteilungsfunktion der Abmessungen der defektfreien Gebiete zurückführen, die dann die Fließspannungsverteilung dieser Strukturelemente bestimmen sollte.

Die BBP von mc/smc Ni-VK zeigen bei Messungen auf  $y$ - und  $z$ -Probenseitenflächen keine nennenswerte, über den Messfehler hinausgehende Profilsymmetrie. Es kann deshalb geschlussfolgert werden, dass gemäß Gleichung (3.121) die mittleren Verzerrungen  $\langle \Delta \epsilon_{fSE} \rangle$  in alle Messrichtungen und damit auch  $\langle \Delta \epsilon_{fSE} \rangle \stackrel{=}{=} 0$  gleich Null sind.

## 6 Generelle und zusammenfassende Folgerungen aus den röntgenographischen Untersuchungen von Mikrostruktur und Gefüge in plastisch verformtem Nickel

### 6.1 Analyse von Bragg-Beugungsprofilen

Im Folgenden sollen Konsequenzen für die Auswertung und Interpretation von Bragg-Beugungsprofilen gezogen werden, die sich aus der Anwendung der in Abschnitt 3.3 für plastisch verformte kfz Metalle entwickelten Algorithmen auf plastisch verformtes Ni ergeben. Im Vordergrund steht dabei die Diskussion der eigenen Beiträge zur Profilanalyse.

#### *a) Aufspaltung der BBP in zwei Partialprofile für versetzungsarme und -reiche Gebiete*

Bei plastisch verformten Ni-EK, cc und fc VK mit einer mesoskopisch inhomogenen Anordnung der Versetzungen in Volumenbereichen mit niedriger (PR) und hoher (DR) Versetzungsdichte hat sich die Annahme der additiven Überlagerung eines a priori schmalen und eines breiten Teilprofils, die den PR und DR mit jeweils mittleren Mikrostruktureigenschaften zuzuordnen sind, für die Interpretation der gemessenen Profilverbreiterung nach einsinniger und zyklischer plastischer Verformung bewährt. Die vorgeschlagene physikalisch begründete, spezielle mathematische Behandlung der Fourierkoeffizienten des Gesamtprofils gestattet es, bei Kenntnis des Volumenanteils  $f_{DR}$  mesoskopisch lokale Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$  und  $\rho_{DR}$  sowie Reichweiten  $R_{effPR}$  und  $R_{effDR}$  des Verzerrungsfeldes für verschiedenste Versetzungsanordnungen zu berechnen. Das betrifft auch solche Versetzungsanordnungen (z.B. Matrix-Struktur in EK), für die bisher die Gesamtprofile beispielsweise mit dem bewährten Krivoglaz-Wilkens-Algorithmus nicht auswertbar sind.

#### *b) Interpretation des Asymmetrieparameters*

Als Konsequenz aus der angenommenen Profilüberlagerung können auf sehr einfache Weise aus der Profilsymmetrie mesoskopisch weitreichende Eigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega PR}$  und  $\Delta\tau_{\omega DR}$  ermittelt werden. Dabei folgt aus dem Asymmetrieparameter  $\vartheta_a(hkl, \mathbf{n})$  zunächst die mittlere Eigenverzerrung  $\Delta\varepsilon_{\omega PR}$  der PR in Messrichtung. Unter Verwendung eines hier eingeführten, an die experimentell ermittelte  $hkl$ - und  $\mathbf{n}$ -Messrichtungsabhängigkeit von  $\vartheta_a$  anpassbaren Transformationsfaktors  $K_\gamma$  (s. Punkt *c*) lässt sich daraus die im primären Gleitsystem durch mesoskopisch heterogene plastische Scherung hervorgerufene Schubeigenspannung  $\Delta\tau_{\omega PR}$  berechnen. Die Anwendung der Mischungsregel ergibt dann  $\Delta\tau_{\omega DR}$ . Dieses Vorgehen hat zu physikalisch sinnvollen Aussagen für EK und für Einzelkristallite in cc VK geführt und ermöglicht vor allem eine Bewertung der Verformungsmechanismen in einem mechanisch stabilisierten Verformungszyklus.

#### *c) Anwendung des Prinzips der kleinsten Abweichungsquadrate*

Verfügt man über eine hinreichend große Anzahl von  $hkl$ - und  $\mathbf{n}$ -abhängigen BBP in einem gegebenen Probenverformungszustand, so können erstens bei Messung an EK und Einzelkristalliten durch Anwendung des Prinzips der kleinsten Abweichungsquadrate aus den Asymmetrieparametern die Tensoren mesoskopisch weitreichender Eigenverzerrungen

und -spannungen in den PR ohne Zusatzannahmen über die Art der mesoskopisch heterogenen plastischen Verformung berechnet werden. Zweitens kann man daraus Anzahl und Typ der Gleitsysteme ermitteln, auf denen die plastische Verformung mesoskopisch heterogen verläuft. Drittens gestattet die Anwendung des Minimumprinzips auch eine Berechnung der Anzahl  $n$  von Gleitsystemen, auf denen Sätze vollständiger Stufen- und Schraubenversetzungen vorliegen. Dazu setzt man voraus, dass sich aus allen  $hkl$ - und  $n$ -abhängigen BBP für einen Probenzustand jeweils gleiche Parameter  $\rho_{loc}$  und  $R_{effloc}$  ergeben müssen. Die Bestimmung von  $n$  führt dabei über die Betrachtung der von Wilkens [139] eingeführten  $hkl$ - und  $n$ -abhängigen Kontrastfaktoren  $C$ , die eine Art Proportionalitätsfaktor zwischen der Breite eines Profils gegebener Form und der Versetzungsdichte sind. Es muss konstatiert werden, dass für zugverformte EK, ermüdete fc VK sowie für alle mc/smc/nc Ni-Proben die auf die vorgeschlagene Weise berechneten Versetzungsdichten gut mit den in der Literatur angegebenen Werten, die großteils aus TEM- aber auch aus Röntgenuntersuchungen stammen, übereinstimmen. Für ermüdete EK, die Matrix- oder PGB-Versetzungsstrukturen enthalten, wurden überraschenderweise lokale Versetzungsdichten bestimmt, die für alle betrachteten Verformungsamplituden und -temperaturen jeweils immer nur etwa halb so groß sind, wie sie aus ausführlichen weak-beam-Messungen (z.B. [31][44][230][232]) folgen, was deutlich über den reinen Messfehler hinausgeht. Es konnte nicht endgültig geklärt werden, welche der vielen denkbaren Effekte für diese Diskrepanz verantwortlich sind. Es wird jedoch vermutet, dass die Dichte kurzer Dipolschleifen geringer Höhe bei einer Profilanalyse auf der Basis der Modelle nach Krivoglaz und Wilkens unterschätzt wird. Trotzdem gestatten auch die für EK aus Röntgenuntersuchungen ermittelten lokalen Versetzungsdichten weitreichende Schlussfolgerungen über das Verformungsverhalten von EK.

*d) Zusammenhang zwischen röntgenographisch und elektronenmikroskopisch ermittelten Strukturlängen*

Bei der Anwendung der Krivoglaz-Wilkens-Analyse auf die PR- und DR-Partialprofile im Fall von plastisch verformten Ni-EK, SG in cc VK sowie fc VK stimmen die dabei bestimmten Reichweiten  $R_{effPR}$  und  $R_{effDR}$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnungen in PR und DR im Rahmen der Messfehler sehr gut überein mit den, z.B. aus REM-Aufnahmen im channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen oder TEM-Aufnahmen ermittelten, mesoskopischen Strukturlängen (z.B. bei Kanälen und Wänden in PGB-Strukturen). Das spricht für die Wirkung der DR und PR als für sich kohärent streuende Bereiche. Deren Abgrenzung bei der Röntgenstreuung sollte durch die infolge mesoskopisch heterogener plastischer Verformung an den Grenzen der Strukturelemente vorliegenden geometrisch notwendigen Versetzungen bewirkt werden [76]. Der Wilkenssche Formparameter  $M_{Wilkens} = R_{eff} \rho^{1/2}$  als spezielles Maß für die Reichweite des Verzerrungsfeldes ist dann besonders groß, wenn auch hohe weitreichende Eigenspannungen bzw. Eigenspannungsspektren gemessen werden.

Unerwartet ist das Ergebnis, dass auch bei mc/smc VK der aus dem Gesamtprofil gewonnene Mittelwert  $R_{eff}$  wieder gut mit typischen Dimensionen der Versetzungsanordnung (z.B. mit der Ausdehnung nahezu defektfreier Gebiete) übereinstimmt und immer deutlich größer als die „Größe der kohärent streuenden Bereiche“

$D_{X\text{-ray}}$  ist, die man aus modifizierten Williamson-Hall- und Krivoglaz-Wilkens-Plots sowie aus der Warren-Averbach-Analyse für mc/smc/nc VK gewinnen kann. Es ergibt sich andererseits, dass für mc und smc VK gilt  $D_{X\text{-ray}} \approx 1,5 \times \rho^{-1/2}$ . Das gibt Anlass dazu, die physikalische Bedeutung von  $D_{X\text{-ray}}$  eher mit dem mittleren Versetzungsabstand als, wie allgemein üblich, mit der Korngröße  $d$  zu korrelieren. In nc Materialien mit „echten“ Korngrößen  $d$  deutlich unter 100nm sollten  $D_{X\text{-ray}}$  und  $d$  allerdings zusammenfallen.

e) *Zur Berücksichtigung der elastischen Anisotropie*

Wegen der elastischen Anisotropie von Ni rufen die verformungsinduzierten Versetzungsanordnungen bei EK-Untersuchungen i.a. unterschiedliche Verzerrungen in den verschiedenen  $[hkl]$ -Messrichtungen hervor. Bei der Ermittlung der quantitativen Versetzungsstruktureigenschaften aus BBP kann man vereinfachend auf die Kontrastfaktoren  $C_{\text{iso}}$  in isotroper Näherung zurückgreifen, die wesentlich einfacher als die nur numerisch berechenbaren Faktoren  $C_{\text{aniso}}$  zu bestimmen sind, wenn man  $hkl$ -Reflextypen benutzt, für die die elastische Anisotropie gering ist (in Ni z.B. der Reflex typ 311). Die Fehler, die vor allem durch die nur ungenaue Bestimmung der Anteile von Stufen-, Schrauben- und Partialversetzungen, die unterschiedliche Belegung von Gleitsystemen mit Versetzungen sowie die Vernachlässigung der  $hkl$ -abhängigen Beiträge von Stapelfehlern und Zwillingen zur Profilverbreiterung hervorgerufen werden, überwiegen die Fehler beim Einsatz von  $C_{\text{iso}}$  bei weitem.

Bei der Auswertung von BBP an VK sollten dagegen für die Bestimmung von  $\rho$  und  $R_{\text{eff}}$  nach dem Krivoglaz-Wilkens-Verfahren aus Einzelprofilen unterschiedlichen  $hkl$ -Reflextyps immer die mittleren anisotropen Faktoren  $\bar{C}_{\text{aniso}}$  benutzt werden. Näherungsweise kann man den Schwierigkeiten bei der Berücksichtigung der elastischen Anisotropie durch geeignete Mittelung (z.B. über die Ergebnisse der Warren-Averbach-Analyse an BBP vom 111/222- sowie 200/400-Reflex typ) begegnen.

Eine höchst effiziente und für alle hier untersuchten mc/smc/nc VK anwendbare Methode der groben Bestimmung von Teilchengröße und mittlerem Eigenspannungsquadrat ist der vorgeschlagene modifizierte Williamson-Hall-Plot, bei dem das üblicherweise bestimmte  $hkl$ -abhängige mittlere Eigenverzerrungsquadrat mit einem  $hkl$ -unabhängigen Eigenspannungsquadrat über die  $hkl$ -abhängigen elastischen Moduln  $E_{hkl}$  verknüpft wird. Der modifizierte Williamson-Hall-Plot reagiert z.B. auch sehr empfindlich auf die Änderungen der weitreichenden Eigenspannungen im Verformungszyklus und kann damit auch für den Nachweis geringer Mikrostruktur- und Gefügeänderungen eingesetzt werden.

f) *Röntgenographische Kristallitselektion*

Das auf Ideen von Schmidt [96] zurückgehende Verfahren der Berücksichtigung der  $hkl$ - und  $n$ -abhängigen Kristallitselektion bei der Bestimmung von makroskopischen, mittleren kristallinen und PR-Eigenverzerrungen aus der Lage des Profilpeaks  $\theta_p$  bei VK-BBP führt zu physikalisch vernünftigen Aussagen für ermüdete fc Ni-VK. Es sollte hier vor allem zur Auswertung nichtlinearer  $\Delta\theta_p \cdot \sin^2\psi$ -Messwertkurven bei der Makrospannungsbestimmung eingesetzt werden. Da die BBP an smc/nc Ni-VK meist sehr symmetrisch und stark verbreit-

tert sind, scheint für diese Materialklassen die Anwendung des Verfahrens wegen der Schwierigkeiten bei der Bestimmung von Profilschwerpunkt- und -peaklage nicht sinnvoll.

### *g) Bestimmung von Spektren weitreichender Eigenspannungen*

Der Algorithmus zur quantitativen Bestimmung der mittleren Quadrate von weitreichenden mesoskopischen und kristallinen Eigenverzerrungen bzw. -spannungen aus der Änderung der Profilbreite in einem Verformungszyklus konnte bei allen ermüdeten Ni-Proben vom EK bis zum smc VK erfolgreich eingesetzt werden. Der Interpretation des typischen „schmetterlingsartigen“ Verlaufs der Integralbreite in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung im Zyklus liegt einerseits die von Holste/Burmeister entwickelte Konzeption des Abarbeitens eines Fließspannungsspektrums im Zyklus zugrunde [81], das zu einem Minimum des mittleren Eigenspannungsquadrats in jedem Halbzyklus führt. Andererseits wurde ein Ansatz von Klimanek [109] genutzt, der eine Profilverbreiterung durch gegenseitige Verschiebung von, den kohärent streuenden Bereichen zuzuordnenden, Partialprofilen beschreibt. Die unterschiedliche Partialprofilage wurde in der vorliegenden Arbeit auf ein Spektrum von Eigenverzerrungen bzw. -spannungen in mesoskopischen und kristallinen Strukturelementen zurückgeführt.

Für smc VK erweist es sich allerdings als notwendig, bei der Berechnung der Eigenspannungsspektren auch die Änderung der Teilchengröße  $D_{X\text{-ray}}$  im Zyklus zu berücksichtigen, die der Abnahme der Profilbreite durch Reduzierung der Quadrate der weitreichenden Eigenspannungen im Zyklus gerade entgegenwirkt und in Übereinstimmung mit Leitfähigkeitsmessungen [68] an fc VK mit der Änderung der Gesamtversetzungsdichte im Zyklus gedeutet werden könnte.

## **6.2 Schlussfolgerungen für die Modellierung des Verformungsverhaltens von kfz Metallen**

Die unter 2.4 aufgeführten zentralen Fragen, zu deren Beantwortung durch die vorgelegten Ergebnisse röntgendiffraktometrischer Untersuchungen beigetragen werden soll, bestimmen die Unterteilung des folgenden Abschnitts.

### **6.2.1 Heterogenität der plastischen Verformung und weitreichende Eigenspannungen auf unterschiedlichen Strukturniveaus**

#### *a) Mittlere Eigenspannungen in mesoskopischen versetzungsdichten und -armen Gebieten*

In einsinnig und zyklisch plastisch verformten Ni EK, cc und fc VK treten nach Entlastung Schubeigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega}^E$  mit mesoskopischer Reichweite auf, die im Mittel in den versetzungsarmen Gebieten, PR, der zuvor angelegten äußeren Spannung entgegengesetzt sind, und in den versetzungsdichten Gebieten, DR, die vorher angelegte äußere Spannung unterstützen. Der Betrag der Eigenspannungen hängt vom Typ der mesoskopischen Versetzungsanordnung ab und wächst in der Regel mit der äußeren Spannung bzw. Spannungsamplitude. Für die Zellstruktur in bei Raumtemperatur zugverformten Einkristallen beträgt  $\Delta\tau_{\omega\text{PR}}^E = -0,3\tau$  und  $\Delta\tau_{\omega\text{DR}}^E = 0,17\tau + 68\text{MPa}$ . Für zyklisch verformte Einkristalle sind die mesoskopischen Eigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega\text{DR}}^E$ , bezogen auf die Sättigungs-

spannungsamplitude  $\tau_{as}$ , in PGB-Strukturen mittellorientierter EK am größten, in PGB-ähnlichen Strukturen [011]-orientierter EK nur noch halb so groß. Noch geringer sind die Eigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega PR}^E$  der Wandstrukturen in [111]-orientierten EK und am kleinsten in der Labyrinth-Struktur [001]-orientierter EK. Die mesoskopischen Eigenspannungen in den PR betragen zwischen  $-0,05\tau_{as}$  und  $-0,20\tau_{as}$  in allen Versetzungsstrukturtypen. Aus der Existenz und dem Vorzeichen dieser Eigenspannungen nach Entlastung kann geschlossen werden, dass die plastische Verformung in verformungsinduzierten, mesoskopisch inhomogenen Versetzungsanordnungen immer heterogen verläuft, wobei sie in den PR stets größer, in den DR kleiner als die äußere plastische Dehnung bzw. Dehnungsamplitude ist. Diese Ergebnisse sind vereinbar mit den grundsätzlichen Aussagen des Verbundmodells für heterogene Versetzungsstrukturen und damit verbundene weitreichende innere Spannungen nach Mughrabi ([70][73][77][79][243]).

#### *b) Gleitsysteme mit heterogener plastischer Verformung*

Die plastische Verformung verläuft heterogen auf Gleitsystemen, die einen hohen Schmid-Faktor besitzen. Das betrifft in PGB-Strukturen von MO-EK nur das primäre Gleitsystem, in [011]-orientierten EK und Kristalliten zwei, und in [001]- und [111]-orientierten EK und Kristalliten vier Gleitsysteme. In smc VK deutet sich an, dass die plastische Verformung in jedem Kristalliten nur auf dem primären Gleitsystem heterogen verläuft. Das bedeutet, dass nicht auf allen Gleitsystemen, die günstig zur Lastachse liegen, bzw. die z.B. im Rahmen des Taylormodells der Vielkristallplastizität die plastische Verformung tragen sollten, heterogene plastische Verformung auftreten muss.

#### *c) Akkommodationsfaktoren*

Für einige Versetzungsstrukturtypen konnte der Eshelby-Akkommodationsfaktor  $\Gamma$  [59] in der Beziehung  $\Delta\tau^E = -\Gamma\Delta\gamma_p$  zwischen der Eigenspannungsdifferenz  $\Delta\tau^E$  und der Verformungsdifferenz  $\Delta\gamma_p$  von PR und DR experimentell aus dem Eigenspannungsverhalten in einem Lastzyklus bestimmt werden.  $\Gamma$  beträgt bei Raumtemperatur für die PGB-Struktur 0,43 und für Labyrinth-Struktur 0,11, während er im Mittel für die Versetzungsstrukturen in fc VK mindestens 0,6 betragen sollte. Die  $\Gamma$ -Werte zwischen 0 und 1 deuten darauf hin, dass bei kontinuumsmechanischer Betrachtung die plastische Verformung in den beobachteten Versetzungsanordnungen besser mit Hilfe von Einschlussnäherungen (z.B. [97][264][323]) als im einfachen Parallelschaltungsmodell beschrieben werden sollte.

#### *d) Diskussion mechanismenorientierter Verformungsmodelle für PGB-Kanäle und -Wände*

Die experimentellen Fakten für die temperaturabhängige lokale Spannungsamplitude  $\tau_c = \tau_{as} + \Delta\tau_{\omega c}^E$  in den PGB-Kanälen lassen sich ausgezeichnet mit dem von Essmann und Differt entwickelten Modell [86] in Übereinstimmung bringen, bei dem die lokale Spannung bestimmt wird durch das Ausbeulen von Schraubenversetzungen in den Kanälen. Der Ansatz  $\tau_c/G = \tau^{fric}/G + b\beta_c/d_c$ , bei dem die Reibungsspannung  $\tau^{fric}$  dabei nur über den Schubmodul von der Temperatur abhängt, beschreibt die Messdaten sehr exakt, wobei der gefundene Wert  $\beta_c = 1,79$  mit physikalischen Erwartungen übereinstimmt [18].

Für die PGB-Wände ist die Situation nicht so eindeutig. Grundsätzlich sind die experimentell gefundenen lokalen Spannungsamplituden  $\tau_w = \tau_{as} + \Delta\tau_{\omega w}^E$  kleiner als die Spannung  $\tau^{\text{diss}}$ , bei der sich Versetzungsdipole einer Höhe  $h_{\text{max}}$  auflösen, d.h. die aus weak-beam-Aufnahmen von Tippelt et al. [44][230][231] ermittelten Dipolhöhen  $h_{\text{max}}$  stehen nicht im Widerspruch zu  $\tau_w$ . Darüber hinaus kann aus dem Anwachsen der Eigenspannungen zu Beginn bis zum Erreichen eines Sättigungswertes vor dem Ende eines jeden mechanisch stabilisierten Halbzyklus geschlossen werden, dass sich die Wände zunächst elastisch verformen, bis auch in den Wänden die Fließspannung erreicht wird. Am besten lassen sich die gemessenen lokalen Spannungsamplituden mit dem von Essmann/Differt [86] vorgeschlagenen Modell vereinbaren, wonach die Fließspannung  $\tau_w = \beta_w G b \bar{h} \rho_{\text{dip}} / (4\pi(1-\nu))$  in den Wänden bestimmt wird durch die Wechselwirkung der eindringenden Versetzungen mit den dort angeordneten Versetzungsdipolen mit der mittleren Höhe  $\bar{h}$  und der Dichte  $\rho_{\text{dip}}$ . Allerdings erhält man aus den experimentellen  $\tau_w$ -,  $\bar{h}$ - und  $\rho_{\text{dip}}$ -Daten für  $\beta_w = 9,5 \pm 1$ , was eine Dipolanordnung erfordern würde, deren starke Polarisierung sich auch noch in jedem Halbzyklus umkehren müsste.

