

Plastische Verformungsmechanismen in hochgradig kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen Wolframblechen

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau
des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte

Dissertation

von

Simon Werner Bonk

aus Saarbrücken

Tag der mündlichen Prüfung: 21.09.2018

Erster Gutachter: Herr Prof. Dr. Anton Möslang

Zweiter Gutachter: Herr Prof. Dr. Martin Heilmaier

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Angewandte Materialien – Angewandte Werkstoffphysik des Fachbereichs Maschinenbau am Karlsruher Institut für Technologie angefertigt. Sie entstand im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Projektes RE3551/2-1 und in Kooperation mit dem Fusionsprogramm der Europäischen Union EUROfusion.

Ich möchte meinen herzlichen Dank an all diejenigen richten, deren Inspiration und tatkräftige Hilfe zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, insbesondere:

Herrn Prof. Dr. A. Möslang für die Aufnahme an seinem Institut, die Übernahme des Referates und dass ich bei zahlreichen Konferenzen meine Arbeit vorstellen und mich so wissenschaftlich profilieren durfte;

Herrn Prof. Dr. M. Heilmaier für die Übernahme des Koreferates;

Herrn Prof. Dr. H. J. Seifert für die Aufnahme am Institut für Angewandte Werkstoffphysik;

Herrn Dr. J. Reiser für die Initiierung des Projektes, die wohlwollende und stets engagierte Betreuung der Arbeit, die zahlreichen richtungsweisenden Diskussionen sowie die Gewährung des nötigen Freiraums für eine selbstständige wissenschaftliche Tätigkeit;

Herrn Dr. M. Rieth für die Aufnahme in seiner Arbeitsgruppe und die Schaffung eines angenehmen Arbeitsklimas mit einer konstruktiven Diskussionskultur;

Herrn Dr. A. Hoffmann, Herrn Dr. W. Knabl und Herrn Dr. T. Mrotzek von Plansee SE, die durch die anspruchsvolle Herstellung des Probenmaterials die Arbeit erst ermöglicht haben und durch zahlreiche Diskussionen im Laufe des Projektes entscheidend zu dessen Gelingen beitrugen;

Herrn Prof. Dr. R. Pippan für die freundliche Aufnahme am Erich-Schmid-Institut in Leoben, Österreich, zu einem drei-monatigen Forschungsaufenthalt sowie Herrn Dr. S. Wurster und Frau V. Maier-Kiener und allen beteiligten Mitarbeitern des ESI für den regen Austausch und die engagierte Unterstützung bei einer Vielzahl an Experimenten;

Herrn Prof. Dr. A. Wilkinson für einen erfolgreichen Forschungsaufenthalt an der University of Oxford, England, sowie den Herren Dr. D. Collins, Dr. D. Armstrong und R. Abernethy für die tatkräftige Unterstützung bei den experimentellen Arbeiten vor Ort;

Der Arbeitsgruppe um Herrn Dr. T. Bergfeldt für die chemische Analyse sowie T. Weingärtner für die Augerelektronenspektroskopie;

Herrn S. Baumgärtner für die Unterstützung bei der Vorbereitung und Durchführung der mechanischen Prüfverfahren und seiner unerschöpflichen Diskussionsbereitschaft zur Optimierung der Versuche;

Herrn R. Ziegler für die Unterstützung beim Design der Probenhalter;

Herrn Dr. H. Leiste für die Durchführung der XRD-Messungen und Berechnung der Versetzungsdichten;

Herrn W. Rutkowski, der mit seiner engagierten Masterarbeit zur mechanische Erprobung wärmebehandelter Bleche einen wichtigen Beitrag geleistet hat;

Der Gruppe für Mikrostrukturanalytik um Herrn Dr. M. Klimenkov für die hervorragende Unterweisung an den Geräten, der trotz häufiger Rückschläge tatkräftigen Unterstützung sowie den hervorragenden fachlichen Ratschlägen. Ausdrücklich danke ich Herrn Dr. M. Klimenkov für die aktive Unterstützung bei den TEM Messungen, Herrn Dr. J. Hoffmann für die mit großer Sachkenntnis erteilten fachlichen Ratschläge bezüglich EBSD, Frau U. Jäntschi für die Herstellung von TEM-Lamellen und Serienschnitten und Frau K. Kaleta für die umfassende Unterstützung bei der TEM-Probenpräparation;

Frau T. Fabry, Herrn B. Zimmermann, Herrn J. Konrad, Herrn D. Bolich, Herrn M. Kärcher und Herrn S. Sickinger für die verlässliche und qualitativ hochwertige Präparation der Vielzahl an Proben;

Herrn M. Klotz und Herrn S. Enke von der IT für die hervorragende Unterstützung und oft kurzfristige Rettung in technischen Notfällen;

Herrn Dr. T. Gräning, Herrn C. Bonnekoh und Herrn P. Lied für die freundliche und angenehme Zusammenarbeit sowie die vielen hilfreichen Diskussionen und Ratschläge;

Allen Kollegen des Instituts für Angewandte Materialien – Angewandte Werkstoffphysik für die Zusammenarbeit, insbesondere auch Frau J. Howell und Frau C. Schuler für die hervorragende Organisation administrativer Angelegenheiten;

Den Kollegen der Service- und Fortbildungseinrichtungen des KIT für deren Unterstützung in der Organisation des wissenschaftlichen Betriebs und den zahlreichen Angeboten zur Weiterbildung;

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Unterstützung des Projektes (RE3551/2-1);

Meinen Freunden und Brüdern für den verlässlichen Rückhalt, egal wo ich mich in den letzten Jahren aufgehalten habe und auch für das geduldige Korrekturlesen der Arbeit;

Meiner Freundin Aline Schmidt für den großartigen Rückhalt sowie das mir entgegengebrachte Verständnis und die bedingungslose Unterstützung während der Anfertigung der Arbeit;

Meinen Eltern und Großeltern, die mich zu jedem Zeitpunkt meines Lebens unterstützten, mir immer einen starken Rückhalt boten und mir durch meine Ausbildung, stets fördernd und nie fordernd, meine Selbstverwirklichung ermöglichten.

Kurzfassung

Der zentrale Forschungsschwerpunkt der Dissertation ist die Aufklärung der Mechanismen der plastischen Verformung in kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen (UFG) Wolframblechen. Ein Verständnis dieser Mechanismen ist entscheidend für die Ertüchtigung des Werkstoffs als Konstruktionswerkstoff, womit sich die herausragenden thermomechanischen Eigenschaften des Wolframs in zukunftsweisenden Hochtemperaturanwendungen wie der Fusionstechnologie nutzen ließen. Bisher beschränkt der spröde Charakter des konventionellen Wolframs bei niedrigen Temperaturen die Verwendung von Wolfram auf den Einsatz als Funktionswerkstoff, wie beispielsweise als Lampenfilament. Zur Lösung dieses Problems mittels der Duktilisierung des Wolframs lieferten Lamine aus Wolframblechen bereits vielversprechende Ergebnisse. Diese Lamine profitieren dabei vom duktilen Charakter der verwendeten Wolframfolien, welche sich selbst bei Raumtemperatur plastisch verformen lassen. Die Wolframfolien erhalten ihre besonderen Eigenschaften durch das Kaltwalzen zu hohen Umformgraden und der damit einhergehenden Veränderung der Mikrostruktur in den ultrafeinkörnigen Bereich. Hier setzt diese Arbeit an und soll als zentrale Fragestellung klären:

Wie verändern sich die temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften unter uniaxialer Zugbelastung sowie die zugrundeliegenden Verformungsmechanismen bei kaltgewalzten Wolframblechen durch die Kornfeinung in den UFG Bereich?

Diese Frage soll mit einer systematischen Studie an fünf Blechen mit verschiedenen Umformgraden beantwortet werden, welche aus einem einzigen Sinterling mittels Kaltwalzen hergestellt wurden. Zur Diskussion der Verformungsmechanismen werden die Erkenntnisse zweier sich ergänzender Ansätze kombiniert: (i) Durch die Charakterisierung des Gefüges und der Versetzungsstrukturen mittels Elektronenmikroskopie und Röntgendiffraktometrie werden direkte Hinweise zu den Verformungsmechanismen gewonnen. (ii) Mechanische Prüfverfahren bei Temperaturen bis 800 °C und die Untersuchung des dehnratensensitiven Verhaltens dienen zum indirekten Nachweis der Verformungsmechanismen. Dabei finden sowohl etablierte als auch im Rahmen dieser Arbeit eigens entwickelte oder speziell angepasste Methoden wie Dehnratenwechselversuche und hochauflösende Mikroskopieverfahren Verwendung.

Die Mikrostrukturanalyse zeigte mit zunehmendem Umformgrad eine erfolgreiche Kornfeinung in den UFG Bereich, wobei sich eine pfannkuchenartige Kornform und eine ausgeprägte (001)<110> Textur entwickelte. Die Versetzungsdichte zeigt dabei eine starke Abhängigkeit von der verwendeten Kaltwalz-Temperatur und weniger vom Umformgrad. Die Abbildungen einzelner Versetzungen wiesen außerdem für die am stärksten umgeformten Bleche mit Korngrößen kleiner 300 nm ungewöhnliche

Versetzungsstrukturen anstelle der üblichen Versetzungsnetzwerke nach. Diese Abbildungen einzelner Versetzungen in der UFG Struktur gelangen durch die Weiterentwicklung einer speziellen Methode der Elektropolitur.

Mittels uniaxialen Zugversuchen und eigens entwickelten Dehnratenwechselversuchen wurden die Bleche bis 800 °C elastisch-plastisch verformt und in Kombination mit der Mikrostrukturanalyse Rückschlüsse auf die geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismen der plastischen Verformung gezogen. Mit zunehmendem Umformgrad kam es im Zugversuch zur erwarteten höheren Fließspannung und schnelleren Verfestigung. Bei niedrigen homologen Temperaturen wies dabei sowohl die Fließspannung als auch die Dehnratensensitivität für alle kaltgewalzten Blechen eine starke Temperaturabhängigkeit auf, wie sie von konventionellem Wolfram bekannt ist. Dies führt zu der Erkenntnis, dass die plastische Verformung auch im UFG Wolfram von der Bewegung der Schraubenversetzung dominiert wird. Daneben zeigten die kaltverformten Bleche aber auch plastische Verformbarkeit in Form einer Gleichmaßdehnung von rund einem Prozent bei Raumtemperatur und nicht mehr das spröde Verhalten des grobkörnigen Wolframs. Auf Grundlage der Mikrostrukturanalyse wurden dazu zwei mögliche Hypothesen für das Verformungsverhalten bei niedrigen homologen Temperaturen aufgestellt. Zum einen können die zahlreicheren Korngrenzen als Versetzungsquellen dienen und zum anderen ist in den pfannkuchenartigen Körnern ein selteneres Schneiden der Versetzungen untereinander denkbar, wodurch die Versetzungen sich weitestgehend ungestört im Korn bewegen können. Bei hohen homologen Temperaturen wurde ein Anstieg der Dehnratensensitivität mit der Temperatur beobachtet, der bei konventionellem Wolfram nicht auftritt. Dies deutet für hohe Temperaturen auf einen Wechsel des dominierenden Deformationsmechanismus in den UFG Blechen hin. Als Arbeitshypothese dient in diesem Temperaturbereich ein Modell der korngrenzenunterstützten Plastizität von Ahmed und Hartmaier, was einen absorbierenden Charakter der Korngrenzen als Basis nimmt.

Die Ergebnisse beweisen, dass eine durch Kaltwalzen hergestellte pfannkuchenartige Kornform mit einer Korngröße von unter 300 nm (UFG) sowohl zu einer Festigkeitssteigerung als auch zu einer Duktilisierung des technisch reinen Wolframs bei Raumtemperatur führt. Die Ergebnisse zeigten die besten Eigenschaften für die Bleche mit dem höchsten Umformgrad. Dabei wurde das volle Verbesserungspotential durch das Kaltwalzen noch nicht ausgereizt. Insbesondere das Kaltwalzen in einem Temperaturbereich, in welchem die dynamische Erholung während dem Walzen reduziert ist, wird auf Grundlage der Ergebnisse dieser Arbeit als vielversprechend bewertet. Vergleichbare Experimente an UFG Chrom (ebenfalls kubisch-raumzentriert) aus der Literatur zeigen ähnliche Ergebnisse und lassen hoffen, dass sich diese Verbesserungen auch auf andere technisch relevante, kubisch-raumzentrierte Metalle wie Eisen und Molybdän übertragen lassen.

Abstract

The focus of this research project is to elucidate the mechanisms of plastic deformation in cold rolled, ultrafine-grained (UFG) tungsten sheets. An understanding of these mechanisms is crucial for the usage of tungsten as a structural material and thereby for exploiting the outstanding thermomechanical properties of tungsten in advanced high-temperature applications such as fusion technology. So far, the brittle nature of conventional tungsten at low temperatures limits tungsten to the usage as a functional material, such as filaments in light bulbs. Tungsten foil laminates have already yielded promising results with regard to the ductilization of tungsten. These laminates benefit from the ductile nature of the tungsten foils, which can be deformed plastically even at room temperature. Tungsten foils obtain their special properties by cold rolling to high degrees of deformation and the resultant change of the microstructure into the UFG regime. This project takes up the issue and intends to answer the central question:

How do the temperature-dependent mechanical properties under uniaxial tensile load and the underlying deformation mechanisms change with the grain refinement by continuous cold rolling of tungsten sheets?

This question is answered with a systematic study of five tungsten plates with different degrees of deformation, which were produced from a single sintered compact by means of cold rolling. In order to discuss the deformation mechanisms, the findings of two complementary approaches are combined: (i) The characterization of the microstructure and dislocation structures by means of electron microscopy and X-ray diffraction provide direct information on possible deformation mechanisms. (ii) Mechanical testing methods at temperatures up to 800 °C and the investigation of the strain rate sensitive behaviour serve as an indirect proof of the acting deformation mechanisms. Both established methods as well as methods specially adapted during this project, such as strain rate jump experiments and high-resolution microscopy, are used in this work.

The microstructural analysis showed a successful grain refinement into the UFG regime as the degree of deformation increased. The microstructure developed a pancake-like grain shape and a pronounced (001) <110> texture. The dislocation density shows a strong dependence on the heating temperature during cold rolling and to a lesser extent on the degree of deformation. Rather than showing the common dislocation networks, the imaging of single dislocations in the severest deformed sheets revealed unusual dislocation structures within grains smaller than 300 nm. These images of individual dislocations in the UFG structure were obtained through the development of a special electro-polishing preparation method.

The utilization of uniaxial tensile tests and specifically developed strain rate jump tests in combination with the microstructural analysis allowed to draw conclusions about the rate determining mechanisms of plastic deformation. As expected, a higher degree of deformation led to higher flow stresses and faster hardening of the UFG tungsten. At low homologous temperatures, both the yield strength and the strain rate sensitivity exhibited a strong temperature dependence for all cold rolled sheets, similar as it is known from conventional tungsten. This leads to the conclusion, that the plastic deformation is still dominated by the movement of the screw dislocation. In addition, the cold rolled sheets also exhibited plastic deformation in the form of approximately one percent uniform elongation at room temperature, instead of showing the fully brittle behaviour of coarse-grained tungsten. With regard to the microstructural analysis, two possible hypotheses for the emerging plastic deformability at low homologous temperatures were proposed. On the one hand, the more numerous grain boundaries can serve as dislocation sources. On the other hand, it is conceivable that dislocations cut each other less often within the pancake-like grains, as a result of which the dislocations can move quite freely within the grain. At high homologous temperatures, an increase of the strain rate sensitivity was observed with an increasing temperature, which does not occur with conventional tungsten. This indicates a change in the dominant deformation mechanism for the UFG sheets at high temperatures. The working hypothesis in this temperature range is a model of grain-boundary-mediated plasticity formulated by Ahmed and Hartmaier, who suggested a dislocation absorbing character of the grain boundaries.

These results prove that the microstructure produced by cold rolling, exhibiting a pancake-like grain shape and a grain size of less than 300 nm (UFG), leads both to an increase in strength and to the ductilization of technically pure tungsten at room temperature. The results showed the best properties for the sheets with the highest degree of deformation. However, the full potential for improvement by the cold rolling is not yet exhausted. Based on the results of this work, the execution of the cold rolling in a temperature range in which dynamic recovery is significantly reduced seems particular promising. Comparable experiments from literature show similar results for UFG chromium (also a body-centred cubic metal) and raise hope, that these improvements can be transferred to other technically relevant body-centred cubic metals such as iron and molybdenum.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	i
Kurzfassung	iii
Abstract.....	v
Inhaltsverzeichnis	vii
Abkürzungen und Symbole	ix
1 Einleitung.....	1
2 Theorie der Kristallplastizität und Stand der Technik.....	5
2.1 Plastische Verformung kubisch-raumzentrierter Metalle.....	5
2.1.1 Grundlagen der plastischen Verformung.....	5
2.1.2 Die Bewegung der Schraubenversetzung über den Kinkenpaarmechanismus	8
2.1.3 Der thermische Anteil der Fließspannung als Ursache der Dehnratensensitivität.....	12
2.2 Stand der Technik: Ultrafeinkörniges Wolfram.....	19
2.2.1 Erzeugung eines ultrafeinkörnigen Gefüges	20
2.2.2 Auswirkung der Kornfeinung auf das Verformungsverhalten kubisch-raumzentrierter Metalle.....	26
3 Arbeitsmethodik	35
3.1 Materialherstellung	35
3.1.1 Kaltwalzen	35
3.1.2 Wärmebehandlung	38
3.1.3 Chemische Analyse.....	39
3.2 Methoden der Mikrostrukturanalyse: Möglichkeiten und Grenzen.....	40
3.2.1 Basisanalyse von Gefüge und Versetzungsdichte.....	41
3.2.2 Hochauflösende Elektronenrückstreubeugung (HR-EBSD).....	46
3.2.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM): Rastermodus und Methodenentwicklung zur Probenpräparation	50
3.3 Mechanische Prüfverfahren	53
3.3.1 Uniaxiale Zugversuche an kaltgewalzten Blechen	53
3.3.2 Methodenentwicklung zur Beschreibung des Verfestigungsverhaltens ..	56
3.3.3 Methodenentwicklung zur Durchführung präziser Dehnratenwechselversuche.....	58

4 Ergebnisse und Diskussion.....	63
4.1 Mikrostrukturanalyse	64
4.1.1 Evolution der Mikrostruktur bei starker plastischer Umformung	65
4.1.2 Thermische Stabilität der ultrafeinkörnigen Mikrostruktur	80
4.2 Verformungsmechanismen: Direkte Hinweise mittels analytischer Methoden	88
4.2.1 Einfluss des Umformgrades auf die Versetzungsstrukturen.....	88
4.2.2 Entwicklung der Versetzungsstrukturen während der plastischen Verformung	101
4.3 Verformungsmechanismen: Indirekter Nachweis mittels transienter mechanischer Prüfverfahren	108
4.3.1 Charakterisierung und Interpretation temperatursensitiver, mechanischer Kennwerte in Abhängigkeit vom Umformgrad	108
4.3.2 Die Dehnratensensitivität als Fingerabdruck der plastischen Verformungsmechanismen.....	133
5 Zusammenfassung	147
6 Literaturverzeichnis	151
A Anhang	163

Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen

ADF	Annular Darkfield	LAGB	Kleinwinkelkorngrenze ($2^\circ - 15^\circ$)
AES	Augerelektronenspektroskopie	LCF	Ermüdung bei niedriger Lastspielzahl
ARB	Accumulative Roll Bonding	L-Richtung	Walzrichtung
BDTT	Spröd-Duktil-Übergangstemperatur	MAE	mean angular error, HR-EBSD
CCD-Kamera	Kamera mit Halbleiterdetektor	NC	nanokristallin
CI	Confidence Index	ODF	Orientierungsdichteverteilungsfunktion
EBSD	Elektronenrückstreubeugung	PH	Peakhöhe (peak height), HR-EBSD
ECAP	Equal-Channel Angular Pressing	PIPS	Precision Ion Polishing System
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie	REM	Rasterelektronenmikroskop
EELS	Elektronenenergieverlustspektroskopie	ROI	Bildausschnitt, region of interest
GNB	geometrisch notwendige Versetzungsgrenze	RSUHP	Widerstandssintern bei sehr hohen Drücken
GND	geometrisch notwendige Versetzung	RT	Raumtemperatur
HAADF	Großwinkel-ADF	SPD	Severe Plastic Deformation
HAGB	Großwinkelkorngrenze ($>15^\circ$)	S-Richtung	Richtung senkrecht zur Walzebene
HCF	Ermüdung bei hoher Lastspielzahl	SRJ	Dehnratenwechselversuch (strain rate jump test)
HPT	High Pressure Torsion	STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskopie
HR-EBSD	Elektronenrückstreubeugung mit hoher Winkelauflösung	TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
HR-TEM	Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie	T-Richtung	Richtung senkrecht zur Walzrichtung und Blechebenennormalen
ICP-OES	Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Argonplasma	TZM	Titan-Zirkon-Molybdän Legierung
IDB	zufällige Versetzungsgrenze	UFG	ultrafeinkörnig
IPF	Inverse Polfigur	W100	100 μm Wolframblech, kaltgewalzt, $\phi = 4,01$
kfz	kubisch-flächenzentriert	W1000	1000 μm Wolframblech, kaltgewalzt, $\phi = 1,75$
krz	kubisch-raumzentriert		
LAADF	Kleinwinkel-ADF		

W100-1h-1200°C 100 µm kaltgewalztes Wolframblech, gegläht für eine Stunde bei 1200 °C

W100-1h-600°C 100 µm kaltgewalztes Wolframblech, gegläht für eine Stunde bei 600 °C

W100-1h-900°C 100 µm kaltgewalztes Wolframblech, gegläht für eine Stunde bei 900 °C

W200 200 µm Wolframblech, kaltgewalzt, $\phi = 3,31$

W300 300 µm Wolframblech, kaltgewalzt, $\phi = 2,87$

W500 500 µm Wolframblech, kaltgewalzt, $\phi = 2,48$

W-hr warmgewalztes Wolfram

W-rx rekristallisiertes Wolfram

W-si gesintertes Wolfram

W-sx einkristallines Wolfram

XCF Kreuzkorrelation

XRD Röntgendiffraktometrie

Symbole

A	Deformationsgradiententensor	I_0	Intensität nicht gestreuter Elektronen (EELS)
a_0	Gitterkonstante	I_g	Gesamtintensität (EELS)
A_0	Ausgangsquerschnittsfläche des Probenstegs	I_n	Intensität n-fach gestreuter Elektronen (EELS)
b	Länge des Burgersvektors	k_0	kritischer Kinkenabstand (Kinkenpaarmechanismus)
\mathbf{b}	Burgersvektor	k_B	Boltzmann-Konstante
d	Netzebenenabstand	k_p	Hall-Petch Koeffizient
d_{hkl}	Abstand zwischen zwei hkl Ebenen	l_0	Ausgangsmesslänge Extensometer
d_K	Korngröße	\bar{L}_d	mittlere freie Weglänge zwischen zwei Hindernissen
d_p	Abstand zweier Peierlstäler (Kinkenpaarmechanismus)	Δl	Längenänderung aus Extensometersignal
E	Elastizitätsmodul	m	Dehnratensensitivität
F	Kraft	ms	Mikrostruktur
F_p	Druckkraft beim Walzen	M_T	Taylorfaktor
F_R	Reibkraft beim Walzen	R^2	Bestimmtheitsmaß
G	Schubmodul	$R_{p0,2}$	Streckgrenze, Spannung bei 0,2 % plastischer Dehnung (0,2%-Dehngrenze)
h	Probendicke	s	Versetzungssystem
h_p	Peierlspotential	S_A	Flächenanteil
H_k	Bildungsenthalpie einer Kinke		
H_{kp}	Bildungsenthalpie eines Kinkenpaares		
ΔH_s	Aktivierungsenergie des Versetzungsgleitens		

t	Linienvektor einer Versetzung	θ	Einfallswinkel Röntgenstrahlen, XRD
t_0	Ausgangsdicke Walzgut	θ_k	Konvergenzwinkel im TEM
t_1	Enddicke Walzgut	Θ	Verfestigungskoeffizient
T	Temperatur	Θ_1	Fitparameter Näherung Zugkurve
T_k	Knietemperatur	Θ_2	Fitparameter Näherung Zugkurve
v_0	Walzgutgeschwindigkeit vor Walze	ϑ	Aktivierungsvolumen
v_1	Walzgutgeschwindigkeit hinter Walze	λ	Wellenlänge
v_w	Walzengeschwindigkeit	Λ	mittlere freie Weglänge der Elektronen (TEM)
\bar{v}_0	präexponentieller Faktor der Versetzungsgeschwindigkeit	ρ_d	Versetzungsdichte
\bar{v}_d	mittlere Geschwindigkeit der mobilen Versetzungen	σ	Spannung
x_0	Nullpunkt aus E-Modul Ermittlung	σ^*	thermischer Anteil der Fließspannung
α	präexponentieller Faktor der Bildungsrate eines Kinkenpaares	σ_{ath}	athermischer Anteil der Fließspannung
γ_0	Parameter bei Bildungsenthalpie eines Kinkenpaares	σ_0	Spannung bei $\varepsilon_{pl} = 0$ (Streckgrenze)
Γ_k	Bildungsrate eines Kinkenpaares	σ_1	Fitparameter Näherung Zugkurve
ε	Dehnungsanteil des Deformationsgradiententensors	σ_2	Fitparameter Näherung Zugkurve
ε	Dehnung	σ_F	Fließspannung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrage	σ_S	Sättigungsspannung
$\dot{\varepsilon}_0$	präexponentieller Faktor der plastischen Dehnrage	σ_{tech}	technische Spannung
ε_{ef}	Bruchdehnung	σ_{wahr}	wahre Spannung
ε_{pe}	Bruchdehnung ab Einschnürung	τ^*	thermischer Anteil der Fließspannung
$\dot{\varepsilon}_{pl}$	plastische Dehnrage	τ_{krit}	kritische Schubspannung
ε_{pl}	plastische Dehnung	τ_p	Peierlsspannung
ε_{tech}	technische Dehnung	φ	logarithmischer Umformgrad
ε_{ue}	Gleichmaßdehnung	Φ	Eulerwinkel
ε_{wahr}	wahre Dehnung	φ_1	Eulerwinkel
η	Nye-Tensor	φ_2	Eulerwinkel
		ω	Vorfaktor Peierlsspannung
		ω	Rotationsanteil des Deformationsgradiententensors

1 Einleitung

Im Rahmen der Fusionsforschung gilt Wolfram aufgrund hervorragender thermo-mechanischer und thermophysikalischer Eigenschaften als potentieller Kandidat für den Einsatz in plasmanahen Bauteilen. So bietet Wolfram, das den höchsten Schmelzpunkt aller Metalle aufweist, eine gute Kombination aus Warmfestigkeit und Wärmeleitfähigkeit [1]. Eine Oxidation des Wolframs, welche den Einsatz in vielen Hochtemperaturanwendungen verhindert, ist durch das Vakuum im Fusionsreaktor nicht zu befürchten. Allerdings zeigt konventionelles Wolfram bei Temperaturen unterhalb von rund 500 °C – 600 °C ein sprödes Materialverhalten und findet daher im technischen Bereich bisher lediglich als Funktionswerkstoff, nicht aber als Konstruktionswerkstoff, Verwendung. Dieses spröde Verhalten unterhalb der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur ist ein besonderes Merkmal kubisch-raumzentrierter (krz) Metalle. Daneben zeigen krz Metalle mit abnehmender Temperatur auch eine eingeschränkte Duktilität in Form der Gleichmaßdehnung sowie eine starke Zunahme der Fließspannung und Dehnraten-sensitivität, was auf die hohe Peierlsspannung der Schraubenversetzungen zurückgeführt wird [2]. Dieses Verhalten ist grundsätzlich für alle krz Metalle gültig, da es in der Kristallstruktur selbst begründet ist.

Um Wolfram als Konstruktionswerkstoff zu erschließen, werden verschiedene Ansätze wie Legieren, Kompositbildung und Kornfeinung verfolgt [3,4]. Letztere Methode bietet den Vorteil technisch reines Wolfram einsetzen zu können, erfordert aber auch die Manipulation der Mikrostruktur mittels starker plastischer Umformung (severe plastic deformation, SPD) in den ultrafeinkörnigen (UFG) Bereich. Die Forschung an UFG Werkstoffen hat in der jüngeren Vergangenheit bereits besondere Eigenschaften für viele dieser Werkstoffe nachgewiesen, wie eine hohe spezifische Festigkeit und ausreichende Duktilität [5]. Allerdings handelt es sich bei den meisten Studien um kubisch-flächenzentrierte Metalle und die UFG Werkstoffe wurden fast ausschließlich im Labormaßstab hergestellt. Arbeiten an kubisch-raumzentrierten UFG Werkstoffen lieferten zwar bereits einige interessante Erkenntnisse, standen bisher aber weniger im Fokus. Den bis heute lückenhaften Stand der Forschung zu UFG Wolfram fassten Wei et al. [6] treffend zusammen:

„Despite a few interesting findings, a systematic study of the various aspects of plastic deformation of SPD processed ultrafine grained (UFG) tungsten is still lacking”¹

¹ „Trotz einiger interessanter Erkenntnisse fehlt noch immer eine systematische Studie der verschiedenen Aspekte der plastischen Verformung in ultrafeinkörnigem (UFG) Wolfram aus SPD Herstellungsverfahren“

Eines dieser interessanten Untersuchungsergebnisse ist die plastische Verformbarkeit von stark verformten Wolfram-Halbzeugen wie Wolframdraht und Wolframfolie im Zugversuch bei Raumtemperatur [6,7]. Um dieses Phänomen zu verstehen, setzt die vorliegende Arbeit hier mit einer systematischen Studie von industriell kaltgewalzten Wolframblechen mit verschiedenen Umformgraden an. Das Material aus einem industriellen Produktionsverfahren zu nutzen, bietet dabei zusätzlich ein Potential für die zeitnahe technische Applikation. Die Wolframbleche mit verschiedenen Umformgraden ermöglichen das Verformungsverhalten und die zugrundeliegenden Mechanismen in Abhängigkeit der Gefügeänderung aufzuklären. Dazu sollen mechanische Eigenschaften mit mikrostrukturellen Merkmalen der Proben korreliert werden. Ein exklusives Set von fünf Wolframblechen, speziell für dieses Projekt von der Firma Plansee SE aus einem einzigen Sinterling hergestellt, erlaubt einen Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die mechanischen Eigenschaften auszuschließen.

Die mechanische Erprobung konzentriert sich auf das Verhalten unter uniaxialer Zugbelastung und der damit verbundenen Fließspannung, Dehnratensensitivität und Zugversuchsduktilität in Form der Gleichmaßdehnung. Bei der Deutung des Verhaltens kann auf umfassende wissenschaftliche Vorarbeiten an Wolfram Einkristallen zurückgegriffen werden, welche als Modellmaterial für krz Metalle bereits ausgiebig untersucht und modelliert wurden [8,9]. Um zu klären, inwieweit die Erkenntnisse auf einen Werkstoff mit komplexer Mikrostruktur übertragen werden können, sollen folgende Fragen beantwortet werden:

- (1) Wie verändert sich die Mikrostruktur in Abhängigkeit vom Umformgrad?
- (2) Wie wirkt sich die Veränderung der Mikrostruktur auf die mechanischen Eigenschaften unter uniaxialer Zugbelastung aus?
- (3) Welche Rückschlüsse lassen sich aus der Kombination der mechanischen Ergebnisse mit dem Wissen über die Mikrostruktur auf die plastischen Verformungsmechanismen ziehen? Basiert die irreversible Verformung tatsächlich auf Versetzungsbewegungen und kontrolliert auch nach dem Kaltwalzen noch immer die Schraubenversetzung die plastische Verformung? Welche Mechanismen kommen abhängig von Mikrostruktur und Temperatur zum Tragen?

Um diese Fragen zu klären, werden im zweiten Kapitel zunächst die grundlegenden Konzepte der plastischen Verformung sowie die Besonderheit bei krz Metallen auf mikroskopischer und makroskopischer Skala beschrieben. Daneben wird auf die Erzeugung eines UFG Gefüges eingegangen und die damit verbundenen Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften erläutert, wobei der Fokus auf dem Stand der Technik bei Wolfram mit unterschiedlichen Mikrostrukturen liegt.

Kapitel 3 umfasst die Materialherstellung sowie die mechanischen Prüfverfahren inklusive der Methodenentwicklung im Zusammenhang mit den Dehnratenwechselfersuchen und der Beschreibung des Verfestigungsverhaltens. Daneben werden die Grundlagen der Mikrostrukturanalytik mit einem kritischen Vergleich der Vor- und Nachteile der einzelnen Methoden beschrieben.

In Kapitel 4 werden die Ergebnisse, aufgeteilt in drei Arbeitspakete, dargestellt und diskutiert. Die ersten beiden Pakete umfassen die Basisanalyse der chemischen Zusammensetzung und thermischen Stabilität der kaltgewalzten Bleche sowie eine detaillierte Untersuchung der Walzgefüge. Dabei wurde mit einer Kombination verschiedener Analyseverfahren die Mikrostruktur über mehrere Größenordnungen von der Korngröße bis zu den Versetzungsstrukturen aufgelöst. Im dritten Paket werden die Ergebnisse der mechanischen Erprobung dargestellt. Neben klassischen Zugversuchen zur Charakterisierung der kaltgewalzten Bleche konnten mittels Dehnratenwechselfersuchen Hinweise auf die Dehnratensensitivität gewonnen werden, welche als Fingerabdruck der geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismen gilt. Auf Grundlage der Erkenntnisse aus diesen drei Arbeitspaketen wurden Arbeitshypothesen für zukünftige Untersuchungen bezüglich der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen postuliert.

2 Theorie der Kristallplastizität und Stand der Technik

2.1 Plastische Verformung kubisch-raumzentrierter Metalle

Ein besonderes Merkmal konventioneller kubisch-raumzentrierter (krz) Metalle ist das spröde Materialverhalten bei niedrigen homologen Temperaturen unter uniaxialer Zugbelastung, insbesondere so auch bei Raumtemperatur. Nach starker Kaltumformung weisen Wolfram-Halbzeuge, wie beispielsweise Wolframdraht, plastische Verformbarkeit bei Raumtemperatur auf. Als Grundlage für eine systematische Studie der Entwicklung dieser Zugversuchsduktilität und der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen werden im Folgenden die Grundlagen der plastischen Verformung dargestellt. Dies umfasst die plastische Verformung durch Versetzungsbewegung im Allgemeinen sowie die Bewegung der Schraubenversetzungen als geschwindigkeitsbestimmender Mechanismus bei krz Metallen im Besonderen.

Darauf aufbauend wird gezeigt, wie sich die Deformationsmechanismen auf das makroskopische Verformungsverhalten von krz Werkstoffen auswirken. Die Grundlagen beziehen sich auf die Verformungsmechanismen in einkristallinen und grobkörnigen Metallen. Auf den Einfluss einer feinkörnigen Mikrostruktur wird in Kapitel 2.2.2 näher eingegangen. Da diese Arbeit sich explizit mit Wolfram befasst, konzentriert sich die Literaturrecherche, neben der allgemeinen Theorie zur plastischen Verformung, auf das explizite Verhalten von Wolfram.

2.1.1 Grundlagen der plastischen Verformung

Die plastische Verformung eines Werkstoffes basiert, neben der bei niedrigen homologen Temperaturen auftretenden Zwillingsbildung, auf der Nukleierung und Bewegung von Versetzungen. Die Versetzungsbewegung ermöglicht es einem Werkstoff, Verformung durch schrittweises Verschieben einzelner Atomreihen zu realisieren und ist daher energetisch deutlich günstiger als alle Atomreihen auf einmal relativ zueinander zu bewegen. Das Gleiten von Versetzungen erfolgt durch die Wirkung einer kritischen Schubspannung auf einem Gleitsystem, welches durch eine Gleitebene und eine Gleitrichtung definiert ist. Für eine ausführliche Beschreibung der theoretischen Grundlagen zur plastischen Verformung sei auf die Literatur verwiesen, z.B. Hull und Bacon [10]. Im folgenden Kapitel werden die für die Diskussion des makroskopischen Verformungsverhaltens von krz Metallen wichtigen Aspekte der plastischen Deformation dargestellt.

In kubisch-flächenzentrierten (kfz) Werkstoffen existieren aufgrund der dichtest gepackten Kristallstruktur Gleitsysteme mit besonders dicht gepackten Gleitebenen und Gleitrichtungen, was die Bewegung von Versetzungen begünstigt. Kubisch-raumzentrierte (krz) Metalle, mit ihrer weniger dicht gepackten Struktur, bieten Versetzungen keine vergleichbaren energetisch günstigen Gleitsysteme. Die nötige Spannung, welche zum Gleiten einer als gerade angenommenen Versetzung bei $T = 0$ K führt, kann qualitativ aus der Periodizität des Kristallgitters und dem Potential der atomaren Wechselwirkung abgeleitet werden [11,12] und lässt sich, basierend auf den frühen Arbeiten von Peierls [13] und Nabarro [14], in Form der Peierlsspannung τ_P abschätzen:

$$\tau_P = \frac{G}{\omega} \exp\left(\frac{-2\pi d}{\omega b}\right) \quad (2.1)$$

Dabei gehen in die Peierlsspannung das Schubmodul G , der Netzebenenabstand d , die Länge des Burgersvektors b und ein vom Versetzungstyp und Poissonzahl abhängiger Faktor ω ein. Der Faktor ω ist für Schraubenversetzungen aufgrund des nichtplanaren Versetzungskerns größer als für Stufenversetzungen, was zu einer höheren Peierlsspannung führt (siehe Kapitel 2.1.2). Gleichung (2.1) zeigt, dass für eine niedrige Peierlsspannung und eine damit einhergehende leichtere Versetzungsbewegung ein großer Netzebenenabstand d und ein kleiner Burgersvektor b günstig sind.

