



1. Einführung

1.1 Motivation und Problemstellung

Die stetige Effizienzsteigerung gehört zu den wesentlichsten Anwendungszielen der Forschung im Allgemeinen, und der Forschung an neuen Werkstoffen im Speziellen. Erhöhung der Materialfestigkeit bei gleichzeitigem Bemühen, das entsprechende Gewicht (und damit Dichte) klein oder wenigstens in vernünftiger Größenordnung zu halten, bezeichnet eine sehr konkrete Umsetzung der o.g. Zielsetzung und entspricht in Hinblick auf Ressourcenschonung und Nachhaltigkeit den heute wichtigen Bestrebungen auf allen gesellschaftlichen Ebenen, wie etwa auch auf der politischen. So sind beispielsweise neben diversen internationalen Initiativen (z.B. [10–13]) allein in Deutschland zahlreiche Ministerien in deutsche Forschungsinitiativen des Bundes zu diesem Kontext eingebunden; u.A. z.B. die sog. “MatRessource“-Förderinitiative [14, 15] des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF), welche bereits seit November 2010 läuft. Eine weitere Ebene ist jene der Wirtschaft, welche häufig eng mit der Wissenschaft verknüpft, sowohl in großindustriellem Umfang, als auch in kleinen und mittleren Unternehmen in interdisziplinären Forschungs- und Innovationsvorhaben Lösungen zu relevanten Problemen aus diesem thematisch vielschichtigen Umfeld zu erarbeiten sucht und diese zum Teil in ingenieurtechnische Disziplinen wie z.B. jene des Leichtbaus manifestiert.

Zur Begegnung der sich ergebenden Herausforderungen jener industriellen Bedürfnisse nach komplexen Materialien, eingesetzt in fortschrittlichen Applikationen, erweist sich die Klasse der Mehrkomponentenwerkstoffe als vielversprechender Kandidat in Hinblick auf Werkstoffeffizienz, Innovationspotential und ökonomische Machbarkeit – insbesondere in den Zukunftsfeldern Energie- und Umwelttechnik sowie Leichtbau. BMBF-Schätzungen zufolge, hängen etwa 70 % aller technischen Neuerungen von derart maßgeschneiderten Materialien direkt oder indirekt ab [16]. Weiterhin zeigen Werkstoffe, neben einer Vielzahl möglicher anderer festigkeitssteigernder Mechanismen wie Mischkristallhärtung, Teilchenhärtung, Kaltverfestigung, etc. (vgl. z.B. [17, 18]), auf die jedoch in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen werden soll, durch die sog. Feinkornhärtung [17–19] mit geringer mittlerer Korngröße (KG) d entsprechend der HALL-PETCH Beziehung [20, 21]

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1.1)$$

herausragende (mechanische) Eigenschaften, inkl. hoher Fließspannung σ_y und/oder guter Duktilität (vgl. **Abbildung 1.1**) [1, 22, 23]. Hierbei haben σ_0 und k die Bedeutung von Materialkonstanten. Insbesondere ultrafeinkörnige (UFK) bzw. nanokristalline (NK) Werkstoffe haben – seit etwa 1984 nach GLEITERS Erkenntnis [24] über den Unterschied der Eigenschaften jener im Vergleich zu konventionell grobkörnigen (GK) – viel Aufmerk-



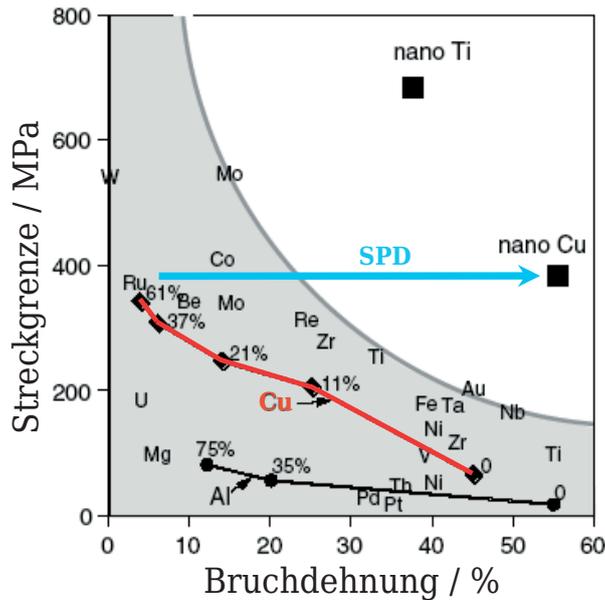


Abbildung 1.1: Deutliche (und simultane) Steigerung der Festigkeit sowie Bruchdehnung SPD prozessierter, im Vergleich zu konventionell GK bzw. kaltgewalzten Materialien; nach [1]

samkeit in der aktuellen Forschung erzeugt.¹ So sind besonders mechanische Eigenschaften dieser UFK Werkstoffe interessant für fortgeschrittene ingenieurtechnische Anwendungen, z.B. in den Industriefeldern der Automobil-, Luft-, Raum- und Schifffahrt sowie der Medizin [27, 28].

Bezüglich der beiden gegensätzlichen Ansätze *bottom-up* bzw. *top-down* [29, 30] wurden zahlreiche Prozesse zur Herstellung solcher o.g. hochentwickelter Werkstoffe untersucht. Dabei zählen geringe Volumenerzeugungsraten und beschränkte Probandimensionen allerdings zu den primären Nachteilen des erstgenannten Ansatzes, der z.B. die Verfahren *inert gas condensation* (IGC) oder *electro-deposition* (ED) beinhaltet [31]. Im Gegensatz dazu erweisen sich *top-down*-Methoden wie z.B. der Klasse der sog. starken plastischen Verformungen (SPD) als vorteilhaft in Bezug auf deren Kosteneffizienz und Potential zur Produktion von Bulkmaterial in größerem Ausmaß [29]. Letzteres soll auch in dieser Arbeit Gegenstand sein. Heutzutage gehören zu den etablierten SPD Prozessen u.A. das sog. *equal channel angular pressing* (ECAP)² [23, 32–35], das *high pressure torsion* (HPT) [36, 37] und das *accumulative roll bonding* (ARB) [38, 39], wobei Letzteres vielleicht hinsichtlich industrieller Bedürfnisse und des Implementationsaufwandes aufgrund der bereits bestehenden Infrastruktur im Moment das vielversprechendste SPD Verfahren darstellt. Entsprechend nicht verwunderlich, ist der ARB Prozess im letzten Jahrzehnt gründlich analysiert und verbessert worden; so z.B. in [6, 27, 40–51].

Ein alternativer SPD Prozess namens *accumulative swaging and bundling* (ASB) – in deutschen Publikationen anlehnd an das sog. Rundkneten (*rotary swaging*) (vgl. [52]) auch als solches, bzw. genauer als akkumuliertes Rundkneten bezeichnet [53] – wurde kürzlich

¹Dabei werden in dieser Arbeit die Bezeichnungen ultrafeinkörnig (UFK) bzw. nanokristallin (NK) gemäß der Konvention $100\text{ nm} < d < 1\text{ }\mu\text{m}$ bzw. $d < 100\text{ nm}$ benutzt. Wie in der Literatur üblich, wird UFK synonym zu submikrokristallin verwendet [25, 26].

