

---

# 1 Einleitung

Durch die Entwicklung moderner Verfahren in den letzten Jahren ist es heute möglich, reine Metalle mit mikro- (mk), submikro- (smk) und nanokristalliner (nk) Kornstruktur (vgl. Bild 1.1) herzustellen. Diese Materialien weisen technisch interessante mechanische und magnetische Eigenschaften auf und sind deshalb Gegenstand der aktuellen Forschung. Beispielsweise können nanokristalline Materialien ausgeprägt gute weichmagnetische Eigenschaften besitzen (vgl. z.B.: [GLE-00]). Reine smk Metalle, hergestellt durch ECAP (engl.: equal channel angular pressing) 4 ein Verfahren, bei dem die Kornfeinung auf der massiven plastischen Verformung beruht – zeigen hohe Fließspannungen bei guter Duktilität und Superplastizität bereits bei Raumtemperatur [VAL-00]. In der vorliegenden Arbeit interessiert das mechanische Verhalten und hier speziell die zyklische Plastizität einphasiger mikrokristalliner und submikrokristalliner kubisch flächenzentrierter (kfz) Metalle, das heißt, der Zusammenhang zwischen der ermüdungsinduzierten Mikrostruktur und dem mechanischen Antwortverhalten bei wechselsinniger plastischer Verformung dieser Materialien.

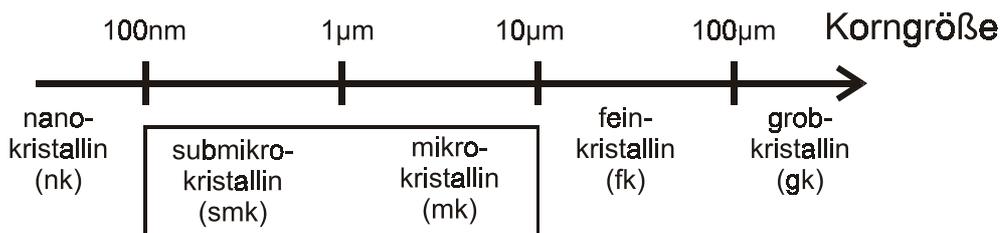


Bild 1.1: Korngrößenbereiche

Während Untersuchungen an reinen kfz Metallen mit grob- (gk) und feinkristalliner (fk) Kornstruktur (vgl. Bild 1.1) über viele Jahre hinweg zu einem detaillierten Bild der Verformungsmechanismen in gk und fk Metallen geführt haben, ist das Wechselverformungsverhaltens von mikro- und submikrokristallinen Metallen bisher weitestgehend unverstanden.

Mit Blick auf Skaleneffekte ist es bemerkenswert, dass bei der zyklischen Verformung von gk und fk Metallen im bisher untersuchten Korngrößenbereich ( $D \approx 20 \mu\text{m}$ ;  $D$ ...mittlere Korngröße) keine bzw. höchstens eine sehr schwache Abhängigkeit des Spannungsniveaus  $\sigma_s$  charakterisiert durch die Sättigungsspannungsamplitude  $\sigma_{ts}$  von der Korngröße beobachtet wird (vgl. z.B. für Nickel: [BUQ-01a]). Dies ist konträr zu den Verhältnissen bei der einsinnigen Verformung, wo das Spannungsniveau bei einer bestimmten plastischen Dehnung mit sinkender Korngröße merklich zunimmt (vgl. z.B.: [BAK-83]). Interessanterweise findet der schwache bzw. möglicherweise zu vernachlässigende Korngrößeneinfluss auf das zyklische Spannungs-Dehnungsverhalten bei den gk und fk kfz Metallen seine mikrostrukturelle Entsprechung in der Ausbildung einer für die Ermüdung typischen, heterogenen Versetzungsstruktur, bestehend aus Gebieten mit deutlich unterschiedlicher Versetzungsdichte mit Abmessungen im

Mikrometerbereich, deren wesentliche Eigenschaften unabhängig von der Korngröße sind.