Wird die Peierlsspannung überwunden, so kommt es zum Gleiten von Versetzungen und zur plastischen Deformation, welche mit Bezug zur Ausgangslänge als plastische Dehnung ε_{pl} angegeben wird. Die plastische Dehnung lässt sich über die Vorgänge auf atomarer Ebene als Produkt der Länge des Burgersvektors, der mittleren freien Weglänge einer mobilen Versetzung und der Dichte der mobilen Versetzungen abschätzen [10]. Daraus resultiert bei niedrigen Verformungsgeschwindigkeiten für die makroskopisch beobachtbare Geschwindigkeit der plastischen Verformung die plastische Dehnrate $\dot{\varepsilon}_{pl}$:

$$\dot{\varepsilon}_{pl} = b\rho_d\bar{v}_d \quad (2.2)$$

In dieser als Orowan-Gleichung bezeichneten Formel steht b für die Länge des Burgersvektors, ρ_d für die Dichte der mobilen Versetzungen und \bar{v}_d für die mittlere Geschwindigkeit der mobilen Versetzungen. Als einfache Näherung wird angenommen, dass sich eine Versetzung zwischen zwei Hindernissen mit konstanter und im Vergleich zur aufgebrauchten Deformation deutlich höheren Geschwindigkeit bewegt. Die Versetzung kann sich allerdings erst bewegen, sobald sie ein Hindernis überwunden hat. Bei Temperaturen $T > 0$ K können thermisch aktivierte Mechanismen die Versetzungsbewegung unterstützen, in dem die vom thermischen Anteil der Fließspannung τ^* abhängige freie Enthalpie $\Delta H_S(\tau^*)$ durch thermische Fluktuation überwunden wird.

Die Häufigkeit einer erfolgreichen Überwindung steigt durch Erhöhung der Temperatur, was sich in einer Arrhenius-Gleichung für die Versetzungsgeschwindigkeit ausdrücken lässt [15]:

$$\bar{v}_d = \bar{v}_0 \exp\left(\frac{-\Delta H_S(\tau^*)}{k_B T}\right) \quad (2.3)$$

Dabei steht k_B für die Boltzmann-Konstante, T für die absolute Temperatur und \bar{v}_0 für einen von Temperatur und Spannung weitgehend unabhängigen präexponentiellen Faktor, welcher mit der Häufigkeit, der freien Weglänge und der Schwingungsfrequenz thermisch aktivierbarer Versetzungssegmente verknüpft ist. Die auf der Versetzungsmobilität beruhende freie Enthalpie $\Delta H_S(\tau^*)$ ist dabei eine Funktion des thermischen Teils der kritischen Schubspannung τ^* . Die Kombination der Gleichungen (2.2) und (2.3) ergibt für die Dehnrates thermisch aktivierter Gleitvorgänge von Versetzungen in Abhängigkeit der Aktivierungsenergie der Gleitvorgängen $\Delta H_S(\tau^*)$:

$$\dot{\epsilon}_{pl} = v_0 b \rho_d \exp\left(-\frac{\Delta H_S(\tau^*)}{k_B T}\right) \quad (2.4)$$

Aus dehnratensensitiven Experimenten lassen sich über diesen Zusammenhang Rückschlüsse auf die charakteristische Aktivierungsenergie und damit auf den Deformationsmechanismus ziehen, welcher die Verformungsgeschwindigkeit kontrolliert. Bei dieser Herleitung wurden bewegliche Versetzungen vorausgesetzt und die Überwindung von Versetzungshindernissen bestimmt die plastische Verformung. Kfz Werkstoffe, mit ihrer niedrigen Peierlsspannung, lassen sich nach Gleichung (2.4) gut beschreiben. Bei Wolfram und anderen krz Werkstoffen hingegen ist die plastische Deformation durch die Bewegung der Schraubenversetzung mit ihrer hohen Peierlsenergie beschränkt und ein weiterer thermisch aktivierter Mechanismus, die Kinkenpaarbildung, muss berücksichtigt werden.

2.1.2 Die Bewegung der Schraubenversetzung über den Kinkenpaarmechanismus

Die physikalischen Grundlagen der plastischen Verformung in krz Metallen, insbesondere an Wolfram als Modellmaterial, wurden am Einkristall bereits seit den 1960er-Jahren intensiv untersucht. Dabei ließen sich einige ungewöhnliche Phänomene für krz Metalle nachweisen, wie das Versagen des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes in Form einer Asymmetrie unter Zug- und Druckbelastung [16] und dem Gleiten von Versetzungen auf Ebenen mit höherer kritischen Schubspannung (*anomalous glide*) [17]. Daneben wurde eine starke Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung nachgewiesen [2]. Die heutige Lehrmeinung sieht als erwiesen an, dass diese Phänomene dem nicht-planaren Kern der $\frac{a_0}{2}$ <111>-Schraubenversetzungen (a_0 entspricht der Gitterkonstanten) und deren Bewegung über den Kinkenpaarmechanismus entspringen, die bei niedrigen homologen Temperaturen die plastische Verformung kontrollieren [8].

Ein erster Hinweis auf die in der krz Kristallstruktur begründeten Besonderheiten der plastischen Verformung wurden an Wolfram bereits 1966 von Argon und Maloof aufgezeigt [18]. Diese wiesen bei niedrigen Temperaturen eine Abhängigkeit der kritischen Schubspannung von der Belastung in Zug- und Druckrichtung bei gleicher Kristallorientierung nach, was auf ein Versagen des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes hindeutet [19]. In einem dichtest gepackten Gitter (z.B. kfz) gleiten die Versetzungen immer auf der dichtest gepackten Ebene mit der günstigsten Ausrichtung zur maximalen Schubspannung. Vitek [20,21] zeigte, wie sich das ungewöhnliche Verformungsverhalten von krz Metallen bei niedrigen homologen Temperaturen durch das Gleiten von Schraubenversetzungen erklären lässt, die sich nicht ausschließlich in den dichtest gepackten {110} Ebenen mit der günstigsten kritischen Schubspannung bewegen, sondern auch die weniger dicht gepackten {112} Ebenen aktiviert werden können. Die Gleitebenen sind energetisch ähnlich und gehören zu der <111>-Zonenachse, der am dichtesten gepackten Richtung im krz Kristallgitter. Bei einer erhöhten Konzentration an Verunreinigungen wurde sogar Versetzungsgleiten auf der {123} Ebene, einer weiteren Ebenen der <111>-Zone, beobachtet [17]. Diese Vielzahl energetisch ähnlicher Gleitsysteme erlaubt es den $\frac{a_0}{2}$ <111>-Schraubenversetzungen außerdem, sich während der Verformung im Gleitsystem mit der jeweils günstigsten Orientierung zur maximalen Schubspannung zu bewegen und begünstigt damit das Quergleiten. Dieses Quergleiten führt auch zu der charakteristischen Wellenform der Gleitspuren an der Oberfläche plastisch verformter Wolframproben und anderer krz Metalle [22].

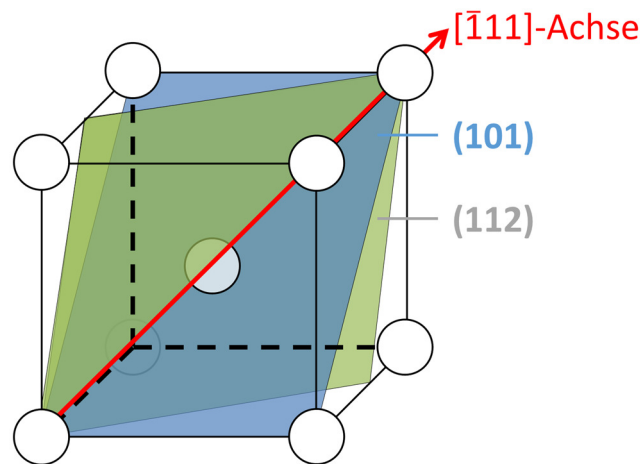


Abbildung 2.1: Graphische Darstellung zweier Gleitsysteme in krz Metallen, gebildet aus der gemeinsamen Gleitrichtung $[\bar{1}11]$ und den Gleitebenen (101) und (112) . Die $[\bar{1}11]$ -Richtung ist eine der kristallographisch gleichwertigen, dichtest gepackten $\langle 111 \rangle$ -Richtung und die beiden Gleitebenen stammen aus kristallographisch gleichwertigen $\{110\}$ -Ebenen (dichtest gepackte Ebenen) und $\{112\}$ -Ebenen.

Verglichen mit Versetzungen in kfz Metallen, wird für die Bewegung der $\frac{a_0}{2} \langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung in krz Metallen bei niedrigen homologen Temperaturen eine hohe kritische Schubspannung benötigt, was zur geringen plastischen Verformbarkeit dieser Werkstoffe führt. Atomistisch lässt sich die hohe kritische Schubspannung zur Bewegung der Schraubenversetzung durch den von Hirsch [23] postulierten, und durch Simulationen von Vitek [24] gestützten, nicht-planaren Versetzungskern der Schraubenversetzung erklären. Dieser nicht-planare Versetzungskern begründet sich in der dreifachen Symmetrie der $\langle 111 \rangle$ -Achse im krz Gitter und führt zu einem weitreichenden Verzerrungsfeld um die Versetzungslinie (siehe Abbildung 2.2). Für die Bewegung der Versetzung muss somit eine hohe Energiebarriere, die Peierlsenergie, überwunden werden, was zu einer weitgehenden Unbeweglichkeit der Schraubenversetzungen bei niedrigen homologen Temperaturen führt.

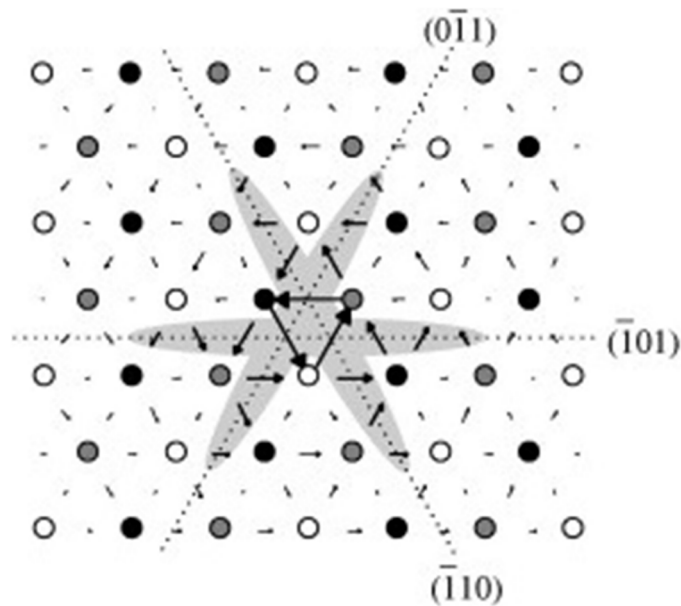


Abbildung 2.2: Struktur des Versetzungskerns einer $\frac{1}{2}$ $[111]$ Schraubenversetzung im krz Gitter. Die Kreise entsprechen den Atompositionen in $[111]$ Blickrichtung, wobei jede Graustufe für Atome einer der drei untereinanderliegenden (111) Ebenen steht. Die Pfeile symbolisieren die Verschiebung der Atome durch die Versetzung, je größer der Pfeil desto stärker die Verschiebung. Die grau markierten Flächen geben einen Eindruck des weitreichenden Verzerrungsfeldes und des nicht planaren Charakters des Versetzungskerns. [25]

Die zur Bewegung der Schraubenversetzung zu überwindende Peierlsenergie kann durch thermische Aktivierung reduziert werden. Seeger [26] entwickelte 1981 die Theorie des Kinkenpaarmechanismus, bei welchem zuerst nur ein kleiner Teil der Versetzungslinie durch thermische Aktivierung die Energiebarriere zum nächsten energetischen Minimum überwindet (siehe Abbildung 2.3). Zwischen den beiden Liniensegmenten bilden sich zwei Kinken mit Stufenversetzungscharakter, welche sich einfacher als die Schraubenversetzung ausbreiten können. Damit die Kinken sich durch ihre gegenseitige Wechselwirkung nicht wieder auslöschen, ist ein kritischer Abstand der Kinken bei der Nukleierung nötig. Ist der Abstand der beiden Kinken bei gegebener Spannung ausreichend groß, so werden sie durch diese auseinander bewegt und heben damit den verbliebenen Teil der Schraubenversetzung in das nächste energetische Minimum.

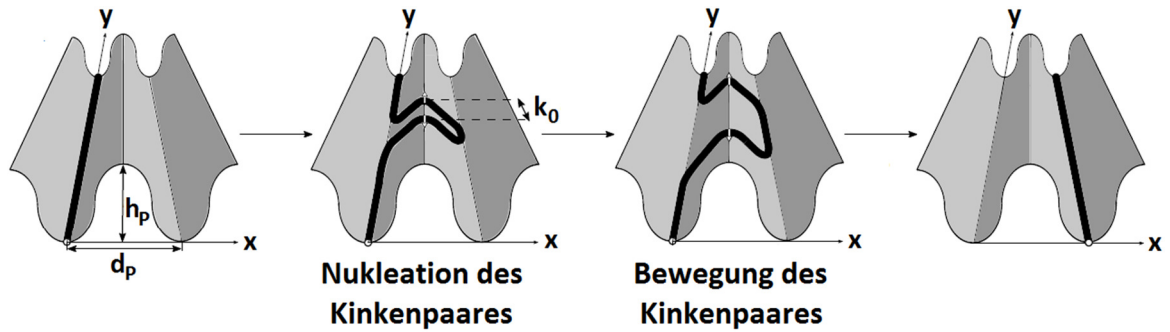


Abbildung 2.3: Ablauf des Kinkenpaarmechanismus zur Bewegung der Schraubenversetzung, mit d_p als Abstand zweier Peierlstäler, h_p als Peierlpotential und k_0 als kritischer Kinkenabstand. [27]

Aus dem Modell von Seeger, mit der Schraubenversetzung als kontrollierendem Mechanismus der plastischen Verformung, lässt sich eine zu Gleichung (2.4) vergleichbare Abhängigkeit für die Dehnratesensitivität von krz Metallen herleiten [8]. Dabei wird die plastische Dehnratesensitivität $\dot{\epsilon}_{pl}$ ähnlich zum allgemeinen Fall beschrieben (siehe Formel (2.2)). Allerdings stehen der Burgersvektor \mathbf{b} , die Versetzungsdichtedichte ρ_d , und der Versetzungsgeschwindigkeit \bar{v}_d in diesem Fall für die entsprechenden Werte der Schraubenversetzungen. Unter der Annahme, dass die Bewegung der Schraubenversetzung durch die erfolgreiche Nukleierung des Kinkenpaares kontrolliert wird, lässt sich die Geschwindigkeit der Schraubenversetzung \bar{v}_d abschätzen:

$$\bar{v}_d = d_p \cdot \bar{L}_d \cdot \Gamma_k(\tau^*, T) \quad (2.5)$$

Dabei steht Γ_k für die von der Temperatur T und dem thermischen Anteil der der kritischen Schubspannung τ^* abhängige Bildungsrate der Kinkenpaare, d_p für den Abstand zweier Peierlstäler (siehe Abbildung 2.3) und \bar{L}_d für die mittlere freie Weglänge zwischen zwei Hindernissen für die Bewegung der Kinken. Die effektive Bildungsrate eines Kinkenpaares wurde von Seeger [26] auf der Basis diffusionskontrollierter Vorgänge hergeleitet und besitzt dementsprechend eine Temperaturabhängigkeit in Form einer Arrhenius-Gleichung:

$$\Gamma_k = \alpha \cdot \exp\left(-\frac{H_{kp}(\tau^*)}{k_B T}\right) \quad (2.6)$$

k_B steht für die Boltzmann-Konstante und $H_{kp}(\tau^*)$ ist die Bildungsenthalpie eines Kinkenpaares bei gegebener Spannung τ^* und der Vorfaktor α fasst kinkenspezifische Werte wie deren Breite, Masse, Zerfallsrate und die Bildungsenthalpie einer Kinke bei

fehlender Spannung (H_K) zusammen. Setzt man Gleichung (2.5) und (2.6) in (2.2) ein, so ergibt sich für die plastische Dehnrates der Zusammenhang:

$$\dot{\epsilon}_{pl} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{H_{kp}(\tau^*)}{k_B T}\right) \quad (2.7)$$

Alle oben genannten Faktoren zu den Versetzungen, der Peierlsbarriere und den Kinken sind im Vorfaktor $\dot{\epsilon}_0$ zusammengefasst. Die Bildungsenthalpie eines Kinkenpaares bei einer wirkenden Spannung τ^* ($H_{kp}(\tau^*)$) lässt sich aus der Bildungsenthalpie eines Kinkenpaares bei $\tau^* = 0$ ($2 \cdot H_K$) abschätzen:

$$H_{kp}(\tau^*) = 2 \cdot H_K - \sqrt{2d_p^3 b \gamma_0 \tau^*} \quad (2.8)$$

Dabei stellt γ_0 einen aus der Linienspannung der Versetzung resultierenden Parameter dar. Basierend auf diesem formellen Zusammenhang und Gleichung (2.7) konnte experimentell für viele einkristalline krz Werkstoffe das plastische Verformungsverhalten auf Grundlage der Bildungsenthalpie eines Kinkenpaares korrekt vorausgesagt werden (Übersicht in [8]). Für den Wolfram Einkristall ermittelte Brunner beispielsweise im Bereich technisch relevanter Temperaturen eine Kinkenbildungsenthalpie von $2H_k = 1,75 - 2,06$ eV [8].

2.1.3 Der thermische Anteil der Fließspannung als Ursache der Dehnratesensitivität

Die plastische Verformung eines Werkstoffes durch Versetzungen kann als die Summe dreier aufeinander folgender Prozesse angesehen werden [28]: (i) Nukleierung der Versetzung, (ii) Bewegung der Versetzung durch den Kristall bis zu einem Gebiet, in welchem sie gestoppt werden, und (iii) Verbleib oder Annihilation der Versetzung in diesen Gebieten. Es wird angenommen, dass der langsamste dieser Prozesse bei einer bestimmten Temperatur die Dehnrates kontrolliert.

Wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben, wird die plastische Verformung in einkristallinen und grobkörnigen krz Metallen unterhalb einer kritischen Temperatur (auch Krietemperatur, T_K) von der Bewegung der Schraubenversetzung kontrolliert, welche zur Überwindung der hohen Peierlsspannung den Kinkenpaarmechanismus nutzt. Dabei ist die Bildung des Kinkenpaares der geschwindigkeitsbestimmende Schritt der plastischen Deformation. Im Folgenden werden die aus der Literatur bekannten Charakteristika der Fließspannung und Dehnratesensitivität von krz Metallen und deren physikalische Ursache auf Grundlage des Kinkenpaarmechanismus dargestellt.