²auch oft als *equal channel angular extrusion* (ECAE) bezeichnet



eingeführt [54, 55] und eignet sich z.B. zur Prozessierung von UFK Ti/Al Kompositdrähten für strukturelle Applikationen. Dieser (Umform-)Prozess ähnelt einer *bundling and drawing* („Bündeln und Ziehen“)-Technik, die zuerst in [56] erschien, und wurde adaptiert und modifiziert durch verschiedene Forschungsgruppen, z.B. [57–61].

1.2 Rahmen, Inhalt und Ziel der Arbeit

Im Rahmen des Exzellenz-Clusters *European Centre for Emerging Materials and Processes Dresden* (ECEMP) [16, 62] der Sächsischen Exzellenzinitiative behandelt die vorliegende Arbeit die Analyse eines ASB-prozessierten UFK Ti/Al Werkstoffverbundes, der Forschungsgegenstand des ECEMP-Teilprojektes *High Strength Metallic Composites* (HSMetComp) ist. Letzteres befasst sich mit der Entwicklung innovativer hochfester UFK Werkstoffe für Leichtbauanwendungen insbesondere durch Ausnutzung des Zusammenhangs (1.1) [2, 6, 47]. Dabei befindet sich diese Arbeit auf der Seite der Grundlagenforschung in der in ECEMP projektierten Wertschöpfungskette „Vom Atom zum komplexen Bauteil“ [16, 62] und soll einen Beitrag zur tiefen Charakterisierung dieses neuartigen Mehrkomponentenwerkstoffs und ASB Verfahrens, und somit zum besseren Verstehen der physikalischen Grundlagen leisten.

Zu der o.g. Analyse gehören neben den experimentellen Untersuchungen der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften, die bereits in anderen Arbeiten wie z.B. [5, 53, 54] schwerpunktmäßig durchgeführt wurden, auch jene der kristallografischen Textur und mechanischen Spannung. Nach einer Darstellung der Grundlagen zu den untersuchten SPD Umformverfahren, verwendeten Begrifflichkeiten und analytischen Methoden in **Kapitel 2** inkl. des aktuellen Stands der Technik, geht **Kapitel 3** ausführlicher auf experimentelle Details hinsichtlich Material (Prozessierung, Präparation, etc.) und insbesondere Messanalytik ein, bevor in **Kapitel 4** Ergebnisse dargestellt und diskutiert, und schließlich in **Kapitel 5** resümiert werden.

Insbesondere wird die Textur- und Spannungsentwicklung des ASB Werkstoffverbundes als Funktion von sowohl (i) Verformungsgrad als auch (ii) Position im Drahtquerschnitt diskutiert. Mit Hinblick auf diese Korrelationen werden Schlussfolgerungen auf die Natur des ASB Prozesses gezogen, welche die Entwicklung der Mikrostruktur [5, 53, 54], der mechanischen Eigenschaften und die Konsequenz für Texturbildung [63, 64] und Spannungsentwicklung einschließen. Hierfür wird die experimentelle Textur- und Spannungsanalyse (vgl. u.A. **Abschnitt 4.2** und respektive **Abschnitt 4.3**), welche mittels eines innovativen Messsystems (vgl. u.A. **Abschnitt 3.3.3**) – installiert und finanziert im Rahmen des o.g. Forschungsprojektes mit Mitteln des Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (EFRE) im Rahmen des Exzellenz-Clusters ECEMP der Sächsischen Exzellenzinitiative – durchgeführt wurde, durch analytische Betrachtungen und numerische Simulationen (vgl. u.A. **Abschnitt 4.4**) komplettiert.





2. Grundlagen

DIE in diesem Kapitel zusammengetragenen Grundlagen wurden insbesondere anhand der Lehrbücher [3,65,66] für die Bereiche der RÖNTGENphysik, RÖNTGENografischen Textur- und Spannungsanalyse sowie der Elastizitätstheorie anhand [67–72] erarbeitet. Weiterhin fanden u.A. Überblicksartikel und grundlegende Werke wie [4, 73–76] Verwendung. Einige Inhalte dieses Kapitels sind zudem bereits in eigenen Publikationen [7, 8] erschienen.

Nach kurzer Übersicht zu heutzutage etablierten SPD Methoden inkl. der Darstellung der im Rahmen dieser Arbeit betrachteten SPD Methoden (**Abschnitt 2.1**) werden theoretische und praktische Aspekte der Grundlagen zu mechanischen (Eigen-)Spannungen bzw. kristallografischer Textur im Allgemeinen (**Abschnitte 2.2** bzw. **2.4**) sowie im Speziellen hinsichtlich der angewandten Analysemethoden (**Abschnitte 2.3** bzw. **2.5**) beleuchtet.

2.1 Kornfeinung durch starke plastische Verformung

2.1.1 Methoden der starken plastischen Verformung

Um ein entsprechend **Abschnitt 1.1** günstiges mikrostrukturiertes Material herzustellen, gibt es eine Reihe von Verfahren, die u.A. durch Kornfeinung eine nach (1.1) resultierende Materialfestigkeitssteigerung erzielen. Diese Methoden lassen sich bezüglich ihres Sytheseansatzes wie o.g. klassifizieren, wobei ein Überblick z.B. in [31, 77] gefunden werden kann. Die beispielhafte Auswahl in **Tabelle 2.1** stellt die gebräuchlichsten Verfahren zusammen. Neben den in [29] und in **Abschnitt 1.1** bereits erwähnten, haben *top-down*

Tabelle 2.1: Auswahl verschiedener *bottom-up* und *top-down* Methoden und Verfahren [78]

<i>bottom-up</i>	<i>top-down</i> SPD
<i>inert gas condensation</i>	<i>ball milling</i>
<i>electro-deposition</i>	<i>equal channel angular pressing</i>
<i>sputtering</i>	<i>cyclic extrusion and compression</i>
<i>laser ablation</i>	<i>high pressure torsion</i>
<i>chemical processing</i>	<i>accumulative roll bonding</i>

(gegenüber den *bottom-up*) Methoden der Klasse der SPD weitere essentielle Vorteile für die Verfahrensumsetzung wie z.B. die (ungefähre) Invarianz der Probengeometrie (gegenüber der initialen) im Laufe der Verformung. Dadurch lassen sich Verformungsprozesse

mehrfach durchführen, Verformung akkumulieren, womit Kornfeinung realisiert und die Übertragung in die verarbeitende Industrie generell ermöglicht wird.

Die Kornfeinung selbst resultiert dabei aus der Akkumulation von den durch starke plastische Verformung erzeugten Versetzungen, die sich zunächst in Versetzungsstrukturen anordnen, und bei weiterer Verformung über die Bildung von Subkorn Grenzen zu neuen Korn Grenzen, und somit zur Kornfeinung führen (vgl. u.A. [79,80]). Die damit verbundene Erhöhung der Anzahl interner Grenzflächen wirkt als Verminderung neuer Versetzungsbelegungen und steigert somit die spezifische Festigkeit des Materials bei gleichzeitig guter Duktilität.