Die wenigen Publikationen ([AGN-99], [HAS-99], [THI-00a]), die dem Autor zu Beginn der Untersuchungen im Rahmen der vorliegenden Arbeit (Anfang 2000) zur zyklischen Plastizität von reinen smk kfz Metallen bekannt waren, bezogen sich ausschließlich auf ECAP-Metalle. Die Veröffentlichungen zeigen zwei charakteristische Besonderheiten im Materialverhalten der smk Metalle: (i) Das Spannungsniveau, das sich bei der zyklischen Verformung der smk Metalle einstellt, liegt deutlich über dem Spannungsniveau, das bei entsprechender Beanspruchung in gk und fk Metallen beobachtet wird. (ii) ECAP-Materialien neigen bei wechselsinniger Belastung zu Gefügetransformationen, die mit Entfestigungsvorgängen verbunden sind. Der Begriff „Gefügetransformation“ bezieht sich dabei auf Veränderungen der Korn- und der Versetzungsstruktur.

Berücksichtigt man die Kenntnisse zur zyklischen Plastizität von gk und fk Metallen auf der einen Seite und die zur zyklischen Plastizität von smk Metallen auf der anderen Seite, so kristallisieren sich zwei Untersuchungsschwerpunkte heraus, auf die sich die vorliegende Arbeit konzentriert.

#### Schwerpunkt 1:

Da die Aussagen in den bisher vorliegenden Publikationen zu den Gefügetransformationen bei der wechselsinnigen Beanspruchung von smk Metallen sowohl inhaltlich als auch begrifflich zum Teil widersprüchlich sind, ist den Gefügetransformationen und den damit verbundenen Änderungen im Verformungsverhalten besondere Beachtung zu schenken. Insbesondere interessieren die Zusammenhänge zwischen dem Gefüge im Ausgangszustand, den ablaufenden Gefügetransformationen und dem Ent- bzw. Verfestigungsverhalten.

#### Schwerpunkt 2:

Ausgehend von der engen Korrelation zwischen dem zyklischen Spannungs-Dehnungsverhalten und der Ausbildung der ermüdungstypischen Versetzungsstruktur stellt sich die Frage, wie sich die Reduktion der Korngröße in den mikro- bzw. submikrokristallinen Bereich hinein auf die Versetzungsmusterbildung und auf das zyklische Verformungsverhalten auswirkt, da in diesen Korngrößenbereichen die Korngröße  $D$  die Größenordnung der Abmessungen der ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen, also rund  $1 \mu\text{m}$ , erreicht bzw. diese unterschreitet.

Für die Untersuchungen standen Nickelproben von drei verschiedenen Materialklassen zur Verfügung, die hinsichtlich ihrer Korngröße und des Gehalts an Gitterdefekten charakteristische Unterschiede aufwiesen. Hergestellt wurden diese Proben durch ECAP in Kombination mit thermischen Behandlungen. Durch Variation der Prozesstemperatur (Raumtemperatur bzw.  $250^\circ\text{C}$ ) konnten so zwei verschiedene Typen von Proben erzeugt werden, die im Folgenden als RT-ECAP-Ni bzw. ET-ECAP-Ni bezeichnet werden sollen. Die Proben beider Materialklassen weisen eine hohe Versetzungsdichte und eine