#### e) Spektren mesoskopischer und kristalliner Eigenspannungen

Das Zyklusverhalten der Integralbreite von BBP legt den Schluss nahe, dass die bei Ermüdung beobachteten weitreichenden Eigenspannungen zwar zunächst in einfacher Weise im Rahmen eines 2-Komponentenmodells durch mittlere Eigenspannungen für PR und DR charakterisiert werden können, jedoch noch ein darüber hinausgehendes Spektrum weitreichender Eigenspannungen existiert. Dieses Spektrum könnte auf das Abarbeiten eines Spektrums von Fließspannungen mesoskopischer ( $\omega$ ) und, im Fall von fc, mc und smc VK, auch kristalliner Volumenelemente ( $\nu$ ) im Lastzyklus zurückgeführt werden. Die rms Eigenspannungen sind in Übereinstimmung mit dem statistischen Modell von Holste/Burmeister [81] minimal innerhalb des Zyklus und maximal nach Entlastung von den Eckpunkten der mechanischen Hysterese. In EK nimmt  $\langle \Delta\tau_{\omega}^2 \rangle^{1/2}$  mit der Abgleitamplitude zu, auch wenn wie bei MO-EK die äußere Spannungsamplitude konstant ist, und hängt kaum von der EK-Orientierung ab. In fc und mc VK nimmt das Quadrat der weitreichenden Eigenspannungen bei gleicher Verformungsamplitude geringfügig, in smc VK deutlich gegenüber den EK-Werten zu. Näherungsweise kann man bei Einbeziehung aller Messdaten an VK und an eckorientierten EK finden, dass gilt  $M \langle \Delta\tau_{\omega, \nu, \nu}^2 \rangle^{1/2} / \sigma_{as} = 0,45$ . Dies bedeutet, dass in mesoskopischen (und bei mc/smc VK in kristallinen) Strukturelementen die „lokale“ Spannung erheblich von der äußeren Spannung abweichen kann und ein breites Fließspannungsspektrum vorliegt. Für smc VK konnte das Eigenspannungsspektrum auch quantitativ mit dem Spektrum der Abmessungen  $d_{\text{fSE}}$  nahezu versetzungsfreier Gebiete korreliert werden, indem angenommen wurde, dass durch  $d_{\text{fSE}}$  die Spannung für das Ausbeulen von Versetzungen und damit die Fließspannung bestimmt wird. Eine unmittelbare Kopplung zwischen  $\langle \Delta\tau_{\omega}^2 \rangle^{1/2}$  und dem Spektrum mesoskopischer Abmessungen lässt sich für EK, insbesondere für den Fall der PGB, die sich durch eine sehr regelmäßige mesoskopische Anordnung der Wände auszeichnen, nicht ohne weiteres finden. Denkbar wäre aber eine Kopplung zwischen  $\langle \Delta\tau_{\omega}^2 \rangle^{1/2}$  und einem Spektrum der Segmentlängen sich ausbeulender Stufen- und Schraubenversetzungen nach Kleinert/Holste [37].

*f) Heterogenität der plastischen Verformung auf makroskopischem und kristallinem Strukturniveau*

Aus den röntgendiffraktometrischen Untersuchungen an fc VK wird geschlossen, dass nach Ermüdung keine Eigenspannungen auf makroskopischen Strukturniveau auftreten. Wie schon erwähnt, sind außerdem in fc und mc Vielkristallen die Beiträge der kristallinen Eigenspannungen  $\Delta\tau_v$  zum Spektrum weitreichender Eigenspannungen  $\langle\Delta\tau_{v\omega}^2\rangle^{1/2}$  gering. Das deutet darauf hin, dass in diesem Korngrößenbereich die plastische Verformung auf kristallinem Strukturniveau relativ homogen verlaufen sollte, zumindest jedoch nicht zur Herausbildung von nennenswerten Eigenspannungen führt. Das stimmt zumindest tendenziell überein mit den Ergebnissen eines von Schwab/Holste [99] entwickelten modifizierten Taylormodells für die Vorhersage der zyklischen Spannungs-Dehnungskurve an fc VK, bei dem die Akkommodation zwischen den verschiedenen orientierten Kristalliten durch die Betätigung entsprechender Gleitsysteme erreicht wird. Wird die Versetzungsstrukturbildung maßgeblich durch die Korngröße behindert wie im Fall der smc VK, so übernehmen die Korngrenzen des kristallinen Strukturelements die Rolle der das mesoskopische Strukturelement begrenzenden DR als Hindernisse für die weitreichende Versetzungsbewegung und die plastische Verformung läuft jetzt auf kristallinem Strukturniveau heterogen ab (s. Punkt e). An den Korngrenzen bzw. an den Grenzen der nahezu versetzungsfreien Gebiete könnten in smc VK polarisierte Versetzungsanordnungen entstehen, die sich zyklisch ändern und die weitreichenden Eigenspannungen hervorrufen sollten.

### 6.2.2 Zum Verhältnis zwischen lokaler Spannung, Versetzungsdichte und geometrischen Abmessungen der Versetzungsanordnung

*a) Taylor-Beziehungen für einsinnige und zyklische plastische Verformung*

Eine Proportionalität vom Typ der Taylor-Beziehung [15] zwischen der Fließspannung und der Wurzel aus der Versetzungsdichte  $\rho$  kann für die Versetzungszellstruktur in zugverformten mittel- und eckorientierten EK gefunden werden zu  $\tau_{PR(DR,tot)} = \alpha_{Zell} Gb(\rho_{PR(DR,tot)})^{1/2}$ , wobei  $\alpha_{Zell} = 0,20 \pm 0,02$ . Dieses einheitliche Verhalten in den PR, DR und im Gesamtverbund ergibt sich erst bei Berücksichtigung der Eigenspannung zur Bestimmung der lokalen Fließspannung unter Last. Ähnliches erhält man für zugverformte smc VK sowohl bei Einsetzen des plastischen Fließens, wo man für die Spannung  $\sigma_{0,2\%}$  findet  $\sigma_{0,2\%} = M\alpha_{0,2\%} Gb(\rho)^{1/2}$  mit  $\alpha_{0,2\%} = 0,27$ , als auch bei der Spannung  $\sigma_E$  nach großen plastischen Dehnungen zwischen 6 und 10% mit  $\sigma_E \approx M\alpha_E Gb(\rho_E)^{1/2}$  bei der dann erreichten Versetzungsdichte  $\rho_E$  und für  $\alpha_E = 0,41$ .

Nach zyklischer plastischer Verformung ergeben sich dagegen für EK und fc VK lineare Funktionen der Form  $\tau = \alpha Gb[(\rho)^{1/2} - (\rho_0)^{1/2}]$  zur Beschreibung der Abhängigkeit der Sättigungsspannungsamplitude und, unter Berücksichtigung der Eigenspannungen, auch der lokalen Spannungsamplituden in PR und DR von der totalen bzw. von den lokalen Versetzungsdichten. Für Matrix- und PGB-Struktur in mittelorientierten EK erhält man bei Verformungstemperaturen zwischen 77K und 600K immer  $\alpha = 0,3$ . Mittelt man über das Verhalten der DR aller Versetzungsstrukturtypen in EK unterschiedlicher Orientierung bei Raumtemperatur, so ist  $\alpha = 0,25 \pm 0,05$ . Dieser Wert gilt ebenfalls für die Funktion

$\tau_{DR} = \alpha Gb[(\rho_{DR})^{1/2} - (\rho_{0DR})^{1/2}]$  versetzungsdichter Gebiete in ermüdeten fc VK. Damit liegt der Koeffizient  $\alpha$  auch für zyklische plastische Verformung von EK und fc VK in dem nach Taylor [15] erwarteten Bereich für die Wechselwirkung zwischen Versetzungen bei plastischer Verformung. Dieses befriedigende Ergebnis wird allerdings nur erreicht, wenn man die, z.T. erheblichen, Eigenspannungen in den DR bei der Berechnung der lokalen Spannungsamplitude über  $\tau_{DR} = \tau_{as} + \Delta\tau_{\omega DR}^E$  beachtet.

Die Versetzungsdichte  $\rho_0$  hängt vom Versetzungsstrukturtyp ab. Interessanterweise ist der mittlere Versetzungsabstand  $1/(\rho_{0C})^{1/2}$  für die versetzungsfreien Kanäle in Matrix- und PGB-Struktur von der Größenordnung der Kanalweite  $d_C$ , für die DR aller Versetzungsstrukturtypen in EK und fc VK erhält man dagegen  $1/(\rho_{0DR})^{1/2} \approx 100\text{nm}$ . Das entspricht etwa der (temperaturunabhängigen) PGB-Wanddicke  $d_W$ , die offensichtlich eine untere Grenze für kondensierte DR darstellt. Möglicherweise beschreibt  $1/(\rho_0)^{1/2}$  damit Abstände, mit denen Versetzungen ohne Auswirkung auf die lokale Spannung eingebaut werden können, d.h. ohne dass sie mit den sich zyklisch hin- und her bewegenden beweglichen Versetzungen wechselwirken. Es ist leicht einzusehen, dass es eine solche Versetzungsdichte  $\rho_0$  bei einsinniger Verformung, d.h. bei gleichbleibender „Bewegungsrichtung“ der Versetzungen nicht geben kann. Wegen des negativen Vorzeichens darf der Term  $-\alpha Gb(\rho_0)^{1/2}$  in der Taylor-Beziehung für zyklische Verformung nicht als eine Art Reibungsspannung aufgefasst werden. Eine zweite Möglichkeit der Deutung dieses Terms könnte in der Erweiterung der von Ashby [19] eingeführten und vielfältig genutzten (z.B. in [322]) Beziehung  $\tau = \alpha Gb[\rho_s + \rho_{GND}]^{1/2}$  zu  $\tau_{loc} = \alpha Gb[\rho_s + \beta\rho_{GND}]^{1/2}$  durch Mughrabi [75][77][78] bestehen, wobei  $\rho_s$  die Dichte statistisch gespeicherter,  $\rho_{GND}$  die Dichte der für heterogene plastische Verformung geometrisch notwendigen Versetzungen und  $\beta < 1$  ist. Dieser Ansatz bedeutet, dass zumindest ein Teil von  $\rho_{GND}$  nicht zur Fließspannung  $\tau_{loc}$  beiträgt. Dann wäre mit den vorliegenden Ergebnissen zu setzen  $[\rho_{s,loc} + \beta\rho_{GND,loc}]^{1/2} = (\rho_{loc})^{1/2} - (\rho_{0,loc})^{1/2}$  und man könnte aus der experimentell ermittelten (lokalen) Gesamtversetzungsdichte  $\rho_{loc} = \rho_{s,loc} + \rho_{GND,loc}$  und aus  $\rho_{0,loc}$  zumindest das Produkt  $\rho_{GND,loc}(1-\beta)$  berechnen.

Für mc/smc VK nach zyklischer plastischer Verformung wird dagegen unter Berücksichtigung des Messfehlers keine Taylorbeziehung zwischen Fließspannung und Gesamtversetzungsdichte gefunden. Die Ursache dafür liegt vermutlich eher in der bei zyklischer plastischer Verformung nur teilweisen Transformation der im Ausgangszustand bereits vorliegenden Defekt- bzw. Versetzungsstruktur in ermüdungstypische Versetzungsanordnungen als im Auftreten neuer, diffusionsbasierter Verformungsmechanismen, für die die Taylor-Beziehung nicht mehr gilt.

### *b) Mesoskopische lokale Spannungen und Strukturlängen*

Für die PGB-Kanäle wurde die für einen weiten Bereich von Verformungstemperaturen experimentell gefundene Abhängigkeit zwischen der Fließspannung  $\tau_C$  und der Kanalweite  $d_C$  schon im Bild des Orowan-Prozesses für das Ausbeulen von Schraubenversetzungen diskutiert (6.2.1d). Betrachtet man den Zusammenhang zwischen lokalen Fließspannungen  $\tau_{loc} = \tau_{as} + \Delta\tau_{loc}^E$  und mesoskopischen Strukturlängen für Versetzungsstrukturen in EK mit Mehrfachgleitung bei Raumtemperatur, so erhält man für die PR ebenfalls lineare Funktionen, wobei gilt  $\tau_{PR}^{fric} \approx 34\text{MPa}$  und  $\beta_{PR} = 0,72 \pm 0,15$ . Erstaunlicher Weise gilt der funktionale Zusammenhang  $\tau_{loc} = \tau_{loc}^{fric} + bG\beta_{loc}/d_{loc}$  auch für die DR mit  $\tau_{DR}^{fric} \approx 46\text{MPa}$  und

$\beta_{DR}=0,59\pm 0,08$ . Der kleine Wert von  $\beta_{PR}$  für die PR in EK, in denen Mehrfachgleitung auftritt, lässt sich nach [18] bei einem Hindernisabstand  $d_{PR}$  mit einer Hindernisweite von 3nm deuten. Dies liegt in der Größenordnung der bei Raumtemperatur gemessenen Dipolhöhen. Bemerkenswert ist, dass sich, im Gegensatz zu PGB-Strukturen bei unterschiedlichen Verformungstemperaturen, die experimentellen Fließspannungen und mesoskopischen Strukturlängen in EK mit Mehrfachgleitung bei Raumtemperatur so verhalten, dass gilt  $\tau_{DR}=\tau_{PR}(d_{PR}/d_{DR})^{1/2}$ , wie es von Hähner et al. [233] vorausgesagt wird, wenn die Fließspannung in den DR durch das Wirken von pile-ups erreicht wird. Da im entlasteten Zustand mesoskopische Eigenspannungen auftreten, sollten sich die pile-ups an den PR-DR-Grenzen zwar jeweils in einem Halbzyklus aufbauen, jedoch beim Entlasten zunächst nicht vollständig reversibel sein.

Ein nur durch die röntgenographischen Messungen ermöglichter Nachweis für die mesoskopische Reichweite der weitreichenden Eigenspannungen in EK, fc, mc und smc VK ist die sehr überzeugende Übereinstimmung zwischen dem Parameter  $R_{effPR(DR)}$ , der in der Wilkens-Theorie [139] die Reichweite des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnungen beschreibt, und den mesoskopischen Strukturlängen (s. 6.1 d). In einsinnig und zyklisch verformten EK unterschiedlicher Orientierung sowie in zyklisch verformten fc VK stimmt  $R_{effPR}$  immer mit der Abmessung  $d_{PR}$  versetzungsarmer Gebiete (z.B. mit der Kanalweite in PGB- und Matrixstruktur) überein. Wenn sich  $d_{PR}$  beispielsweise mit wachsender äußerer Spannung verringert, so ändert sich auch  $R_{effPR}$  im gleichen Maß. Für die versetzungsdichten Gebiete DR ist  $R_{effDR}$  dagegen relativ unabhängig von der äußeren Spannung und für einen Versetzungsstrukturtyp konstant (PGB-Wand:  $R_{effDR} \approx 115\text{nm}$ , DR in eckorientierten EK:  $R_{effDR} \approx 140\text{nm}$ , DR in fc VK:  $R_{effDR} \approx 65\text{nm}$ ). Damit ist  $R_{effDR}$  in jedem Fall erheblich größer als der mittlere Dipolabstand in den DR. Möglicherweise gibt die Verzerrungsreichweite von ca. 100nm die Größenordnung eines elementaren Bausteins für die versetzungsdichten Gebiete an, die bei zyklischer plastischer Verformung in Ni erzeugt werden können. Das von Brown vorgeschlagene Konzept [92] statistisch deformierbarer Wände, in dem unter Berücksichtigung der Wirkung von weitreichenden inneren Spannungen die Wechselwirkung zwischen in die Wand eindringenden Versetzungen und den Wand-Dipolen eine relativ temperaturunabhängige Wanddicke  $d_W$  in der Größenordnung von 150nm vorhersagt wird, ist im Prinzip verträglich mit dem hier diskutierten Bild der durch mesoskopische Eigenspannungen bestimmten lokalen Spannung in den DR.

In allen untersuchten Materialklassen von ermüdeten smc VK ist die für die Gesamtversetzungsstruktur berechnete mittlere Reichweite  $R_{eff}$  etwa gleich der Abmessung  $d_{fSE}$  nahezu defektfreier Gebiete, in denen die plastische Verformung bevorzugt ablaufen sollte (s. 6.2.3). Wie  $d_{fSE}$  nimmt auch  $R_{eff}$  mit wachsender Verformungsamplitude zu. Es ist wahrscheinlich, dass die Heterogenität der plastischen Verformung dieser Strukturelemente (s. 6.2.1e) zu weitreichenden Eigenspannungen führt, die ganz analog zu denen in mesoskopisch inhomogenen ermüdungstypischen Versetzungsanordnungen sind.

### 6.2.3 Einfluss der Kristallitgröße auf die Verformungsprozesse

#### a) Grenzwerte

Bei der Modellierung des Verformungsverhaltens von Ni-VK ist zu berücksichtigen, dass die Zyklischen Spannungs-Dehnungskurven für Korngrößen  $d \geq 3\mu\text{m} = d^*$  nicht signifikant

von der Korngröße abhängen. Für den Bereich zwischen  $100\text{nm} < d < 3\mu\text{m}$  nimmt dagegen die Sättigungsspannungsamplitude bei gegebener plastischer Dehnungsamplitude deutlich mit abnehmender Korngröße zu, so wie es im klassischen Hall-Petch-Modell für die einsinnige Verformung erwartet wird. Aus den experimentellen Untersuchungen folgt, dass ein inverses Hall-Petch-Verhalten in Ni - wenn überhaupt- erst bei Korngrößen  $d < 20\text{nm}$  erwartet werden kann. In diesem Korngrößenbereich sollte dann auch die röntgenographisch bestimmte Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{\text{X-ray}}$  mit der beispielsweise in TEM-Aufnahmen bestimmbaren Korngröße übereinstimmen.

Hinsichtlich der Herausbildung von ermüdungstypischen Versetzungsanordnungen ist gesichert, dass diese nur in Kristalliten mit  $d \geq 1\mu\text{m}$  auftreten. Bei Korngrößen  $d < 1\mu\text{m}$  wird zumindest ein Teil der bei zyklischer plastischer Verformung gebildeten Versetzungen in Korngränzennähe gespeichert. Die in Kristalliten mit  $d \geq 1\mu\text{m}$  beobachtete minimale Ausdehnung mesoskopischer Strukturelemente  $d_{\text{mSE}} = d_{\text{PR}} + d_{\text{DR}}$  beträgt  $\approx 500\text{nm}$  bei Raumtemperatur. Die Größe  $d_{\text{mSE}}$  nimmt mit wachsender äußerer Spannungsamplitude vor allem auf Kosten von  $d_{\text{DR}}$  ab, bis der genannte Grenzwert bei  $\sigma_{\text{as}} \approx 500\text{MPa}$  erreicht ist. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Eigenspannungsmessung im Verformungszyklus folgt auch aus der Tatsache, dass  $d^*$  größer als die minimale mesoskopische Strukturlänge  $d_{\text{mSE}}$  ist, zwanglos, dass die Versetzungsbewegung in Kristalliten mit  $d \geq d^*$  zumindest effektiv über mehrere mesoskopische Strukturelemente hinweg erfolgen sollte, bzw. dass auch die DR in hohem Maß an der plastischen Verformung teilnehmen.

#### *b) Gefüge und Mikrostruktur von „as-produced“ smc und nc Ni-VK*

Bei den in der vorliegenden Arbeit verwendeten Methoden des equal channel angular pressing (ECAP) und der gepulsten Elektrodeposition (PED) zur Herstellung von smc/nc Korngefügen enthalten die Untersuchungsproben bereits im „as-produced“ Zustand eine hohe Dichte von Gitterdefekten, insbesondere von Versetzungen [278]. Die damit verbundenen Gitterverzerrungen sind um so größer, je kleiner die mittleren Korngrößen sind, d.h. bei den untersuchten smc/nc Gefügen ist keine voneinander unabhängige Untersuchung von durch die Korngröße und durch die Ausgangsdefektdichte hervorgerufenen Effekte möglich.