2.1.2 Accumulative roll bonding (ARB)

Eine der o.g. Methoden, die bereits industriellen Erfordernissen gerecht wird, ist die des ARB, welche zuerst in [38, 39] publiziert wurde. Wie in **Abschnitt 1.1** beschrieben, wurden im letzten Jahrzehnt sowohl der ARB Prozess als auch die ARB prozessierten Werkstoffe grundlegend untersucht und verbessert, so z.B. in Bezug auf Mikrostruktur- und Texturentwicklung [27, 40–45]. Weiterhin wurde und wird das Verfahren auf komplexere Materialkomposite angewandt, so dass etwa Mehrkomponentensysteme wie z.B. in [6, 46–51] herstellbar sind.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden lokale Textur- und Spannungsverteilungen respektive mehrerer Lagen verschiedener Verformungszustände der ARB Ti/Al Kompositbleche bestimmt, auf die an anderer Stelle [81] genauer eingegangen werden soll.

2.1.3 Accumulative swaging and bundling (ASB)

Ein relativ neuer, dem ARB in gewisser Weise artverwandter SPD Prozess namens ASB wurde entwickelt, um ebenfalls innovative Mehrkomponentensysteme mit geeigneter Mikrostruktur und entsprechend verbesserten mechanischen Eigenschaften bei anderer Bauteilgeometrie und ebenfalls mit dem Fokus auf Leichtbau herzustellen [54, 55]. Mittels dieses Prozesses können Stangen und Drähte mit hoher spezifischer Festigkeit [2, 5, 54] (**Abbildung 2.1**)¹ dank der sich einstellenden UFK Mikrostruktur und Wechselwirkung zwischen den Komponenten [82] der Ti/Al Kompositdrähte prozessiert werden, die für z.B. konstruktive Leichtbaulösungen interessant sind. Weiterhin besteht in einem leicht erweiterten Verfahren die Möglichkeit, intermetallische Werkstoffe herzustellen [83]. Detaillierte Ausführungen u.A. zur Materialauswahl, -prozessierung sowie zur Analyse von Material und Prozess finden sich insbesondere auch in [53].

Die Analyse der lokalen Textur- und Spannungsverteilung verschiedener Verformungszustände der ASB Ti/Al Kompositdrähte ist ein Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit und soll in den folgenden **Abschnitten** zunächst grundlagenseitig vorbereitet und in späteren **Kapiteln** ausführlich experimentell sowie theoretisch anhand der gewählten Durchführung und entstandener Ergebnisse dargelegt werden.

¹Aufgetragen ist hierzu beispielsweise die (massen)spezifische Zugfestigkeit, d.h. die Zugfestigkeit (*ultimate tensile strength* (UTS)) als Funktion der Massendichte ρ

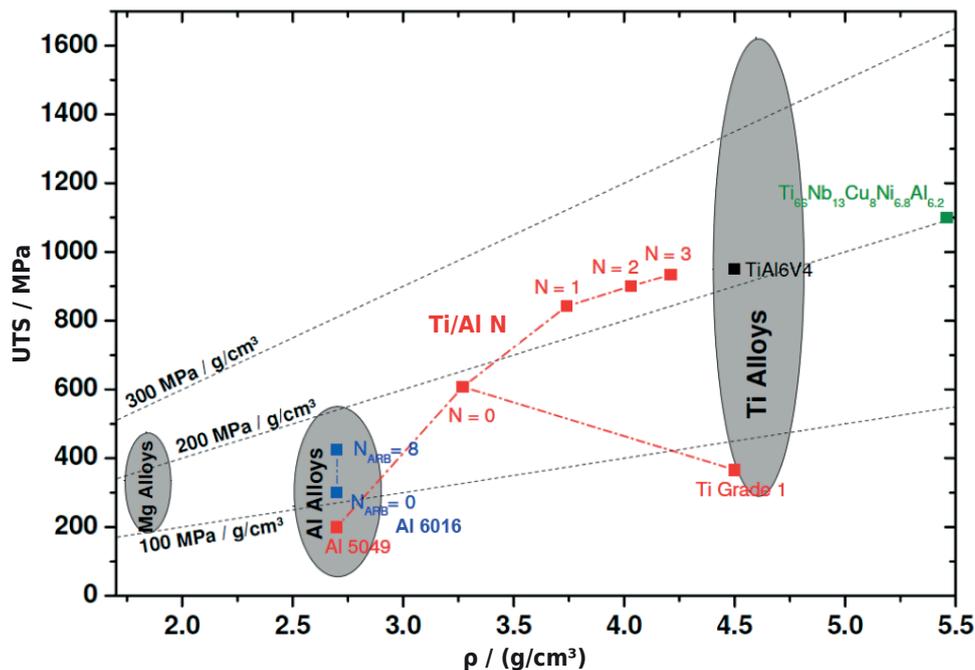


Abbildung 2.1: Spezifische Festigkeit der Ti/Al Drähte im Vergleich zu kommerziell genutzten Al- und Ti-Legierungen und einer weiteren Ti-basierten Legierung des Forschungsprojektes; nach [2]

2.2 Mechanische (Eigen-)Spannungen

Ein wichtiges Interesse der Grundlagen- und Materialforschung sowie anderer angrenzender Wissenschaftsbereiche ist die Analyse mechanischer Spannungen eines Werkstoffes, insbesondere jene der internen Spannungen – auch Eigenspannungen (*residual stress* (RS)) genannt – aufgrund deren Allgegenwart² und Einfluss auf mechanische und allgemein physikalische Eigenschaften. Spannung, verstanden als Maß für die Deformationskraft angewandt auf einen Festkörper pro Einheitsfläche [65], macht deutlich, dass eine entsprechende Spannungsanalyse (SpA)³ insbesondere für die Modellbildung von Materialverhalten unter spezifischen Belastungszuständen sowie bei der Entwicklung von Prognosen für reales Versagensverhalten bedeutende Beiträge liefern kann.

Nicht verwunderlich, hat die SpA bereits eine ziemlich lange wissenschaftliche Geschichte⁴ und es gibt heutzutage eine ganze Reihe von Methoden und Techniken zur experimentellen Bestimmung mechanischer Spannungen, z.B. mechanische, optische, magnetische,

²„Eigenspannungsfreie Bauteile sind eine Abstraktion.“ [84]: 8

³An dieser Stelle sei der Anmerkung erlaubt, dass in der Literatur oft anstelle von z.B. SpA etwa von „Spannungsmessungen“ etc. gesprochen wird. Das „(experimentelle) Messen“ von (mechanischen) Spannungen ist allerdings per definitionem ein irreführender Terminus, da hierbei keine klare Differenzierung zwischen eigentlicher Mess- und Rechengröße erfolgt. In der vorliegenden Arbeit wird aus diesem Grund etwa der Terminus der „(experimentellen) Bestimmung“ einer Spannung verwendet; allerdings ist ein gewisser Rest an begrifflicher Unschärfe bei der Arbeit mit der Literatur nicht auszuschließen und sei entsprechend in diesem Kontext verstanden.