Fließspannung

Die Fließspannung beschreibt makroskopisch den Übergang von der elastischen Verformung eines Werkstoffs zum elasto-plastischen Bereich. Mikroskopisch zeichnet dieser Übergang sich durch das beginnende Gleiten von Versetzungen aus, wozu die kritische Schubspannung τ_{krit} auf einem Gleitsystem erreicht werden muss. Die Fließspannung σ_F von polykristallinen Werkstoffen ist mit der kritischen Schubspannung über den Taylorfaktor M_T verknüpft [29]:

$$\sigma_F = M_T \tau_{krit} \quad (2.9)$$

Der Taylorfaktor beruht auf dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz, mit welchem sich die Schubspannung in einem Gleitsystem über den Schmidfaktor aus der angreifenden Normalspannung berechnen lässt. Der Schmidfaktor leitet sich dabei aus den Winkelbeziehungen zwischen Zugrichtung und Gleitebene, sowie Zugrichtung und Gleitrichtung ab. Da in einem polykristallinen Festkörper die Verformung benachbarter Körner kompatibel sein muss, lässt sich ein günstig orientiertes Korn nicht nennenswert verformen, wenn die Nachbarkörner nicht ebenfalls verformbar sind. Für eine beliebige Verformung sind, basierend auf den sechs unabhängigen Komponenten des Dehnungstensors, theoretisch sechs aktive Gleitsysteme nötig. Unter Annahme der Volumenkonstanz bei der plastischen Verformung verringert sich die Anzahl der benötigten, unabhängigen Gleitsysteme auf fünf. Für jede Kornorientierung müssen die fünf Gleitsysteme ermittelt werden, deren Kombination die durch das Versetzungsgleiten verrichtete Arbeit minimiert. Daraus lässt sich der für die Kornorientierung spezifische lokale Taylorfaktor berechnen. Die Mittelung über alle lokalen Taylorfaktoren bezüglich der Kornorientierungsverteilung ergibt den (globalen) Taylorfaktor. Für eine ausführliche Beschreibung der Berechnung sei auf die Arbeit von Henning [30] verwiesen. Für einen Polykristall mit krz Kristallgitter und zufälliger Kornorientierung ergibt sich ein Taylorfaktor $M_T \approx 2,8 - 2,9$ [30,31]. Bei einer ausgeprägten Textur kann der Taylorfaktor entsprechend der Orientierung zwischen Belastungsrichtung und bevorzugter Kornorientierung von diesen Werten abweichen.

Die mit der kritischen Schubspannung nach Gleichung (2.9) verknüpfte Fließspannung σ_F lässt sich entsprechend der Reichweite der Einflussfaktoren in einen athermischen Anteil σ_{ath} und einem thermischen Anteil σ^* aufteilen [32]:

$$\sigma_F = \sigma_{ath} + \sigma^* \quad (2.10)$$

Dabei umfasst der athermische Anteil der Fließspannung (σ_{ath}) alle langreichweitigen Einflussfaktoren auf die Versetzungsbewegung durch Gitterfehler, welche von der Temperatur und Dehnrates weitestgehend unabhängig sind. Dazu zählen die Wechselwirkungen von Versetzungen mit den Spannungsfeldern von Fremdatomen im Wirtsgitter, die Behinderung der Versetzungsbewegung durch andere Versetzungen und

Korngrenzen oder die Interaktion mit Ausscheidungen. Diese Wechselwirkungen werden gezielt durch Legierungsbildung, Kaltverformung, Kornfeinung oder das kontrollierte Erzeugen von Ausscheidungen zur Manipulation der Festigkeit von Werkstoffen ausgenutzt. Der thermische Anteil der Fließspannung, σ^* , resultiert aus der Gitterreibspannung bei der Versetzungsbewegung und ist daher stark von Versetzungstyp, Temperatur, Dehnrate und insbesondere der Kristallstruktur und den damit zusammenhängenden Gleitsystemen abhängig.

In kfz Metallen kann der thermische Anteil der Fließspannung meist vernachlässigt werden und die Fließspannung wird von den oben genannten athermischen Wechselwirkungen bestimmt. In krz Metallen wie Wolfram beeinflussen die genannten Mechanismen die Fließspannung zwar ebenfalls, aber bei niedrigen homologen Temperaturen dominiert der thermische Anteil der Fließspannung durch die hohe Peierlsenergie der Versetzungsbewegung das Verformungsverhalten. Dies führt zu einem wie in Abbildung 2.4 skizzierten Fließspannungsverlauf, der sich in den Bereichen unter- und oberhalb der sogenannten Krietemperatur (T_K) stark unterscheidet. Die Krietemperatur von reinem Wolfram, als Einkristall oder in grobkörniger Form, liegt bei rund 523 °C (800 K, $\approx 0,2 T_m$) [8,33], was den spröden Charakter und die geringe Formbarkeit bei Raumtemperatur erklärt.

Unterhalb der Krietemperatur hängt die Fließspannung bei krz Werkstoffen sowohl stark von der Temperatur wie auch von der Dehnrate $\dot{\epsilon}$ ab. Dieses Verhalten beruht auf dem Kinkenpaarmechanismus, mittels dessen die Überwindung der lokal aufzuwendende Fließspannung durch thermische Aktivierung unterstützt wird (siehe Kapitel 2.1.2). Der Anteil der Fließspannung, der sich durch thermische Aktivierung maximal überwinden lässt, entspricht $\sigma_0^* = \sigma^*(T=0\text{ K})$, da es am absoluten Nullpunkt zu keinen thermischen Fluktuationen kommt und die zur Versetzungsbewegung nötige Fließspannung $\sigma_0^*(+\sigma_{ath})$ rein mechanisch aufgebracht werden müsste. Bei höheren Temperaturen kann mit einer gewissen statistischen Wahrscheinlichkeit durch thermische Fluktuation ein ausreichend großes Kinkenpaar gebildet werden, mit dessen Hilfe die Schraubenversetzung bereits bei niedrigeren äußeren Spannungen gleiten kann. Je höher die Temperatur, desto effektiver ist der Kinkenpaarmechanismus und die durch thermische Aktivierung überwindbare Spannung reduziert die Fließspannung. Ab $T = T_K$ gilt die Schraubenversetzung als völlig thermisch aktiviert und die Fließspannung ist lediglich vom athermischen Anteil abhängig. Die Temperaturabhängigkeit des athermischen Anteils der Fließspannung beschränkt sich wie bei kfz Metallen auf die deutlich geringere Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls [34].

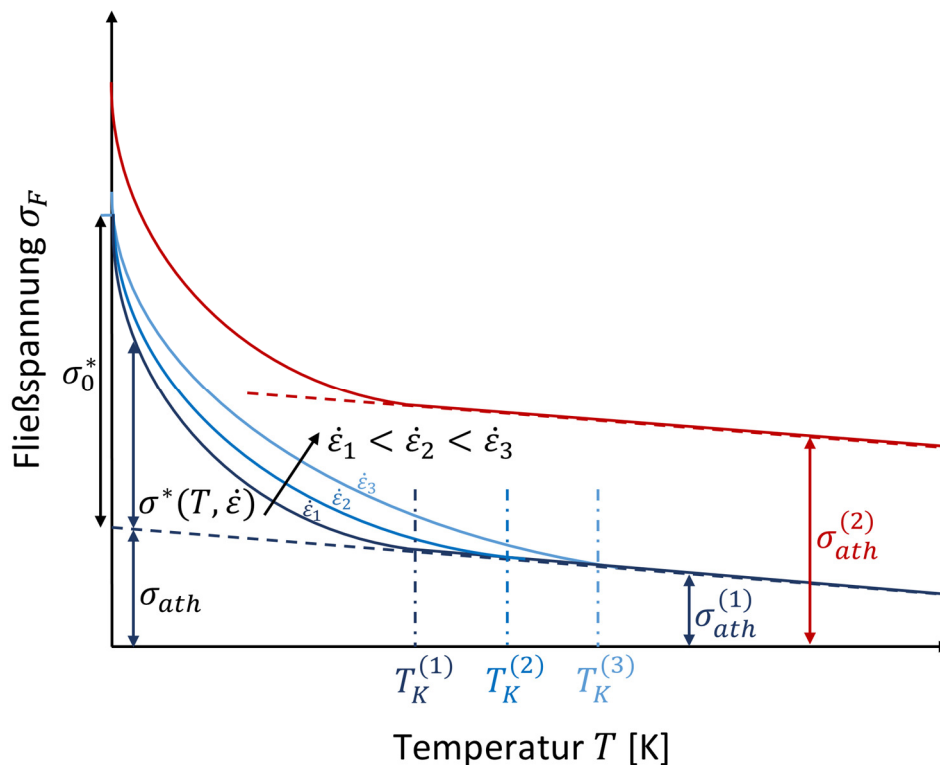


Abbildung 2.4: Schematische Skizze des Verlaufes der Fließspannung σ_F über die Temperatur T bei krz Metallen. Dabei lässt sich σ_F unterhalb der Kriekritischen Temperatur T_K in einen athermischen Anteil σ_{ath} und einen thermischen Anteil σ^* aufteilen. Der thermische Anteil, und damit die Fließspannung, ist abhängig von Temperatur und Dehnrates $\dot{\epsilon}$. σ_0^* steht dabei für den thermischen Anteil der Fließspannung bei $T = 0$ K (keine thermische Aktivierung). Der athermische Anteil kann durch die klassischen Verfestigungsmechanismen erhöht werden ($\sigma_{ath}^{(2)}$).

Abbildung 2.5 fasst Fließspannungen aus verschiedenen Arbeiten für einkristallines Wolfram (W-sx) [8,18,35,36], grobkörniges rekristallisiertes Wolfram (W-rx) [37] und grobkörniges warmgewalztes Wolfram (W-hr) [38] zusammen. Die Verläufe bestätigen die in Abbildung 2.4 gezeigte theoretische Abhängigkeit der Fließspannung von der Temperatur und dem athermischen Anteil (W-hr). Die abgebildeten Werte dienen als Referenzwerte für die in dieser Arbeit ermittelten Fließspannungen von Wolfram mit verschiedenen Mikrostrukturen.

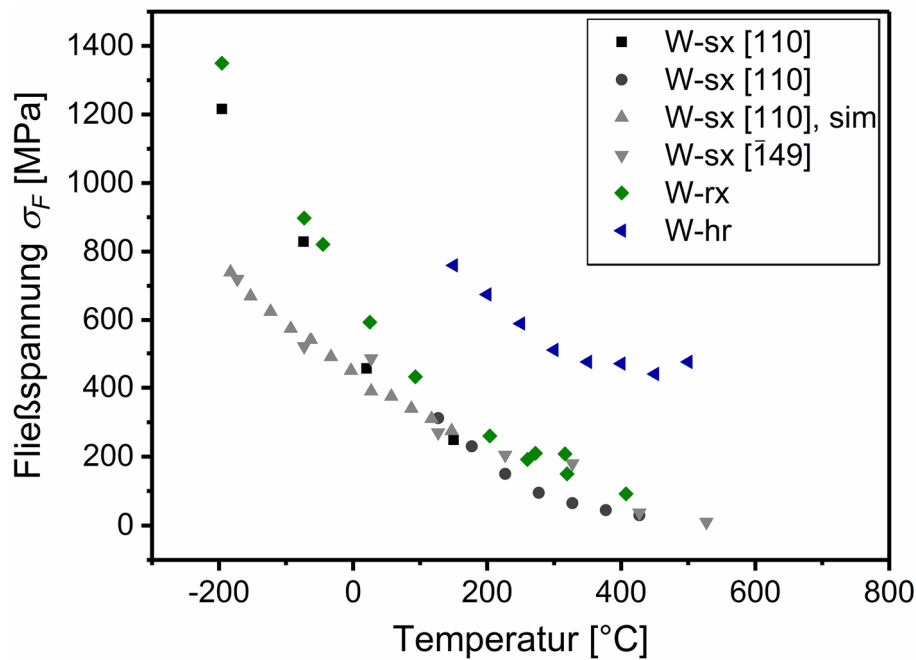


Abbildung 2.5: Fließspannung für verschiedene Prüftemperaturen aus Zugversuchen an einkristallinem Wolfram (W-sx), belastet entlang der [110] oder $\bar{1}49$ Richtung [8,18,35], rekristallisiertem Wolfram (W-rx) [37] und grobkörnigem, warmgewalztem Wolfram (W-hr) [38], sowie aus simulierten Zugversuchen für einkristallines Wolfram (W-sx [110], sim) [36].

Dehnratensensitivität

Die ausgeprägte Dehnratensensitivität bei niedrigen homologen Temperaturen ($T < T_K$) ist ein weiteres charakteristisches Merkmal kubisch-raumzentrierter Metalle. Die Auswirkung auf die Fließspannung ist für zunehmende Dehnraten $\dot{\epsilon}$ in Abbildung 2.4 dargestellt. Die Dehnratensensitivität lässt sich dabei ebenfalls aus der statistischen Betrachtung der Kinkenbildung erklären. Je schneller eine gewisse Verformung aufgebracht wird, desto weniger Zeit steht den Versetzungen zur Verfügung die Peierlsspannung mit Hilfe des Kinkenpaarmechanismus zu überwinden. Bei einer höheren Dehnrate ist die thermische Aktivierung weniger effektiv, was zu einer höheren Fließspannung führt.

Diese Abhängigkeit der Fließspannung von der Dehnrate bei niedrigen homologen Temperaturen ist in Abbildung 2.6 skizziert und erlaubt die Bestimmung der Dehnratensensitivität m im Zugversuch aus der Änderung der Spannung bei einer abrupten Änderung der Dehnrate [39]:

$$m = \left. \frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \right|_{\epsilon, T, m_s} \quad (2.11)$$

Die Dehnratensensitivität ist dabei von der Dehnung (ε), der Temperatur (T) und der Mikrostruktur (ms) abhängig, was eine sorgsame Versuchsführung zur Bestimmung von m voraussetzt. Insbesondere zu hohe Dehnratensprünge und Temperaturdifferenzen können schnell zu großen Fehlern in der Messung der Dehnratensensitivität führen [40].

Die Dehnratensensitivität ist von besonderem Interesse, da sie mit dem Aktivierungsvolumen ϑ verknüpft ist und damit als ein Fingerabdruck für die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen gilt. Das Aktivierungsvolumen ist definiert als die partielle Ableitung der Aktivierungsenergie der Gleitvorgänge ΔH_S nach der Schubspannung bei konstanter Temperatur. Damit ergibt sich aus dem Zusammenhang zwischen Dehnratesensitivität und ΔH_S nach Gleichung (2.4) das Aktivierungsvolumen zu:

$$\vartheta = - \left. \frac{\partial \Delta H_S}{\partial \tau} \right|_T = k_B T \left. \frac{\partial \ln(\dot{\varepsilon})}{\partial \tau} \right|_T \quad (2.12)$$

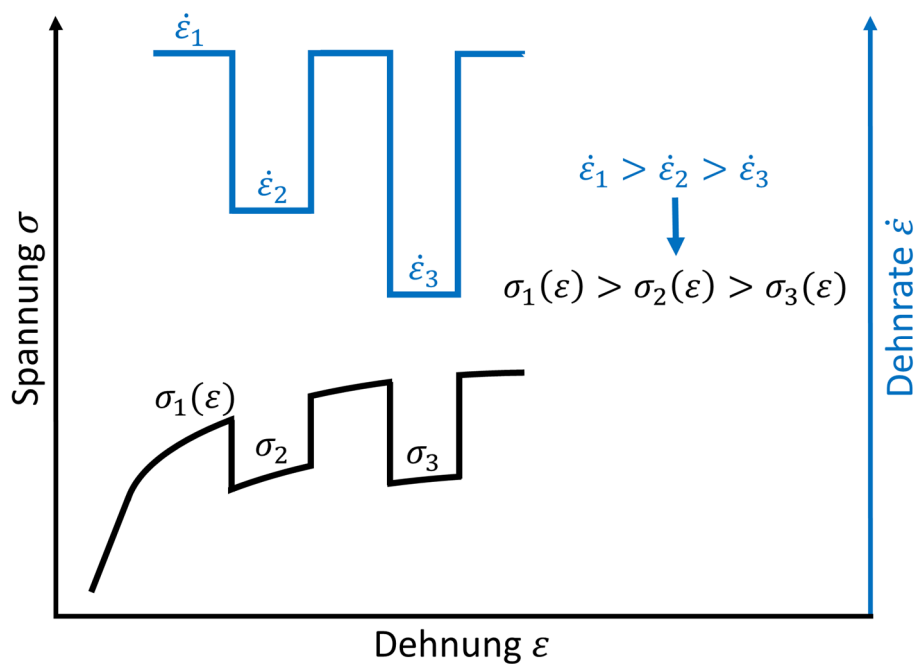


Abbildung 2.6: Spannungs-Dehnungs-Kurve im Bereich der Verfestigung in Abhängigkeit der Dehnratesensitivität ($\dot{\varepsilon}$, blau). Höhere Dehnratesensitivitäten führen zu höheren Fließspannungen σ_F .

Unter Berücksichtigung des Taylorfaktors (M_T) zur Berechnung der Fließspannung (σ_F) aus der kritischen Schubspannung, lassen sich die Dehnratensensitivität m und das Aktivierungsvolumen ϑ verknüpfen [41]:

$$m = \frac{M_T k_B T}{\sigma_F \vartheta} \quad (2.13)$$

Es sei darauf hingewiesen, dass es in der Literatur zur Berechnung von ϑ auch zur Nutzung anderer Vorfaktoren anstelle des Taylorfaktors kommt, um den Zusammenhang von Fließspannung und kritischer Schubspannung abzuschätzen. Diese basieren zumeist auf den deutlich konservativeren Ansätzen der Von-Mises Vergleichsspannung, welche häufig im ingenieurwissenschaftlichen Umfeld Verwendung finden [42]. Dies muss beim Vergleich mit den Ergebnissen anderer Arbeitsgruppen beachtet werden.

2.2 Stand der Technik: Ultrafeinkörniges Wolfram

Um die in Kapitel 1 zusammengefassten herausragenden thermophysikalischen und thermomechanischen Eigenschaften des Wolframs in Strukturbauteilen nutzbar zu machen, muss das spröde Materialverhalten des Wolframs bei niedrigen homologen Temperaturen verbessert werden. Zur Duktilisierung von Werkstoffen stehen Verfahren wie das Legieren, die Kompositbildung und die Manipulation der Mikrostruktur zur Verfügung. Eine Erhöhung der Risszähigkeit und Duktilität unter uniaxialer Zugbelastung durch Legieren gelang bisher lediglich mit Rhenium und wird aufgrund der ähnlichen Elektronenstruktur auch für Iridium vermutet [43–45]. Dieser ungewöhnliche Effekt der Erhöhung der Duktilität durch Mischkristallbildung, eigentlich ein klassischer Mechanismus zur Festigkeitssteigerung, wird auf eine Modifikation des Kerns der $\frac{a_0}{2} \langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung und einer damit einhergehenden Reduktion der Peierlsbarriere zurückgeführt [46]. Allerdings sind Rhenium und Iridium sehr teure Rohstoffe und im potentiellen Einsatz als Fusionsreaktormaterialien droht eine Versprödung durch Neutronenbestrahlung.