Die hohe Versetzungsdichte und die speziellen Anordnungen der Versetzungen, z.B. in Kleinwinkelkorngränzen, sind darüber hinaus dafür verantwortlich, dass die mit verschiedenen experimentellen Methoden bestimmten „Korngrößen“ nicht übereinstimmen. Bei Proben mit smc Korngefügen ist die Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{\text{X-ray}}$  immer um etwa einen Faktor 3 kleiner als die aus TEM-Dunkelfeldaufnahmen ermittelbare Größe  $d_{\text{SE}}$  von Gebieten mit einheitlichem Kontrast, und um etwa einen Faktor 7 kleiner als die in REM-Aufnahmen mit rückgestreuten Elektronen bestimmbare Größe  $d_{\text{BSE}}$  von Gebieten mit einheitlichem Orientierungskontrast. Diese Skalierung erschwert die Aufdeckung der physikalischen Natur der ablaufenden Verformungsprozesse erheblich, da die für ganz verschiedene Verformungsmechanismen vorausgesagten Zusammenhänge zwischen der äußeren Spannung und der Korngröße sich quantitativ kaum so voneinander unterscheiden, dass die durch die verwendete experimentelle Methode der Korngrößenbestimmung hervorgerufene Unsicherheit für  $d$  bei der Bewertung der Plastizierungsmodelle nicht ins Gewicht fällt.

*c) Transformation von Mikrostruktur und Gefüge in smc/nc VK bei plastischer Verformung*

Bei der Zugverformung von smc/nc VK wird erst bei plastischen Dehnungen von einigen Prozent eine über die Messfehler hinausgehende Veränderung der Ausgangs-Mikrostruktur und des Ausgangsgefüges nach Entlastung beobachtet. In ECAP-Materialien tritt eine Teiltransformation auf, die eine Reduktion der mittleren Versetzungsdichte  $\rho$  und eine Erhöhung der Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{X\text{-ray}}$  sowie der Reichweite  $R_{\text{eff}}$  des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung beinhaltet. In der durch starke plastische Verformung während des ECAP-Prozesses erzeugten Versetzungsanordnung müssen demnach bei der anschließenden Zugverformung Annihilations- sowie Umordnungsprozesse ablaufen. Im Unterschied dazu dominieren in mc und smc PED Ni-VK Prozesse der Erzeugung und Speicherung von Versetzungen, die zu einer Erhöhung von  $\rho$  und einer Abnahme von  $D_{X\text{-ray}}$  sowie  $R_{\text{eff}}$  führen. Die Ursache dafür sollte in dem hier gegenüber ECAP-Materialien vergleichsweise hohen Anteil von nahezu defektfreien Gebieten im as-produced Zustand der Proben bestehen, in denen die Verformungsprozesse bevorzugt stattfinden.

Bei zyklischer plastischer Verformung laufen dagegen Ent- oder Verfestigungseffekte ab, die nicht ausschließlich auf die Herstellungsverfahren zurückzuführen sind. So kann unabhängig von der Materialklasse festgestellt werden, dass bei gegebener Amplitude der plastischen Dehnung  $\epsilon_{\text{pa}}$  unterhalb einer kritischen Korngröße immer eine zyklische Entfestigung, oberhalb dieser Korngröße zyklische Verfestigung auftritt. Mit wachsender Verformungsamplitude wird die kritische Korngröße für den Übergang zwischen Ent- und Verfestigung immer größer. Das bedeutet, dass die Transformationsprozesse, die zu einem entfestigend wirkenden Ab- bzw. Umbau der Ausgangsmikrostruktur führen, um so effektiver ablaufen, je größer  $\epsilon_{\text{pa}}$  ist und umgekehrt, dass bei kleinen Verformungsamplituden die bei zyklischer plastischer Verformung erzeugten Versetzungen in die Ausgangsmikrostrukturen eingebaut werden können, was zur Verfestigung führt. Letzteres ist umso einfacher, je höher die Ausgangskorngröße und damit je geringer die Gitterstörungen im Ausgangszustand sind.

Die resultierende Versetzungsdichte im Gleichgewicht zwischen Versetzungsannihilation und Generation ist für alle smc Materialklassen am geringsten bei Verformungsamplituden  $\epsilon_{\text{pa}} \approx 10^{-3}$ . Wie von Holste et al. [32] aus der Analyse von mechanischen Hystereseschleifen abgeleitet, sollte in VK bis zu diesen plastischen Dehnungen eine weitreichende Versetzungsbewegung stattfinden, die im Wesentlichen auf die nahezu versetzungsfreien Volumenbereiche beschränkt ist. Diese Verformungslokalisierung könnte einerseits zu einer Relaxation der Gitterverzerrungen des Ausgangszustands führen und andererseits nicht mit einer Speicherung neugebildeter Versetzungen in den DR verbunden sein. Ein solches Minimum der Versetzungsdichte bei  $\epsilon_{\text{pa}} \approx 10^{-3}$  unterscheidet die smc/nc Materialien deutlich von den rekristallisierten cc, fc und mc Vielkristallen, bei denen die Versetzungsdichte immer mit wachsender Verformungsamplitude steigt. Ein weiteres Phänomen dieser speziellen Transformationsprozesse in der Ausgangsmikrostruktur von smc VK nach zyklischer plastischer Verformung besteht darin, dass die Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{X\text{-ray}}$  zwar weiterhin, wie im Ausgangszustand, um einen Faktor von  $\approx 1,5$  größer als der mittlere Versetzungsabstand  $\rho^{-1/2}$  ist, jedoch skaliert  $D_{X\text{-ray}}$  nicht mehr mit den Korngrößen  $d_{\text{SE}}$  oder  $d_{\text{BSE}}$ . Es ist daher zu vermuten, dass die Teiltransformationsprozesse in der Ausgangsmikro-

struktur von smc/nc VK zu Gesamtversetzungsdichten führen, die Artefakte der Ausgangsversetzungsstruktur sowie an die zyklische Verformung angepasste Versetzungsanordnungen enthalten, jedoch insgesamt nicht mehr über eine einheitliche Taylor-Beziehung mit der Fließspannung bzw. Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$  korreliert werden können.

Hinsichtlich des Korngefüges zeigt sich, dass es in mc und PED mit einem hohen Anteil an Großwinkel- und Zwillingskorn Grenzen bei zyklischer Beanspruchung stabil ist, auch wenn wie in PED Ni-Proben eine Abnahme der äußeren Spannungsamplitude auftritt. In ECAP-Materialien mit einem hohen Anteil an Kleinwinkelkorn Grenzen im Ausgangszustand gibt es dagegen bei zyklischer plastischer Verformung die Tendenz zur Kornvergrößerung. Allerdings ändert sich dabei der Anteil der Kleinwinkelkorn Grenzen an der Missorientierungswinkelverteilung der Kristallite nicht.

*d) Einfluss der Korngröße auf die Verformungsprozesse bei zyklischer plastischer Verformung*

Während wie oben ausgeführt, für smc/nc VK kein gemeinsamer Zusammenhang zwischen Spannungsamplitude und Versetzungsdichte nach zyklischer plastischer Verformung besteht, lassen sich die Messdaten für alle Materialklassen dagegen sehr gut durch Beziehungen der Form  $\sigma_{as} = \sigma_{0zO}(\epsilon_{pa}) + k_{zO}(\epsilon_{pa})/d_{BSE}$  und  $\sigma_{as} = \sigma_{0zHP}(\epsilon_{pa}) + k_{zHP}(\epsilon_{pa})/(d_{BSE})^{1/2}$  beschreiben, deren graphische Darstellungen als „zyklischer“ Orowan- bzw. Hall-Petch-Plot bezeichnet werden. Unter Berücksichtigung der Messfehler kann nicht eindeutig geschlossen werden, in welchem Plot man die Daten besser durch lineare Funktionen anfitet. Sicher ist, dass die Anstiege  $k_{zO}$  und  $k_{zHP}$  sowie die Absolutglieder  $\sigma_{0zO}$  und  $\sigma_{0zHP}$  mit wachsender Amplitude steigen. Überträgt man den Vorschlag von Ashby [19] für die Deutung eines  $\sigma$ - $\rho^{-1/2}$ -Zusammenhangs auf die plastische Verformung in einem Lastzyklus, so müsste zunächst nach Taylor-Art ein linearer Zusammenhang zwischen  $\sigma_{as}$  und der Wurzel aus der Gesamtversetzungsdichte  $\rho$  bestehen, und der Laufweg  $L$  mobiler Versetzungen der Dichte  $\rho_{mob} = X_p \rho$  beim Aufbringen der Verformungsamplitude der Korngröße proportional sein mit  $L = X_L d$ . Dann ergibt sich für den Hall-Petch-Anstieg  $k_{zHP} \propto (\epsilon_{pa}/(X_p X_L))^{1/2}$ . Abgesehen davon, dass kein Taylor-Zusammenhang zwischen  $\sigma_{as}$  und  $\rho^{1/2}$  besteht, müsste für eine Erklärung der experimentell bestimmten zyklischen Hall-Petch-Geraden mit diesem Modell der Anteil mobiler Versetzungen  $X_p$  an der Gesamtversetzungsdichte und/oder der Anteil des Laufwegs  $X_L$  an der Korngröße mit  $\epsilon_{pa}$  zunehmen. Das ist physikalisch nicht auszuschließen. Eine zwanglosere, auch quantitativ richtige Interpretation der Messdaten an smc VK erhält man jedoch für den zyklischen Orowan-Plot, wenn man annimmt, dass die Spannungsamplitude durch das Ausbeulen von Versetzungen bestimmt wird, deren Segmentlänge der Abmessung der nahezu versetzungsfreien Strukturelemente  $d_{tSE}$  entspricht. Dann muss gelten  $k_{zO}(\epsilon_{pa}) = MGb/d_{tSE}(\epsilon_{pa})$ , was durch Messung der Größe  $d_{tSE}$  in TEM-Aufnahmen der Versetzungsanordnungen von smc Materialien bestätigt wurde [116]. Sie verhält sich für die betrachteten Materialklassen etwa proportional zur Korngröße  $d_{BSE}$  bei  $\epsilon_{pa} = \text{konst.}$  und nimmt, genauso wie die mesoskopische Strukturgröße  $d_{mSE} = d_{PR} + d_{DR}$  in cc und fc VK, mit wachsender Amplitude  $\epsilon_{pa}$  bzw.  $\sigma_{as}$  ab, was der gemessenen Abhängigkeit von  $k_{zO}(\epsilon_{pa})$  entspricht. Für dieses Modell spricht außerdem, dass sich auch das Spektrum der röntgenographisch gemessenen weitreichenden Eigen-

spannungen mit der experimentell bestimmten Standardabweichung der Abmessungen nahezu versetzungsfreier Gebiete in smc Ni-VK korrelieren lässt. Damit sollten die Plastizierungsprozesse in diesen Gebieten das makroskopische Probenverhalten von smc Ni-VK bei zyklischer plastischer Verformung bestimmen.



## 7 Zusammenfassung

Die große Herausforderung bei der Analyse von Bragg-Beugungsprofilen zur Charakterisierung der Mikrostruktur und des Verformungsverhaltens von Ni-Ein- und -Vielkristallen besteht in der geeigneten Anpassung der Auswertelgorithmen an die Gegebenheiten der Realstruktur. Im Mittelpunkt des Interesses standen dabei die Gewinnung experimenteller Fakten zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung weitreichender Eigenspannungen auf unterschiedlichen Strukturniveaus, zum Zusammenhang zwischen lokaler Spannung, lokaler Versetzungsdichte und geometrischen Strukturparametern der Versetzungsanordnung sowie zum Einfluss der Korngröße auf die Entwicklung der Mikrostruktur und auf die dominierenden Verformungsmechanismen bei einsinniger und zyklischer plastischer Verformung.

Als experimentelle Methode wurde die hochauflösende Röntgenbeugung (HRXD) mit Röntgenstrahlung unter Laborbedingungen und mit Synchrotronstrahlung an der ESRF in Grenoble (beam-line ROBL) eingesetzt. Darüber hinaus wurde ein großer Fundus von Aufnahmen an Raster- und Transmissionselektronenmikroskopen genutzt, um die notwendigen Kenntnisse über Gefüge und geometrische Strukturparameter zu erlangen an Ni-Einkristallen, an rekristallisierten Ni-Vielkristallen mit Korngrößen zwischen 300 und 3  $\mu\text{m}$  sowie an Ni-Vielkristallen mit submikro- bis nanokristallinem Korngefüge, die durch Verfahren der starken plastischen Verformung (equal channel angular pressing, ECAP) und der gepulsten Elektrodeposition (PED) hergestellt wurden.

Das vorgeschlagene Konzept zur Analyse von Bragg-Beugungsprofilen, das der heterogenen Versetzungsanordnung auf unterschiedlichen Maßstabsskalen Rechnung trägt, hat sich als ein nützliches und leistungsstarkes Werkzeug erwiesen. Der erreichte Fortschritt besteht speziell in der voneinander unabhängigen Bestimmung von weitreichenden Eigenspannungen auf makroskopischem, kristallinem und mesoskopischem Strukturniveau, von „lokalen“ Versetzungsdichten auf einem mesoskopischen Strukturniveau sowie von Charakteristika des Korngefüges. Dies wurde vor allem ermöglicht durch Variation der Messrichtung im Probenkoordinatensystem und des *hkl*-Reflextyps bei Messungen an einer Probe, durch die Kombination von Messergebnissen, die an Einkristallen, an Einzelkristalliten eines Vielkristalls und an Vielkristallen gewonnen wurden, durch Messung an einer Untersuchungsprobe nach Entlastung von verschiedenen Punkten innerhalb eines Lastzyklus und durch die Einbeziehung der Ergebnisse elektronenmikroskopischer Untersuchungen in die Profilanalyse.

Aus den röntgendiffraktometrischen Experimenten kann gefolgert werden, dass weitreichende Eigenspannungen auftreten, die auf die heterogene plastische Verformung des Verbunds der Strukturelemente eines Strukturniveaus zurückführbar sind. Solange die Korngröße  $d$  in den Proben groß genug ist (bei Raumtemperatur  $d > 3 \mu\text{m}$ ), damit sich in den Kristalliten eine mesoskopisch heterogene Versetzungsanordnung herausbilden kann, überwiegen bei zyklischer plastischer Verformung die weitreichenden Eigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega}^E$  auf einem mesoskopischen Strukturniveau, die sich zwischen benachbarten versetzungsreichen und -armen Gebieten in charakteristischer Weise ändern, gegenüber den Eigenspannungen  $\Delta\tau_v^E$  mit Kristallitreichweite. Bei noch geringeren Korngrößen, bei denen eine mesoskopisch heterogene Versetzungsanordnung innerhalb der Kristallite nicht mehr auftritt, sind die

beobachteten weitreichenden Eigenspannungen dann den Kristalliten zuzuordnen. Im betrachteten Korngrößenbereich bis hinunter zu etwa 100nm nehmen die Eigenspannungen mit abnehmender Korngröße zu. Die genannten Eigenspannungsbeiträge besitzen jeweils Verteilungsfunktionen, die auf eine Statistik der plastischen Verformung auf mesoskopischem und kristallinem Strukturniveau hinweisen, die über ein 2-Komponentenmodell hinausgeht.

In Einkristallen sowie in grob- und feinkristallinen Vielkristallen treten Eigenspannungen  $\Delta\tau_{\omega}^E$  auf, die im Mittel die vor der Entlastung angelegte äußere Spannung in den mesoskopischen versetzungsreichen Gebieten (DR) unterstützen und dieser in den versetzungsarmen Gebieten (PR) entgegenwirken.

Es wird angenommen, dass die lokale Spannung unter Last gleich der Summe von äußerer und Eigenspannung ist. Aus der Änderung der Eigenspannungen im Lastzyklus und aus dem beobachteten linearen Zusammenhang zwischen lokaler Spannung  $\tau_{DR}$  und der Wurzel  $(\rho_{DR})^{1/2}$  aus der lokalen Versetzungsdichte wird dann sowohl für Ni-Einkristalle unterschiedlicher Orientierung als auch für cc/fc Ni-Vielkristalle geschlussfolgert, dass auch in den versetzungsreichen Gebieten bei genügend großen plastischen Scherdehnungen ( $\Sigma\gamma_{pa} > 10^{-3}$ ) eine Fließspannung erreicht wird, und damit bei Weiterverformung der Plastizierungsunterschied zwischen DR und PR nicht mehr anwächst. Die Fließspannung in den versetzungsarmen Gebieten sollte dagegen eher durch einen linearen Zusammenhang zwischen  $\tau_{PR}$  und dem Kehrwert  $1/d_{PR}$  der mittleren Ausdehnung eines PR in Richtung des primären Burgersvektors, d.h. durch die Ausbeulspannung einer Versetzung mit der Segmentlänge  $d_{PR}$ , als über einen linearen Zusammenhang zwischen  $\tau_{PR}$  und  $(\rho_{PR})^{1/2}$  und damit durch eine Versetzungs-Versetzungs-Wechselwirkung bestimmt sein.

Für die weitreichenden Eigenspannungen in allen untersuchten Materialklassen vom Einkristall bis zum Vielkristall mit submikrokristallinem Gefüge gilt, dass sie mit der äußeren Spannung  $\sigma$  bei einsinniger Verformung bzw. mit der Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$  im mechanisch stabilisierten Zustand bei zyklischer plastischer Verformung wachsen. Für ermüdete Einkristalle trifft diese Beobachtung auch dann zu, wenn die Erhöhung der äußeren Spannungsamplitude bei gleicher Verformungsamplitude durch Absenken der Verformungstemperatur oder durch die Aktivierung mehrerer Gleitsysteme bei ungünstiger Kristallorientierung hervorgerufen wird. Die Eigenspannungserhöhung zeigt sich insbesondere in der Proportionalität zwischen der Wurzel  $\langle(\Delta\tau^E)^2\rangle^{1/2}$  aus dem mittleren Schubeigenspannungsquadrat und der Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$ .

Bei der röntgendiffraktometrischen Untersuchung von submikro- und nanokristallinen Vielkristallen muss berücksichtigt werden, dass hier die Größe kohärent streuender Bereiche  $D_{X\text{-ray}}$  nicht mehr durch die mesoskopische Versetzungsanordnung, sondern durch die Kristallitgröße selbst mitbestimmt wird. Bei den hier untersuchten ECAP- und PED-Proben wurde festgestellt, dass im Ausgangszustand charakteristische feste Relationen zwischen dem mittleren Versetzungsabstand,  $D_{X\text{-ray}}$  und den im Transmissions- und Rasterelektronenmikroskop bestimmbaren mittleren Subkorn- und Korngrößen bestehen. Diese Beziehungen drücken sich auch in einer indirekten Proportionalität zwischen den inneren Spannungen und der mittleren Subkorngröße aus. Dies bedeutet, dass Effekte der Ausgangskorngröße und der Ausgangsdefektstruktur auf das Verformungsverhalten bei diesen Materialklassen nicht getrennt voneinander untersucht werden können.

Während eine einsinnige plastische Verformung bis zu Dehnungen von etwa 6% nur zu geringfügigen Veränderungen in Mikrostruktur und Gefüge in smc Ni-Proben führt, ruft zyklische plastische Verformung eine teilweise Transformation von Ausgangs-Mikrostruktur und -Gefüge hervor, die von einer zyklischen Entfestigung, Verfestigung oder auch Konstanz der Spannungsamplitude begleitet werden kann. Das Korngefüge bleibt dabei in PED-Vielkristallen im Wesentlichen erhalten, während in ECAP-Vielkristallen bei genügend großen Verformungsamplituden eine Kornvergrößerung eintritt.

Minimale Versetzungsdichten im Vergleich mit dem Ausgangszustand stellen sich in allen untersuchten smc Korngefügen jeweils bei Amplituden der plastischen Dehnung von etwa  $10^{-3}$  ein. In den untersuchten submikro- und nanokristallinen Vielkristallen besteht deshalb auch nach zyklischer plastischer Verformung kein linearer Zusammenhang zwischen der äußeren Spannungsamplitude und der Wurzel aus der totalen Versetzungsdichte mehr. Das kann dahingehend interpretiert werden, dass in den Probenbereichen, die bereits durch den Probenherstellungsprozess eine hohe Versetzungsdichte aufweisen, bei zyklischer plastischer Verformung die Fließspannung nicht mehr erreicht wird und sich damit kein Gleichgewicht zwischen Erzeugung und Annihilation von Versetzungen einstellen kann.

Die experimentellen Daten für die Spannung  $\sigma_{0,2\%}$  im Zugversuch und die Spannungsamplitude  $\sigma_{as}$  bei zyklischer plastischer Verformung mit konstanter Amplitude der plastischen Dehnung lassen sich im untersuchten Bereich der Korngröße  $d$  zwischen  $3\mu\text{m}$  und etwa  $100\text{nm}$  durch lineare Funktionen von  $d^n$  darstellen, wobei der Exponent  $n$  zwischen 0,5 und 1 liegen kann. Wegen der eingeschränkten Teilnahme der Gebiete mit hoher Versetzungsdichte an der plastischen Verformung kann vermutet werden, dass der dominierende Verformungsprozess für diese Korngefüge ein Ausbeulen von Versetzungen in den beobachteten nahezu defektfreien Gebieten ist.

Mit der vorgelegten Konzeption zur Analyse von Bragg-Beugungsprofilen eröffnen sich prinzipiell weitere Möglichkeiten, um aus allen, die Lage und Form des Beugungsprofils beschreibenden Parametern, noch mehr Informationen z.B. über den tensoriellen Charakter der weitreichenden Eigenspannungen in smc Vielkristallen zu gewinnen. Eine Weiterentwicklung des Konzepts könnte darüber hinaus in der Modellierung der Streuprozesse an kurzen Dipolschleifen und sog. faulted dipols bestehen, damit die Dichte dieser Versetzungen als Bestandteil der ermüdungstypischen Versetzungsanordnungen korrekt bestimmt werden kann. Wenn es darum geht, Informationen über Mikrostruktur und Verformungsverhalten an nanokristallinen Vielkristallen mit Korngrößen deutlich unterhalb von  $100\text{nm}$  zu erlangen, so sind jedoch wegen der hohen Reversibilität der unter Last erzeugten Gitterdefekte beim Entlasten wahrscheinlich sowohl experimentell als auch konzeptionell völlig neue Vorgehensweisen bei der Messung und Analyse von Bragg-Beugungsprofilen notwendig.