⁴Erste bewusste Behandlung von Spannungen und Dehnungen reichen sogar bis 200 B.C. zurück [65], während die heutige Bedeutung erst um 1900 mit der CAUCHYSCHEN Definition von Spannung (vgl. **Abschnitt 2.2.1**) herausgearbeitet wurde [85].

akustische, nuklear-physikalische sowie Beugungsverfahren [65, 85–89]. Besonders Letztere besitzen u.A. den großen Vorteil einer zerstörungsfreien Analysemöglichkeit und dienen daher momentan als die am Häufigsten angewandten Methoden zur SpA [4]. Dank technischer Innovationen des letzten Jahrzehntes haben diese Verfahren essentielle apparative Veränderungen und Verbesserungen erfahren, besonders in Bezug auf Strahlungsquellen und Detektorsysteme. Damit einher ging die Entwicklung neuer Methoden z.B. im Bereich der RÖNTGENografischen Spannungsanalyse (*X-ray diffraction stress analysis* (XRD-sa)), d.h. der SpA auf Basis der RÖNTGENbeugung (*X-ray diffraction* (XRD)): So wurde z.B. die zweidimensionale (2D) RÖNTGENografische SpA (*two-dimensional X-ray diffraction stress analysis* (XRD²-sa)) mittels 2D RÖNTGENbeugung (*two-dimensional X-ray diffraction* (XRD²)) entwickelt [3, 90, 91], welche in der vorliegenden Arbeit in einem 2D RÖNTGENmikrodiffraktometer (XR μ D²) im Laborformat (*lab-scale*) als *two-dimensional X-ray microdiffraction stress analysis* (XR μ D²-sa) umgesetzt worden ist.

Bevor auf die neuartige Analyseverfahren genauer eingegangen werden kann (vgl. z.B. **Abschnitt 2.3.3**), sollen zunächst zum besseren Verständnis und des Überblicks wg. essentielle Grundlagen der Elastizitätstheorie (**Abschnitte 2.2.1, 2.2.2, 2.3.1**), der RÖNTGENphysik (**Abschnitt 2.3.1**) sowie der sog. konventionellen Röntgenografischen Spannungsanalyse (*conventional X-ray diffraction stress analysis* (cXRD-sa), vgl. **Abschnitt 2.3.2**) als spezielle Anwendung der konventionellen RÖNTGENbeugung (*conventional X-ray diffraction* (cXRD)) kurz zusammengetragen werden.

2.2.1 Definition von Spannung, Spannungstensor

Betrachtet man verschiedene Bereiche der Physik bzw. der Kontinuumsmechanik, die entsprechend für unterschiedliche Anwendungsgebiete, Strukturniveaus etc. gelten und Aussagen treffen, jedoch auch gemeinsame Gültigkeitsbereiche teilen, wird schnell klar, dass die Begrifflichkeit der (mechanischen) Spannung bzw. des Spannungstensor vielschichtig ist und es für einen korrekten Bezug genauer Ansage bedarf, welcher dieser Termini im Folgenden Gegenstand sein soll. Angesichts des Anwendungsgebietes der vorliegenden Arbeit im Bereich der RÖNTGENphysik, soll hier ausschließlich der CAUCHYSche Spannungs(tensor)begriff der klassischen Physik behandelt werden (vgl. z.B. [67, 71, 92]).

Im Allgemeinen wird der physikalische Begriff der mechanischen Spannung, auf ein Volumenelement wirkend, mittels des mathematischen Konstruktes des CAUCHYSchen Spannungstensor $\sigma := (\sigma_{ij})_{i,j=1,2,3}$ abgebildet. Als solcher können dessen Komponenten σ_{ij} bzgl. eines gewählten äußeren Koordinatensystem (KS) (vgl. **Abschnitt 2.2.2**), z.B. bzgl. des Probenkoordinatensystem (PKS) $\mathcal{S} := (\mathcal{S}_i)_{i=1,2,3}$ expliziert werden. Dabei ist σ ein Tensor zweiter Stufe mit neun Spannungstensorkomponenten σ_{ij} (**Abbildung 2.2**). Jedes σ_{ij} bezeichnet eine skalare Spannung, welche klassisch definiert die Intensität der internen Kraft darstellt, die sich als Balance gegenüber der externen Kraft $\Delta \vec{F}$ einstellt. $\Delta \vec{F}$ wirkt dabei auf ein kleines Flächenelement $\Delta \vec{A}$ des Betrages $\Delta A := |\Delta \vec{A}|$, so dass ein Spannungsvektor \vec{t} durch [71]

$$\vec{t} := \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta \vec{F}}{\Delta A} \quad (2.1)$$

definiert werden kann, dessen Betrag einer der o.g. skalaren Spannungen (entsprechend der Richtung von $\Delta \vec{F}$) entspricht. Wie üblich bei vektoriellen Größen kann $\Delta \vec{F}$ weiter-

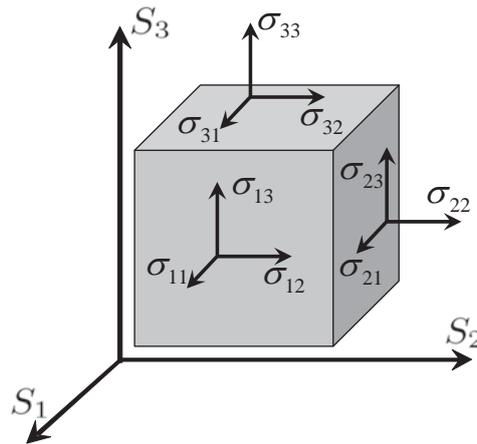


Abbildung 2.2: Definition der Spannungstensorkomponenten σ_{ij} an einem Volumenelement; vgl. auch [67,71]

hin bzgl. $\Delta\vec{A}$ in einen parallelen bzw. orthogonalen (normalen) Anteil zerlegt werden, der dann entsprechend (2.1) einer Scher- bzw. Normalspannung entspricht. Für Letztere kann noch zwischen Zug- bzw. Drucknormalspannung unterschieden werden, wenn sich z.B. unter dem o.g. Flächenelement $\Delta\vec{A}$ eine der in **Abbildung 2.2** dargestellten Seitenflächen mit entsprechend nach Außen gerichteter Orientierung vorgestellt wird: Man spricht dann im Falle eines positiven Betrages der Spannung, also einer gleichartigen Orientierung gemäß $\vec{t} \uparrow \Delta\vec{A}$, von einer sog. Zugspannung und bei gegensätzlicher Situation, d.h. falls $\vec{t} \downarrow \Delta\vec{A}$ (negative Spannung) von einer Druckspannung. Außerdem werden in der Technik im Falle von eindimensionalen (1D) Belastungszuständen häufig die Begriffe der Ingenieurspannung bzw. wahren Spannung verwendet, die sich darauf beziehen, ob bei der Berechnung der Spannung für ΔA eine konstante (Ausgangs-) oder eine sich während der Verformung ändernde Größe berücksichtigt wird.