Die Duktilisierung durch Kompositbildung, z.B. durch wolframfaserverstärktes Wolfram [47,48], erfolgt über eine Art Pseudoplastizität. Dabei soll während der Rissausbreitung Energie nicht durch die plastische Verformung der Matrix dissipiert werden, sondern durch die Reibung zwischen Matrix und Fasern, wenn diese bei der Spaltbildung aus der Matrix herausgezogen werden. Von einer solchen Pseudoplastizität wird erhofft, dass sie auch trotz weiterer Versprödung von Fasern und Matrix unter Neutronenbelastung erhalten bleibt. Bisher beschränkt sich die Herstellung von wolframfaserverstärktem Wolfram allerdings noch auf Proben im Labormaßstab und eine Realisierung des aufwendigen Herstellungsprozesses in technisch relevantem Maßstab steht noch aus [49].

Der dritte Ansatz, die Kornfeinung, ist ebenfalls ein klassisches Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit und gilt dabei als einziges Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit bei gleichzeitiger Erhaltung oder gar Erhöhung der Zähigkeit [50]. Valiev et al. [51] berichteten 2002 von einem „Paradoxon der Erhöhung von Festigkeit und Duktilität“ (Duktilität in Form der Bruchdehnung) durch eine Kornfeinung mittels starker plastischer Umformung (severe plastic deformation, SPD) von Kupfer und Titan in den ultrafeinkörnigen (UFG) Bereich. Auch bei hexagonal dichtest gepackten und kubisch-raumzentrierten Materialien konnte in der jüngeren Vergangenheit durch eine Kornfeinung in den UFG-Bereich eine Duktilisierung dieser häufig spröden Materialien sogar bei Raumtemperatur festgestellt werden [6,52,53].

Ultrafeinkörnig (UFG) ist in der Literatur nicht einheitlich definiert. Im Allgemeinen beschreibt UFG aber den Korngrößenbereich kleiner einem Mikrometer, welcher mittels klassischer thermomechanischer Methoden nur selten erreicht wird [54]. Zu kleinen Korngrößen wird UFG von „nanokristallin/nanostrukturiert“ (Korngröße < 100 nm) bezeichnet.

abgegrenzt. Die gängigsten Definitionen, wie von Valiev et al. [5] und Pragnell et al. [55], beziehen sich allerdings nicht nur auf Korngrößen zwischen 100 nm - 1 µm, sondern auch auf möglichst gleichachsige Körner und setzen voraus, dass ein Großteil der Korngrenzen hohe Misorientierungswinkel aufweisen. Daneben werden aber auch viele Werkstoffe als UFG bezeichnet, welche diese Bedingungen nur teilweise erfüllen, aber trotzdem interessante Korngrößenabhängige Eigenschaften in diesem Größenbereich zeigen [56].

2.2.1 Erzeugung eines ultrafeinkörnigen Gefüges

Allgemein werden zwei Ansätze zur Herstellung eines ultrafeinkörnigen Gefüges unterschieden: *top-down* und *bottom-up*. Bottom-up Verfahren beschreiben den Aufbau von Strukturen aus kleineren Einheiten, wie Nanopartikeln, Molekülen oder gar Atomen. Gängige Verfahren sind beispielsweise gepulste Elektrodeposition, Inertgaskondensation oder Plasmadruckverdichtung (Plasma Pressure Compaction) [57]. Top-down Verfahren hingegen überführen ein grobkörniges massives Material durch mechanische oder thermomechanische Umformung in ein feinkörniges Material. Um eine ultrafeinkörnige Mikrostruktur zu erreichen, werden SPD-Verfahren mit starker plastischer Umformung genutzt. Hohe hydrostatische Drücke unterdrücken dabei das Risswachstum und erlauben so eine starke Verformung trotz Kaltverfestigung [58]. Top-Down Verfahren erreichen zwar in den meisten Fällen keine Korngrößen kleiner 100 nm, erlauben aber die Produktion größerer Probenmengen als bottom-up Verfahren. Dazu weisen sie auch zumeist bessere mechanische Eigenschaften aufgrund einer höheren Dichte auf.

SPD Verfahren

Die drei am häufigsten verwendeten SPD-Verfahren sind Equal-Channel Angular Pressing (ECAP), High Pressure Torsion (HPT) und Accumulative Roll Bonding (ARB). Eine übersichtliche Darstellung der Verfahren findet sich bei Valiev et al. [5]. Im Folgenden wird auf das Prinzip sowie die Vor- und Nachteile dieser drei Verfahren eingegangen.

Bei der ECAP-Methode wird das Material durch ein Gesenk mit zwei Kanälen gleichen Querschnitts gepresst, welche in einem Winkel von 90° – 120° zueinander angeordnet sind. Dadurch kommt es im Übergangsbereich der beiden Kanäle zu einer Scherverformung und durch mehrfache Wiederholung dieses Prozesses kann die Korngröße bis in den ultrafeinkörnigen Bereich verfeinert werden. Dabei bleibt die Geometrie der Probe erhalten und durch geeignete Versuchsführung kann ein UFG-Gefüge mit hinreichend gleichachsigen Körnern erzeugt werden. ECAP eignet sich daher besonders gut zur Herstellung von UFG-Halbzeugen, allerdings ist die Probengröße aufgrund der großen Prozesskräfte stark limitiert und die Realisierung in einem kontinuierlichen Prozess sehr aufwendig [59].

Beim HPT-Verfahren wird eine scheibenförmige Probe zwischen zwei Stempeln gleichzeitig mit hohem hydrostatischen Druck und Torsion belastet. Die dadurch entstehenden Scherkräfte führen zu einer plastischen Verformung des Materials und einer Kornfeinung. Die zwischen neutraler Achse und äußerem Rand der Probe unterschiedlich aufgebrachten Dehnungen resultieren allerdings in einer radial nach außen hin zunehmenden Scherverformung. Durch den besonders hohen hydrostatischen Druck wird eine Rissausbreitung während der Verformung verhindert und HPT erreicht damit von allen SPD-Verfahren die niedrigsten Korngrößen. Das Verfahren erlaubt allerdings bisher lediglich das Prozessieren von Proben im Labormaßstab [60].

Accumulative Roll Bonding ist eine Abwandlung des Walzens, bei dem ein Blech mittig halbiert wird und die beiden Hälften aufeinanderliegend durch Kaltwalzen (Definition im nächsten Abschnitt) gleichzeitig verbunden und plastisch verformt werden. Dabei werden die beiden Teile gemeinsam bis zur Ausgangsblechdicke gewalzt, was einem Abwalzgrad von 50 % entspricht. Ein mehrfaches Wiederholen dieses Prozesses erzeugt ein Blech mit ultrafeinkörniger Mikrostruktur ohne Änderung der Ausgangsgeometrie [61]. Die Verbindung der Bleche während dem Walzen geschieht über Kaltverschweißen, was eine Behandlung der Oberfläche nach jedem Prozessschritt voraussetzt. So müssen die Oxidschichten entfernt und die Oberflächen aufgeraut und gereinigt werden. Ein Aufheizen der Bleche vor dem Walzen verbessert zumeist die Verbindung der Oberflächen, darf aber die Rekristallisationstemperatur des Materials nicht erreichen. Um das Verbinden der Bleche in einem Walzschritt zu gewährleisten, sind hohe Abwalzgrade größer 35 % nötig, was vergleichsweise hohe Walzkräfte erfordert und bei spröden Materialien die Gefahr des Einreißen während dem Walzen birgt [62]. ARB wurde erfolgreich bei duktilen Materialien wie Aluminium, Aluminiumlegierungen, Kupfer, Eisen, Nickel, Titan und diversen Stählen angewandt sowie zur Produktion von Kompositmaterialien [63]. Beim ARB entsteht ein beim Walzen typisches lamellares oder pfannkuchenartiges Gefüge und keine gleichachsigen Körner wie z.B. beim ECAP-Verfahren.

Kaltwalzen (Herstellungsmethode der in dieser Arbeit verwendeten Proben)

Das Kaltwalzen, die Grundlage des oben beschriebenen Accumulative Roll Bonding, ist ein bewährtes Verfahren zur Herstellung dünner Bleche mit ultrafeinkörniger Mikrostruktur und wird im Unterschied zu den klassischen SPD-Verfahren bereits großindustriell angewandt. Im Gegensatz zu den oben beschriebenen Verfahren bleibt die Ausgangsgeometrie allerdings nicht erhalten, sondern die Bleche werden beim Walzen dünner und länger. Daher entspricht das Kaltwalzen auch streng genommen nicht der Definition von Valiev [5] für SPD Verfahren. Aber die hohen realisierbaren Umformgrade und das Potential zur Kornfeinung in den UFG-Bereich erlauben, auch das Kaltwalzen zu den SPD-Verfahren zu zählen.

Als Ausgangsmaterial dient zumeist eine warmgewalzte Sinterplatte. Es ist wichtig zu betonen, dass der Begriff Kaltwalzen sich auf Walztemperaturen unterhalb der Rekristallisationstemperatur des zu walzenden Werkstoffs bezieht, Warmwalzen auf Temperaturen darüber [64]. Abhängig von der Rekristallisationstemperatur des verwendeten Werkstoffs findet der Begriff Kaltwalzen sogar noch bei Walzprozessen von knapp 1000 °C Verwendung. Diese Einteilung ist solange gerechtfertigt, wie das Walzen bei niedrigen Temperaturen im Vergleich zur Rekristallisationstemperatur stattfindet, da es nur dort zu einer erheblichen Kornfeinung kommt. Beim Warmwalzen wird eine vergleichbare Kornfeinung aufgrund ausgeprägter dynamischer Rekristallisation nicht erreicht.

Der Walzprozess mit den wirkenden Kräften ist in Abbildung 2.7 schematisch dargestellt. Das Walzgut wird in einem Ofen auf die gewünschte Walztemperatur gebracht und anschließend zwischen zwei gegensätzlich zueinander rotierenden Walzen hindurchgezogen. Die Förderung des Walzgutes ergibt sich dabei aus der Reibung zwischen Walzgut und Walzen, welche durch deren unterschiedlichen Relativgeschwindigkeiten entsteht. So bewegt sich die Walze mit einer konstanten Geschwindigkeit v_w , während das Walzgut vor der Walze eine Geschwindigkeit v_0 besitzt. Mit $v_0 < v_w$ entsteht beim ersten Kontakt mit dem Walzgut eine Reibkraft in Richtung der Walzrotation. Diese Reibkraft muss dabei größer sein, als die entgegengerichtete horizontale Komponente der Druckkraft, um das Walzgut ohne äußere Kraft durch die Walzen zu ziehen [65]. Während dem Walzen wird das Walzgut senkrecht zur Walzrichtung gestaucht und entlang der Walzrichtung gestreckt. Durch die Streckung erhöht sich die Geschwindigkeit des Materials, erreicht am „neutralen Punkt“ die Geschwindigkeit der Walzen und besitzt eine Austrittsgeschwindigkeit v_1 , mit $v_1 > v_w$. Beim Erreichen des neutralen Punktes ändert die Reibkraft dementsprechend die Richtung. Durch die resultierenden Druck- und Reibkräfte während des Walzens kommt es zur gleichzeitigen Stauchung und Scherverformungen des Materials, wobei die Reibkräfte mit Schmiermitteln beeinflusst werden können.

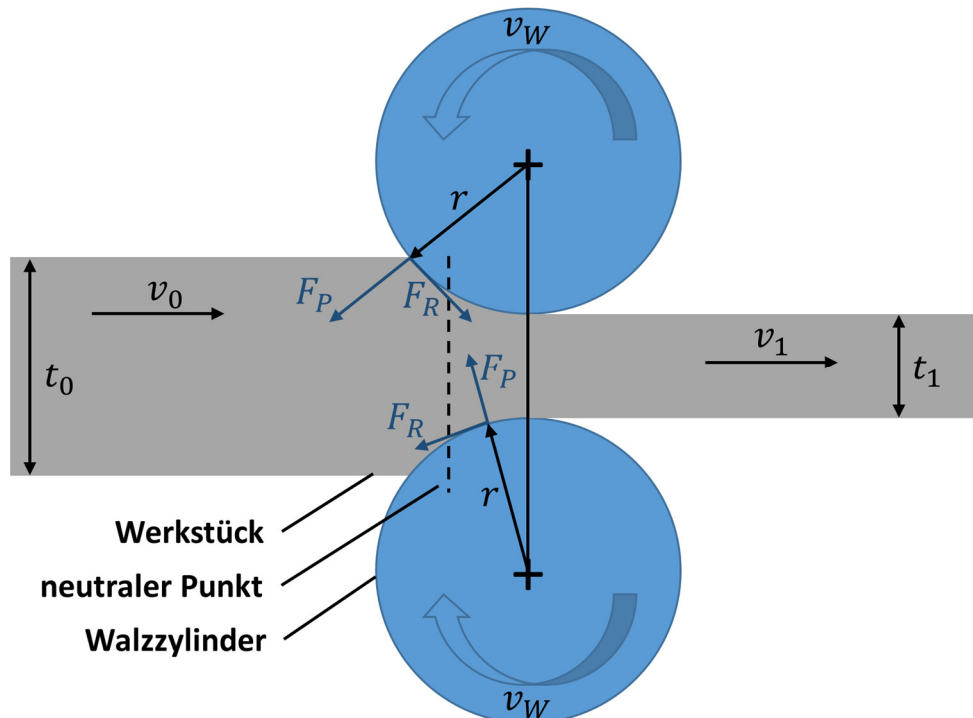


Abbildung 2.7: Schematische Abbildung des Walzens zur Verringerung der Ausgangsdicke (t_0) auf die Dicke t_1 mit Kennzeichnung der auf das Werkstück wirkenden Druckkräfte (F_P) und Reibungskräfte (F_R) vor dem neutralen Punkt (oben) und hinter dem neutralen Punkt (unten).

Das Walzen wird so oft wiederholt, bis die Zieldicke erreicht ist. Beim Kaltwalzen wird dabei mit kleinen Stichabnahmen (Reduktion pro Walzdurchgang) gearbeitet, um eine Rissbildung während des Walzens zu vermeiden. Die Dickenreduktion von einer Ausgangsdicke t_0 auf eine Dicke t_1 und die damit einhergehende bleibende Verformung lässt sich in dem für das Walzen typischen Umformgrad φ ausdrücken [66]:

$$\varphi = -\ln\left(\frac{t_1}{t_0}\right) \quad (2.14)$$

Das Kaltwalzen ermöglicht im Vergleich zu den oben beschriebenen SPD-Verfahren die Produktion technischer Mengen in kurzer Zeit. Allerdings beschränkt sich die Kornfeinung in den UFG-Bereich auf die Stauchrichtung, wie im nächsten Kapitel beschrieben.

Gefügeentwicklung beim Kaltwalzen

Die in der Literatur bevorzugte Theorie zur Kornfeinung bei hochgradiger Umformung basiert auf der von Hughes und Hansen [67] beschriebenen Kornfragmentierung durch Subkornbildung, wie sie auch aus weniger extremen Umformprozessen als den SPD-Verfahren bekannt ist. Die ultrafeinkörnige Struktur entsteht bei hohen plastischen Dehnungen durch Umwandlung dieser Subkorn Grenzen zu Großwinkelkorn Grenzen ($> 15^\circ$ Misorientierung) [5].

Wie von Hughes und Hansen beschrieben [67], beginnen sich die Subkorn Grenzen bereits bei niedrigen Umformgraden zu bilden, um die durch Versetzungen gespeicherte Energie zu minimieren. Die während der Umformung zahlreich entstehenden Versetzungen formieren sich dazu in versetzungsreiche Strukturen (siehe Abbildung 2.8(a)). Dabei wird zwischen zwei Arten von Strukturen unterschieden: zufällige Versetzungsgrenzen (incidental dislocation boundaries, IDBs) und geometrisch notwendige Grenzen (geometrically necessary boundaries, GNBs). IDBs entstehen durch gegenseitige Blockierung und Anhäufung von Versetzungen und führen nur zu kleinen Misorientierungen, während GNBs durch lokal unterschiedlich aktivierte Gleitsysteme oder unterschiedliche Dehnungen entstehen und große Misorientierungswinkel hervorrufen können. Zu diesen GNBs gehören auch die typischen Mikrobänder [67]. Mit einer Erhöhung des Umformgrades sinkt der Abstand der im Material befindlichen Korn Grenzen und Subkorn Grenzen und die Misorientierung der benachbarten Bereiche steigt. Bei hohen Dehnungen, wie sie bei SPD Verfahren auftreten, entstehen so aus den Subkorn Grenzen Großwinkelkorn Grenzen mit einem Abstand unter einem Mikrometer. Daneben beginnen sich die GNBs bei einem unidirektionalen Prozess wie Kaltwalzen in Richtung des Materialflusses auszurichten und bilden lamellare oder pfannkuchenartige Gefüge (siehe Abbildung 2.8(b)) [68].

Während dem Walzen kommt es außerdem auch zu einer Orientierungsänderung der Körner. Dies geschieht nicht zufällig, sondern basiert auf dem Umstand, dass die Deformation auf bevorzugten Gleitsystemen mit günstiger Orientierung zur Richtung der wirkenden Spannungen abläuft [69]. Durch die Rotation der Kornorientierungen bis in bevorzugte, stabile Konfigurationen bilden sich charakteristische Walztexturen. Raabe et al. [70] konnten durch Simulationen zeigen, dass beim Kaltwalzen prismatisches Gleiten („pencil glide“) auf den Ebenen $\{110\}$, $\{112\}$ und $\{123\}$ unter Beachtung des Taylormodels (siehe Kapitel 2.1) und der Scherkräfte in der Walzebene die Texturentwicklung bei krz Metallen am besten beschreibt.

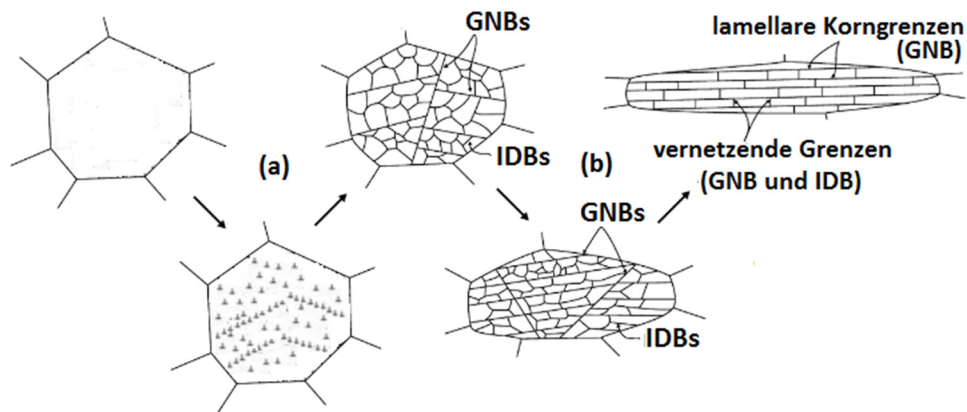


Abbildung 2.8: Kornfragmentierung nach dem Modell von Hughes und Hansen [67]. Die Umformung führt zu einer erhöhten Versetzungsdichte und Anordnung der Versetzungen in energetisch günstige Konfigurationen (a), was in der Bildung von IDBs und GNBs resultiert. Bei erhöhten Dehnungen sinkt der Abstand der Versetzungsgrenzen und die GNBs richten sich mit dem Materialfluss aus, so dass sie ein lamellares oder pfannkuchenartiges Gefüge bilden (b). [63]

Die charakteristischen Orientierungen lassen sich zu sogenannten „Fasern“ im Eulerraum zusammenfassen. Beim Kaltwalzen von krz Metallen sind dies insbesondere die Orientierungen der α - und γ -Faser. Die α -Faser umfasst dabei die Körner, deren $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzrichtung liegt, die γ -Fasern die Körner mit der $\langle 111 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzebenennormalen. In diesen Fasern gibt es einige bekannte Komponenten, welche abhängig vom Ausgangszustand und Umformgrad die Textur dominieren können. Beim Kaltwalzen von krz Metallen ist dies insbesondere die $\{001\}\langle 110 \rangle$ Texturkomponente (gedrehte Würfellage, „rotated cube texture“). Aber auch die $\{112\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$ und $\{111\}\langle 112 \rangle$ Texturkomponenten werden beobachtet [71,72].