## 8 Literaturverzeichnis

### *Kapitel 1*

- [1] Frost, H. J., Ashby, M. F.: Deformation mechanism maps- the plasticity and creep of metals and ceramics. 1. Auflage, Pergamon Press, Oxford, Frankfurt, 1982
- [2] Laird, C.: The fatigue limit of metals, *Mater. Sci. Eng.* **22** (1976) 231-236
- [3] Thompson, N., Wadsworth, N. J.: Metal fatigue, *Adv. Phys.* **7** (1958) 72-171
- [4] Schmidt, G. K.: Method for Obtaining the Spectrum of Plastic Strains of Mesoscopic Volume Elements in Fatigued Materials Investigated by X-Rays. I. Plastic and Elastic Strains in Fatigued Material, *phys. stat. sol. (a)* **82** (1984) 75-84, II. Distribution of Elastic Strains and X-Ray Reflex Profiles, *phys. stat. sol. (a)* **82** (1984) 413-420
- [5] Macherauch, E., Hauk, V.: Eigenspannungen. (Entstehung-Messung-Bewertung). DGM, Oberursel, 1983
- [6] Haasen, P.: Physikalische Metallkunde, 3. Auflage, Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1994

### *Kapitel 2*

- [7] Diehl, J.: Zugverformung von Kupfer-Einkristallen, *Z. Metallkd.* **47** (1956) 331-343
- [8] Argon, A. S., Haasen, P.: A new mechanism of work hardening in the late stages of large strain plastic flow in f.c.c. and diamond cubic crystals, *Acta metall. mater.* **41** (1993) 3289-3306
- [9] Müller, M., Zehetbauer, M., Borbély, A., Ungár, T.: Stage IV work hardening in cell forming materials. Part I: Features of the dislocation structure determined by X-ray line broadening, *Scripta Mater.* **35** (1996) 1461-1466, Part II: A new mechanism, *Scripta Mater.* **35** (1996) 1467-1473
- [10] Nabarro, F. R. N., Basinski, Z. S., Holt, D. B.: The Plasticity of Pure Single Crystals, *Adv. Phys.* **13** (1964) 193-323
- [11] Hughes, D. A.: Microstructure evolution, slip patterns and flow stress, *Mater. Sci. Eng.* **A319-321** (2001) 46-54
- [12] Conrad, H., Narayan, J.: On the grain size softening in nanocrystalline materials, *Scripta mater.* **42** (2000) 1025-1030
- [13] Van Swygenhoven, H., Weertman, J. R.. Deformation in nanocrystalline metals, *Materials today* **9** (2006) 24-31
- [14] Kim, H. S., Estrin, Y., Bush, M. B.: Constitutive modelling of strength and plasticity of nanocrystalline metallic materials, *Mater. Sci. Eng.* **A316** (2001) 195-199
- [15] Taylor, G. I.: The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical, *Proc. Roy. Soc. London, Series A* **145** (1934) 362-387
- [16] Kocks, U. F., Mecking, H.: Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case, *Progress in Materials Science* **48** (2003) 171-273

- [17] Li, J. C. M.: Petch Relation and Grain Boundary Sources, *Trans. Metall. Soc. AIME* **227** (1963) 239-247
- [18] Scattergood, R. O., Bacon, D. J.: The orowan mechanism in anisotropic crystals, *Phil. Mag.* **31** (1975) 179-198
- [19] Ashby, M. F.: The Deformation of Plastically Non-homogeneous Materials, *Phil. Mag.* **21** (1970) 399-424
- [20] Dimiduk, D. M., Koslowski, M., LeSar, R.: Preface to the viewpoint set on: Statistical mechanics and coarse graining of dislocations behavior for continuum plasticity, *Scripta Mater.* **54** (2006) 701-704
- [21] Sevillano, J. G., van Houtte, P., Aernoudt, E.: Large strain work hardening and textures, *Progr. Mat. Sci.* **25** (1981) 69-412
- [22] Siow, K. S., Ray, A. A. O., Oruganti, P.: Mechanical properties of nanocrystalline copper and nickel, *Mater. Sci. Technol.* **20** (2004) 285-294
- [23] Buque, C., Bretschneider, J., Schwab, A., Holste, C.: Dislocation structures in cyclically deformed nickel polycrystals, *Mater. Sci. Eng.* **A300** (2001) 254-262
- [24] Klemm, R., Thiele, E., Baum, H., Holste, C.: Cyclic plasticity of polycrystalline nickel- from submicroscale to microscale. In: Blom, A. F. (ed.) Fatigue 2002, Proc. 8th Int. Fatigue Cong., Stockholm, Sweden, 2002, Engineering Materials Advisory Services Ltd., Cradley Heath (2002) vol. **3**, 1609-1616
- [25] Bauschinger, J.: Mitteilungen aus dem Mechanisch-technischen Laboratorium der königlich Technischen Hochschule in München, **13** (1886) 1
- [26] Dickson, J. I., Boutin, J., Handfield, L.: A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses, *Mater. Sci. Eng.* **64** (1984) L7-L11
- [27] Thompson, N., Wadsworth, N. J.: Metal Fatigue, *Adv. Phys.* **7** (1958) 72-170
- [28] Thiele, E., Klemm, R., Hollang, L., Holste, C., Schell, N., Natter, H., Hempelmann, R.: An approach to cyclic plasticity and deformation-induced structure changes of electrodeposited nickel, *Mater. Sci. Eng.* **390** (2005) 42-51
- [29] Feltner, C. E., Laird, C.: Cyclic stress-strain response of f.c.c. metals and alloys. I-Phenomenological experiments, *Acta Metall.* **15** (1967) 16221-1632, II-Dislocation structures and mechanisms, *Acta Metall.* **15** (1967) 1633
- [30] Mecke, K., Blochwitz, C.: Saturation Dislocation Structures in Cyclically Deformed Nickel Single Crystals of Different Orientations, *Cryst. Res. & Technol.* **17** (1982) 743-758
- [31] Bretschneider, J., Holste, C., Tippelt, B.: Cyclic plasticity of nickel single crystals at elevated temperatures, *Acta mater.* **45** (1997) 3775-3783
- [32] Holste, C., Kleinert, W., Fischer, W.: Deformation Stages in a Stabilized Loading Cycle of Fatigued FCC Metals. I. Experimental Results, *Cryst. Res. Technol.* **22** (1987) 419-427. II. Discussion and Conclusions, *Cryst. Res. Technol.* **22** (1987) 553-558
- [33] Vinogradov, A. Y., Stolyarov, V. V., Hashimoto, S., Valiev, R. Z.: Cyclic behavior of ultrafine-grain titanium produced by severe plastic deformation, *Mater. Sci. Eng. A* **318** (2001) 163-173
- [34] Vinogradov, A., Hashimoto, S.: Fatigue of Severely Deformed Metals, *Adv. Eng. Mater.* **5** (2003) 351-358
- [35] Estrin, Y.: A versatile unified constitutive model based on dislocation density evolution. In: High temperatur constitutive modelling, ASME, Atlanta, 1991
- [36] Schwab, A., Holste, C., Bretschneider, J.: A microstructure-based approach for predicting stabilised hysteresis loops, Proc. 6th Int. Fatigue Cong., Fatigue '96, Berlin, vol. **1**, 75-80

- [37] Kleinert, W., Holste, C.: Modelling the cyclic hardening behaviour of fcc metals, Proc. 15th Risø Int. Symp. on Materials Science: Deformation-induced Microstructures: Numerical Predictions of Deformation Processes and the Behaviour of Real Materials. Andersen, S. I., Sørensen, B. F., Lorentzen, T., Pedersen, O. B., Sørensen, N. J., Risø Nat. Lab., Roskilde, Denmark, 1994, 369-374
- [38] Zbib, H. M., Aifantis, E. C.: Size effects and length scales in gradient plasticity and dislocation dynamics, *Scripta Mater.* **48** (2003) 155-160
- [39] Acharya, A., Roy, A., Sawant, A.: Continuum theory and methods for coarse-grained, mesoscopic plasticity, *Scripta Mater.* **54** (2006) 705-710
- [40] Ma, A., Roters, F., Raabe, D.: On the consideration of interactions between dislocations and grain boundaries in crystal plasticity finite element modeling-Theory, experiments, and simulations, *Acta mater.* **54** (2006) 2181-2194
- [41] Kleinert, W., Schmidt, W.: Point Defects in Push-Pull Fatigued Nickel Polycrystals, *phys. stat. sol. (a)* **60** (1980) 69-78
- [42] Sieradzki, K., Rinaldi, A., Friesen, C., Peralta, P.: Length scales in crystal plasticity, *Acta Mater.* **54** (2006) 4533-4538
- [43] Tirschler, W., persönliche Mitteilung
- [44] Tippelt, B., Bretschneider, J., Hähner, P.: The Dislocation Microstructure of Cyclically Deformed Nickel single Crystals at Different Temperatures, *phys. stat. sol. (a)* **163** (1997) 11-26
- [45] Thiele, E., Holste, C., Klemm, R.: Influence of size effect on microstructural changes in cyclically deformed polycrystalline nickel, *Z. Metallkd.* **93** (2002) 730-736
- [46] Nabarro, F. R. N.: Sequences of dislocation patterns, *Mater. Sci. Eng.* **A317** (2001) 12-16
- [47] Kwon, I. B., Fine, M. E., Mura, T.: Elastic strain energy analysis of the dislocation structures in fatigue, *Acta metall.* **36** (1988) 2605-2614
- [48] Burmeister, H.-J., Hermann, H.: A Simple Model for an Inhomogeneous Dislocation Structure, *phys. stat. sol. (a)* **54** (1979) K59-K61
- [49] Walgraef, D., Aifantis, E. C.: On the formation and stability of dislocation patterns. I.: One-dimensional considerations, *Int. J. Engng. Sci.* **23** (1985) 1351-1358, II.: Two-dimensional considerations, *Int. J. Engng. Sci.* **23** (1985) 1359-1364, III.: Three-dimensional considerations, *Int. J. Engng. Sci.* **23** (1985) 1365-1372
- [50] Kratochvil, J., Saxlova, M., Devincre, B., Kubin, L. P.: On the sweeping of dipolar loops by gliding dislocations, *Mater. Sci. Eng.* **A234-236** (1997) 318-321
- [51] Kuhlmann-Wilsdorf, Laird, C.: Dislocation Behavior in Fatigue, *Mater. Sci. Eng.* **27** (1977) 137-156
- [52] Laird, C., Charsley, P., Mughrabi, H.: Low Energy Dislocation Structures Produced by Cyclic Deformation, *Mater. Sci. Eng.* **81** (1986) 433-450
- [53] Hollmann, M.: Strain localization in nickel single crystals cyclically deformed at 77K, *Phil. Mag. Lett.* **80** (2000) 613-619
- [54] Tirschler, W., Tamm, R., Blochwitz, C., Skrotzki, W.: Texture stability of nickel during cyclic deformation at room temperature, *Mat. Sci. Eng.* **A254** (1998) 311-314
- [55] Vinogradov, A., persönliche Mitteilung
- [56] Weidner, A., Beyer, R., Blochwitz, C., Holste, C., Schwab, A., Tirschler, W.: Slip activity of persistent slip bands in polycrystalline nickel, *Mater. Sci. Eng.* **A435-436** (2006) 540-546

- [57] Mecke, K., Messerschmidt, U.: HVEM In-situ Deformation Investigations on Cyclically Deformed Nickel Single Crystal, *Kristall und Technik* **14** (1979) 1319-1323
- [58] Kröner, E.: Zur plastischen Verformung des Vielkristalls, *Acta Metall.* **9** (1961) 155-161
- [59] Eshelby, J. D.: The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems, *Proc. Roy. Soc. A* **241** (1957) 376-396
- [60] Mott, N. F., Nabarro, F. R. N.: Report on Strength of Solids, Physical Society, London, 1948
- [61] Mughrabi, H., Pschenitzka, F.: Constrained glide and interaction of bowed-out screw dislocations in confined channels, *Phil. Mag.* **85** (2005) 3029-3045
- [62] Lepinoux, J., Kubin, L. P.: *In situ* TEM observation of the cyclic dislocation behaviour in persistent slip bands of copper single crystals, *Phil. Mag. A* **51** (1985) 675-696
- [63] Mughrabi, H.: Self-consistent experimental determination of the dislocation line tension and long-range internal stresses in deformed copper crystals by analysis of dislocation curvatures, *Mat. Sci. Eng.* **A309-310** (2001) 237-245
- [64] Buque, C., Tirschler, W., Holste, C.: Analysis of local variations of internal stresses in cyclically deformed nickel crystals by Barkhausen noise measurements, *Mater. Sci. Eng.* **A215** (1996) 168-174
- [65] Schumann, H.-D.: Changes of Coercive Force of Polycrystalline Nickel Specimens within a Single Load Cycle after Cyclic Plastic Push-Pull Deformation, *phys. stat. sol. (a)* **18** (1973) K27-K29
- [66] Schumann, H.-D.: Untersuchung ausgewählter ferromagnetischer Eigenschaften an wechselverformten einphasigen kfz- und krz-Metallen in Abhängigkeit von verschiedenen Variablen der zyklischen Verformung, Dissertation B, Pädagogische Hochschule Dresden, 1983
- [67] Weile, K.-H., Schmidt, G. K.: Untersuchung der Versetzungseffekte innerhalb der Hystereseschleife von ermüdetem polykristallinem Nickel im Gebiet der Sättigung mittels röntgenographischer Methoden, *phys. stat. sol. (a)* **31** (1975) K155-K158
- [68] Franke, R., Kleinert, W., Schmidt, W.: Vacancy Behaviour in the Course of One Loading Cycle in Push-Pull Deformed Polycrystalline Nickel, *phys. stat. sol. (a)* **67** (1981) 469-476
- [69] Hoffmann, Ellen: Zum Verhalten der Defektstrukturen zyklisch veformter Nickel-Einkristalle in Abhängigkeit von der Verformungsvorgeschichte, Dissertation, Pädagogische Hochschule Dresden, 1982
- [70] Ungár, T., Mughrabi, H., Rönnpapel, D., Wilkens, M.: X-ray line-broadening study of the dislocation cell structure in deformed [001]-orientated copper single crystals, *Acta mater.* **32** (1984) 333-342
- [71] Borbély, A., Hoffmann, G., Aernoudt, E., Ungár, T.: Dislocation arrangement and residual long-range internal stresses in copper single crystals at large deformations, *Acta mater.* **45** (1997) 89-98
- [72] Biermann, H., Ungár, T., Pfannenmüller, T., Hoffmann, G., Borbély, A., Mughrabi, H.: Local variations of lattice parameter and long-range internal stresses during cyclic deformation of polycrystalline copper, *Acta metall. mater.* **41** (1993) 2743-2753
- [73] Mughrabi, H.: Cyclic plasticity of matrix and persistent slip bands in fatigued metals, in: Brulin, O., Hsieh, R.K.T. (eds.) *Continuum Models of Discrete Systems 4*, North-Holland Publishing Company (1981) 241-257

- 
- [74] Mughrabi, H.: Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals, *Acta metall.* **31** (1983) 1367-1379
- [75] Mughrabi, H.: On the role of strain gradients and long-range internal stresses in the composite model of crystal plasticity, *Mater.Sci.Eng.* **A317** (2001) 171-180
- [76] Mughrabi, H.: Dual role of deformation-induced geometrically necessary dislocations with respect to lattice plane misorientations and/or long-range internal stresses, *Acta mater.* **54** (2006) 3417-3427
- [77] Mughrabi, H.: The effect of geometrically necessary dislocations on the flow stress of deformed crystals containing a heterogeneous dislocation distribution, *Mater. Sci. Eng.* **A319-321** (2001) 139-143
- [78] Mughrabi, H.: Deformation-induced long-range internal stresses and lattice plane misorientations and the role of geometrically necessary dislocations, *Phil. Mag.* **86** (2006) 4037-4054
- [79] Mughrabi, H., Ungár, T.: Long-Range Internal Stresses in Deformed Single-Phase Materials: The Composite Model and its Consequences. In: Nabarro, F. R. N., Duesbery, M. S. (eds.): *Dislocations in Solids*. Elsevier Science, 2002, 345-411
- [80] Hecker, M., Burmeister, H.-J.: Strain Localization and Internal Stress Fields in Persistent Slip Bands, *phys. stat. sol. (a)* **158** (1996) 87-100
- [81] Holste, C., Burmeister, H.-J.: Change of Long-Range Stresses in Cyclic Deformation, *phys. stat. sol. (a)* **57** (1980) 269-280
- [82] Holste, C., Lange, F., Burmeister, H.-J.: Change of Activation Area during Cyclic Deformation. I. Experimental Results, *phys. stat. sol. (a)* **63** (1981) 213-221. II. Quantitative Interpretation with a Model of Heterogeneous Plastic Deformation, *phys. stat. sol. (a)* **64** (1981) 611-624
- [83] Kleinert, W.: Verformungslokalisationen in ermüdeten kfz Metallen – ein Beitrag zur geschlossenen Darstellung ihrer Entstehung und Entwicklung. Dissertation B, Pädagogische Hochschule Dresden, 1988
- [84] Bretschneider, J., Holste, C.: Cyclic plasticity of fcc single crystals- from nanoscale to macroscale. Proc. 19th Risø Int. Symp. on Materials Science: Modelling of Structure and Mechanics of Materials from Microscale to Product. Carstensen, J. V., Leffers, T., Lorentzen, T., Pedersen, O. B., Sørensen, B. F., Winther, G., Risø Nat. Lab., Roskilde, Denmark, 1998, 25-38
- [85] Hähner, P., Tippelt, B., Holste, C.: On the dislocation dynamics of persistent slip bands in cyclically deformed f.c.c. metals, *Acta mater.* **46** (1998) 5073-5084
- [86] Differt, K., Essmann, U., Dynamical model of the wall structure in persistent slip bands of fatigued metals. I. Dynamical model of edge dislocation walls, *Mater Sci. Eng. A* **164** (1993) 295-299
- [87] Neumann, P.: The interactions between dislocations and dislocation dipoles, *Acta Metall.* **19** (1971) 1233-1241
- [88] Pedersen, O. B.: The flow stress of copper, *Acta mater.* **35** (1987) 2567-2581
- [89] Pedersen, O. B.: A static-dynamic model for the process of cyclic saturation in fatigue of metals, *Phil. Mag. A* **73** (1996) 829-858
- [90] Pedersen, O. B.: A nanoscale theory of the intense slip localization causing metal fatigue, *Z. Metallkd.* **93** (2002) 790-798
- [91] Brown, L. M.: A dipole model for the cross-slip of screw dislocations in fcc metals, *Phil. Mag. A* **82** (2002) 1691-1711
- [92] Brown, L. M.: A discussion of the structure and behaviour of dipole walls in cyclic plasticity, *Phil. Mag.* **84** (2004) 2501-2520

- [93] Brown, L. M.: Dislocation Bowing and Passing in Persistent Slip Bands, *Phil. Mag.* **86** (2006) 4055-4068
- [94] Sachs, G.: Zur Ableitung einer Fließbedingung, *Z. V. dtsh. Ing.* **72** (1928) 734-736
- [95] Taylor, G. I.: Plastic strain in metals, *J. Inst. Met.* **62** (1938) 307-324
- [96] Schmidt, G. K., Morgenstern, K., Thiele, E., Wällnitz, E.: Statistische Interpretation und Korrektur von Nichtlinearitäten beim röntgenographischen  $\sin^2\psi$ -Verfahren der Eigenspannungsmessung für mechanisch ermüdete kfz. Vielkristalle, *Z. Metallkd.* **78** (1987) 851-855
- [97] Burmeister, H.-J., Berndt, M.: Inclusion Approximations Applied to the Model of Heterogeneous Plastic Deformation for Fatigued Ni Polycrystals. I. Description of the Method. Eigenstresses Due to the Different Grain Orientations, *phys. stat. sol. (a)* **94** (1986) 121-129. II. Heterogeneity of Plastic Deformation in a Mesoscopic Scale, *phys. stat. sol. (a)* **94** (1986) 545-552
- [98] Pedersen, O. B., Rasmussen, K. V., Winter, A. T.: *Acta metall.* **30** (1982) 57
- [99] Schwab, A., Holste, C.: Prediction of the cyclic stress-strain curve of polycrystalline nickel, *Acta Mater.* **50** (2002) 289-303
- [100] Budrovic, Z., van Swygenhoven, H., Derlet, P. M., van Petegem, S., Schmitt, B.: Plastic Deformation with Reversible Peak Broadening in Nanocrystalline Nickel, *Science* **304** (2004) 273-276