Die hier verwendete, an [71] angelehnte Nomenklatur der Indizes der skalaren Spannungskomponenten σ_{ij} identifiziert die (skalare) Spannung, welche auf die Fläche gemäß i (Richtung \mathcal{S}_i des PKS bzw. des Flächennormaleneinheitsvektors \vec{n} in **Abbildung 2.2**) in die Richtung \mathcal{S}_j der Spannungstensorkomponente wirkt, d.h. entsprechend der (auch als Definition für σ verwendbaren) Beziehung

$$\vec{t} \equiv \vec{t}(\vec{r}, \vec{n}) = \sigma(\vec{r}) \cdot \vec{n} \quad (2.2a)$$

bzw.

$$t_i \equiv t_i(\vec{r}, \vec{n}) = \sigma_{ij}(\vec{r}) n_j \quad (2.2b)$$

zwischen \vec{t} und σ gilt [71]. Zur Veranschaulichung dieses Sachverhaltes dient **Abbildung 2.2**. In (2.2a) und in dessen entsprechender Komponentenform (2.2b) ist zudem schon darauf hingewiesen, dass sowohl \vec{t} als auch σ i.A. eine Funktion des Ortes \vec{r} sind. Dabei ist (2.2b) sowie jede weitere in der vorliegenden Arbeit vorkommende, kompakt geschriebene Komponentengleichung gemeint im Sinne der EINSTEINSchen Summenkonvention [93], d.h. in (2.2b) ist $\sigma_{ij} n_j \equiv \sum_{j=1}^3 \sigma_{ij} n_j$, für $i = 1, 2, 3$.

Die Bedingungen des mechanischen Gleichgewichts (GG) für die mechanischen Momente [65,68] führt zur (paarweisen) Gleichheit der jeweiligen Scherspannungskomponenten, d.h. $\sigma_{ij} \stackrel{!}{=} \sigma_{ji}, \forall i \neq j \in \{1, 2, 3\}$, und damit zu einem symmetrischen σ mit nur noch

sechs unabhängigen Komponenten σ_{ij} [71], die den Spannungszustand eines Festkörpers definieren:

$$\boldsymbol{\sigma} := (\sigma_{ij}) \equiv \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \stackrel{!}{=} \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{pmatrix} =: \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \cdot & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \cdot & \cdot & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

2

Um diese o.g. Symmetrie schnell (auf einen Blick) zu verdeutlichen, kann eine Schreibweise wie auf der rechten Seite von (2.3) verwendet werden. Im Folgenden wird dies der Effizienz wg. zumeist befolgt.

2.2.2 Spannungen in verschiedenen Referenzsystemen

In der bisherigen Darstellung wurde die Abhängigkeit der Werte σ_{ij} vom gewählten KS noch nicht betont. So versteht sich (2.3) insofern, als dass $\boldsymbol{\sigma}$ in zunächst frei wählbaren KS gegeben ist, z.B. im PKS \mathcal{S} der in **Abbildung 2.2** definierten Probenrichtungen \mathcal{S}_i . Daher sollte oben anstelle $\boldsymbol{\sigma}$ genauer $\boldsymbol{\sigma}^{\mathcal{S}}$ geschrieben werden. Meist ist das KS \mathcal{S} einfachheitshalber entsprechend einer (kartesischen) Orthonormalbasis (ONB) $(\vec{e}_i)_{i=1,2,3} := (\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$ gewählt, so dass

$$\boldsymbol{\sigma}^{\mathcal{S}} \equiv \boldsymbol{\sigma}^{(\mathcal{S}_i)_{i=1,2,3}} = \sigma_{ij}^{\mathcal{S}} \vec{e}_i \otimes \vec{e}_j \quad (2.4)$$

gilt. Nun involviert die SpA jedoch häufig den Wechsel der Bezugssysteme, z.B. zwischen dem PKS \mathcal{S} und dem Labor(koordinaten)system (LKS) \mathcal{L} wg. technischer Restriktionen und experimenteller Realisation. Deshalb wird die Anwendung von Tensortransformationsregeln (vgl. z.B. [94]) nötig: Für den Übergang $\mathcal{S} \longleftrightarrow \mathcal{L} := (\mathcal{L}_i)_{i=1,2,3}$ mit z.B. den entsprechenden ONBen $(\vec{e}_i)_{i=1,2,3}$ und $(\vec{e}_i)_{i=1,2,3}$ erhält man

$$\boldsymbol{\sigma}^{\mathcal{S}} = \sigma_{ij}^{\mathcal{S}} \vec{e}_i \otimes \vec{e}_j = (\sigma_{ij}^{\mathcal{S}}) = (t_{ii} t_{jj} \sigma_{ij}^{\mathcal{L}}), \quad (2.5a)$$

$$\boldsymbol{\sigma}^{\mathcal{L}} = \sigma_{ij}^{\mathcal{L}} \vec{e}_i \otimes \vec{e}_j = (\sigma_{ij}^{\mathcal{L}}) = (t_{ii} t_{jj} \sigma_{ij}^{\mathcal{S}}), \quad (2.5b)$$

bei Nutzung der Transformationskoeffizienten $t_{ii} := \vec{e}_i \cdot \vec{e}_i$ etc. [70–72].

2.2.3 Hauptspannungen im Hauptspannungssystem

Wie aus **Abschnitt 2.2.2** ersichtlich, ist es oft sinnvoll und hilfreich (ggf. nötig), aus Vergleichbarkeitsgründen die Auswertung der SpA anhand der sog. Hauptspannungen (im sog. Hauptspannungssystem) durchzuführen. Diese Normalspannungen sind die Eigenwerte σ_{I} , σ_{II} und σ_{III} von $\boldsymbol{\sigma}$, d.h. die eindeutig bestimmbar skalaren Normalspannungskomponenten, die sich ergeben, wenn (2.3) in seine Diagonalform

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{\text{I}} & 0 & 0 \\ \cdot & \sigma_{\text{II}} & 0 \\ \cdot & \cdot & \sigma_{\text{III}} \end{pmatrix} \quad (2.6)$$

überführt (Hauptachsentransformation (HAT); z.B. [95]) wird, wobei eine Ordnungskonvention $\sigma_{\text{I}} \geq \sigma_{\text{II}} \geq \sigma_{\text{III}}$ festlegt [3]. Während die Werte σ_{ij} in (2.3) also sensitiv zur Wahl

des verwendeten KS sind und sich z.B. gemäß (2.5a) and (2.5b) transformieren, sind die Werte in (2.6) eindeutig (konstant) für einen gegebenen Tensor und somit auch unabhängig von der Wahl des KSs (z.B. \mathcal{S}). Die Orientierung von σ_I , σ_{II} und σ_{III} in Bezug auf das KS \mathcal{S} , d.h. der zugehörigen Eigenvektoren (sog. (Hauptspannungs-)Achsen \mathcal{H}_i des Hauptspannungssystems $(\mathcal{H}_i)_{i=I,II,III}$), können aus σ durch HAT berechnet und ebenfalls in Matrizenform dargestellt werden. Sie beschreiben dann entsprechend die respektive Lage zwischen \mathcal{S} und \mathcal{H} , wonach der Spannungszustand dann in Form des sog. Spannungsellipsoiden (vgl. **Abbildung 2.3**) veranschaulicht werden kann.