Kornfeinung von Wolfram in den UFG-Bereich

Ultrafeinkörnige kubisch-raumzentrierte Werkstoffe, insbesondere UFG-Wolfram, werden für den Einsatz als Filament in Glühbirnen bereits seit über einem Jahrhundert durch Drahtziehen hergestellt. Die UFG-Mikrostruktur stellte dabei allerdings eher ein Nebenprodukt des Drahtziehens dar und auch wenn die plastische Verformbarkeit dieser Drähte bekannt war, konnten sie aufgrund ihres geringen Durchmessers lediglich als Funktionswerkstoff eingesetzt werden. Während UFG-Wolfram auch mittels bottom-up Ansätzen, wie Widerstandssintern bei sehr hohen Drücken (resistance sintering under ultra-high pressure, RSUHP) [73] erzeugt werden kann, so erreichen diese Prozesse aktuell noch keine ausreichende Kombination aus hoher Dichte und UFG-Mikrostruktur.

Um eine UFG-Mikrostruktur auch in Halbzeugen wie Platten oder Stangen herzustellen, werden seit einigen Jahren verschiedene SPD Verfahren erfolgreich erprobt. Bereits 2002 berichtete Alexandrov et al. [74] von der erfolgreichen Kornfeinung von Wolfram mittels ECAP in den UFG-Bereich. Faleschini et al. [75] prozessierten im Folgenden sowohl reines Wolfram wie auch Wolframlegierungen mittels HPT und erreichten Korngrößen von rund 300 nm, während Mathaudhu et al. [76] erfolgreich eine UFG-Mikrostruktur mit rund 350 nm Korngröße in Wolfram mittels ECAP herstellten. Ganeev et al. [77] kombinierten ECAP mit HPT und führten eine umfassende Analyse der Misorientierungswinkel der Korngrenzen nach der Kornfeinung durch. Sie erreichten mit ihrer Methode eine aus größtenteils Großwinkelkorngrenzen bestehende Mikrostruktur mit einer Korngröße von rund 700 nm und Substrukturen mit einer Größe von circa 100 nm. Hao et al. [78] untersuchten, wie sich unterschiedliche Umformtemperaturen ($< 1000\text{ °C}$) beim ECAP-Verfahren auf die Mikrostruktur von Wolfram auswirkt. So zeigte bei 800 °C extrudiertes Wolfram eine höhere Zahl an Subkorngrenzen und eine höhere Versetzungsdichte als bei 950 °C extrudiertes Wolfram. Wei et al. [79] wies die Eignung einer Kombination aus ECAP und anschließendem Walzen bei absteigender Temperatur nach und führte außerdem das Konzept des Niedrigtemperaturwalzens eines Sinterlings aus technisch reinem Wolfram ein, um UFG-Wolframbleche herzustellen [6].

2.2.2 Auswirkung der Kornfeinung auf das Verformungsverhalten kubisch-raumzentrierter Metalle

Eine der zu Beginn des Kapitels erwähnten Definitionen für UFG-Werkstoffe betonte bereits, dass die Kornfeinung in den Sub-Mikrometerbereich zu interessanten korngößenabhängigen Eigenschaften führen [56]. Im Folgenden wird eine Übersicht über allgemeine Trends bei mechanischen Eigenschaften von UFG-Materialien gegeben, wobei der Fokus auf den Eigenschaften von kubisch-raumzentrierten UFG Metallen liegt. Dabei wird insbesondere auf die Veränderung der Eigenschaften von einkristallinem und grobkörnigem Wolfram hin zu UFG-Wolfram eingegangen.

Mechanische Eigenschaften von UFG-Werkstoffen

Während die Kornfeinung als einziger klassischer Mechanismus der Festigkeitssteigerung gilt, der sowohl die Festigkeit als auch die Zähigkeit erhöhen kann [50], führt eine Kornfeinung durch Kaltverformung aufgrund erhöhter Defektdichte im Material für gewöhnlich zu einer abnehmenden Bruchdehnung. Daher erhielten UFG-Materialien eine hohe Aufmerksamkeit, nachdem Valiev et al. [51] 2002 für verschiedene Werkstoffe wie UFG-Kupfer und UFG-Titan von einer Kombination aus hoher Festigkeit und hoher Bruchdehnung berichtete. Einige der dokumentierten extrem hohen Bruchdehnungen wurden allerdings inzwischen auf die prozessbedingt kleinen Probengeometrien zurückgeführt, die bei den Experimenten zum Einsatz kamen [80,81].

Die daraufhin intensivierete Forschung dokumentierte seitdem trotzdem viele interessante Eigenschaften für Werkstoffe mit einer ultrafeinkörnigen Mikrostruktur. So wurden neben Festigkeit und Duktilität in Form der Bruchdehnung, aufgrund der atomaren Verschiebung nahe der Korngrenzen und den einhergehenden Veränderungen in der Dynamik der Gitterschwingungen, auch bereits Änderungen weiterer mechanischer Eigenschaften wie dem Elastizitätsmodul, physikalischer Eigenschaften wie der Diffusion und Debye-Temperatur und magnetischer Eigenschaften wie der Curie-Temperatur beobachtet [82].

Bezüglich der Verformbarkeit zeigen viele UFG-Werkstoffe häufig eine Einschnürung bereits kurz nach Erreichen der Streckgrenze, lassen sich dann aber meist noch erheblich weiter verformen [83]. Dies führt aber trotz der stark ausgeprägten plastischen Verformung im Bereich der Einschnürung zu einer nur geringen Gleichmaßdehnung, sodass diese Art der Duktilität daher kaum technologisch nutzbar ist. Eine mögliche Erklärung für dieses geringe Verfestigungsvermögen vieler UFG-Materialien mit hohem Anteil an Großwinkelkorngrenzen ist eine fehlende Versetzungsmultiplikation im Korninneren. Stattdessen stellt sich während der Verformung ein Gleichgewicht zwischen der Versetzungsbildung und dem Aufstau, beziehungsweise der Annihilation von Versetzungen an den Korngrenzen ein [84]. Ein Erholungsglühen nach dem SPD-Verfahren kann zwar die Gleichmaßdehnung erhöhen, führt allerdings meist auch zu einer geringeren Festigkeit [85].

Bezüglich der Ermüdungseigenschaften bei gleicher Spannungsamplitude zeichnen sich UFG-Werkstoffe im Vergleich zu ihren grobkörnigen Formen durch eine verbesserte Lebensdauer aus. Dies wurde experimentell sowohl für die Ermüdung bei niedriger Lastspielzahl (low cycle fatigue, LCF), als in gewissen Fällen auch für die Ermüdung bei hoher Lastspielzahl (high cycle fatigue, HCF) bei kfz [86] und krz Materialien [87,88] nachgewiesen. Dabei werden die verbesserten Eigenschaften auf den hohen Anteil an Großwinkelkorngrenzen und die hohe monotone Festigkeit zurückgeführt [86]. Es wurde allerdings für UFG-Werkstoffe auch eine erhöhte Kerbempfindlichkeit nachgewiesen [87].

Desweiteren ändert sich mit der Kornfeinung in den UFG-Bereich die Dehnraten- und Temperatursensitivität der Fließspannung (siehe Kapitel 2.1.3) sowohl für kubisch-flächenzentrierte als auch für kubisch-raumzentrierte Werkstoffe. Bei niedrigen homologen Temperaturen besitzen grobkörnige krz Metalle ein hohe, kfz Metalle hingegen eine niedrige Dehnraten- und Temperatursensitivität [89]. Durch die Kornfeinung in den UFG-Bereich erhöht sich bei kfz-Metallen die Dehnratensensitivität, während sie für krz-Metalle deutlich abnimmt, wie bei Wei et al. übersichtlich dargestellt [89]. Dies wurde bereits für viele krz Metalle wie Niob [90], Eisen, Tantal, Vanadium und Wolfram [41] (siehe Abbildung 2.9) bis in einen Korngrenzenbereich von 100 nm - 1 µm experimentell bestätigt. Maier-Kiener et al. [91] zeigten die deutliche Abnahme der Dehnratensensitivität auch für UFG-Chrom (Cr) und erklären dies mit der stark erhöhten Fließspannung in UFG-Metallen. Der Mechanismus der Nukleation von Kinkenpaaren

(siehe Abbildung 2.3) bleibt laut der Autoren dabei erhalten. Des Weiteren wiesen die Autoren bei UFG-Cr für hohe homologe Temperaturen einen Anstieg der Dehnraten-sensitivität nach, was sie auf Wechselwirkungsmechanismen zwischen Versetzungen und der hohen Zahl an Korngrenzen zurückführen [91]. Außerdem werden mögliche Beiträge von Stufenversetzungen zur plastischen Verformungen in Betracht gezogen, welche für krz Metalle bei niedrigen Umformtemperaturen in anderen Arbeiten nachgewiesen wurden [92].

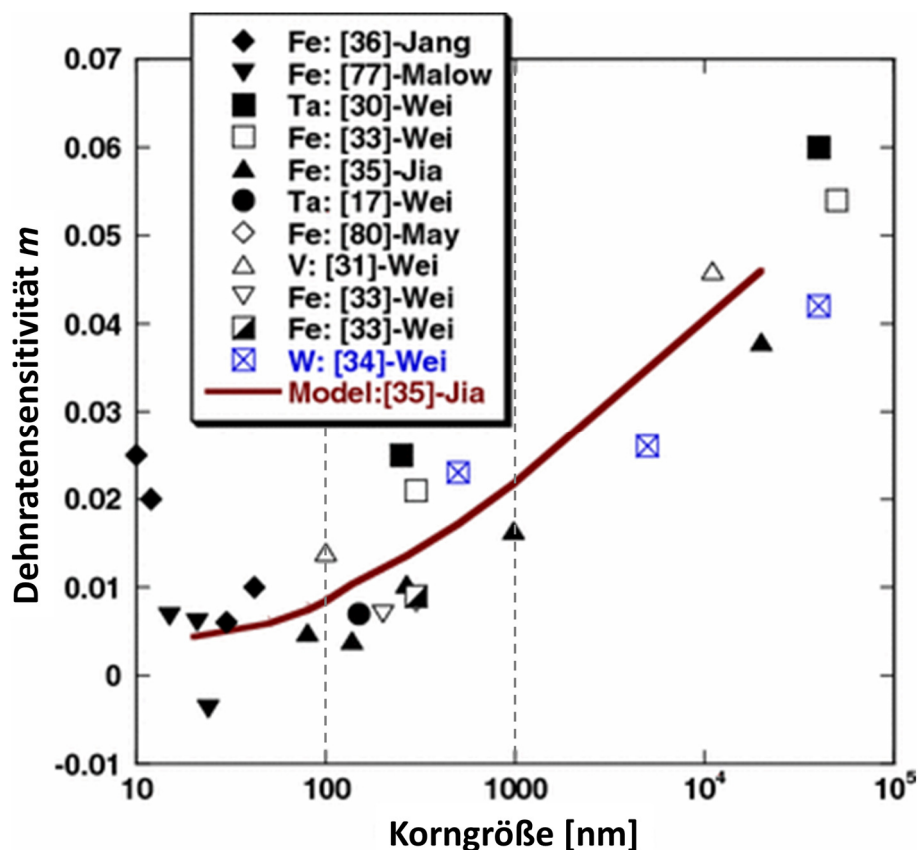


Abbildung 2.9: Dehnratensensitivität m in Abhängigkeit der Korngröße von kubisch-raumzentrierten Metallen bei Raumtemperatur [41]. Der UFG-Bereich (100 nm - 1 µm) ist markiert. Die Ergebnisse stammen aus verschiedenen Arbeitsgruppen und beinhalten Unterschiede bezüglich Herstellungsverfahren, Prüfmethodik und Mikrostrukturcharakteristika wie der Versetzungsdichte. Die durchgezogene Linie beruht auf einem von Jia et al. [93] postulierten konstitutiven Modell für krz Metall.

Mechanische Eigenschaften von UFG-Wolfram

Da die vorliegende Arbeit sich insbesondere mit den Eigenschaften und plastischen Verformungsmechanismen in ultrafeinkörnigem Wolfram beschäftigt, wird im Folgenden eine Übersicht über die bisherigen Erkenntnisse zu mechanischen Eigenschaften dieses Werkstoffes gegeben. Die Eigenschaften und Verformungsmechanismen von einkristallinen *krz* Metallen wurden in der Vergangenheit gut dokumentiert, insbesondere auch für Wolfram, welches lange als Modellmaterial für die Untersuchung von *krz* Metallen diente [94,95]. Die Eigenschaften von polykristallinen *krz* Metallen und insbesondere ultrafeinkörnigen *krz* Metallen, bei welchen die Mikrostruktur mit Korngrenzen, Substrukturen und Textur zu mehr Komplexität führt, ist verglichen mit ultrafeinkörnigen *kfz* Metallen wenig erforscht, da eine praktische Anwendung als Konstruktionswerkstoff lange nicht in Frage kam [9].

Untersuchungen während der letzten zehn Jahre haben allerdings drei Paradoxa für UFG-Wolfram gezeigt, welche diesen Werkstoff für den Einsatz als Konstruktionswerkstoff interessant macht. So führt die starke Umformung trotz der Erhöhung der Fließspannung zu:

- (1) Erhöhung der Risszähigkeit (z.B. $120 \text{ MPa(m}^{1/2})$) im L-T und T-L Rissystem bei Raumtemperatur (siehe Abbildung 2.10(a)) [96,97]
- (2) Reduktion der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (brittle to ductile transition temperature, BDTT) (siehe Abbildung 2.10(b)) [98,99]
- (3) Erhöhung der Duktilität in Form der Bruchdehnung bei niedrigen homologen Temperaturen (siehe Abbildung 2.10(c)) [6]

Abbildung 2.10(a) zeigt allerdings auch, dass eine UFG-Mikrostruktur mit stark anisotroper Kornform für unterschiedliche Rissysteme sehr unterschiedliche Risszähigkeiten aufweisen. Während dies bei einer möglichen technischen Anwendung beachtet werden muss, zeigen die in Abbildung 2.10 dargestellten Ergebnisse das Potential der Kornfeinung mittels SPD für kubisch-raumzentrierte Metalle.

Die in Abbildung 2.10(c) dargestellte Erhöhung der Bruchdehnung wurde von Wei et al. auch in Druckversuchen nachgewiesen und auf zwei Effekte zurückgeführt [79,100]: (1) Verunreinigungen, welche in Wolfram zu einer erheblichen Schwächung der Korngrenzen führen können, werden durch die stark erhöhte Anzahl an Korngrenzen in einer UFG-Mikrostruktur auf diesen feiner verteilt. (2) Außerdem vermuteten die Autoren, dass es durch die SPD Umformung auch zu einer erhöhten Anzahl an Stufenversetzungen kommt, welche sich deutlich einfacher im *krz* Gitter bewegen können. Solche Stufenversetzungen wurden beispielsweise von Hao et al. [78] in UFG-Wolfram nachgewiesen.

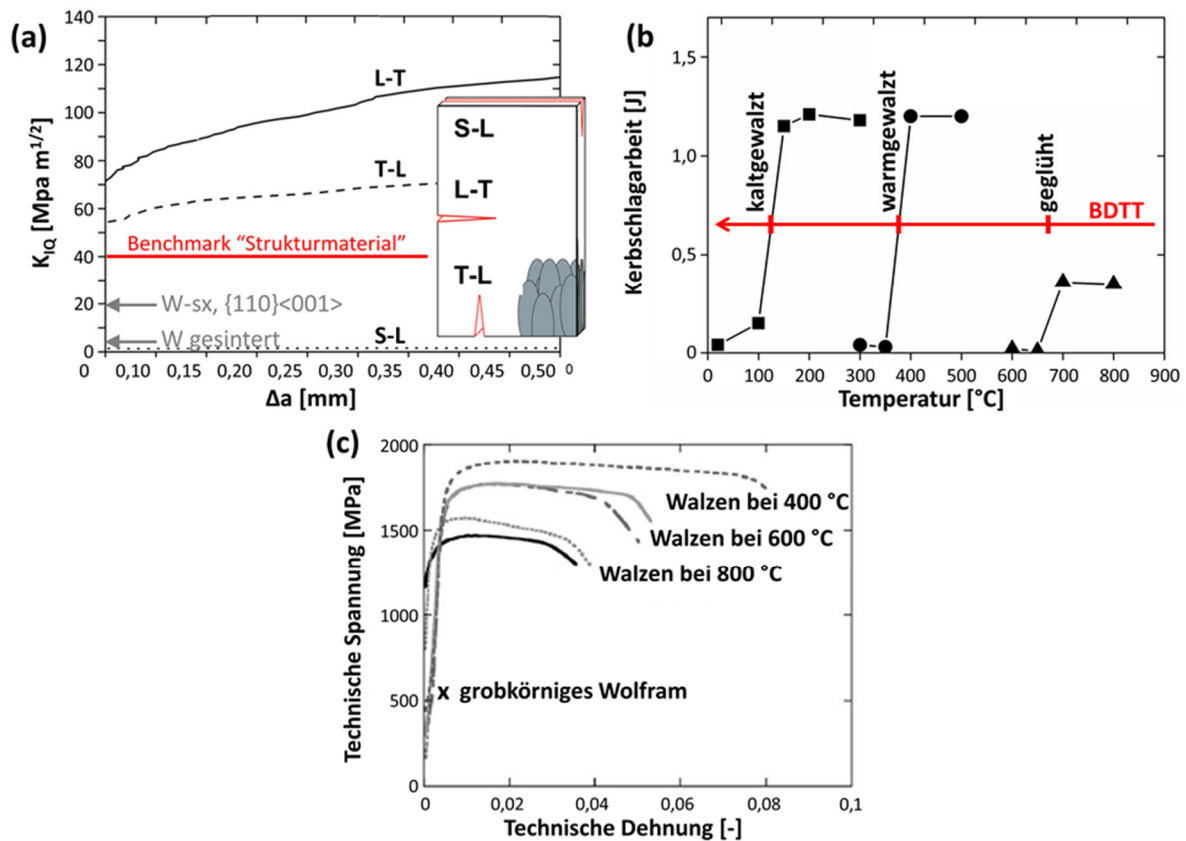


Abbildung 2.10: Drei Paradoxa bei UFG-Wolfram. Trotz einer Erhöhung der Fließspannung durch SPD-Umformung kommt es zu: (a) Erhöhung der Risszähigkeit im L-T und T-L System bei Raumtemperatur [96,97], (b) Reduktion der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (BDTT) um mehr als 500 °C [98,99], (c) Erhöhung der Bruchdehnung in Zugversuchen bei Raumtemperatur durch Veränderung der Walztemperatur [6].

