

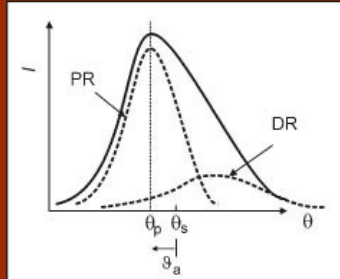


Ellen Hieckmann (Autor)

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

Ellen Hieckmann

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



Cuvillier Verlag Göttingen

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/1718>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,  
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: [info@cuvillier.de](mailto:info@cuvillier.de), Website: <https://cuvillier.de>

# 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.

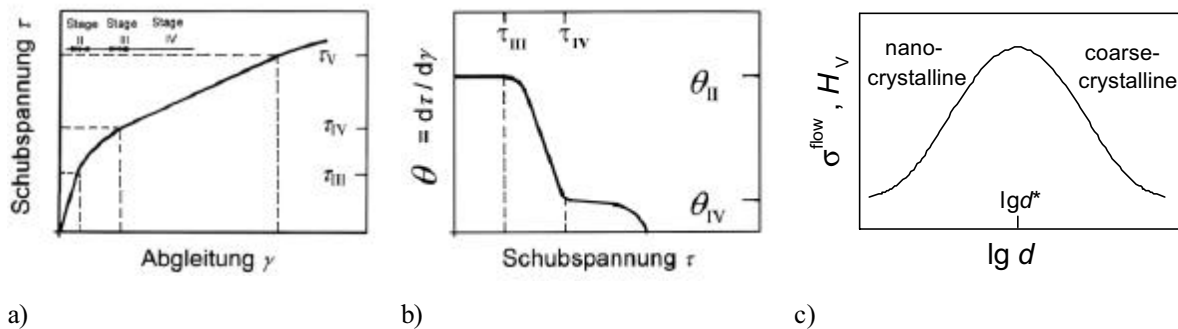


Bild 2.1: Schematische Darstellungen der Zugkurve  $\tau(\gamma)$  (a) und des Verfestigungskoeffizienten  $\theta(\tau)$  (b) von kfz Metallen sowie der Fließspannung  $\sigma^{\text{flow}}$  bzw. Härte  $H_V$  in Abhängigkeit von der Korngröße  $d$  (c) für kfz Vielkristalle.

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 Versetzungszellstrukturen 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 Strukturängen  $d_{\text{SL}}$  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 Strukturänge  $d_{\text{SL}}$  ( $n=1/2$ , 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 Strukturänge 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).

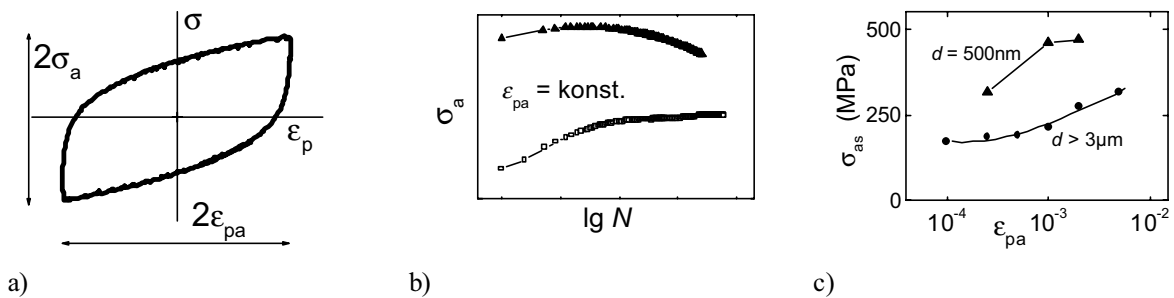


Bild 2.2: Idealisierte mechanische Hystereseschleife  $\sigma(\epsilon_p)$  (a), Wechselverformungskurven  $\sigma_a(N)$  für Ni-VK mit zyklischer Verfestigung ( $\square$ ) und zyklischer Entfestigung ( $\blacktriangle$ ) (b) sowie Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Raumtemperatur für Ni-VK mit 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-