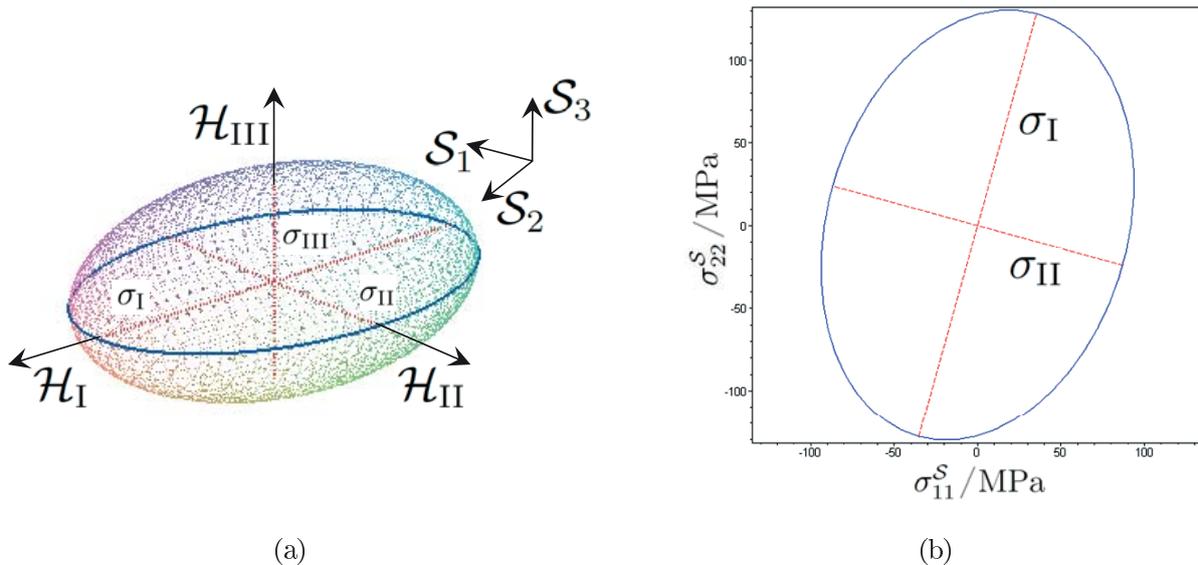


Abbildung 2.3: Zum Spannungsellipsoiden und zur Relation der Koordinatensysteme \mathcal{S} und \mathcal{H} : (a) Spannungsellipsoid, (b) Spannungsellipse der \mathcal{S}_1 - \mathcal{S}_2 -Ebene

2.3 Eigenspannungsanalyse mittels RÖNTGENbeugung

In den folgenden Abschnitten wird ein kurzer Überblick zur XRD-sa im Allgemeinen (**Abschnitte 2.3.1, 2.3.4**) sowie zur cXRD-sa im Speziellen (**Abschnitt 2.3.2**) gegeben (vgl. z.B. [4, 76, 96, 97]), um einen Zusammenhang und Vergleich zur XRD²-sa (**Abschnitte 2.3.3, 2.3.4**) [3] zu ermöglichen, welche in dem in [8] vorgestellten XR μ D² Messsystem als XR μ D²-sa Anwendung findet.

2.3.1 Grundlegende Gleichungen der RÖNTGENografischen Spannungsanalyse: RÖNTGENphysikalische und elastizitätstheoretische Grundlagen

Für ein homogenes (einphasiges) polykristallines Material entspricht der vorherrschende Spannungszustand $\sigma(\vec{r})$ an einer (Mess-)Position \vec{r} der Superposition der (externen)

Lastspannung σ^A (*applied stress*) und der (internen) Eigenspannung σ^{RS} (*residual stress*) entsprechend der Beziehung

$$\sigma(\vec{r}) := \sigma^A + \sum_{n=I}^{III} \sigma^{RS,n}(\vec{r}). \quad (2.7)$$

2

Die drei in (2.7) auftretenden Eigenspannungen $\sigma^{RS,I}$, $\sigma^{RS,II}$ bzw. $\sigma^{RS,III}$ (erster, zweiter bzw. dritter Art) sind entsprechend ihrer jeweiligen mikrostrukturellen Bereiche von quasi-homogenem und kompensierenden Charakters (mehrere Körner, ein Korn bzw. wenige Atome [89], vgl. **Abbildung 2.4(a)**) in folgenderweise [4, 98, 99] definiert:

$$\sigma^{RS,I} := \frac{\int_{\Omega^I} \sigma^{RS} d\Omega^I}{\int_{\Omega^I} d\Omega^I} \quad (2.8a)$$

$$\sigma^{RS,II} := \frac{\int_{\Omega^{II}} \sigma^{RS} d\Omega^{II}}{\int_{\Omega^{II}} d\Omega^{II}} - \sigma^{RS,I} \quad (2.8b)$$

$$\sigma^{RS,III} := [\sigma^{RS} - (\sigma^{RS,I} + \sigma^{RS,II})]_{\Omega^{III}} \quad (2.8c)$$

Hierbei bezeichnet der Integrationsbereich Ω^I das bestrahlte (makroskopische) Probenvolumen mit einem repräsentativen Volumenanteil der existierenden Kristallorientierungen, während Ω^{II} ein (mikroskopisches) Probenvolumen weniger Kristallite bzw. eines Kristallits kennzeichnet und schließlich durch Ω^{III} ein (nanoskopisches) Probenvolumen kleinster (atomarer) Werkstoffbereiche angegeben werden kann.

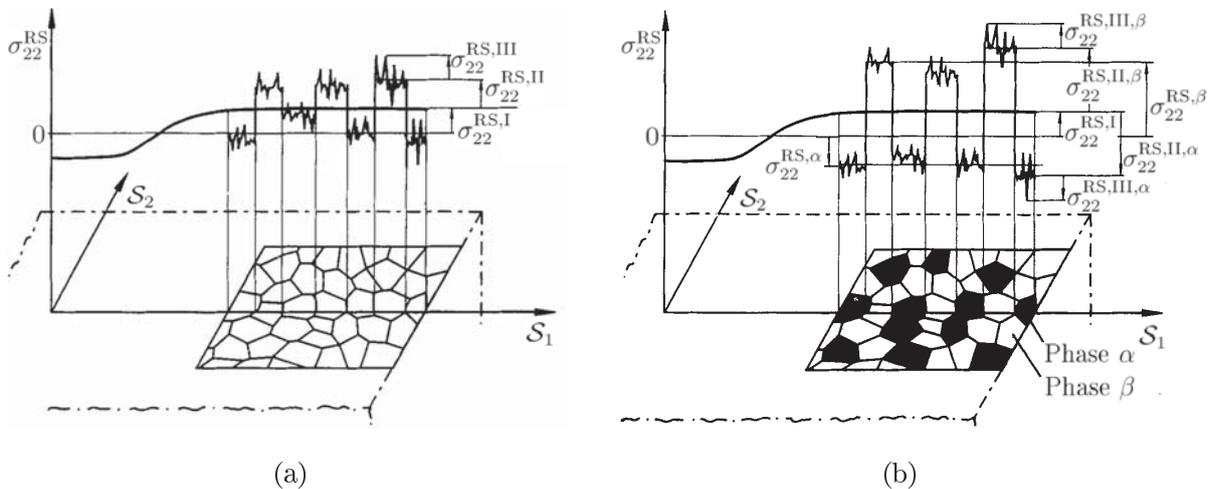


Abbildung 2.4: Schema der Eigenspannungsarten eines (a) homogenen (einphasigen) und eines (b) heterogenen (zweiphasigen) polykristallinen Werkstoffes; nach [4]