submikrokristalline Kornstruktur auf, wobei in dem ET-ECAP-Ni die mittlere Versetzungsdichte etwas kleiner bzw. die mittlere Korngröße etwas größer ist als in dem RT-ECAP-Ni. Durch eine Rekristallisationsglühung im Anschluss an den ECAP-Prozess wurde ein dritte Materialklasse, im weiteren MK-Ni genannt, hergestellt. Diese Materialklasse weist eine mikrokristalline Kornstruktur auf und ist versetzungsarm. Zusätzlich konnten erste Untersuchungen an Nickelproben durchgeführt werden, die mit dem Verfahren der gepulsten Elektrodeposition (PED; engl.: pulsed electro deposition), einem elektro-chemischen Verfahren, hergestellt wurden. Dieses Material soll als PED-Ni bezeichnet werden. Das PED-Ni hat eine sehr breite Korngrößenverteilung mit nano-, submikro- und mikrokristallinen Körnern und weist hohe innere Spannungen auf, was auf eine hohe Defektdichte hindeutet. Da sich dieses Material sehr gut eignet, um den Einfluss der Korngröße auf die Versetzungsmusterbildung zu studieren und sich das Gefüge dieses Materials im Ausgangszustand in charakteristischer Weise von den Gefügen der ECAP-Materialien unterscheidet, sind die Untersuchungsergebnisse für das PED-Ni in dieser Arbeit ebenfalls mit dargestellt, auch wenn hier noch weiterführende Untersuchungen nötig sind.

In der vorliegenden Arbeit wurde Nickel verwendet, weil es ein in der Grundlagenforschung häufig verwendetes Modellmaterial ist und deshalb auf eine Vielzahl von experimentellen Ergebnissen zurückgegriffen werden konnte. Insbesondere erfolgten in den letzten Jahren im Institut für Physikalische Metallkunde an der Technischen Universität Dresden, in dem die vorliegende Arbeit angefertigt wurde, umfangreiche Untersuchungen zum Einfluss der Korngröße auf die zyklische Plastizität von fein- und grobkörnigem (mittlere Korngröße 30  $\mu\text{m}$  bzw. 250  $\mu\text{m}$ ) Nickel.

Aus den oben genannten Schwerpunkten leiten sich die folgenden konkreten Aufgaben ab: (i) Das Gefüge aller Materialien im Ausgangszustand ist detailliert zu charakterisieren. Diese Untersuchungen bilden die Grundlage für die Analyse der Gefügetransformationen. (ii) Wichtige mechanische Kennfunktionen bei der zyklischen Verformung sind zu messen, um den Einfluss der Korngröße bzw. der Gefügebeschaffenheit im Ausgangszustand auf das zyklische Verformungsverhalten zu erfassen. (iii) Die detaillierte Charakterisierung der Gefüge der ermüdeten Materialien ermöglicht Rückschlüsse auf die wechselverformungsinduzierten Gefügetransformationen bzw. zum Einfluss des Ausgangsgefüges auf die Gefügestabilität. (iv) Die ermüdungstypischen Versetzungsmuster, soweit vorhanden, sind ausführlich zu charakterisieren, um den Einfluss der Korngröße auf die Versetzungsmusterbildung zu erfassen. (v) Es sollen erste Ansätze zur mikrostrukturkorrelierten Modellierung des zyklischen Spannungs-Dehnungsverhaltens unternommen werden. Die Ergebnisse der Modellierung bilden die Basis für eine quantitative Diskussion zum Einfluss der Korngröße auf das zyklische Spannungs-Dehnungsverhalten. (vi) Abschließend sollen durch einen Vergleich der Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zur zyklischen Plastizität von mikro- und submikrokristallinem Nickel mit entsprechenden Daten aus der Literatur für fein- und grobkristallines Nickel Rückschlüsse zum Einfluss der

Korngröße auf die zyklische Plastizität in einem vier Größenordnungen umfassenden Korngrößenbereich gezogen werden.