### **Kapitel 3**

- [101] v. Laue, M.: Röntgenstrahl-Interferenzen. 3. Auflage, Akademische Verlagsgesellschaft, Frankfurt/Main, 1960
- [102] Guinier, A.: X-ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies, W. H. Freeman and Company, San Francisco London, 1963
- [103] Warren, B. E.: X-ray Diffraction, Addison-Wesley, Reading, MA, 1969
- [104] Iveronova, V. I., Revkevich, G. P.: Teorija rassejaniya rentgenovskich lucej (Theorie der Streuung von Röntgenstrahlung) Moskauer Universität, Moskau, 1972
- [105] Klug, H. P., Alexander, L. E.: X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials, second edition, Wiley, New York, 1974, 618-708
- [106] Glocker, R.: Materialprüfung mit Röntgenstrahlen unter besonderer Berücksichtigung der Röntgenmetallkunde, 5. Auflage, Berlin Heidelberg, Springer-Verlag, 1985
- [107] Schwartz, L. H., Cohen, J. B.: Diffraction from Materials. 2nd ed., Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo, Springer-Verlag, 1987
- [108] Klimanek, P.: Möglichkeiten zur röntgenographischen Untersuchung von Gitterstörungen in Kristallen, Freiburger Forschungsheft B 132 (1968) 33-65
- [109] Klimanek, P.: Problems in diffraction analysis of real polycrystals, in: Hašek, J. (ed.): X-ray and neutron structure analysis in materials science, Plenum Press, New York London, 1989
- [110] Krivoglaz, A. M.: X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1996
- [111] Snyder, R. L., Fiala, J., Bunge, H. J. (Eds.), Defect and Microstructure Analysis by Diffraction, Oxford University Press, Oxford, 1999
- [112] Noyan, I. C., Cohen, J. B.: Residual Stress – Measurement by Diffraction and Interpretation. New York Berlin Heidelberg London Paris Tokyo: Springer-Verlag, 1987

- 
- [113] Cullity, B. D., Stock, S. R.: Elements of X-ray diffraction, 3. edition, New Jersey, Prentice Hall, 2001
- [114] Jenkins, R., Snyder, R. L.: Introduction to X-ray Powder Diffractometry, New York, Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore, John Wiley & Sons, Inc., 1996
- [115] van Berkum, J. G. M., Delhez, R., de Keijser, T. H., Mittemeijer, E. J.: Diffraction-line broadening analysis of strain fields in crystalline solids, in [111]
- [116] Klemm, R.: Zyklische Plastizität von mikro- und submikrokristallinem Nickel, *Dissertation, Technische Universität Dresden*, 2004
- [117] Warren, B. E., Averbach, B. L.: The Effect of Cold-Work Distorsion on X-Ray Patterns, *J. Appl. Phys.* **21** (1950) 595-599
- [118] Estevez-Rams, E., Leoni, M., Scardi, P., Aragon-Fernandez, B., Fuess, H.: On the powder diffraction pattern of crystals with stacking faults, *Phil. Mag.* **21** (2003) 4045-4057
- [119] Müller, P., Macherauch, E.: Das  $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung, *Z. angew. Phys.* **13** (1961) 305-312
- [120] Hauk, V., Macherauch, E.: A useful guide for X-ray stress evaluation (XSE), *Adv. X-ray Anal.* **27** (1984) 81-94
- [121] Schulze, G. E. R.: Metallphysik. Wien, Springer-Verlag, 1974
- [122] Kämpfe, B., Auerswald, E.: Röntgenographische Spannungsmessung mit dem  $\phi$ -Umlaufverfahren, AdW, Institut für Mechanik, Karl-Marx-Stadt, *FCM-Series* **23** (1987) 117-137
- [123] Lode, W., Peiter, A., Theorie des Röntgenintegralverfahrens, *Härtereitechn. Mitt.* **35** (1981) 148-155
- [124] Voigt, W.: Lehrbuch der Kristallphysik. Berlin Leipzig, Teubner-Verlag, 1928
- [125] Turki, J., Löhe, D.: Influence of Crystalline Orientation on the Distribution of the Load Stress in Coarse Grains, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 477-482
- [126] Berveiller, S., Inal, K., Patoor, E., Eberhardt, A.: Individual Grain Analysis During Martensitic Transformation in a Polycrystalline Shape Memory Alloy: Relation between Stresses and Microstructure, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 483-488
- [127] Dupke, R., Reimers, W.: X-ray Diffraction Investigation on Individual Grains in the Polycrystalline Ni-Base Superalloy IN 939 During Cyclic Loading: Residual Stresses, *Z. Metallkd.* **86** (1995) 665-670
- [128] Van Acker, K., Root, J., Van Houtte, P., Aernoudt, E.: Neutron Diffraction Measurement of the Residual Stress in the Cementite and Ferrite Phase of cold-drawn Steel Wires, *Acta mater.* **44** (1996) 4039-4049
- [129] Martins, R. V., Lienert, U., Margulies, L., Pyzalla, A.: Dynamic *In-Situ* Investigation of the Texture and Strain State within a Plastically Deformed Solid AlMg3 Torsion Sample using High Energy Synchrotron Radiation, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 115-120
- [130] Letouzé, N., Brenner, R., Castelnau, O., Béchade, J.-L.: Distribution of Residual Strain in Polycrystals: Analysis by Diffraction and Homogenisation Techniques, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 735-740
- [131] Popa, N. C.: Diffraction-line shift caused by residual stress in polycrystal for all Laue groups in classical approximations, *J. Appl. Cryst.* **33** (2000) 103-107
- [132] Reuss, A.: Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle, *Z. Angew. Math. Mech.* **9** (1929) 49-58
- [133] Behnken, H.: Strain-Function Method for the Direct Evaluation of Intergranular Strains and Stresses, *phys. stat. sol. (a)* **177** (2000) 401-418

- [134] Behnken, H.: The Orientation Dependence of Crystallite Stresses in a Deformed Alloyed Steel and a Rolled Two-Phase Brass, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 275-280
- [135] Wang, Y.-D., Tian, H., Stoica, A. D., Wang, X.-L., Liaw, P. K., Richardson, J. W.: The development of grain-orientation dependent residual stresses in a cyclically deformed alloy, published online: 19 January 2003; doi:10.1038/nmat812, nature materials/ advance online publication/ www.nature.com/naturematerials
- [136] Dölle, H., Hauk, V.: Röntgenographische Ermittlung von Eigenspannungen in texturierten Werkstoffen, *Z. f. Metallkd.* **70** (1979) 682-685
- [137] Hauk, V., Vaessen, G.: Eigenspannungen in Kristallitgruppen texturierter Stähle, *Z. f. Metallkd.* **76** (1985) 102-107
- [138] Wilkens, M.: Fundamental Aspects of Dislocation Theory. Vol. II, edited by J. A. Simmons, R. de Wit & R. Bullough, pp. 1195-1221, Natl. Bur. Stand. (US) Spec. Publ. No. 137, Washington, DC, USA, 1970
- [139] Wilkens, M.: The Determination of Density and Distribution of Dislocations in Deformed Single Crystals from Broadened Diffraction Profiles, *phys. stat. sol. (a)* **2** (1970) 359-370
- [140] Stokes, A. R., Wilson, A. J. C.: The diffraction of x-rays by distorted crystal aggregates- I, *Proc. Phys. Soc. London* **56** (1944) 174-181
- [141] Williamson, G. K., Hall, W. H.: X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta met.* **1** (1953) 22-31
- [142] Groma, I., Ungár, T., Wilkens, M.: Asymmetric X-ray Line Broadening of Plastically Deformed Crystals. I. Theory, *J. Appl. Cryst.* **21** (1988) 47-53, II. Evaluation Procedure and Application to [001]-Cu Crystals, *J. Appl. Cryst.* **22** (1989) 26-34
- [143] Groma, I.: X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution, *Phys. Rev. B* **57** (1998) 7535-7542
- [144] Wilkens, M.: X-ray Line Broadening and Mean Square Strains of Straight Dislocations in Elastically Anisotropic Crystals of Cubic Symmetry, *phys. stat. sol. (a)* **104** (1987) K1-K6
- [145] Klimanek, P., Kužel jr, R.: X-ray Diffraction Line Broadening Due to Dislocations in Non-Cubic Materials. I. General Considerations and the Case of Elastic Isotropy Applied to Hexagonal Crystals, *J. Appl. Cryst.* **21** (1988) 59-66, II. The Case of Elastic Anisotropy Applied to Hexagonal Crystals, *J. Appl. Cryst.* **21** (1988) 363-368, III. Experimental Results for Plastically Deformed Zirconium, *J. Appl. Cryst.* **22** (1989) 299-307
- [146] Ungár, T., Dragomir, I., Révész, Á., Borbély, A.: The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice, *J. Appl. Cryst.* **32** (1999) 992-1002
- [147] <http://metal.elte.hu/anizc>
- [148] Ungár, T., Tichy, G.: The Effect of Dislocation Contrast on X-ray Line Profiles in Untextured Polycrystals, *phys. stat. sol. (a)* **171** (1999) 425-434
- [149] Stephens, P. W.: Phenomenological model of anisotropic peak broadening in powder diffraction, *J. Appl. Cryst.* **32** (1999) 281-289
- [150] Pattison, P., Knudsen, K. D., Fitch, A. N.: Accuracy of molecular structures determined from high-resolution powder diffraction. The example of *m*-fluorobenzoic acid, *J. Appl. Cryst.* **33** (2000) 82-86
- [151] Barabash, R., Klimanek, P.: Phenomenological and Microscopical Description of Scattering on Different Dislocation Arrangements, *Z. Metallkd.* **92**(2001)70-75

- 
- [152] Bor, T. C., Cleveringa, H. H. M., Delhez, R., van der Giessen, E.: Simulation of X-ray diffraction-line broadening due to dislocations in a model composite material, *Mater. Sci. Eng.* **A309-310** (2001) 505-509
- [153] Bougrab, H., Inal, K., Sabar, H., Berveiller, M.: Periodic dislocation configuration analysis by lattice distortion evaluation: micromechanical approach and X-ray diffraction line broadening, *J. Appl. Cryst.* **37** (2004) 270-278
- [154] Van Berkum, J. G. M., Delhez, R., de Keijser, T. H., Mittemeijer, E. J.: Diffraction-Line Broadening due to Strain Fields in Materials; Fundamental Aspects and Methods of Analysis, *Acta Cryst.* **A52** (1996) 730-747
- [155] Klimanek, P.: X-Ray Scattering by Real Polycrystalline Materials, *Crystal Res. & Technol.* **18** (1983) K15-K17
- [156] Breuer, D., Klimanek, P., Pantleon, W.: X-ray determination of dislocation density and arrangement in plastically deformed copper, *J. Appl. Cryst.* **33** (2000) 1284-1294
- [157] Louër, D.: Microstructure et profil des raies de diffraction des rayons X. *Phys. IV France* **103** (2000) 321-337
- [158] Bertau, F. : Signification de la dimension cristalline mesurée d'après la largeur de raie Debye-Scherrer, *C.R. Acad. Sci. Paris* **228** (1949) 187-189, 492-494
- [159] Wilson, A. J. C.: X-ray Optics, 2. Ed., London, Methuen, 1962
- [160] Borbély, A., Groma, I.: Variance method for the evaluation of particle size and dislocation density from X-ray Bragg peaks, *Appl. Phys. Lett.* **79** (2001) 1772-1774
- [161] Krill, C. E., Birringer, R.: Estimating grain-size distributions in nanocrystalline materials from X-ray diffraction profile analysis, *Phil. Mag. A* **77** (1998) 621-640
- [162] Langford, J. I., Louër, D., Scardi, P. : Effect of a crystallite size distribution on X-ray diffraction line profiles and whole-powder-pattern fitting, *J. Appl. Cryst.* **33** (2000) 964-974
- [163] Ungár, T., Gubicza, J., Ribárik, G., Borbély, A. : Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis : principles and practical application to cubic and hexagonal crystals, *J. Appl. Cryst.* **34** (2001) 298-310
- [164] Scardi, P., Leoni, M.: Whole powder pattern modelling, *Acta Cryst. A* **58** (2002) 190-200
- [165] Ribárik, G., Ungár, T., Gubicza, J.: *MWP-fit*: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by *ab initio* theoretical functions, *J. Appl. Cryst.* **34** (2001) 669-676
- [166] Dalla Torre, F., van Swygenhoven, H., Victoria, M.: Nanocrystalline electrodeposited Ni: microstructure and tensile properties, *Acta Mater.* **50** (2002) 3957-3970
- [167] Ungár, T.: The Meaning of Size Obtained from Broadened X-ray Diffraction Peaks, *Adv. Eng. Mater.* **5** (2003) 323-329
- [168] Mughrabi, H., Ungár, T., Kienle, W., Wilkens, M.: Long-range internal stresses and asymmetric X-ray line broadening in tensile-deformed [001]-orientated copper single crystals, *Phil. Mag. A* **53** (1986) 793-813
- [169] Straub, S., Blum, W., Maier, H. J., Ungár, T., Borbély, A., Renner, H.: Long-range internal stresses in cell and subgrain structures of copper during deformation at constant stress, *Acta mater.* **44** (1996) 4337-4350
- [170] Gaál, I.: Scattering of X-rays by Correlated Defect Distributions, *J. Appl. Cryst.* **8** (1975) 127-127

- [171] Groma, I., Monnet, G.: Analysis of asymmetric broadening of X-ray diffraction peak profiles caused by randomly distributed polarized dislocation dipoles and dislocation walls, *J. Appl. Cryst.* **35** (2002) 589-593
- [172] Ungár, T.: Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments, *Mater. Sci. Eng.* **A309-310** (2001) 14-22
- [173] Hecker, M., Thiele, E., Holste, C.: Investigation of the tensor character of mesoscopic internal stresses in tensile-deformed nickel single crystals by X-ray diffraction, *Acta Mater.* **50** (2002) 2357-2365
- [174] Hecker, M., Thiele, E., Holste, C.: Influence of Heterogeneous Dislocation Arrangements on X-ray diffraction Profiles Measured on Cyclically Deformed Nickel Single Crystals, I. Profile Broadening at Different Plastic Strain Amplitudes. *Z. Metallkd.* **88** (1997) 321-328. II. Shape Changes of Diffraction Profiles During a Deformation Cycle. *Z. Metallkd.* **89** (1998) 203-210
- [175] Kröner, E.: Zur plastischen Verformung des Vielkristalls, *Acta Metall.* **9** (1961) 155-161
- [176] Paufler, P., Schulze, G. E. R.: *Physikalische Grundlagen mechanischer Festkörpereigenschaften I*, Akademie-Verlag, Berlin, 1978
- [177] Klemm, R., Thiele, E., Holste, C., Eckert, J., Schell, N.: Thermal stability of grain structure and defects in submicrocrystalline and nanocrystalline nickel, *Scripta Mater.* **46** (2002) 685-690
- [178] Reimann, K., Würschum, R.: Distribution of internal strains in nanocrystalline Pd studied by x-ray diffraction, *J. Appl. Phys.* **81** (1997) 7186-7192
- [179] Ungár, T., Borbély, A.: The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 3173-3175
- [180] Breuer, D., Klimanek, P., Mühle, U., Martin, U.: Analysis of the Dislocation Content in a Deformed co-based Superalloy by Transmission Electron Microscopy and X-ray Diffraction, *Z. Metallkd.* **88** (1997) 680-686

#### *Kapitel 4*

- [181] Maier, H. J., Renner, H., Mughrabi, H.: Local Lattice Parameter Measurements in Cyclically Deformed Copper by Convergent Beam Electron Diffraction, *Ultramicroscopy* **51** (1993) 136-145
- [182] Vermeulen, A. C., Delhez, R.: Line Profile Analysis (LPA) Methods: Systematic Ranking of the Quality of their Basic Assumptions, *Mater. Sci. Forum* **443-444** (2004) 127-130
- [183] Brown, D. W., Varma, R., Bourke, M. A. M., Ely, T., Holden, T. M., Spooner, S.: A Neutron Diffraction Study of Residual Stress and Plastic Strain in Welded Beryllium Rings, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 741-746
- [184] Tian, H. H., Atzmon, M.: Comparison of X-ray analysis methods used to determine the grain size and strain in nanocrystalline materials, *Phil. Mag. A* **79** (1999) 1769- 1786
- [185] Stokes, A. R.: A Numerical Fourier-analysis Method for the Correction of Widths and Shapes of Lines on X-ray Powder Photographs, *Proc. Phys. Soc.* **61** (1948) 382-391
- [186] Vives, S., Gaffet, E., Meunier, C.: X-ray diffraction line profile analysis of iron ball milled powders, *Mater. Sci. Eng.* **A366** (2004) 229-238

- [187] Enzo, S., Schiffini, L.: Profile fitting and analytical functions, in: Snyder, R. L., Fiala, J., Bunge, H. J. (Eds.), *Defect and Microstructure Analysis by Diffraction*, Oxford University Press, Oxford (1999) 29-40
- [188] Scardi, P., Leoni, M., Delhez, R.: Line broadening analysis using integral breadth methods: a critical review, *J. App. Cryst.* **37** (2004) 381-390
- [189] Allmann, R., Röntgenpulverdiffraktometrie, Verlag Sven von Loga, Köln, 1994
- [190] Young, R. A., Gerdes, R. J., Wilson, A. J. C., *Acta Cryst.* **22** (1967) 155-162
- [191] Guinier, A., Sébilleau, F.: Montage achromatique pour la détermination du profil des raies de diffraction des rayons. *C. R. Acad. Sci. Paris* **235** (1952) 888-890
- [192] Wilkens, M., Eckert, K.: Röntgenographische Untersuchungen über die Versetzungsanordnung in plastisch verformten Kupfer-Einkristallen. *Z. Naturforschung* **19a** (1964) 459-470
- [193] Lauridsen, E. M., Juul Jensen, D., Poulsen, H. F., Lienert, U.: Kinetics of individual grains during recrystallization, *Scripta mater.* **43** (2000) 561-566
- [194] Margulies, L., Winther, G., Poulsen, H. F.: In Situ Measurement of Grain Rotation During Deformation of Polycrystals, *Science* **291** (2001) 2392-2394
- [195] Cervellino, A., Derlet, P.M., Van Swygenhoven, H.: Elastic properties determined from in situ X-ray diffraction, *Acta Mater.* **54** (2006) 1851-1856
- [196] Hebesberger, T., Schafler, E., Zehetbauer, M., Pippan, R., Ungár, T., Bernstorff, S.: Electron Back Scattered Diffraction and Synchrotron X-ray Peak Profile Analysis as Tools for Microstructural Characterization of Large Strain Work Hardened Metals, *Z. Metallkd.* **92** (2001) 410-416
- [197] Ungár, T., Langford, J. I., Cernik, R. J., Vörös, G., Pflaumer, R., Oszlányi, G., Kovács, I.: Microbeam X-ray diffraction studies of structural properties of polycrystalline metals by means of synchrotron radiation, *Mater. Sci. Eng.* **A247** (1998) 81-87
- [198] Thiele, E., Hecker, M., Schell, N.: Change of internal strains in ultrafine-grained nickel due to cyclic plastic deformation, *Mater. Sci. Forum* **321-324** (2000) 598-603
- [199] Thiele, E., Bretschneider, J., Buque, C., Schell, N., Schwab, A., Holste, C.: Internal Strains in Single Grains of Fatigued Polycrystalline Nickel, *Mater. Sci. Forum* **404-407** (2002) 823-828
- [200] Ibers, J. A., Hamilton, W. C. (eds.): *International Tables for Crystallography*. vol. IV, S. 47-66, Kynoch Press, Birmingham, England, 1974
- [201] Zhilyaev, A. P., Gubicza, J., Nurislamova, G., Révész, Á., Surinach, S., Baró, M. D., Ungár, T.: Microstructural characterisation of ultrafine-grained nickel, *phys. stat. sol. (a)* **198** (2003) 263-271
- [202] Thiele, E., Bretschneider, J., Hollang, L., Schell, N., Holste, C.: Influence of thermal treatment and cyclic plastic deformation on the defect structure in ultrafine-grained nickel, Proc. NATO Advanced Research Workshop: Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation. Moscow, Russia, 1999, in: NATO Science Series by Kluwer (2000) 173-178
- [203] Skrotzki, W., Tamm, R., Klemm, R., Thiele, E., Holste, C., Baum, H.: Textural and Microstructural Characterization of Equal Channel Angular Pressed Nickel, *Mater. Sci. Forum* **408-412** (2002) 667-672
- [204] Bowen, J. R., Pragnell, P. B., Humphreys, F. J.: The effect of deformation temperature on the formation of severely strained microstructures during ECAE processing, Proc. 20<sup>th</sup> Risø Int. Symp. on Materials Science: Deformation-induced microstructures: Analysis and relation to properties. Eds.: J.B. Bilde-Sørensen, J.V. Carstensen, N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, W. Pantleon,