Im Falle eines heterogenen (mehrphasigen) polykristallinen Materials (vgl. **Abbildung 2.4(b)**), müssen die Gleichungen adaptiert werden. So muss z.B. (2.7) für den Fall des zweiphasigen Werkstoffes der vorliegenden Arbeit (Ti/Al Kompositdraht, vgl. z.B. **Abschnitt 3.1.1**) zu [100]

$$\sigma^\alpha(\vec{r}) = \sigma^A + \sigma^{RS,I}(\vec{r}) + \sum_{n=II}^{III} \sigma^{RS,n,\alpha}(\vec{r}), \quad (2.9)$$

verallgemeinert werden, wobei $\sigma^\alpha(\vec{r})$ die sog. Totalphasenspannung (*total phase stress*) der Phase α darstellt. Im hiesigen Falle steht α beispielsweise für Al und $\sigma^\beta(\vec{r})$ analog für die Phase β , d.h. Ti. Gewichtet mit den respektiven Phasenvolumenanteilen $\nu^\alpha := V^\alpha/V$ und ν^β ergibt sich für die sog. Makrospannung $\sigma^M := \sigma^{RS,I} + \sigma^A$ [66] die simple Beziehung

$$\sigma^M = \nu^\alpha \sigma^\alpha + \nu^\beta \sigma^\beta. \quad (2.10)$$

Bei Bestimmung von σ^α , σ^β , ν^α und ν^β folgt daher $\sigma^{RS,I}$ durch Nutzung von (2.10), sowie $\sigma^{RS,II}$ durch Verwendung von (2.10) in (2.9), wenn der Term $\sigma^{RS,III}$ vernachlässigt wird. Letzteres ist möglich (und in der (c)XRD-sa üblich [4, 89, 101]), da die Existenz von $\sigma^{RS,III}$ allein zur Verbreiterung des RÖNTGENografischen Beugungsreflexprofils (*X-ray peak profile broadening*), nicht aber zur Lagenänderung führt [4]. Die Verbreiterung wird separat, typischerweise mittels einer sog. Linienprofilanalyse (LPA) (*peak profile analysis*)⁵ ausgewertet. Aus diesem Grund werden $\sigma^{RS,III}$ Beiträge im Folgenden vernachlässigt. Generell werden mittels (c)XRD-sa Eigenspannungen des Types $\sigma^{RS,I}$ und $\sigma^{RS,II}$ auf der Basis des BRAGGSchen Beugungsgesetzes⁶ [111]

$$2d^{(hkl)} \sin \theta^{(hkl)} = \lambda, \quad (2.11)$$

ermittelt, das einen Zusammenhang zwischen messbarem BRAGGWinkel $\theta^{(hkl)}$ und Wellenlänge λ der verwendeten RÖNTGENstrahlung über die Gitterkonstante $d^{(hkl)}$ einer spezifischen kristallografischen Gitternetzebene (in Beugungsbedingung), definiert durch dessen MILLERSche Indizes (hkl) [112], herstellt. Dieser kann beispielsweise anhand **Abbildung 2.5** veranschaulicht werden. Folgende Prozedur wird innerhalb der XRD-sa durchgeführt [4, 89]:

(i) Detektion der Gitterdeformationdehnungen $\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl)}$ in linear unabhängigen (l.u.) Messrichtungen (ϕ', ψ') (**Abbildung 2.6**) durch Messung des spannungsinduzierten Shifts der (hkl) -Peakposition $2\theta^{(hkl)}$ in einem RÖNTGENdiffraktogramm (*X-ray diffractogram* (XRDg))⁷ etwa über die Definition der wahren Dehnung⁸ (vgl. z.B. [3])

$$\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl)} := \ln \frac{d_{(\phi', \psi')}^{(hkl)}}{d_0^{(hkl)}} \stackrel{(2.11)}{=} \ln \frac{\sin \theta_0^{(hkl)}}{\sin \theta_{(\phi', \psi')}^{(hkl)}}. \quad (2.12)$$

(ii) Korrelation dieser Dehnungen mit den entsprechenden Spannungen über das (in linear-elastischer Theorie geltende) generalisierte HOOKESche Gesetz [113–115]

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon} \quad (2.13a)$$

bzw.

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (2.13b)$$

mit dem vier-stufigen Elastizitätstensor C_{ijkl} [116] (auch: HOOKEScher Tensor, *elasticity tensor* [117] oder *stiffness tensor* [118]) als lineares Bindeglied zwischen dem Dehnungstensor $\boldsymbol{\varepsilon}$ und dem Spannungstensor $\boldsymbol{\sigma}$.

⁵Grundlagen [102–105], Applikationen [106–109] sowie Software Prozeduren [110]

⁶Alternative, in der Literatur oft verwendete Bezeichnungen sind u.A. BRAGG-Bedingung, BRAGGSche Gleichung bzw. BRAGGSches Reflexionsgesetz.

⁷aus dem Vergleich mit der spannungsfreien Winkelposition $2\theta_0^{(hkl)}$ (bzw. $d_0^{(hkl)}$)

⁸An dieser Stelle ist es unerheblich, ob die Definition der Ingenieursdehnung oder der wahren Dehnung benutzt wird, da diese im Bereich kleiner Verzerrungen zusammenfallen [67].