Aufgrund der komplizierten Gefügebeschaffenheit der submikrokristallinen Materialien (z.B.: geringe Korngröße, hohe Versetzungsdichte) werden zur Gefügecharakterisierung verschiedene elektronenmikroskopische und röntgenographische Techniken bzw. Auswertemethoden kombiniert. So sollen im Rasterelektronenmikroskop (REM) die Analyse der Kornstruktur und Missorientierungsverteilung mit der EBSD-Technik (engl.: electron back scattering diffraction) und die Charakterisierung ermüdungstypischer Versetzungsstrukturen mit der ECC-Technik (engl.: electron channeling contrast) erfolgen. Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) mit den Standardtechniken (Hellfeld- und Dunkelfeldabbildung, Feinbereichsbeugung) dienen der Charakterisierung der Substruktur und speziell der ermüdungstypischen Versetzungsstruktur auf einer mesoskopischen Maßstabskala (Abmessungen im Mikrometerbereich). Ebenfalls zur Charakterisierung der Substruktur werden mit Synchrotronstrahlung gemessene BRAGG-Beugungsprofile mit verschiedenen Auswerteverfahren analysiert (Profilanalyse). Diese Verfahren erlauben es, neben Aussagen zur Größe der kohärent streuenden Teilchen auch Aussagen zu den Gitterdehnungen bzw. inneren Spannungen zu treffen. Das Analyseverfahren nach KRIVOGLAZ und WILKENS soll genutzt werden, um mittlere Versetzungsdichten zu berechnen.

In Kapitel 2 werden Begriffe eingeführt und Grundzusammenhänge dargestellt, auf denen die vorliegende Arbeit aufbaut. Das Kapitel gliedert sich in drei Teile. Im Mittelpunkt des ersten Teils steht die zyklische Plastizität. Es werden Begriffe und Kennfunktionen zur Beschreibung des zyklischen Verformungsverhaltens eingeführt, wesentliche Erkenntnisse zu den Versetzungsstrukturen bzw. deren Bildung bei der zyklischen Verformung zusammengefasst sowie wichtige Beziehungen zwischen den mechanischen Kenngrößen und den Gefügekenngößen angegeben. Der zweite Abschnitt beschäftigt sich mit verschiedenen Konzepten zur mikrostrukturkorrelierten Modellierung des Verformungsverhaltens. Der dritte Teil widmet sich der Charakterisierung und gezielten Einstellung von Gefügen. Begriffe zur Beschreibung von Gefügen werden präzisiert und Methoden zur Gefügecharakterisierung vorgestellt und diskutiert. Ausführlich wird dabei auf die röntgenographischen Methoden eingegangen. Im letzten Abschnitt werden Verfahren vorgestellt, mit denen sich gezielt bestimmte Korngrößenverteilungen einstellen lassen.

In Kapitel 3 wird der Erkenntnisstand am Beginn der Arbeit (Anfang 2000) dargestellt und es werden aktuelle Fragen benannt. Der erste bzw. zweite Teil enthält eine Zusammenstellung der Ergebnisse von Veröffentlichungen zum Gefüge bzw. zur Gefügestabilität bei zyklischer Verformung von kfz Metallen mit smk Gefüge. Im dritten bzw. vierten Abschnitt sind die Erkenntnisse zusammengefasst, die zum Einfluss der Korngröße auf das zyklische Spannungs-Dehnungsverhalten bzw. die ermüdungstypischen Versetzungsmuster reiner kfz Metalle vorlagen. Ausgehend von

dem dargestellten Wissen werden im fünften Teil dieses Kapitels die Ziele und Aufgabenstellungen präzisiert bzw. konkretisiert.

Das experimentelle Vorgehen bei den elektronenmikroskopischen und röntgenographischen Untersuchungen bzw. Verformungsexperimenten sowie die verwendeten Auswerteroutinen sind Gegenstand des 4. Kapitels. Außerdem wird die Herstellung der Proben beschrieben und ein Übersicht über die durchgeführten Experimente gegeben.

Kapitel 5 enthält die experimentellen Ergebnisse. Es gliedert sich in vier Hauptteile. Der erste bzw. dritte Teil beinhaltet die Ergebnisse zur Charakterisierung der Gefüge der verschiedenen Materialien im Ausgangszustand bzw. nach der zyklischen Verformung. Die Ergebnisse der Verformungsexperimente sind im zweiten Abschnitt zusammengestellt. Der vierte Teil enthält die Ergebnisse der Analyse zu den ermüdungstypischen Versetzungsstrukturen.