- O.B. Pedersen, G. Winther, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark 1999, 269-276
- [205] Hollmann, M., Bretschneider, J., Holste, C.: Dislocation structure and strain localisation in nickel single crystals cyclically deformed at 77K, *Cryst. Res. Technol.* **35** (2000) 479-492
- [206] Buque, C., Holste, C., Schwab, A. : Orientation-dependent dislocation structure and cyclic plasticity of polycrystalline nickel, Proc. 20th Risø Int. Symp. on Materials Science: Deformation-induced microstructures: Analysis and relation to properties. Eds.: J. B. Bilde-Sørensen, J. V. Carstensen, N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, W. Pantleon, O. B. Pedersen, G. Winther, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark 1999, 277-282
- [207] Gong, B., Wang, Z., Chen, D., Wang, Z.: Investigation of macro deformation bands in fatigued [001] Cu single crystals by electron channelling contrast technique, *Scripta Mater.* **37** (1997) 1605-1610
- [208] Thiele, E., Hecker, M., Holste, C.: Investigation of the Elastic Strain State in Cyclically and Tensile-Deformed [001]-oriented Nickel Single Crystals by High Resolution X-ray Diffraction, Proc. 5th Int. Conf. Residual Stresses. Ericsson, T., Odén, M., Andersson, A. (eds.) Linköping university, Linköping, Sweden, 1997, vol. 2, 1150-1155
- [209] Hecker, M., Thiele, E., Holste, C.: X-ray diffraction analysis of internal stresses in the dislocation structure of cyclically deformed nickel single crystals, *Mater. Sci. Eng.* **A234-236** (1997) 806-809
- [210] Holste, C.: Cyclic plasticity of nickel, from single crystals to submicrocrystalline polycrystals, *Phil. Mag.* **84** (2004) 299-315
- [211] Schwab, A., Meißner, O., Holste, C.: Atomic force microscopy of slip lines on the surface of a fatigued nickel single crystal. *Phil. Mag. Lett.* **77** (1998) 23-31
- [212] Gong, B., Wang, Z., Wang, Z.: Cyclic deformation behaviour and dislocation structures of [001] copper single crystals – I. Cyclic stress-strain response and surface feature, *Acta mater.* **45** (1997) 1365-1377
- [213] Li, X. W., Wang, Z. G., Li, G. Y. , Wu, S. D., Li, S. X.: Cyclic stress-strain response and surface deformation features of [011] multiple-slip oriented copper single crystals, *Acta mater.* **46** (1998) 4497-4505
- [214] Bretschneider, J., Holste, C., Kleinert, W.: Mechanical behaviour and development of dislocation arrangements of f.c.c. single crystals fatigued at 77K, *Mater. Sci. Eng.* **A191** (1995) 61-72
- [215] Schwab, A., Bretschneider, J., Buque, C., Blochwitz, C., Holste, C.: Application of electron channelling contrast to the investigation of strain localization effects in cyclically deformed fcc crystals, *Phil. Mag. Lett.* **74** (1996) 449-454
- [216] Mishin, O. V., Gertsman, V. Y., Valiev, R. Z., Gottstein, G.: Grain boundary distribution and texture in ultrafine-grained copper produced by severe plastic deformation, *Scripta Mater.* **35** (1996) 873-878
- [217] Mishin, O. V., Gottstein, G.: Microstructural aspects of rolling deformation in ultrafine-grained copper, *Phil. Mag. A* **78** (1998) 373-388
- [218] Mishin, O. V., Juul Jensen, D., Hansen, N.: Characterisation of deformation structures in ECAE-processed copper, Proc. 21st Risø Int. Symp. on Materials Science: Recrystallization – Fundamental Aspects and Relations to Deformation Microstructure. Eds.: N. Hansen, X. Huang, D. Juul Jensen, E. M. Lauridsen, T. Leffers, W. Pantleon, T. J. Sabin, J. A. Wert, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark 2000, 445-449

- 
- [219] Thomas, G. J., Siegel, R. W., Eastman, J. A.: Grain boundaries in nanophase palladium: high resolution electron microscopy and image simulation, *Scripta metal. mater.* **24** (1990) 201-206
- [220] Valiev, R. Z., Alexandrov, I. V., Chiou, W. A., Mishra, R. S., Mukherjee, A. K.: Comparative structural studies of nanocrystalline materials processed by different techniques, *Mater. Sci. Forum* **235-238** (1997) 497-506
- [221] Muller, D. A., Mills, M., J.: Electron microscopy: probing the atomic structure and chemistry of grain boundaries, interfaces and defects, *Mater. Sci. Eng.* **A260** (1999) 12-28
- [222] Essmann, U.: Elektronenmikroskopische Untersuchung der Versetzungsanordnung verformter Kupfereinkristalle. I. Die Versetzungsanordnung im Bereich I, *phys. stat. sol.* **12** (1965) 707-722; II. Die Versetzungsanordnung im Bereich II, *phys. stat. sol.* **12** (1965) 723-747
- [223] Woods, P. J.: Low-amplitude fatigue of copper and copper-at.% aluminium single crystals, *Phil. Mag.* **28** (1973) 155-191
- [224] Mecke, K., Bretschneider, J., Holste, C., Kleinert, W.: Dislocation Arrangements in Nickel Single Crystals Fatigued at Low Temperatures, *Cryst. Res. & Technol.* **21** (1986) K135-K138
- [225] Mughrabi, H., Wang, R.: Cyclic stress-strain response and high-cycle fatigue behaviour of copper polycrystals, in: Lukas, P., Polak, J. (eds.) Basic mechanisms in fatigue of metals, Prag, Academia (1988) 1-13
- [226] Holzwarth, U., Essmann, U.: Transformation of dislocation patterns in fatigued copper single crystals, *Mater. Sci. Eng.* **A164** (1993) 206-210
- [227] Bretschneider, J., Holste, C., Kleinert, W.: Mechanical behaviour and development of dislocation arrangements of f.c.c. single crystals fatigued at 77K, *Mater. Sci. Eng.* **A191** (1995) 61-72
- [228] Wang, Z., Gong, B., Wang, Z.: Cyclic deformation behaviour and dislocation structures of [001] copper single crystals-II. Characteristics of dislocation structures, *Acta mater.* **45** (1997) 1379-1391
- [229] Luoh, T., Tsai, H. T., Chang, C. P. : Dislocation structures of persistent slip bands in cyclically deformed polycrystalline copper, *Phil. Mag. A* **78** (1998) 935-948
- [230] Tippelt, B., Bretschneider, J., Holste, C.: Influence of temperature on microstructural parameters of cyclically deformed nickel single crystals, *Phil. Mag. Let.* **74** (1996) 161-166
- [231] Tippelt, B., Bretschneider, J., Hähner, P.: The Dislocation Microstructure of Cyclically Deformed Nickel single Crystals at Different Temperatures, *phys. stat. sol. (a)* **163** (1997) 11-26
- [232] Holste, C., Bretschneider, J., Tippelt, B.: Effect of deformation temperature on cyclic plasticity, *Mater. Sci. Eng.* **A234-26** (1997) 743-746
- [233] Hähner, P., Tippelt, B., Holste, C.: On the dislocation dynamics of persistent slip bands in cyclically deformed f.c.c. metals, *Acta mater.* **46** (1998) 5073-5084
- [234] Reimer, L.: Transmission Electron Microscopy- Physics of Image Formation and Microanalysis. Berlin Heidelberg New York, Springer, 1997
- [235] Williams, D. B., Carter, C. B.: Transmission Electron Microscopy- A Textbook for Materials Science. New York London, Plenum Press, 1996
- [236] Antonopoulos, J. G., Winter, A. T. : Weak-beam study of dislocation structures in fatigued copper, *Phil. Mag.* **33** (1976) 87-95

- [237] Antonopoulos, J. G., Brown, L. M., Winter, A. T.: Vacancy dipoles in fatigued copper, *Phil. Mag.* **34** (1976) 549-563
- [238] Heimendahl, M.: Einführung in die Elektronenmikroskopie. Braunschweig, Vieweg, 1970
- [239] Ambrosi, P., Homeier, W., Schwink, C.: Measurement of dislocation density in [100]- and [111]-copper single crystals with high relative accuracy, *Scripta metal.* **14** (1980) 325-329
- [240] Neuhaus, R., Schwink, C.: On the flow stress of [100]- and [111]-oriented Cu-Mn single crystals: a transmission electron microscopy study, *Phil. Mag. A* **65** (1992) 1463-1484
- [241] Kumar, K. S., Suresh, S., Chisholm, M. F., Horton, J. A., Wang, P.: Deformation of electrodeposited nanocrystalline nickel, *Acta Mater.* **51** (2003) 387-405.
- [242] Cottrell, A. H.: Dislocations and Plastic Flow in Crystals. Oxford University Press, London, 1953
- [243] Mughrabi, H.: The Long-Range Internal Stress Field in the Dislocation Wall Structure of Persistent Slip Bands, *phys. stat. sol. (a)* **104** (1987) 107-120
- [244] Mott, N. F., Nabarro, F. R. N.: Report on Strength of Solids. Physical Society, London, 1948
- [245] Schmidt, H., Kirchner, H. O. K.: Self-stress and equilibrium shapes of dislocation loops, *Phil. Mag. A* **58** (1988) 905-921

### *Kapitel 5*

- [246] Monnet, G., Bacroix, B., Lebrun, J.-L., Ungár, T.: Three-Dimensional Investigation of Long-Range Internal Stresses in a Single Crystal Deforming by Nonsymmetrical Slip, *Metall. Mater. Transactions A* **33A** (2002) 591-596
- [247] Basinski, S. J., Basinski, Z. S.: Plastic Deformation and Work Hardening. In: Nabarro, F. R. N. (ed.): Dislocation in Solids. Vol. 4. Dislocations in Metallurgy. Amsterdam New York Oxford: North-Holland Publishing Company, 1979, 261-362
- [248] Mughrabi, H.: Elektronenmikroskopische Untersuchungen der Versetzungsanordnung verformter Kupfereinkristalle im belasteten Zustand. III. Vergleich einiger Kenngrößen der Versetzungsstruktur im belasteten und im entlasteten Zustand, *Phil. Mag.* **23** (1971) 931-947
- [249] Hollang, L., Hieckmann, E., Brunner, D., Holste, C., Skrotzki, W.: Scaling Effects on the Plasticity of Nickel. *Mater. Sci. Eng.* **A424** (2006) 138-153
- [250] Hähner, P., Bay, K., Zaiser, M.: Dislocation dynamics and work hardening of fractal dislocation cell structures, *Mater. Sci. Eng.* **A272** (1999) 443-454
- [251] Hähner, P., Bay, K., Zaiser, M.: Fractal Dislocation Patterning During Plastic Deformation, *Phys. Rev. Lett.* **81** (1998) 2470-2473
- [252] Raj, S. V., Pharr, G. M.: A Compilation and Analysis of Data for the Stress Dependence of the Subgrain Size, *Mater. Sci. Eng.* **81** (1986) 217-237
- [253] Winter, A.T.: A Model of the fatigue of copper at low plastic strain amplitudes, *Phil. Mag.* **30** (1974) 719-738
- [254] Ackermann, F., Kubin, L. P., Lepinoux, J., Mughrabi, H.: The dependence of dislocation microstructure on plastic strain amplitude in cyclically strained copper single crystals, *Acta Metall.* **32** (1984) 715-725
- [255] Hirsch, P. B.: Work hardening. In: P. B. Hirsch (ed.): The physics of metals. Vol. 2. Defects. Cambridge London New York Melbourne: Cambridge University Press, 1975, 189-246

- [256] Kassner, M. E., Pérez-Prado, M.-T., Vecchio, K. S., Wall, M. A.: Determination of internal stresses in cyclically deformed copper single crystals using convergent-beam electron diffraction and dislocation dipole separation measurements, *Acta mater.* **48** (2000) 4247-4254
- [257] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: Energy Minimization of Dislocations in Low-Energy Dislocation Structures, *phys. stat. sol. (a)* **104** (1987) 121-144
- [258] Mughrabi, H.: A Two-parameter Description of Heterogeneous Dislocation Distributions in Deformed Metal Crystals, *Mater. Sci. Eng.* **85** (1987) 15-31
- [259] Essmann, U., Differt, K.: Dynamic model of the wall structure in persistent slip bands of fatigued metals. II. The wall spacing and the temperature dependence of the yield stress in saturation, *Mater. Sci. Eng. A* **208** (1996) 56-68
- [260] Balluffi, R.W., Granato, A.V.: Dislocations, vacancies and interstitials. In: Nabarro, F.R.N. (ed.) *Dislocations in Solids*. vol. 4. *Dislocations in Metallurgy*, North-Holland Publishing Company (1979) 1-133
- [261] Kubin, L. P., Kratochvil, J.: Elastic model for the sweeping of dipolar loops, *Phil. Mag. A* **80** (2000) 201-218
- [262] Verecky, S., Kratochvil, J., Kubin, L. P.: The sweeping of a dipolar loop by a glide dislocation in a PSB channel, *J. Phys. IV France* **11** (2001) 35-41
- [263] Hearmon, R. F. S.: Landolt-Börnstein, vol. **1** (1966) 1-39
- [264] Pedersen, O. B., Winter A. T.: Cyclic Hardening and Slip Localization in Single Slip Oriented Copper Crystals, *phys. stat. sol. (a)* **149** (1995) 281-296
- [265] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: Dislocation Behaviour in Fatigue. IV. Quantitative Interpretation of Friction Stress and Back Stress Derived from Hysteresis Loops, *Mater. Sci. Eng.* **39** (1979) 231-245
- [266] Buque, C.: Dislocation structures and cyclic behaviour of [011]- and [-111]-oriented nickel single crystals, *Int. J. Fatigue* **23** (2001) 671-678
- [267] Tome, C., Canova, G. R., Kocks, U. F., Christodoulou, N., Jonas, J. J.: The relation between macroscopic and microscopic strain hardening in f.c.c. polycrystals, *Acta metall.* **32** (1984) 1637-1653
- [268] Burmeister, H.-J., Holste, C., Lange, F.: Ein einfaches Modell zur Interpretation der Änderung physikalischer Größen im Verformungszyklus, *Kristall & Technik* **14** (1979) K31-K34
- [269] Butter, W.: Röntgenographische Untersuchungen zur Bestimmung des makroskopischen und mesoskopischen Eigenverzerrungszustands im Sättigungsstadium ermüdeter vielkristalliner Nickel-Proben, *Dissertation, Pädagogische Hochschule Dresden*, 1985
- [270] Brechbühl, J.: Untersuchung von Eigenspannungen unterschiedlicher Strukturebenen in ermüdeten Metall-Vielkristallen durch Anwendung röntgenographischer Methoden, *Dissertation, Pädagogische Hochschule Dresden*, 1991
- [271] Wällnitz, E.: Untersuchung des Eigenspannungszustandes in ermüdeten Nickel-Vielkristallen bezüglich verschiedener Strukturebenen durch Analyse von Röntgenintensitätsprofilen, *Dissertation, Pädagogische Hochschule Dresden*, 1987
- [272] Bollenrath, F., Hauk, V., Müller, E.: Zur Berechnung der vielkristallinen Elastizitätskonstanten aus den Werten der Einkristalle, *Z. Metallkd.* **58** (1967) 76-82
- [273] Weile, K.-H.: Untersuchung der Röntgenintensitätsprofile von wechselverformten polykristallinen Nickelproben, *Dissertation, Pädagogische Hochschule Dresden*, 1977

- [274] Thiele, E., Klemm, R., Hollang, L.: Deformation-induced change of grain structure and internal strains in micro-, submicro- and nanocrystalline nickel. Report to experiment nr. HS-1774 at beamline BM20 (ROBL), April 2002, ESRF/Grenoble. *Bi-Annual Report 2001/2002, Project-Group ESRF-Beamline (ROBL-CRG), Wissenschaftlich-Technische Berichte FZR-364*, Januar 2003, ISSN 1437-322X, p. 160.
- [275] Dragomir, I.C., Gheorghe, M., Thadhani, N., Snyder, R. L. : X-ray peak profile analysis of crystallite size distribution and dislocation type and density evolution in nano-structured Cu obtained by deformation at liquid nitrogen temperature, *Mater. Sci. Eng. A* **402** (2005) 158-162
- [276] Hollang, L., Thiele, E., Holste, C., Brunner, D.: The influence of temperature and strain rate on the flow stress of ECAP nickel, in: Zehetbauer, M. J., Valiev, R. Z. (eds.) Proc. 2nd Int. Conf. On Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: Fundamentals – Processing – Applications. Wien, Austria, 2002, J. Wiley VCH Weinheim (Germany) (2004) 131-137
- [277] Hollang, L., Hieckmann, E., Holste, C., Skrotzki, W.: Strain-rate sensitivity of additive-free PED nickel during cyclic loading, accepted by *Mater. Sci. Eng.*
- [278] Krause-Rehberg, R., Bondarenko, V., Thiele, E., Klemm, R., Schell, N.: Determination of absolute defect concentrations for saturated positron trapping – polycrystalline Ni as a case study, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B* **240** (2005) 719-725
- [279] Ungár, T., Ott, S., Sanders, P. G., Borbély, A., Weertman, J. R.: Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis, *Acta mater.* **46** (1998) 3693-3699
- [280] Zhilyaev, A. P., Gubicza, J., Nurislamova, G., Révész, Á., Surinach, S., Baró, M. D., Ungár, T.: Microstructural characterization of ultrafine-grained nickel, *phys. stat. sol. (a)* **198** (2003) 263-271
- [281] Sinclair, C. W., Poole, W. J., Bréchet, Y.: A model for the grain size dependend work hardening of copper, *Scripta Mater.* **56** (2006) 739-742
- [282] Dalla Torre, F., Spätig, P., Schäublin, R., Victoria, M.: Deformation behaviour and microstructure of nanocrystalline electrodeposited and high pressure torsioned nickel, *Acta mater.* **53** (2005) 2337-2349
- [283] Gray, G. T., Lowe, T. C., Cady, C. M., Valiev, R. Z., Aleksandrov, L. V.: Influence of strain rate and temperature on the mechanical response of ultrafine-grained Cu, Ni, and Al-4Cu-0.5Zr, *NanoStructured Materials*, **9** (1997) 477-480
- [284] Vinogradov, A., Hashimoto, S., Patlan, V., Kitagawa, K.: Atomic force microscopy study on surface morphology of ultra-fine grained materials after tensile testing, *Mater. Sci. Eng.* **A319-321** (2001) 862-866
- [285] Valiev, R. Z.: Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals, *Mater. Sci. Eng.* **A234-236** (1997) 59-66
- [286] Li, Y. J., Zeng, X. H., Blum, W.: Transition from strengthening to softening by grain boundaries in ultrafine-grained Cu, *Acta Mater.* **52** (2004) 5009-5018
- [287] Segal, V. M., Ferasse, S., Alford, F.: Tensile testing of ultra fine grained materials, *Mater. Sci. Eng.* **A222** (2006) 321-326
- [288] Ebrahimi, F., Bourne, G. R., Kelly, M. S., Matthews T. E.: Mechanical properties of nanocrystalline nickel produced by electrodeposition, *NanoStructured Materials* **11** (1999) 343-350
- [289] Gu, C., Lian, J., Jiang, Z., Jiang, Q.: Enhanced tensile ductility in an electrodeposited nanocrystalline Ni, *Scripta Mater.* **54** (2006) 579-584

- [290] Yin, W. M., Whang, S. H., Mirshams, R., Xiao, C. H.: Creep behaviour of nanocrystalline nickel at 290 and 373K, *Mater. Sci. Eng.* **A301** (2001) 18-22
- [291] Ebrahimi, F., Ahmed, Z.: The effect of current density on properties of electro-deposited nanocrystalline nickel, *J. Appl. Electrochem.* **33** (2003) 733-739
- [292] Asaro, R. J., Suresh, S.: Mechanistic models for the activation volume and rate sensitivity in metals with nanocrystalline grains and nano-scale twins, *Acta mater.* **53** (2005) 3369-3382
- [293] Van Swygenhoven, H., Caro, A., Farkas, D.: A molecular dynamics study of polycrystalline fcc metals at the nanoscale: grain boundary structure and its influence on plastic deformation, *Mater. Sci. Eng.* **A3009-310** (2001) 440-444
- [294] Zhu, B., Asaro, R.J., Krysl, P., Zhang, K., Weertman, J.R.: Effects of grain size distribution on the mechanical response of nanocrystalline metals: Part II, *Acta Mater.* **54** (2006) 3307-3320
- [295] Asaro, R. J., Krysl, P., Kad, B.: Deformation mechanism transitions in nanoscale fcc metals, *Phil. Mag. Let.* **83** (2003) 733-743
- [296] Wei, Y., Su, C., Anand, L.: A computational study of the mechanical behaviour of nanocrystalline fcc metals, *Acta mater.* **54** (2006) 3177-3190
- [297] Siegel, R. W., Fougere, G. E.: Mechanical properties of nanophase metals, *NanoStructured Materials* **6** (1995) 205-216
- [298] Sieradzki, K., Rinaldi, A., Friesen, C., Peralta, P.: Length scales in crystal plasticity, *Acta Mater.* **54** (2006) 4533-4538
- [299] Nieh, T. G., Wadsworth, J.: Hall-Petch relation in nanocrystalline solids, *Scripta Met.* **25** (1991) 955-958
- [300] Meyers, M. A., Ashworth, E.: A model for the effect of grain size on the yield stress of metals, *Phil. Mag. A* **46** (1982) 737-759
- [301] Benson, D. J., Fu, H.-H., Meyers, M. A.: On the effect of grain size on yield stress: extension into nanocrystalline domain, *Mater. Sci. Eng.* **A319-321** (2001) 854-861
- [302] Dalla Torre, F. H., Pereloma, E. V., Davies, C. H. J.: Strain hardening behaviour and deformation kinetics of Cu deformed by equal channel angular extrusion from 1 to 16 passes, *Acta Mater.* **54** (2006) 1135-1146
- [303] Hansen, N., Huang, X., Hughes, D. A.: Microstructural evolution and hardening parameters, *Mater. Sci. Eng.* **A317** (2001) 3-11
- [304] Hansen, N.: Polycrystalline Strengthening, *Metall. Trans. A* **16A** (1985) 2167-2190
- [305] Conrad, H., Jung, K.: Effect of grain size from mm to nm on the flow stress and plastic deformation kinetics of Au at low homologous temperatures, *Mater. Sci. Eng. A* **406** (2005) 78-85
- [306] Seeger, A., Mehrer, H.: Analysis of self-diffusion and equilibrium measurements. In: A. Seeger, D. Schumacher, W. Schilling, J. Diehl (eds.): Vacancies and Interstitials in Metals. Amsterdam: North-Holland Publishing Company, 1970, 1-58
- [307] Van Swygenhoven, H., Caro, A.: Plastic behaviour of nanophase metals studied by molecular dynamics, *Phys. Rev. B* **58** (1998) 11246-11251
- [308] Van Swygenhoven, H., Derlet, P. M., Hanaoui, A.: Atomistic Modeling of the Strength of Nanocrystalline Metals, *Adv. Eng. Mater.* **5** (2003) 345-350
- [309] Wang, Y.M., Hamza, A.V., Ma, E.: Temperatur-dependent strain rate sensitivity and activation volume of nanocrystalline Ni, *Acta Mater.* **54** (2006) 2715-2726
- [310] Höppel, H.W., May, J., Eisenlohr, P., Göken, M.: Strain-rate sensitivity of ultrafine-grained materials, *Z. Metallkd.* **96** (2005) 566-571