Die Zugversuche in Abbildung 2.10(c) zeigen aber nicht nur eine simultane Erhöhung von Festigkeit und Duktilität in Form der Bruchdehnung, sondern auch eine sehr geringe Verfestigung während der plastischen Verformung. Dies wird von den Autoren als „verblüffend“ beschrieben [6], da es trotz der fehlenden Verfestigung scheinbar nicht direkt zu plastischer Instabilität wie bei anderen UFG-Werkstoffen kommt (siehe S.26, **Mechanische Eigenschaften von UFG-Werkstoffen**). Bruchuntersuchungen an Zugproben zeigen außerdem, dass es während dem Bruch zu einer Delamination in der Walzebene entlang der lamellaren Mikrostruktur kommt. Dabei werden die einzelnen Lamellen zur Bruchfläche hin dünner, was einen starken Hinweis auf plastische Verformung innerhalb der Lamellen vor dem Bruch darstellt. [6]

Wei et al. führten außerdem an UFG-Wolfram sowohl quasistatische, uniaxiale Druckversuche durch, als auch dynamische Druckversuche mittels Kolsky-Bar Aufbau [79]. Diese Versuche zeigen, dass ein Kaltwalzen nach der ECAP-Umformung bei allen getesteten Dehnraten zu einer Erhöhung der Festigkeit führt (siehe Abbildung 2.11).

Die Gesamtdehnung hingegen scheint durch das Kaltwalzen bei quasistatischen Dehnraten zu kleineren Werten zu tendieren, bei dynamischen Dehnraten hingegen zu höheren Werten. Diese erhöhte Gesamtdehnung bei hohen Dehnraten, in Kombination mit dem signifikanten Abfall der Spannung nach dem Erreichen des Spannungsmaximums, führen die Autoren auf die Bildung von Scherbändern zurück und konnten dies auch mikroskopisch bestätigen [79].

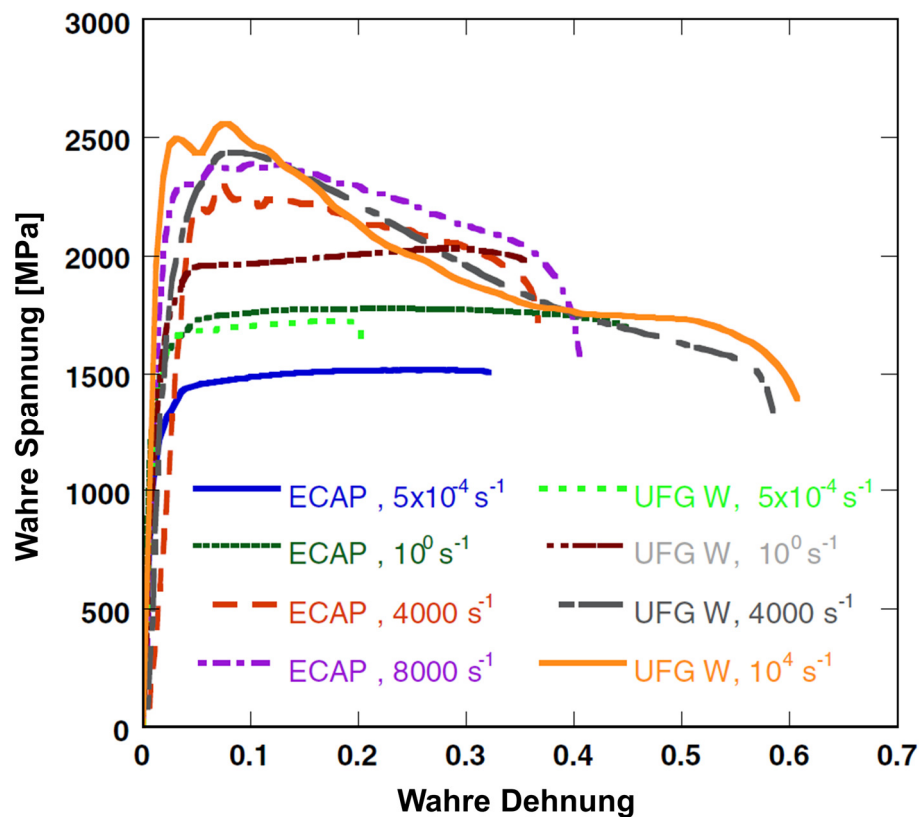


Abbildung 2.11: Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven quasistatischer und dynamischer Kompressionsversuche an ultrafeinkörnigen Wolframproben, hergestellt mittels ECAP oder ECAP + Kaltwalzen („UFG W“). [79]

Bei der Herstellung von UFG-Werkstoffen wird die Mikrostrukturentwicklung häufig mittels einer Härteprüfung abgeschätzt, da die Härte direkt mit der Festigkeit verknüpft ist und somit ebenfalls durch die Kornfeinung ansteigt. Abbildung 2.12 vergleicht bekannte Härtewerte von einkristallinem Wolfram [95,101], rekristallisiertem Wolfram [76,98], grobkörnigem Wolfram hergestellt durch Warmumformung [77,102–104] und mittels SPD-Verfahren kalt umgeformtem Wolfram. Bei den SPD-Prozessen wird unterschieden zwischen UFG-Wolfram hergestellt durch ECAP [76,77,101,102] und Kaltwalzen [6], sowie Wolfram mit nanokristalliner Mikrostruktur hergestellt mittels HPT [77,105]. Da die Härte in der vorliegenden Arbeit mittels (Mikro-)Vickers Härteprüfung bestimmt wurde, sind die Härtewerte aus den verschiedenen Literaturquellen jeweils zu

Vickershärten (HV) umgerechnet worden. UFG-Wolfram weist Härtewerte im Bereich 580 HV (ECAP) bis rund 680 - 715 HV (ECAP/Kaltwalzen) auf und zeigt damit sowohl signifikant höhere Werte als einkristallines und rekristallisiertes Wolfram (390 - 410 HV) als auch einen deutlichen Unterschied zu der durchschnittlichen Härte von grobkörnigem Wolfram mit Korngrößen im Bereich weniger Mikrometer (500 HV) [102].

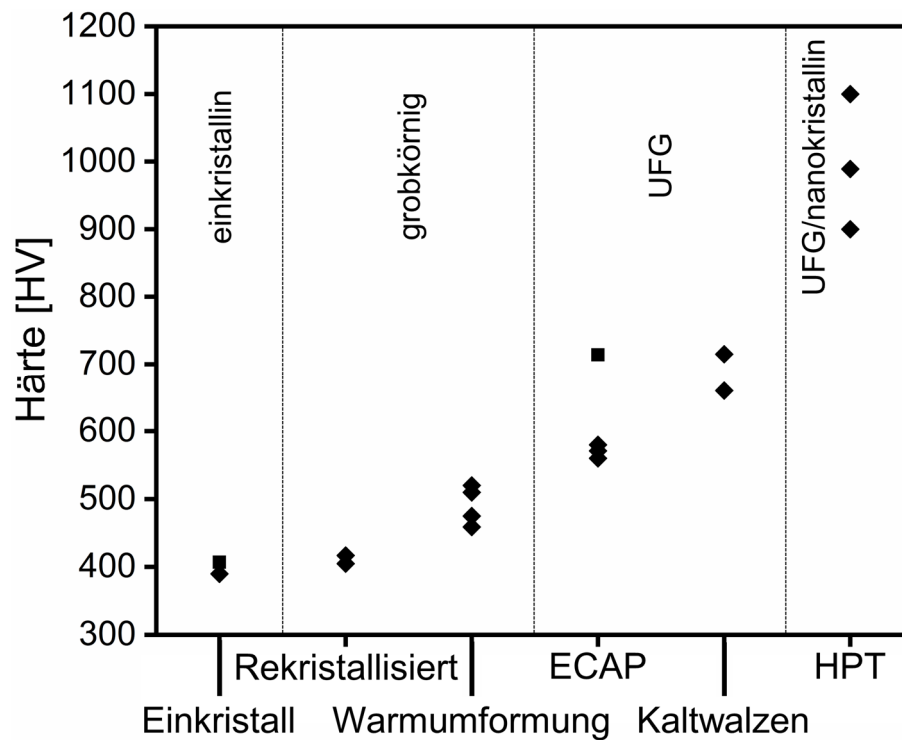


Abbildung 2.12: Literaturwerte für Härten von Wolfram, hergestellt mittels verschiedener Umformverfahren und entsprechend unterschiedlicher Mikrostruktur: einkristallin [95,101], grobkörnig [76,77,98,102–104], ultrafeinkörnig [6,76,77,101,102] und nanokristallin [77,105]. Die Härtewerte wurden dabei mittels Vickers-Prüfung mit unterschiedlichen Prüflasten (symbolisiert durch Raute) und Nanoindentation (Quadrat) bestimmt.

Daneben konnte der für krz UFG-Metalle oben beschriebene Trend einer Reduktion der Dehnratensensitivität m mit zunehmendem Umformgrad (siehe Abbildung 2.9) auch für UFG-Wolfram bestätigt werden. Im Vergleich zur Dehnratensensitivität von 0,04 - 0,15 [106] bei grobkörnigem, rekristallisiertem Wolfram, bestimmten Wei et al. in verschiedenen Studien für UFG-Wolfram eine reduzierte Dehnratensensitivität im Bereich 0,015 bis 0,025 [6,79,100,101,107]. Die UFG-Gefüge wurde dabei mittels Kaltwalzen und einer Kombination aus ECAP und Kaltwalzen hergestellt. Maier et al. [101] konnten diese Ergebnisse an ultrafeinkörnigem ECAP Wolfram mittels Nanoindentierungs-Dehnratenwechselversuchen bestätigen. Alle Werte, inklusive der zur Ermittlung bestimmten Prüfverfahren, sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Tabelle 2.1: Dehnratensensitivität (m) von Wolfram Einkristall, rekristallisiertem und grobkörnigen Wolfram, sowie UFG-Wolfram, inklusive der genutzten Prüfverfahren und Prüftemperaturen.

Material	m	Prüfverfahren	Quellen
Referenzen	0,030 – 0,150		
Einkristall	0,030 – 0,034	Nanoindentierung-SRJ, RT	[101,108]
Einkristall	0,043 – 0,060	Nanoindentierung, RT	[108]
Rekristallisiert	0,042 – 0,150	Zugversuch, 250 °C	[106]
Grobkörnig	0,031	Druckversuch, RT	[79]
UFG	0,015 – 0,025		
UFG (ECAP)	0,020	Nanoindentierung-SRJ, RT	[101]
UFG (ECAP,gewalzt)	0,023 – 0,026	Druckversuch, RT	[79]
UFG (gewalzt)	0,015 – 0,022	Zugversuch SRJ, RT	[6]
UFG (gewalzt)	0,025	Druckversuch, RT	[107]

3 Arbeitsmethodik

Das Arbeitsprogramm umfasst die methodische Analyse eines exklusiven Sets an kaltgewalzten Wolframblechen von dessen Herstellung über die Mikrostrukturuntersuchung bis zur mechanischen Prüfung der Bleche in einen Temperaturbereich von 20 °C- 800 °C. Die Methoden der Mikrostrukturanalyse werden dabei kritisch bezüglich ihres Potenzials zur Bestimmung verschiedener Mikrostrukturparameter diskutiert. Dabei liegt der Fokus auf den werkstoffwissenschaftlichen Fragestellungen, aber auch auf der Erprobung des HR-EBSD Verfahrens an UFG Werkstoffen sowie der Entwicklung einer Präparationsmethode für TEM-Proben aus dünnen Blechen. Die Beschreibung der mechanischen Prüfverfahren umfasst die Versuchsaufbauten und die Versuchsparameter sowie das Design eines für die Erprobung von Blechen optimierten Halters. Außerdem wird im Besonderen auf die Entwicklung einer Fit-Funktion für unterschiedliche Zugkurven und die Methodenentwicklung zur präzisen Durchführung von Dehnratenwechselversuchen eingegangen.

3.1 Materialherstellung

Das gesamte in dieser Promotion verwendete Probenmaterial stammt von der Firma Plansee SE aus Reutte, Österreich und wurde aus technisch reinem Wolfram hergestellt (Reinheitsgrad > 99,97 Gew.-% Wolfram). Plansee SE vertreibt bereits serienmäßig 100 µm Wolframbleche mit ultrafeinkörnigem Gefüge. Um die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften und Deformationsmechanismen in Abhängigkeit der Korngröße zu untersuchen, wurde für diese Promotion ein besonderer Satz von fünf Wolframblechen mit unterschiedlicher Dicke durch Kaltwalzen hergestellt. Die Bleche wurden aus einem einzigen Sinterling gewalzt, was eine gleichbleibende chemische Zusammensetzung der Proben verspricht. Dieses exklusive Material ermöglicht die mechanischen Eigenschaften auf Grundlage der Mikrostruktur zu diskutieren, ohne einen Einfluss der chemischen Zusammensetzung befürchten zu müssen.

3.1.1 Kaltwalzen

Als Ausgangsmaterial für das Walzen dient eine pulvermetallurgisch hergestellte Sinterplatte aus Wolfram mit einer Dichte von rund 94 % und globulitischen Körnern von durchschnittlich 18 µm Durchmesser [109]. Das Walzen des Sinterlings geschieht in drei Abschnitten. Vor dem eigentlichen Kaltwalzen wird der Sinterling zuerst durch Warmwalzen in mehreren Schritten auf eine Dicke von 5,5 mm gewalzt. Dieses vorgeschaltete Walzen oberhalb der Rekristallisationstemperatur ist nötig, da das Material ansonsten nicht ausreichend kaltverformbar ist und es zu hohen Prozesskräften

und der Gefahr des Bruchs während dem Walzen kommt. Dazu wird die Sinterplatte sowohl vor dem Walzen, als auch gelegentlich zwischen den Walzsritten in einem Wasserstoffofen bei Temperaturen oberhalb der Rekristallisationstemperatur von Wolfram geglüht.

Das sukzessive Kaltwalzen (siehe Kapitel 2.2.1) funktioniert in Prinzip wie das Warmwalzen, allerdings wird die Wolframplatte lediglich auf Temperaturen unter 1000 °C erhitzt. Der Begriff Kaltwalzen bezieht sich dabei auf das Walzen des Wolframs deutlich unterhalb der Rekristallisationstemperatur, auch wenn die verwendeten Temperaturen für viele andere Werkstoffe noch hohe homologe Temperaturen darstellen. Das Walzen unterhalb der Rekristallisationstemperatur verspricht eine sukzessive Kornfeinung. Die hier verwendeten Walztemperaturen liegen im Bereich der Umformtemperaturen, wie sie von anderen Forschungsgruppen zur Herstellung von UFG-Wolfram verwendet werden [76,77,79].

Die zuvor warmgewalzte Platte wird in mehreren Schritten bis auf eine Dicke von 200 µm gewalzt, wobei jeweils bei 1000 µm, 500 µm, 300 µm und 200 µm ein Teil für spätere Untersuchungen zurückgehalten wird. Der letzte Schritt, das Walzen auf 100 µm Dicke, wurde bei Walztemperaturen unter 300 °C realisiert. Ein Ziel dieser Arbeit besteht in der Korrelation des Deformationsgrades mit den mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften. Daher gilt es zu betonen, dass bei der Diskussion der Eigenschaftsänderungen zwischen den 200 µm und 100 µm Blechen die Änderung der Walztemperatur als weiterer Parameter beachtet werden muss.

Das Ergebnis der Walzserie sind fünf Bleche unterschiedlich starker Umformung und entsprechend abnehmender Blechdicke. Das Walzen unterhalb der Rekristallisationstemperatur soll dabei in einer Entwicklung der Mikrostruktur bis in den UFG-Bereich resultieren. Die Dickenreduktion und die damit einhergehende bleibende Verformung lässt sich in dem fürs Walzen typischen Umformgrad φ nach Gleichung (2.14) berechnen. Als Ausgangsblechdicke t_0 dienen hier die 5,5 mm nach dem Warmwalzen, da erst ab dieser Dicke die Platte kontinuierlich unterhalb der Rekristallisationstemperatur gewalzt wurde. Tabelle 3.1 fasst die verschiedenen Walzsritte und die tatsächlich erreichten Blechdicken zusammen. Zur besseren Übersicht werden für diese Arbeit die Bezeichnungen W1000 bis W100 für die Bleche mit der Zieldicke 1000 µm bis 100 µm verwendet.

Tabelle 3.1: Übersicht über Dicken, Umformgrade und Walztemperaturen der in dieser Arbeit verwendeten Serie an kaltgewalzten Blechen (W1000 – W100), sowie des Ausgangsmaterials (warmgewalzte Platte aus einem einzigen Sinterling).

Nomenklatur	Dicke [μm]	Umformgrad φ	Walztemperatur
Sinterling	/	/	/
warmgewalzte Platte	5500	/	$T > 1250^\circ\text{C}$
W1000	960	1,75	
W500	459	2,48	
W300	311	2,87	$T < 1000^\circ\text{C}$
W200	200	3,31	
W100	100	4,01	$T < 300^\circ\text{C}$

Zusätzlich zu der Serie an kaltgewalzten Blechen, wurden als Referenzmaterialien für die mechanischen Prüfverfahren warmgewalztes Wolfram (hot rolled, W-hr), rekristallisiertes Wolfram (W-rx) und gesintertes Wolfram (W-si) untersucht. Bei diesen Proben handelt es sich ebenfalls um technisch reines Wolfram, allerdings wurden diese bei Plansee SE in einer anderen Charge hergestellt als die oben beschriebenen Proben. Die wichtigsten Kennwerte sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst.

Tabelle 3.2: Kennwerte der Referenzproben W-si [103], W-hr [103] und W-rx [98] für die mechanische Prüfung.

Nomenklatur	Herstellung	Probendicke [μm]	Korngröße [μm]	Härte [HV 0,1]
W-si	Sintern	1000	10.7	370
W-hr	Warmwalzen	500	3.45	520
W-rx	Glühen*	1000	130	411

*Glühung (1h/2000 °C) einer der 1 mm dicken, kaltgewalzten Wolframplatten

3.1.2 Wärmebehandlung

Bei hochgradig kaltverformten Werkstoffen mit feiner Kornstruktur und hoher Versetzungsdichte sind die treibenden Kräfte für Erholung und Rekristallisation um ein Vielfaches höher als bei konventionell verformten Materialien. Somit führt die Kornfeinung zu einer Reduzierung der thermischen Stabilität, da durch die zahlreichen Grenzflächen (Korngrenzen) und weiteren Gitterdefekte eine hohe Verformungsenergie in den Werkstoff eingebracht wird und so das thermodynamische Gleichgewicht der Mikrostruktur gestört ist [110,111]. Da in dieser Arbeit die mechanischen Eigenschaften auch bei hohen homologen Temperaturen erprobt werden, wird eine gesonderte Untersuchung wärmebehandelter Bleche durchgeführt. So soll geklärt werden, ob Anomalien im mechanischen Verhalten auf Änderungen der Mikrostruktur oder der Deformationsmechanismen zurückgeführt werden können.