In Kapitel 6 werden zunächst im ersten Abschnitt die Erkenntnisse zu den Gefügetransformationen und deren Zusammenhang mit dem Gefüge im Ausgangszustand bzw. dem Ent- und Verfestigungsverhalten betrachtet. Der zweite Teil widmet sich der Diskussion des Einflusses der Korngröße auf die Bildung ermüdungstypischer Versetzungsstrukturen. Im Mittelpunkt des dritten Abschnitts steht der Einfluss der Korngröße auf das zyklische Spannungs-Dehnungsverhalten. Bei der Quantifizierung des Korngrößeneinflusses kommt der mikrostrukturkorrelierten Modellierung des Verformungsverhaltens besondere Bedeutung zu. Die Modellierung mit zwei verschiedenen Modellierungskonzepten bildet deshalb einen Schwerpunkt dieses Abschnittes. Der letzte Teil des 6. Kapitels bietet eine zusammenfassende Sicht zum Einfluss der Korngröße auf die in dieser Arbeit betrachteten Aspekte der zyklischen Plastizität von mikro- und submikrokristallinem Nickel.

Kapitel 7 enthält eine Zusammenstellung der wesentlichen Ergebnisse dieser Arbeit und gibt einen Ausblick auf weitere notwendige Untersuchungen.



---

## 2 Grundlagen

### 2.1 Zyklische Plastizität – Begriffe und Grundzusammenhänge

#### 2.1.1 Mechanische Kennwerte und Kennfunktionen

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Nickelvielkristalle einachsigen dehnungsgeregelten symmetrischen Zug-Druck-Wechselverformungen bei Raumtemperatur unterzogen. Bei dieser Versuchsführung ist es möglich, die mechanischen Kenngrößen als skalare Größen zu behandeln und auf eine vektorielle bzw. tensorielle Formulierung der mathematischen Zusammenhänge zu verzichten.

Bei der plastischen Verformung setzt sich die Gesamtdehnung  $\kappa$  additiv aus der elastischen Dehnung  $\kappa_e$  und der plastischen Dehnung  $\kappa_p$  zusammen. Da im elastischen Bereich das HOOKsche Gesetz gilt, kann bei bekanntem Elastizitätsmodul  $E$  die plastische Dehnung  $\kappa_p$  aus der gemessenen Gesamtdehnung  $\kappa$  und der mechanischen Spannung  $\omega$  über

$$\kappa_p = \kappa - \kappa_e = \kappa - \frac{\omega}{E} \quad (2.1)$$

berechnet werden. Die Spannung, die mindestens aufgebracht werden muss damit sich das Material plastisch verformt, wird als Fließspannung  $\omega_F$  bezeichnet.

Trägt man die mechanische Spannung  $\omega$  über der Gesamtdehnung  $\kappa$  oder der plastischen Dehnung  $\kappa_p$  für einen vollständigen Verformungszyklus auf, so erhält man eine erste wichtige Kennfunktion zur Beschreibung des zyklischen Verformungsverhaltens, die **mechanische Hysteresekurve**. In Bild 2.1 sind schematisiert zwei Hysteresekurven dargestellt und daran charakteristische Größen veranschaulicht. Der Elastizitätsmodul  $E$  kann aus der Hysteresekurve ( $\omega = \omega(\kappa)$ ) als Anstieg des linearen Teils nach maximaler Zug- bzw. Druckbelastung bestimmt werden.

Zur Beschreibung einer Hysteresekurve gibt es eine Reihe verschiedener Größen, die in Tabelle 2.1 zusammengestellt sind. Die Bedeutung der Größen  $\omega_{max}$ ,  $\omega_{min}$ ,  $\kappa_{max}$ ,  $\kappa_{min}$ ,  $\kappa_{p,max}$  und  $\kappa_{p,min}$  ist dem Bild 2.1 zu entnehmen.

Die Mittelspannung  $\omega_m$  charakterisiert die Spannungsasymmetrie zwischen dem Zug- und Druckhalbzyklus bei der Wechselverformung. Ursachen für Mittelspannungen können bei Verformungen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude innere Spannungen in der Probe sein, die sich der äußeren Spannung überlagern.