- [311] Agnew, S.R., Vinogradov, Y., Hashimoto, S., Weertman, J.R.: Overview of Fatigue Performance of Cu Processed by Severe Plastic Deformation, *J. Electronic Mater.* **28** (1999) 1038-1044
- [312] Witney, A. B., Sanders, P. G., Weertman, J. R.: *Scripta Metall. Mater.* **33** (1995) 2025-2030
- [313] Agnew, S. R., Weertman, J. R.: Cyclic softening of ultrafine grain copper, *Mater. Sci. Eng. A* **244** (1998) 145-153
- [314] Mughrabi, H.: On the grain-size dependence of metal fatigue: Outlook on the fatigue of ultrafine-grained metals, Proc. NATO Advanced Research Workshop: Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation. Moscow, Russia, 1999, in: NATO Science Series by Kluwer (2000) 241-253
- [315] Vinogradov, A., Kaneko, Y., Kitagawa, Hashimoto, S., Valiev, R.: On the Cyclic Response of Ultrafine-Grained Copper, *Mater. Sci. Forum* **269-272** (1998) 987-992
- [316] Kawazoe, H., Yoshida, M., Basinski, Z. S., Niewczas, M.: Dislocation microstructures in fine-grained Cu polycrystals fatigued at low amplitude, *Scripta Mater.* **40** (1999) 639-644
- [317] Moser, B., Hanlon, T., Kumar, K. S., Suresh, S.: Cyclic strain hardening of nanocrystalline nickel, *Scripta Mater.* **54** (2006) 1151-1155
- [318] Maier, H. J., Gabor, P., Karaman, I.: Cyclic stress-strain response and low-cycle fatigue damage in ultrafine grained copper, *Mater. Sci. Eng. A* **410-411** (2005) 457-461
- [319] Kunz, L., Lukás, P., Svoboda, M.: Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper, *Mater. Sci. Eng. A* **424** (2006) 97-104
- [320] Haddou, H., Marichal, G., Feaugas, X.: Grain size effects on the cyclic behaviour of polycrystalline nickel, in: Blom, A. F. (ed.) Fatigue 2002, Proc. 8th Int. Fatigue Cong., Stockholm, Sweden, 2002, Engineering Materials Advisory Services Ltd., Cradley Heath (2002) vol. **3**, 1593-1600

### ***Kapitel 6***

- [321] Brown, L. M.: Dislocation plasticity in persistent slip bands, *Mater. Sci. Eng.* **A285** (2000) 35-42
- [322] Kubin, L. P., Mortensen, A.: Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues, *Scripta Mater.* **48** (2003) 119-125
- [323] Sedláček, R., Hecker, M.: Stress fields of tilted dislocation walls, *Comp. Mat. Sci.* **11** (1998) 270-276

## **9 Anhang**

Tabelle 9.1: Zusammenstellung von Daten, die zur Berechnung der mesoskopischen Eigenspannungen von PGB- und Matrix -Struktur in MO-Einkristallen in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur benötigt werden

$T$ (K)	$G$ (GPa)	$\gamma_{pa}$ ( $10^{-3}$ )	$\tau_{as}$ (MPa)	$f_{PGB}$ (%)	$f_{DR}$	Reflexe [174]	$\vartheta_a$ ( $10^{-3}$ deg)	$K_\gamma$ ( $r=1$ )	$\tau_k^E$ (MPa)	$\tau_c^E$ (MPa)	$\tau_B^E$ (MPa)	$\tau_w^E$ (MPa)	$\Delta\tau^E$ (MPa)
77	81	0,5	102	0	0,22	R3	-0,1	-0,45	-0,5		2		-2,5
		10	102	25	0,22	R1 R2	-2,1 -1,75	-0,89 -0,74		-25		90	
293	75	0,13	50	0	0,5	R1	-0,1	-0,89	-0,5		0,5		-1
		8	50	80	0,11	R1 R2 R3	-2,7 -2,35 -1,5	-0,89 -0,74 -0,45		-10		80	
600	63	0,2	24,5	0	0,5	R2 R3	-1,2 -0,9	-0,74 -0,45	-4		4		-8
		3	21	60	0,05	R1 R2	-0,65 -0,85	-0,89 -0,74		-1		19	
750	56	0,2	9	0	0,2	R1 R2 R3 R4	-0,4 -0,1 -0,4 -0,1	-0,89 -0,74 -0,45 -0,30	-1		4		-5
		3,1	14,5	86	0,05	R1 R2	-0,6 -0,4	-0,89 -0,74		-1		19	

*Anmerkungen:* 1. Alle untersuchten Reflexe sind vom Typ 311. In [174] sind diese klassifiziert nach den Kontrastfaktoren  $C_e$ ,  $C_s$  und dem Orientierungsfaktor  $K_\gamma$  für  $r=1$ . 2. Um lokale Schwankungen der Profilsymmetrie auszugleichen, ist der in dieser Tabelle für den Zustand nach Entlastung von maximalem Zug angegebene Asymmetrie-parameter  $\vartheta_a$  gleich der halben Differenz der nach Zug- und Druckentlastung am gleichen Probenort gemessenen Parameter mit  $\vartheta_a = (\vartheta_a(\text{Zug}) - \vartheta_a(\text{Druck}))/2$  [174]. 3. Der Volumenanteil  $f_{DR}$  der versetzungsreichen Bündel bzw. PGB-Wände wurde aus REM-Aufnahmen der untersuchten Proben im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen ermittelt. 4. Die Eigenspannungen  $\tau_k^E$  für die versetzungsarmen Kanäle der Matrix ( $f_{PGB}=0$ ) sind Mittelwerte der Eigenspannungen, die aus dem Asymmetrie-parameter der einzelnen Reflexe nach Gleichung (3.84) unter Berücksichtigung der Temperaturabhängigkeit von  $G$  berechnet wurden. 5. Die Eigenspannungen der versetzungsarmen Kanäle der PGB wurden unter Berücksichtigung der Eigenspannungen in den Matrix-Kanälen sowie des PGB-Volumenanteils berechnet mit  $\tau_c^E = (\tau_{PR}^E - (1-f_{PGB})\tau_k^E)/f_{PGB}$ . Die Größe  $\tau_{PR}^E$  ist gleich dem Mittelwert der PR-Eigenspannungen in den Matrix-Kanälen sowie des PGB-Volumenanteils berechnet mit  $\tau_c^E = (\tau_{PR}^E - \text{amplituden mit } f_{PGB} \neq 0 \text{ erhält. 6. Die Eigenspannungen } \tau_B^E \text{ und } \tau_w^E \text{ der Matrix-Bündel und der PGB-Wände erhält man aus } \tau_k^E \text{ bzw. } \tau_c^E \text{ sowie der zugehörigen Volumen-}$  anteile der Bündel bzw. PGB-Wände  $f_{DR}$  nach Gleichung (3.85).

Tabelle 9.2: Daten zur Berechnung der mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten  $\rho_{PR}$  und  $\rho_{DR}$  sowie effektiver äußerer Abschneideradien  $R_{eff,PR}$  und  $R_{eff,DR}$  für die Reichweite des Verzerrungsfeldes der Versetzungsanordnung in Matrix- und PGB-Struktur von MO-EK in Abhängigkeit von der Temperatur

$T$ (K)	$\gamma_{pa}$	Struktur	$\gamma_p$	Reflexe [174]	$C_s$	$C_c$	$f_{DR}$	$\rho_{PR}$ ( $10^{14} m^{-2}$ )	$\rho_{DR}$ ( $10^{14} m^{-2}$ )	$R_{eff,PR}$ (nm)	$R_{eff,DR}$ (nm)
77	$5 \times 10^{-4}$	AWS / „Matrix“	$\gamma_{pa}$	R1	0,157	0,157	0,29	0,5	8,9	650	160
			$\gamma_{pa}$	R2	0,157	0,157	0,29	0,6	13,5	630	90
			$-\gamma_{pa}$	R1	0,157	0,157	0,29	0,5	9,6	700	150
			$-\gamma_{pa}$	R2	0,157	0,157	0,29	0,7	12,7	670	130
			$\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,24	1,3	15,3	590	200
			$-\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,24	2,0	22,2	380	150
293	$1,3 \times 10^{-4}$	Matrix	$\gamma_{pa}$	R1	0,157	0,157	0,50	0,15	5,1	1400	130
			$\gamma_{pa}$	R2	0,157	0,157	0,50	0,1	5,3	2000	110
			$\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,27	0,5	12,5	780	220
			$\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,27	0,45	14,3	920	190
			$-\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,27	0,4	13,8	910	200
			$-\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,27	0,45	13,8	840	210
600	$2 \times 10^{-4}$	Matrix	$\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,19	0,4	17,5	850	180
			$\gamma_{pa}$	R3	0,15	0,06	0,19	0,4	14,8	930	200
			$\gamma_{pa}$	R3	0,157	0,157	0,50	0,15	3,1	1800	160
			$\gamma_{pa}$	R2	0,157	0,157	0,50	0,15	4,9	1500	110
			$-\gamma_{pa}$	R3	0,157	0,157	0,50	0,12	3,5	2400	150
			$-\gamma_{pa}$	R2	0,157	0,157	0,50	0,19	5,3	110	130
750	$3 \times 10^{-3}$	PGB	$\gamma_{pa}$	R2	0,15	0,19	0,23	0,17	6,1	1360	150
			$-\gamma_{pa}$	R1	0,20	0,43	0,23	0,18	4,0	990	130
			$-\gamma_{pa}$	R2	0,15	0,19	0,23	0,2	11,1	1110	130
			$\gamma_{pa}$	R1	0,157	0,157	0,20	0,08	3,1	2110	170
			$\gamma_{pa}$	R2	0,157	0,157	0,20	0,08	3,0	2120	160
			$\gamma_{pa}$	R3	0,157	0,157	0,20	0,05	2,1	4540	180
	$3 \times 10^{-3}$	PGB	$\gamma_{pa}$	R1	0,2	0,43	0,10	0,2	3,5	1100	240
			$\gamma_{pa}$	R2	0,15	0,19	0,10	0,15	8,0	1380	310

*Anmerkungen:* 1. Alle untersuchten Reflexe sind vom Typ 311. In [174] sind diese klassifiziert nach den Kontrastfaktoren  $C_e$ ,  $C_s$  und dem Orientierungsfaktor  $K_r$  für  $r=1$ .  
 2. Insgesamt wurden für beide Strukturtypen bei allen Verformungstemperaturen etwa doppelt so viele BBP ausgewertet, wie in der Tabelle angeführt. Die angegebenen sind repräsentative Beispiele, um die Streuung der Auswerteparameter in einem Verformungszustand zu demonstrieren. 3. Der Volumenanteil  $f_{DR}$  der versetzungsreichen Bündel bzw. PGB-Wände wurde aus REM-Aufnahmen der untersuchten Proben im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen ermittelt. 4. Für 77 K wird, unabhängig von der Verformungsamplitude  $\gamma_{pa}$ , die sog. „ausgedehnte Wandstruktur“ beobachtet. Der Begriff „Matrix“ und „PGB“ steht hier nur im Sinn einer Versetzungsanordnung mit sehr kleiner bzw. sehr großer mittlerer Abgleitamplitude. 5. In der Spalte  $\gamma_p$  wird angegeben, ob das BBP nach Entlastung vom Zügeckpunkt ( $\gamma_{pa}$ ) oder nach Entlastung vom Druckeckpunkt ( $-\gamma_{pa}$ ) der mechanischen Hysterese aus gemessen wurden.

Tabelle 9.3: Anzahl  $n$  aktivierter Gleitsysteme mit zugehörigen Schmid-Faktoren  $\mu^{(j)}$ , Gleitebenen und Gleitrichtungen sowie Parameter  $K_r(t)$ ,  $C_e^{(j)}$  und  $C_s^{(j)}$  für die  $[hkl]$ -Reflexe vom Typ 311, die an MO- und eckorientierten Ni-EK in der mechanischen Sättigung nach zyklischer plastischer Verformung mit  $\Sigma\gamma_{pa}$  gemessen wurden

Orientierung	$\Sigma\gamma_{pa}$	$n$	$\mu^{(j)}$ Gleitebene <sup>(j)</sup> Gleitrichtung <sup>(j)</sup>	Reflexe [174]	$K_r(t)$	$C_e^{(j)}$	$C_s^{(j)}$
MO	$< 1 \times 10^{-3}$	12	0,5 bis 0,05	R1 R2	-0,89 -0,74	0,175	0,14
	$\geq 1 \times 10^{-3}$	1	0,5 (111) [-101]	R1 R2 R3 R7	-0,89 -0,74 -0,45 0,45	0,43 0,20 0,06 0,06	0,20 0,15 0,15 0,15
[001]	$1 \times 10^{-3}$ bis $6 \times 10^{-3}$	4	0,42; 0,42; 0,42; 0,42 $(\bar{1}11)$ ; $(1\bar{1}1)$ ; $(111)$ [101]; [011]; $[\bar{1}01]$ ; $[0\bar{1}1]$	R1 R3	-0,38 -0,76	0,16 0,14	0,12 0,12
[011]	$2,4 \times 10^{-3}$	3	0,42; 0,42; 0,40 $(\bar{1}11)$ ; $(1\bar{1}1)$ ; $(111)$ [101]; [110]; $[\bar{1}01]$	R5 R7	-0,07 0,14	0,12 0,14	0,12 0,17
	$2,3 \times 10^{-2}$	3	0,44; 0,42; 0,34 $(111)$ ; $(\bar{1}\bar{1}1)$ $[\bar{1}01]$ ; $[\bar{1}10]$ ; [101]	R3 R5 R7	-1,03 -0,07 0,14	0,31 0,12 0,14	0,18 0,12 0,17
$[\bar{1}11]$	$1 \times 10^{-3}$	5	0,29; 0,28; 0,28; 0,27; 0,26 $(111)$ ; $(111)$ ; $(\bar{1}\bar{1}1)$ ; $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ $[\bar{1}01]$ ; $[\bar{1}10]$ ; [011]; $[\bar{1}10]$ ; [011]	R3 R7	-0,62 -0,45	0,18 0,09	0,11 0,15
	$3,5 \times 10^{-3}$	4	0,29; 0,29; 0,27; 0,27 $(\bar{1}11)$ ; $(\bar{1}11)$ ; $(1\bar{1}\bar{1})$ [101]; [110]; [011]; [011]	R1 R3	-0,73 -0,16	0,15 0,10	0,09 0,15
	$6 \times 10^{-3}$	4	0,35; 0,32; 0,30; 0,25 $(111)$ ; $(111)$ ; $(\bar{1}\bar{1}1)$ ; $(\bar{1}\bar{1}1)$ $[\bar{1}01]$ ; $[\bar{1}10]$ ; [011]; $[\bar{1}10]$	R3	-0,81	0,15	0,14

Tabelle 9.4: Zusammenstellung von Daten für die Zusammenhänge zwischen mesoskopisch lokalen Spannungen und mesoskopischen Strukturängen sowie Daten zu mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten und Abscheideradien in ermüdeten Ni-EK mit unterschiedlicher Orientierung der Lastachse

Orientierung	$\Sigma \gamma_{pa}$	$\tau_{as}$ (MPa)	$\tau_{PR}^E$ (MPa)	$\tau_{DR}^E$ (MPa)	$\tau_{PR}$ (Mpa)	$\tau_{DR}$ (MPa)	$d_{PR}$ (nm)	$d_{DR}$ (nm)	$\rho_{PR}^{14}$ ( $10^{14} m^{-2}$ )	$\rho_{DR}^{14}$ ( $10^{14} m^{-2}$ )	$\rho$ ( $10^{14} m^{-2}$ )	$R_{eff,PR}$ (nm)	$R_{eff,DR}$ (nm)
MO	$1,3 \times 10^{-4}$	49	0	0	49	49	1000	1000	0,13	4,96	2,43	1600	200
[001]	$1 \times 10^{-3}$	66	-12	8	54	74	450	850	0,29	8,04	2,62	1100	110
[011]	$6 \times 10^{-3}$	80	-5	15	75	95	450	250	0,45	20,18	3,41	990	210
[111]	$2,3 \times 10^{-2}$	60	-10,5	43	49,5	103	1000	200	0,64	12,12	2,94	630	90
[111]	$3,5 \times 10^{-3}$	81,5	-5	10	76,5	91,5	360	170	1,16	6,69	3,04	760	180

Anmerkungen: 1. Die mesoskopischen Eigenspannungen  $\tau_{PR}^E$  und  $\tau_{DR}^E$  von PR und DR wurden aus der Asymmetrie von BBP vom Reflex-Typ 311 unter Verwendung der  $K_\gamma(\theta)$ -Faktoren aus Tabelle 9.3 sowie der Volumenanteile  $f_{DR} = d_{DR} / (d_{PR} + d_{DR})$  nach Gleichung (3.84) bzw. (3.85) berechnet. Die angegebenen Spannungen sind Mittelwerte über alle BBP an einer EK-Probe in einem Verformungszustand nach Entlastung vom Zügeckpunkt der Hysterese. 2. Die mesoskopischen Strukturängen wurden aus mindestens fünf REM-Aufnahmen der untersuchten Probenzustände im Channelling-Kontrast rückgestreuter Elektronen ermittelt. Der Wert von  $d_{DR} = 700nm$  (\*) für die [011]-Probe bei  $\Sigma \gamma_{pa} = 2,4 \times 10^{-3}$  ist ein Mittelwert über die beobachteten Bündeldurchmesser (1  $\mu m$ ) und Wanddicken (0,2  $\mu m$ ) unter Berücksichtigung ihrer Volumenanteile.

Tabelle 9.5: Zusammenstellung von Daten über Orientierung, Verformungsparameter, Versetzungsstruktur sowie röntgenographisch bestimmte mesoskopisch weitreichende Schubspannungen und mesoskopisch lokale Versetzungsdichten für SG einer cc Ni-VK-Probe nach zyklischer Verformung mit  $\epsilon_{pa} = 1 \times 10^{-3}$  bis zur mechanischen Stabilisierung bei  $\sigma_{as} = 197 \text{ MPa}$ .

Orientierung	$\mu$	$\Sigma \gamma_{pa} = \epsilon_{pa} M_{pa}^{SG}$	$\tau_{as}^{MTM} (\Sigma \gamma_{pa})$ (MPa)	$f_{DR}$	$\tau_{PR}^E$ (MPa)	$\tau_{DR}^E$ (MPa)	$\tau_{PR}$ (MPa)	$\tau_{DR}$ (MPa)	$\rho_{PR}$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$\rho_{DR}$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$\rho$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$R_{eff,PR}$ (nm)	$R_{eff,DR}$ (nm)	$d_{PR}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{DR}$ ( $\mu\text{m}$ )
MO	0,465	$3 \times 10^{-3}$	51	0,30	-6	14	45	65	0,55	7,1	2,5	685	60	0,75 - 1	0,2 - 1
[001]	0,457	$2,4 \times 10^{-3}$	72	0,32	-7	15	65	87	0,49	5,85	2,2	770	50	0,5 - 1	0,5
[011]	0,436	$3,65 \times 10^{-3}$	51	0,35	-6	11	45	62	0,52	7,55	3,0	1250	70	0,8 - 1,1	0,4 - 0,8
$[\bar{1}11]$	0,320	$3,6 \times 10^{-3}$	82	0,35	-5,5	10	76,5	92	0,32	4,9	1,9	765	120	0,6	0,2 - 1

*Anmerkungen:* 1. Die mesoskopischen Eigenspannungen  $\tau_{PR}^E$  und  $\tau_{DR}^E$  von PR und DR wurden aus der Asymmetrie von jeweils sechs BBP von z. T. unterschiedlichem *hkl* Reflex-Typ berechnet (Einzelheiten s. [199]). Die angegebenen Spannungen sind Mittelwerte über alle BBP an einem SG einer cc Ni-VK-Probe nach Entlastung vom Zug-eckpunkt der Hysterese. 2. Die Werte für  $\tau_{as}^{MTM} (\Sigma \gamma_{pa})$  wurden den ZSD-Kurven für EK mit dem Orientierungstyp des SG bei  $\Sigma \gamma_{pa}$  entnommen. 3. Die angegebenen Versetzungsdichten und effektiven Abschneideradien sind ebenfalls Mittelwerte über die Ergebnisse aller 6 an einem SG vermessenen BBP. 4. Die angegebenen Werte für die mesoskopischen Strukturgrößen  $d_{PR}$  und  $d_{DR}$  dienen zur Charakterisierung der Größenordnung. Für MO- und [011]-SG sind die großen Spannen durch das gleichzeitige Auftreten von Matrix-Bündel- und leiternartiger Versetzungswandstruktur bedingt. Auch im  $[\bar{1}11]$ -SG gibt es neben stark kondensierten auch sehr aufgelockerte versetzungs-dichte Gebiete.