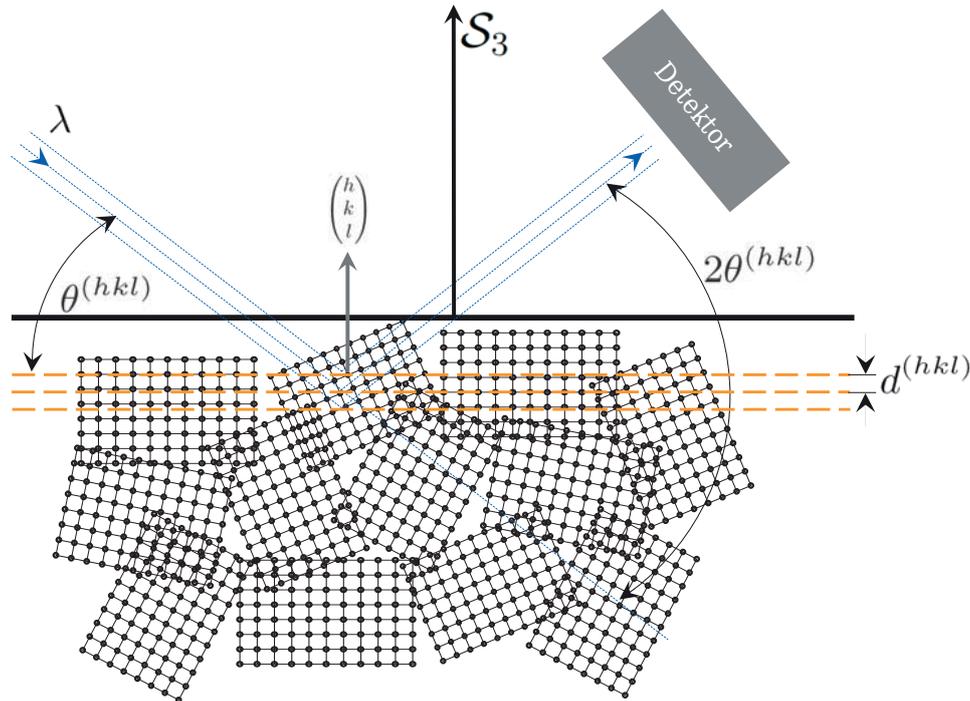


Abbildung 2.5: Zur Veranschaulichung der experimentellen Aufzeichnung der BRAGGSchen Beugung im Polykristall

Zur Berechnung von $\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl)}$, gegeben bzgl. der Probenrichtung (ϕ', ψ') in Kugelkoordinaten, werden die Dehnungstensoranteile $\varepsilon_{ij}^{(hkl), S}$, gegeben im PKS \mathcal{S} (Abbildung 2.6), mittels eines entsprechend in diese Richtung orientierten (sphärischen) Einheits(hilfs)vektors $\vec{h}^{(\phi', \psi'), S}$ auf die (ϕ', ψ') -Richtung projiziert. Diese Transformation erfolgt entsprechend

$$\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl)} = \varepsilon_{ij}^{(hkl), S} h_i^{(\phi', \psi'), S} h_j^{(\phi', \psi'), S} \quad (2.14)$$

mit

$$\vec{h}^{(\phi', \psi'), S} := \begin{pmatrix} \cos \phi' \sin \psi' \\ \sin \phi' \sin \psi' \\ \cos \psi' \end{pmatrix}, \quad (2.15)$$

wobei eine explizite Form von (2.14) z.B. in [3, 65, 66] nachgeschlagen werden kann. Aus (2.14) ist weiterhin ersichtlich, dass $\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl)}$ genauer $\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl), S}$ bezeichnet, welches aber oft (und so auch im Folgenden) zu Gunsten der besseren Lesbarkeit um Superskript \mathcal{S} auf Ersteres reduziert wird.

2.3.2 Konventionelle RÖNTGENografische Spannungsanalyse: Zur $\sin^2 \psi$ -Methode

Die klassische und heutzutage gebräuchlichste [4] Mess- und Auswertprozedur der XRD-sa benutzt die sog. $\sin^2 \psi$ -Methode und sei in der vorliegenden Arbeit als cXRD-sa bezeichnet. Erstmals publiziert in [119], dient sie heute als die Standardmethode in der XRD-sa [4]

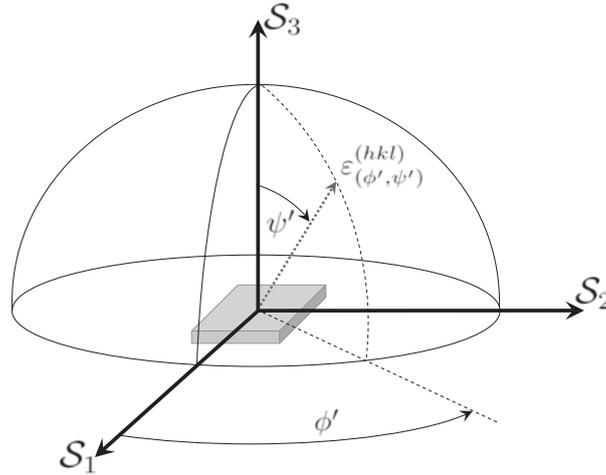


Abbildung 2.6: RÖNTGENographisch ermittelte Dehnungen in Bezug zum (körperfesten) Probenkoordinatensystem S ; vgl. auch [4]

und wird im Folgenden daher kurz in den Grundzügen angeführt.

Im Falle eines oberflächenparallelen, biaxialen Spannungszustandes eines anisotropen [120] Materials, d.h. einer Form von

$$\boldsymbol{\sigma}^S = \begin{pmatrix} \sigma_{11}^S & \sigma_{12}^S & 0 \\ \cdot & \sigma_{22}^S & 0 \\ \cdot & \cdot & 0 \end{pmatrix}, \quad (2.16)$$

vereinfacht sich (2.14) nach Verwendung der gemäß (2.16) reduzierten Form (2.13b) entsprechend [121] zu

$$\boxed{\varepsilon_{(\phi', \psi')}^{(hkl)} = S_1^{(hkl)} (\sigma_{11}^S + \sigma_{22}^S) + \frac{1}{2} S_2^{(hkl)} \sigma_{(\phi')}^S \sin^2(\psi')}, \quad (2.17)$$

mit den materialspezifischen sog. RÖNTGENografischen Elastizitätskonstanten (REK)⁹ [85] $S_1^{(hkl)}$ and $\frac{1}{2} S_2^{(hkl)}$ und der (skalaren) Planarspannung

$$\sigma_{(\phi')}^S := \sigma_{11}^S \cos^2 \phi' + \sigma_{22}^S \sin^2 \phi' + \sigma_{12}^S \sin 2\phi', \quad (2.18)$$

entlang der Richtung (ϕ' , $\psi' = 90^\circ$) (vgl. **Abbildung 2.6**). Die REK berücksichtigen für die Auswertung der SpA die elastische Anisotropie des untersuchten Materials und sind daher nicht identisch mit den mechanischen Elastizitätskonstanten (MEK, *mechanical elastic constants* (MEC)) [100,122]. Sie können experimentell z.B. bei Verwendung unterschiedlicher Belastungszustände ermittelt oder unter Annahme gewisser Kristallitkopplungshypothesen wie etwa in VOIGT [123,124], REUSS [125], HILL [126] oder KRÖNER [127] aus den entsprechend vorliegenden Einkristalldaten berechnet werden. Die bisherigen Erfahrungen legen eine Nutzung der von HILL vorgeschlagenen arithmetischen Mittelwerte¹⁰ aus den beiden Grenzfällen der Kristallitkopplungsmodelle von VOIGT (Kristallitkopplungshypothese: gleiche Dehnung für alle Kristallite) und REUSS (Kristallitkopplungshypothese:

⁹in der Literatur auch als *diffraction elastic constant* (DEC) [100] bzw. *X-ray elastic constant* (XEC) [3] bezeichnet und tabelliert z.B. in [96]

¹⁰s. z.B. [96]