Tabelle 9.6: Zusammenstellung von Daten zur Ermittlung der mesoskopischen Schubspannungen  $\langle (\Delta\tau_{\theta}^E)^2 \rangle$  in zyklisch verformten Ni-EK

Orientierung	$\Sigma\gamma_{pa}$ ( $10^{-3}$ )	$\Sigma\gamma_p(\beta_{max})$ ( $10^{-3}$ )	$\Sigma\gamma_p(\beta_{min})$ ( $10^{-3}$ )	$\beta_{max}$ ( $10^{-4}$ )	$\beta_{min}$ ( $10^{-4}$ )	$\langle \Delta\epsilon_0^2 \rangle^{1/2}$ ( $10^{-4}$ )	$n_{het}$	$K_{\gamma,eff}$	$\langle (\Delta\tau_{\theta}^E)^2 \rangle^{1/2}$ (MPa)	$\tau_{PR}^E$ (MPa)	$f_{PR}$	$\langle (\Delta\tau_{\theta,2K}^E)^2 \rangle^{1/2}$ (MPa)
MO	1	$\pm 1$	$\pm 0,5$	6,33	5,58	1,03	1	0,815	19	0	0,5	0
	2	$\pm 2$	$\pm 1$	6,60	5,96	0,995	1	0,375	40	-3	0,57	4
	6	$\pm 6$	$\pm 3$	8,28	7,32	1,34	1	0,45	44,5	-7	0,73	12
[001]	1	$\pm 1$	$\pm 0,5$	7,71	7,27	0,93	4	0,59	24	-12	0,4	10
	2	$\pm 2$	$\pm 1$	8,08	7,42	1,14	4	0,59	29	-8	0,6	10
[013]	6	$\pm 6$	$\pm 3$	9,40	8,28	1,53	2	0,59	39	-3	0,75	5

*Anmerkungen:* 1. Die Integralbreiten  $\beta_{max}$  und  $\beta_{min}$  sind Mittelwerte über die Integralbreiten von mindestens drei BBP vom Typ 311 in unterschiedliche  $[hk\ell]$ -Messrichtungen. Aus diesen Mittelwerten wurde nach Gleichung (3.77) eine mittlere Größe  $\langle \Delta\epsilon_0^2 \rangle^{1/2}$  in Messrichtung berechnet. 2. Die hier angegebene Größe  $\langle (\Delta\tau_{\theta}^E)^2 \rangle^{1/2}$  ist ein Mittelwert über die mesoskopischen Schubspannungsquadrate, die aus dem Verhalten der Integralbreite im Verformungszyklus für jede einzelne Messrichtung nach Gleichung (5.18) unter Nutzung des messrichtungsabhängigen Parameters  $K_{\gamma}^{(i)}(n_{het})$  berechnet wurden. 3. Der Faktor  $K_{\gamma,eff}$  verbindet den Mittelwert  $\langle \Delta\epsilon_0^2 \rangle^{1/2}$  mit dem Mittelwert  $\langle (\Delta\tau_{\theta}^E)^2 \rangle^{1/2}$  nach Gleichung (5.18) und stellt damit eine effektive Größe dar, die sowohl von den untersuchten Messrichtungen als auch von der Anzahl  $n_{het}$  von Gleitsystemen mit mesoskopisch heterogener Gleitung abhängt. 4. Zusätzlich ist die mittlere Eigenverzerrung  $\tau_{PR}^E$  der PR nach Entlastung vom Zügeckpunkt des Verformungszyklus, der Volumenanteil  $f_{PR}$  der PR sowie die daraus bei einem 2-Komponentenverhalten der PR und DR nach Gleichung (5.19) erwartete Größe  $\langle (\Delta\tau_{\theta,2K}^E)^2 \rangle^{1/2}$  angegeben.

Tabelle 9.7: Mesoskopisch lokale Versetzungsdichten und effektive Abschneideradien in zyklisch verformten fc Ni-VK

$\epsilon_{pa} (10^{-4})$	$\sigma_{as} (MPa)$	$f_{DR}$	Reflextyp	$\rho_{PR} (10^{14} m^{-2})$	$\rho_{DR} (10^{14} m^{-2})$	$\bar{\rho} (10^{14} m^{-2})$	$R_{eff,PR} (nm)$	$\overline{\rho_{PR}} (10^{14} m^{-2})$	$\overline{\rho_{DR}} (10^{14} m^{-2})$	$\bar{\rho} (10^{14} m^{-2})$	$\overline{R_{eff,PR}} (nm)$	$\overline{R_{eff,DR}} (nm)$
2,5	165	0,52	311	0,37	9,6	5,1	700					75
			400	0,17	7,7	4,1	550	0,27	9,2	4,9	700	
			331	0,26	10,4	5,5	820					
20	236	0,29	311	0,74	12,4	4,1	570	0,61	14,4	4,6	600	55
			400	0,57	13,3	4,3	500					
			331	0,52	17,6	5,5	700					

*Anmerkungen:* 1. Die mesoskopisch lokalen Versetzungsdichten wurden aus hochaufgelösten BBP von Reflexen vom Typ 311, 400 und 331 gemäß den Gleichung (3.104) und (3.105) unter Verwendung der Volumenanteile  $f_{DR}$  nach [23] und der Kontrastfaktoren  $\overline{C_{aniso}}$  in elastisch anisotroper Näherung (vgl. Tabelle 3.3) berechnet. 2. Die für beide Verformungsamplituden angegebenen mittleren Versetzungsdichten  $\overline{\rho_{PR}}$ ,  $\overline{\rho_{DR}}$  und  $\overline{\rho}$  sowie die mittleren effektiven Abschneideradien  $\overline{R_{eff,PR}}$  und  $\overline{R_{eff,DR}}$  ergeben sich aus der Mittelung über die drei jeweils untersuchten Reflextypen.

Tabelle 9.8: Breite  $< \Delta \epsilon_{v\omega}^2 >^{1/2}$  und  $< \Delta \tau_{v\omega}^2 >^{1/2}$  von Spektren weitreichender Eigenverzerrungen und -spannungen in zyklisch verformten fc Ni-VK aus der Änderung der Integralbreite  $\beta$  von Bragg-Beugungsprofilen im Lastzyklus

$\epsilon_{pa} (10^{-4})$	$\Sigma \gamma_{pa} (10^{-3})$	$\sigma_{as} (MPa)$	$\tau_{as} (MPa)$	$\epsilon_p (\beta_{min})$	Reflexotyp	$\beta_{max} (10^{-3})$	$\beta_{emax} (10^{-3})$	$\beta_{min} (10^{-3})$	$\beta_{emin} (10^{-3})$	$< \Delta \epsilon_{v\omega}^2 >^{1/2} (10^{-5})$	$< \Delta \tau_{v\omega}^2 >^{1/2} (MPa)$	$< \Delta \tau_{v\omega}^2 >^{1/2} (MPa)$
2,5	0,765	162	53	0	400	1,13	0,630	1,01	0,562	10,4	23	13
					331	1,54	0,490	1,47	0,468	5,6	19	18
					420	2,46	0,532	2,30	0,498	7,1	23	12
20	6,12	233	76	0	400	1,82	1,010	1,55	0,861	19,0	42	25
					331	2,69	0,858	2,23	0,711	16,5	55	51
					420	4,12	0,890	3,53	0,763	16,3	52	29
40	12,24	282	92	- $\epsilon_{pa}/2$	331			2,09	0,667	17,7	59	55
					420			3,02	0,652	19,0	64	34
					400	2,20	1,221	1,83	1,017	23,4	52	30
					331	2,86	0,913	2,51	0,802	15,8	53	49
					420	4,71	1,018	4,05	0,875	18,5	59	33

Anmerkungen: 1. Die Abgleitsumme  $\Sigma \gamma_{pa}$  sowie die Sättigungsschubspannungsamplitude  $\tau_{as}$  wurden aus der plastischen Dehnungsamplitude  $\epsilon_{pa}$  bzw. aus der Sättigungs-  
spannungsamplitude  $\sigma_{as}$  mit Hilfe des mittleren Taylorfaktors  $M$  berechnet mit  $\Sigma \gamma_{pa} = \epsilon_{pa} / M$  bzw.  $\tau_{as} = \sigma_{as} / M$  (ZSD-Daten nach [23]). 2.  $\epsilon_p$  ( $\beta_{min}$ ) gibt die plastische Dehnung  
nach Entlastung im Zyklus an, bei der die zugehörige Integralbreite  $\beta_{min}$  gemessen wurde. 3. Die Daten der Integralbreiten  $\beta_{max}$  und  $\beta_{min}$  stammen aus der Arbeit von Weile  
[273]. 4. Die zur besseren Vergleichbarkeit verschiedener  $hkl$  Reflextypen angegebene Integralbreite  $\beta_{\epsilon}$  wurde aus der Integralbreite  $\beta$  berechnet mit  $\beta_{\epsilon} = \beta \cot \theta_0$ . 5. Die  
Wurzel aus dem mittleren Schwankungsquadrat  $< \Delta \epsilon_{v\omega}^2 >^{1/2}$  wurde gemäß Gleichung (3.107) aus  $\beta_{max}$  und  $\beta_{min}$  ermittelt. 6. Die Wurzel aus dem mittleren Schwankungs-  
quadrat der weitreichenden Schubspannungen  $< \Delta \tau_{v\omega}^2 >^{1/2}$  bzw.  $< \Delta \tau_{v\omega}^2 >^{1/2}_{IGS}$  wurde aus  $< \Delta \epsilon_{v\omega}^2 >^{1/2}$  nach Gleichung (3.110) unter Verwendung der mittleren  
Quadrate der Parameter  $K_{\gamma}(n=1)$  und  $K_{\gamma}(n=12)$  für ein bzw. 12 Gleitsysteme mit heterogener plastischer Verformung abgeschätzt.

Tabelle 9.9: Zur Charakterisierung von Gefüge und Mikrostruktur in fein- bis nanokristallinen Ni-Vielkristallen sowie der mechanischen Eigenschaften im Zugversuch mit  $\Delta\epsilon/\Delta t = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  bei Raumtemperatur

Material- klasse	Probe	$d_{\text{EBSD}}^0$ (nm)	$d_{\text{BSE}}^0$ (nm)	$D_{\text{X-ray}}^0$ (nm)	$\langle \sigma_0^2 \rangle^{1/2}$ (MPa)	$R_{\text{0eff}}$ (nm)	$\rho_0^0$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$E$ (GPa)	$\epsilon_{\text{Entp}}$ (%)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	$\sigma_{\text{U}}$ (MPa)	$\sigma_{\text{Ent}}$ (MPa)	$D_{\text{Ent X-ray}}^{\text{Ent}}$ (nm)	$\langle \sigma_{\text{Ent}}^2 \rangle^{1/2}$ (MPa)	$R_{\text{eff,Ent}}$ (nm)	$\rho_{\text{Ent}}^{\text{Ent}}$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$m$	$l^*$ ( $\text{b}^3$ )
fc	FC02	30000	30000	-	0	-	-	233	14	64	377	377					0,0088	241
mc	N6A1	2500	2700	177	0	-	0,118	200	10	141	353	353	73	70	380	2,1		
ET-ECAP	N8D2	820	520	92	134	190	6,19	218	6	390	584	584	83	149	240	5,44	0,0116	132
RT-ECAP	N206	500	260	41	226	134	15,02	240	6	750	810	804	55	236	258	12,06	0,0137	92
PED	E16	650	480	81	192	188	7,76	203	6	515	800	763	54	198	171	8,15		
PED	E18		140	27	787				6	1050	1715	1500					0,033	22
PED	E1		155	22	640			190	0,74	1065	1495	1495						
PED	E4		175	39	635			206	0,43	1040	1175	1175						
PED	E10		430	100	240			216	6	755	1085							
PED	E8A		730						16	380	715							

Anmerkungen: 1. Der Index „0“ steht für die jeweiligen Größen im Ausgangszustand vor, der Index „Ent“ für die jeweiligen Größen nach der Zugverformung. 2. Größen in freien Feldern wurden nicht bestimmt; das Symbol „r“ bedeutet, dass eine Bestimmung der Größe nicht möglich war. 3. Die Daten für  $d_{\text{EBSD}}^0$  wurden [116] entnommen, die Daten für  $E$ ,  $\epsilon^E$ ,  $\sigma_{0,2\%}$  und  $\sigma_{\text{U}}$  stammen aus [28]. 4. Die Größen  $D_{\text{X-ray}}^0$  und  $D_{\text{X-ray}}^E$  sind jeweils Mittelwerte über die KSB-Größen aus dem Williamson-Hall-Plot, der Warren-Averbach-Analyse und dem Krivoglaz-Wilkens-Verfahren für den Ausgangszustand bzw. nach Entlastung bei  $\epsilon^E$ . 5. Die Dehnatenempfindlichkeit  $m = \partial(\ln(\sigma - \sigma_{\text{D}})/\partial(\ln(\Delta\epsilon/\Delta t)))$  bei Raumtemperatur und das effektive Aktivierungsvolumen  $l^*$  bei Raumtemperatur und maximaler Spannung  $\sigma_{\text{U}}$ , bezogen auf Burgersvektor  $b$ , mit  $l^* = k_{\text{B}} T M / (m(\sigma_{\text{U}} - \sigma_{\text{D}}))$  wurden unter Verwendung der Angaben in [249] berechnet. ( $\sigma_{\text{D}} \dots$  korngößenabhängiger Korrekturwert der Fließspannung nach [249])

Tabelle 9.10: Zusammenstellung von Gefüge- und Mikrostrukturdaten für mc und smc Ni-VK nach zyklischer plastischer Verformung

Material- klasse	Probe	$\epsilon_{pa} (10^{-4})$	$\sigma_{as} (MPa)$	$d_{EBSD} (nm)$	$d_{BSE} (nm)$	$d_{PR} (nm)$	$d_{DR} (nm)$	$D_{X-ray} (nm)$	$\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$ (MPa)	$\rho (10^{14} m^{-2})$	$R_{eff} (nm)$
mc	N6E1	1	170					118	10	0,55	540
	N6B2	2,5	185	2410	2700	630	740	112	10	0,5	470
	N6A2	5	190					113	12	0,49	520
	N6D1	10	215					123	28	0,62	558
	N6B1	20	272	2520		490	110	132	43	0,84	555
	N6D2	50	315					110	50	1,50	414
	N8C2	1	340					92	77	4,31	207
	N8B1	2,5	330	2270	520	520	60	135	93	2,68	267
	N8C1	5	405					89	60	2,55	250
	N8B2	10	360					119	68	1,27	408
	N8A1	20	440	1870				108	57	1,61	324
	N8A2	50	420					106	75	2,27	297
	N32	1	400					66	97	5,67	172
	N36	2,5	437	626	260	540	70	72	36	2,93	205
	N12	5	495		450			78	54	3,19	212
	N11	10	610		530			77	46	2,88	231
PED	N31	20	630	743		400	45	90	61	2,40	241
	N35	50	700					63	56	3,91	250
	E16C	2,5	315	470	460	600	89	74	75	3,42	219
	E16B	10	460		425			76	88	3,21	211
	E16D	20	470	520	485	470	80	97	76	2,45	257
	E17A	2,5	302		580			72	77		
	E17B	20	445		480	450	75	98	88		
	E18A	2,5	630		140			22	569		
E18B	5	795		160			22	610			

*Anmerkungen:* 1. Die Probenbezeichnungen wurden erstmals in [116] eingeführt. 2. Die Größen  $d_{PR}$  und  $d_{DR}$  stehen für die Abmessungen versetzungsarmer und -reicher Gebiete ermüdungstypischer Versetzungsanordnungen, die nur in Kristalliten mit  $d > 1 \mu m$  auftreten. 3. Die Größe  $D_{X-ray}$  stellt einen Mittelwert für die KSB-Größe dar über die Ergebnisse aus den modifizierten Williamson-Hall-Plots, dem Warren-Averbach- und dem Krivoglaz-Wilkens-Verfahren. 4. Die Größe  $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$  ist die rms Eigenspannung aus den modifizierten Williamson-Hall-Plots, die aus HRXD-Messungen mit dem Doppelkristalldiffraktometer bestimmt wurde. 5. Die Versetzungsdichte  $\rho$  und der Abschneide-  
radius  $R_{eff}$  wurden mit dem Krivoglaz-Wilkens-Verfahren aus Messungen mit Synchrotronstrahlung am ESRF-Messplatz ROBL ermittelt.

Tabelle 9.11: Übersicht zu Gefüge und Verformungsbedingungen von mc und smc Ni-VK, zu phänomenologischen Profilparametern im Verformungszyklus sowie auf der Grundlage von Gleichungen (3.119) und (3.120) berechneten weitreichenden rms Eigenverzerrungen  $\langle \Delta \epsilon_{v, >}^{2, 1/2} \rangle$  und –spannungen  $\langle \Delta \tau_{v, >}^{2, 1/2} \rangle$

Material-klasse	Probe	$d_{BSE}$ (nm)	$\epsilon_{pa}$ ( $10^{-4}$ )	$\Sigma \gamma_{pa}$ ( $10^{-4}$ )	$\sigma_{as}$ (MPa)	$\epsilon_p(\beta_{min})$ $10^{-4}$	$D_{WH,max}$ (nm)	$D_{WH,min}$ (nm)	$\overline{\beta_{\tau,max}^{\epsilon}}$ ( $10^{-4}$ )	$\overline{\beta_{\tau,min}^{\epsilon}}$ ( $10^{-4}$ )	$F_{max}$	$F_{min}$	$\langle \Delta \epsilon_{v, >}^{2, 1/2} \rangle$ ( $10^{-4}$ )	$\langle \Delta \tau_{v, >}^{2, 1/2} \rangle$ (MPa)
mc	N5A	2700	20	61,2	255	10	144	131	8,61	7,13	1,365	1,40	1,48 ± 0,53	43 ± 11
smc PED	E17A	440	2,5	7,65	305	0	62	58	8,10	6,68	1,56	1,58	2,02 ± 0,86	60 ± 23
smc ET-ECAP	N8D1	520	2,5	7,65	349	0	92	80	12,66	10,80	1,465	1,485	1,75 ± 0,73	55 ± 13
smc ET-ECAP	N8E1	520	20	61,2	448	9,5	105	89	16,07	13,55	1,43	1,46	2,78 ± 0,87	82 ± 18
smc RT-ECAP	N5B	260	10	30,6	620	0	64	62	16,27	14,90	1,46	1,47	2,51 ± 0,60	79 ± 18
smc RT-ECAP	N34	260	20	61,2	677	10	66	69	18,31	16,79	1,41	1,44	3,11 ± 0,98	90,5 ± 25

*Anmerkungen:* 1. Die Probenbezeichnungen wurden erstmals in [116] eingeführt. 2. Die Korngröße  $d_{BSE}$  bezieht sich auf den as-produced Zustand der Proben. 3.  $\epsilon_p(\beta_{min})$  ist die plastische Dehnung, bei der die Integralbreite der BBP minimal ist. 4.  $D_{WH,max}$  und  $D_{WH,min}$  sind Mittelwerte über die KSB-Größen aus Williamson-Hall-Plot-Analysen für Cauchy- und Gauß-Funktionen, die im Zustand nach Entlastung von  $\epsilon_{pa}$  bzw. von  $\epsilon_p(\beta_{min})$  bestimmt wurden. 5. Die Größen  $\overline{\beta_{\tau,max}^{\epsilon}}$  und  $\overline{\beta_{\tau,min}^{\epsilon}}$  sind Mittelwerte über die, im Zustand nach Entlastung von  $\epsilon_{pa}$  bzw. von  $\epsilon_p(\beta_{min})$  bestimmten Integralbreiten  $\beta'_{\tau-C}$  und  $\beta'_{\tau-G}$  nach Abtrennung der durch  $D_{X-ray}$  verursachten Profilverbreiterung und Mittelung über alle  $hkl$ -Reflextypen, wobei für jeden  $hkl$ -Reflex typ gilt  $\beta'_{\tau-C} = \beta_{\tau-C} \cot \theta_0$  und  $\beta'_{\tau-G} = \beta_{\tau-G} \cot \theta_0$  (vgl. Tabelle 9.8). 6. Die Formparameter  $F_{max}$  und  $F_{min}$  wurden durch Mittelung über die Formparameter aller, in den Zuständen nach Entlastung von  $\epsilon_{pa}$  bzw. von  $\epsilon_p(\beta_{min})$  an einer Probe gemessenen BBP von 7  $hkl$ -Reflextypen erhalten. 7.  $\langle \Delta \epsilon_{v, >}^{2, 1/2} \rangle$  und  $\langle \Delta \tau_{v, >}^{2, 1/2} \rangle$  sind Mittelwerte über die für jeden  $hkl$ -Reflex typ bestimmten kristallinen rms Eigenverzerrungen bzw. Spannungen in einer Probe nach Ermüdung.