Für die Glühreihen zur Untersuchung der thermischen Stabilität des ultrafeinkörnigen Wolframs wurden ausschließlich die oben beschriebenen 100 µm Wolfram Bleche verwendet. Die Glühungen wurden an verschiedenen Öfen durchgeführt und decken den Temperaturbereich von 600 °C bis 2000 °C ab. Alle Glühungen fanden im Vakuum statt, um eine Oxidation des Wolframs zu vermeiden.

Die isochronen Glühungen für eine Stunde im Temperaturbereich 600 °C – 1100 °C fanden in einem Rohrofen statt. Die in einem evakuierten Glasrohr befindliche Probe wurde erst nach dem Vorheizen des Ofens auf die Zieltemperatur in diesen eingeführt, um schnellere Aufheizraten zu gewährleisten. Ein Thermoelement an der Probe erlaubte die Aufzeichnung und Überprüfung der Temperatur während der gesamten Glühung. Die Wärmebehandlungen bei 1200 °C – 1300 °C fanden in einem Maytech Hochtemperatur-Vakuumofen statt, der in eine Zwick Z100 Universalprüfmaschine integriert ist. Um höhere Temperaturen im Bereich 1400 °C – 2000 °C zu erreichen, wurden die Proben von der Firma Plansee SE in einem Wasserstoffofen geglüht. Die für die verschiedenen Temperaturbereiche genutzten Öfen sind zusammen mit den gemessenen Aufheiz- und Abkühlraten in Tabelle 3.3 zusammengefasst.

Tabelle 3.3: Übersicht über die für verschiedenen Glühtemperaturen verwendeten Öfen, inklusive der mittleren Aufheizraten und Abkühlraten.

Temperatur [°C]	Ofen	mittl. Aufheizrate [°C/Min]	mittl. Abkühlrate [°C/Min]
600 – 1100	Rohrofen	16,6	13,5
1200 – 1300	MAYTEC	24,1	9,1
1400 – 2000	Wasserstoffofen	80	80

3.1.3 Chemische Analyse

Die chemische Analyse dient zur Überprüfung der Zusammensetzung der verschiedenen kaltgewalzten Bleche, um mögliche Veränderungen durch den Umformprozess zu detektieren und um zu gewährleisten, dass alle Bleche den Anforderungen an technisch reines Wolfram (> 99,97 Gew.-% Wolfram) genügen. Dabei wird sowohl auf Elemente getestet, die dafür bekannt sind an Korngrenzen zu segregieren (P, S, C, O, N), als auch auf Elemente, welche möglicherweise durch das Rohmaterial oder den Verarbeitungsprozess als Verunreinigungen in das Plattenmaterial gelangt sein könnten (Fe, Cr, Mo, Si, Mn und V).

Als Benchmark für die fünf kaltgewalzten Bleche werden dazu das 1000 µm Blech sowie das 100 µm Blech auf ihre chemische Zusammensetzung untersucht. Während die Proben aus den 100 µm Blechen mittels Schlagschere herausgetrennt werden konnten, wurden die Proben aus dem 1000 µm Blech mittels Funkenerosion unter Nutzung eines CuZn-Drahtes entnommen.

Die quantitative Analyse der einzelnen Elementkonzentrationen erfolgte über eine Dreifachbestimmung. Der Kohlenstoff- und Schwefelanteil wurde mit Hilfe eines CS-Analysators gemessen. In diesem werden Proben mit bekanntem Gewicht unter einem Sauerstoffstrom verbrannt und die Konzentration der sich bildenden Kohlenstoff- und Schwefeloxide mittels Infrarotabsorption bestimmt. Aus dieser Messung lässt sich auf die Massenanteile der beiden Elemente in der Probe zurückrechnen. Die Bestimmung der Anteile von Sauerstoff und Stickstoff erfolgte mittels Trägergas-Heißextraktion. Dazu werden die Proben in einem Graphittiegel unter einem Heliumgasstrom aufgeschmolzen, wodurch die Sauerstoffverbindungen als Kohlenmonoxid (CO) entweichen und die Stickstoffverbindungen elementare Stickstoffmoleküle bilden. CO und damit Sauerstoff kann nach erneuter Oxidation zu CO₂ über Infrarotabsorption vermessen werden und ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor erlaubt die Konzentrationsbestimmung von Stickstoff. Von allen weiteren Elementen wurden die Konzentrationen mit Hilfe der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Argonplasma (inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES) gemessen. Dazu wurden die Proben mit Säure im Ultraschallbad aufgeschlossen und fein zerstäubt in ein Plasma eingebracht. Durch die starke thermische Anregung emittiert jedes Element ein charakteristisches Strahlungsspektrum und die Konzentration der einzelnen Elemente lässt sich über die Emissionsintensität bestimmen. [112]

Zusätzlich wurde komplementär mittels einer Augerelektronenspektroskopie (AES) die Zusammensetzung der Probe oberflächensensitiv bestimmt. Dies erlaubt bei Unterschieden in der chemischen Zusammensetzung der Proben den Einfluss der Kontamination der Oberfläche durch den Umformprozess zu diskutieren. Bei der AES werden die niederenergetischen Augerelektronen analysiert, die durch Wechselwirkung

mit charakteristischer Röntgenstrahlung aus dem Übergang eines Elektrons auf ein energetisch günstigeres Niveau emittiert werden können. Aufgrund ihrer niedrigen Energie können lediglich die Augerelektronen aus den oberen rund zehn Atomlagen die Probe verlassen, was die hervorragende Oberflächensensitivität der AES ermöglicht. Für eine genaue Beschreibung der Methode sei auf die Literatur verwiesen (z.B. Prutton [113]).

Das für diese Arbeit verwendete Gerät ist eine „Physical Electronics 680 Xi Auger Nanoprobe“ mit einer Tiefenauflösung von 0,5 - 5 nm und einer elementabhängigen Auflösungsgrenze von 0,5 - 5 At.-%. Es erlaubt außerdem, durch den wiederholten Wechsel zwischen Sputtern mit Argonionen und AES-Analyse, die Erstellung eines Tiefenprofils der Elementkonzentrationen bis zu einer Tiefe von 1000 nm. [114]

3.2 Methoden der Mikrostrukturanalyse: Möglichkeiten und Grenzen

Die verbesserten Eigenschaften von UFG-Werkstoffen beruhen auf deren Mikrostruktur, also den während der Kornfeinung eingebrachten Defekten wie Korngrenzen und Versetzungen. Eine detaillierte Analyse der Mikrostruktur ist daher wichtig, um die Ursachen der Eigenschaftsänderungen aufzulösen. Dazu stehen verschiedene analytische Verfahren zur Verfügung, welche die unterschiedliche Wechselwirkung einer Sonde zwischen Matrix des Materials und den Fehlern in dieser Matrix ausnutzen, um die Defektstruktur abzubilden oder quantitativ zu erfassen. Dabei dienen Verfahren mit großem Wechselwirkungsvolumen der statistischen Auswertung der Defektdichte, während Verfahren mit kleinem Wechselwirkungsvolumen eine hohe örtliche Auflösung bieten und es erlauben, die Anordnung der Defektstrukturen abzubilden.

Für die Analyse der Mikrostruktur im UFG Korngrößenbereich (100 nm - 1 µm) bieten sich insbesondere drei Methoden an: Röntgendiffraktometrie (X-ray diffraction, XRD), Elektronenrückstreubeugung im Rasterelektronenmikroskop (Electron backscatter diffraction, EBSD) und Transmissionselektronenmikroskopie (Transmission electron microscopy, TEM). Die Kombination dieser Methoden verspricht eine Analyse der Defektstruktur über mehrere Größenordnungen, um so ein möglichst übersichtliches Bild der Mikrostruktur zu erstellen.

Die grundlegenden Funktionsprinzipien der einzelnen Methoden sind in der Fachliteratur ausführlich beschrieben. Im Folgenden werden die zur Interpretation der detektierten Signale wichtigen Wechselwirkungen zwischen Sonde und Material/Defekt umrissen und die Möglichkeiten und Grenzen der einzelnen Methoden für die in dieser Arbeit wichtigen Aspekte der Anwendungen diskutiert. Daneben umfasst das Kapitel die verwendeten Geräte und Versuchsparameter sowie die Präparationsmethoden für die Herstellung der jeweiligen Proben.

3.2.1 Basisanalyse von Gefüge und Versetzungsdichte

Zur Bestimmung der globalen Versetzungsdichte und charakteristischer Mikrostrukturmerkmale stehen als etablierte Methoden in den Werkstoffwissenschaften die Röntgendiffraktometrie (XRD) sowie die Rasterelektronenmikroskopie in Kombination mit Elektronenrückstreubeugung (REM-EBSD) zur Verfügung.

Röntgendiffraktometrie (XRD)

Bei der Röntgendiffraktometrie werden mithilfe hochenergetischer Photonen (Röntgenstrahlen) Informationen über Phasen, Netzebenenabstände und Kristallorientierungen gewonnen. Eine eingehende Analyse der Daten erlaubt es außerdem mikrostrukturelle Größen wie Korngröße und Versetzungsdichte abzuschätzen. Die Wahl geeigneter charakteristischer Röntgenstrahlen mit einer Wellenlänge im Bereich des Netzebenenabstandes führt durch deren Wellencharakter zur elastischen und kohärenten Streuung (Beugung) am Kristallgitter.

Bei der kohärenten Streuung von Röntgenstrahlen, die unter dem Winkel θ auf eine Netzebenenschar mit Netzebenenabstand d treffen, kommt es zur Interferenz der gebeugten Wellen. Entspricht dabei die Weglängendifferenz ($2d\sin(\theta)$) einem Vielfachen (n) der Wellenlänge λ , wird eine konstruktive Interferenz erreicht. Dieser Zusammenhang ist in der Bragg-Gleichung beschrieben [34]:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad (3.1)$$

Dass konstruktive Interferenz an einer Netzebenenschar nur unter definierten Winkeln auftritt, wird bei der Röntgendiffraktometrie durch eine geschickte Anordnung von Quelle und Detektor ausgenutzt. Die XRD-Messungen in dieser Arbeit wurden an einem Seifert MZ IV Goniometer mit θ - 2θ Geometrie nach Bragg-Brentano durchgeführt, welches die Häufigkeit der detektierten Röntgenstrahlen in Abhängigkeit von 2θ darstellt (siehe Abbildung 3.1). Bei bekannter Wellenlänge lässt sich mit dem Winkel 2θ Gleichung (3.1) nach dem Netzebenenabstand d lösen. Mithilfe der Kristallstruktur und des Atomabstandes der in der Probe auftretenden Phasen, lassen sich die Peaks im Diffraktogramm einer bestimmten Kristallorientierung zuordnen. Aus den Peakhöhen des Diffraktogramms können dabei auch die Phasenanteile und die Textur abgeschätzt werden.

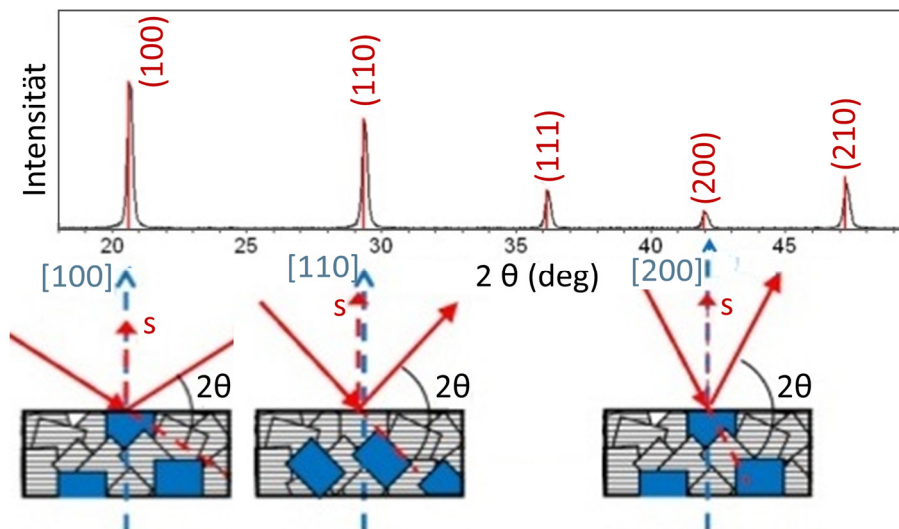


Abbildung 3.1: Röntgendiffraktogramm eines Polykristalles. Es kommt nur dann zu einem Peak, wenn es Netzebenen parallel zur Oberfläche gibt, die unter dem Winkel 2θ die Bragg-Gleichung erfüllen. [115]

Neben dieser üblichen Verwendung lassen sich aus Peakform und -breite aber auch Korngröße und Versetzungsdichte abschätzen [116]. Während ein perfektes Kristallgitter und ideale Röntgenstrahlung (monochromatische, parallele Strahlen) in perfekten Delta-Peaks resultieren würden, führen Polykristallinität und Gitterverzerrungen, wie z.B. durch Versetzungen, zu einer Peakverbreiterung. Die mittels dieser Modelle abgeschätzte Versetzungsdichte berücksichtigt sowohl geometrisch notwendige Versetzungen wie auch statistisch gespeicherte Versetzungen [117].

Bei der Auswertung der Peakbreite muss beachtet werden, dass es durch Ungenauigkeiten in der Versuchsdurchführung, wie einer variierenden Probenhöhe sowie nicht rein monochromatischen und parallelen Röntgenstrahlen, zu einer zusätzlichen Peakverschiebung und -verbreiterung kommt. Dieses Geräteprofil, welches durch geeignete Kalibrierung bestimmt werden kann, musste vom gemessenen Profil subtrahiert werden. Des Weiteren wurde mit einer Rachinger-Korrektur der $\text{Cu-K}\beta$ Anteil reduziert sowie die Daten für die weitere Auswertung geglättet. Die vorhandenen Messungen wurden mittels Rietveld Verfeinerung ausgewertet und aus der Linienverbreiterung die Korngröße und Mikrodehnung bestimmt, aus welcher die Versetzungsdichte berechnet werden konnte [118].

In dieser Arbeit wurden drei repräsentative, kaltverformte Zustände (W1000, W200, W100) sowie zwei $100\ \mu\text{m}$ Bleche der isochronen Glühreihe (1 h; $600\ ^\circ\text{C}$, $1200\ ^\circ\text{C}$) analysiert. Die Proben erfuhren, bis auf die Wärmebehandlung der geglähten Proben, keinerlei Vorbehandlung und wurden lediglich mittels Drahterosion aus den Blechen im Ausgangszustand entnommen. Die Röntgenstrahlen wurden mit 30mA und 40kV

Beschleunigungsspannung in einem Kupfertarget erzeugt und die Proben von 10° bis 135° (2θ) mit einer Schrittweite von $0,01^\circ$ vermessen.

Im Vergleich zu HR-EBSD und TEM bietet XRD die höchste statistische Genauigkeit, da mit einer bestrahlten Fläche in der Größenordnung von Quadratmillimetern und einer Informationstiefe von rund einem Mikrometer ein verhältnismäßig großes Probenvolumen vermessen wird. Aufgrund dieser großflächigen Messung lässt eine XRD Analyse aber keine Rückschlüsse auf die mikrostrukturelle Verteilung der Versetzungsstrukturen zu. Da die Auswertung auf einigen Näherungen beruht und, besonders bei UFG-Materialien, auch durch die Kornfeinung ein erheblicher Einfluss auf die Peakverbreiterung erwartet wird, sollten die absoluten Werte zur Versetzungsdichte mit Vorsicht behandelt werden. Sie lassen sich nicht zwingend mit Versetzungsdichten aus anderen Arbeiten oder Methoden vergleichen. Für eine Messreihe und Auswertung mit gleichen Parametern sollte die Methode aber einen verlässlichen qualitativen Vergleich der Versetzungsdichten zwischen den Proben ermöglichen.

Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenrückstreubeugung (REM-EBSD)

Die in dieser Arbeit durchgeführten Gefügeanalysen und die Fraktographie der Zugproben wurden mit Hilfe eines Zeiss Merlin Rasterelektronenmikroskops (REM) mit Feldemissionskathode durchgeführt. Das Rasterelektronenmikroskop erlaubt es, durch das Abrastern einer Probenoberfläche mittels eines Elektronenstrahles mit hoher lateraler Auflösung, im untersuchten Material lokal eine Vielzahl an detektierbaren Teilchen und Strahlungen zu erzeugen. Die Abbildungen der teils lamellaren Bruchflächen in dieser Arbeit konnte mittels Abbildung der Sekundärelektronen realisiert werden. Bei der Bildinterpretation muss beachtet werden, dass das erzeugte Bild keine Abbildung im Abbe'schen Sinne ist, sondern eine Punkt für Punkt zusammengesetzte Intensitätsverteilung detektierter Elektronen. Der Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops und die Bildgebung mittels Rückstreu- und Sekundär-Elektronen sind in der Literatur ausführlich beschrieben [119,120].

Die Analyse der Mikrostruktur im REM wurde mit einer EDAX Hitari Hochgeschwindigkeitskamera zur Aufnahme der Kikuchipattern aus der Elektronenrückstreubeugung (EBSD) realisiert. Zur Entstehung der Kikuchipattern sei auf die Literatur verwiesen [121]. Um die Linien des Kikuchipattern digital zu identifizieren, wird dieses in den Hough-Raum transformiert, in welchem jeder Punkt einer bestimmten Gerade im realen Pattern entspricht. Der Abgleich dieser transformierten Kikuchipattern mit einer Datenbank an Kikuchipattern aller möglichen Kristallorientierungen des entsprechenden Werkstoffes ermöglicht eine in situ Auswertung der Kristallorientierung während der EBSD Messung. Allerdings sinkt durch die Auswertung über die Hough-Transformation auch die Winkelauflösung der Messung. Mittels Standard-EBSD lassen sich als Richtwerte Auflösungen von rund 2° absoluter Orientierung und $0,1^\circ - 0,5^\circ$ relativer Orientierung realisieren [122]. Die laterale Auflösung beträgt rund 20 - 50 nm

[121] und hängt stark vom verwendeten Material, der Anregungsspannung und dem Strom des einfallenden Elektronenstrahles ab [123]. Die Informationstiefe ist noch immer Gegenstand der Forschung, beschränkt sich aber Schätzungen zufolge auf die oberen rund 20 nm der Proben [124]. Die Möglichkeit, Flächen von mehreren tausend Quadratmikrometern mit einer lateralen Auflösung kleiner 100 nm in vertretbaren Zeiten zu vermessen (rund 200 Bilder/Sekunde), prädestiniert EBSD für die Analyse von metallischen UFG-Werkstoffen. Aus der Orientierungsverteilung der Pixel können so Korngröße und Textur mit guter Statistik quantitativ bestimmt werden. Außerdem lassen sich auch Gitterverzerrungen innerhalb der Körner darstellen und statistisch auswerten.

Bei der Analyse der Mikrostruktur in dieser Arbeit steht insbesondere die Auswertung der Korngröße in S-Richtung im Fokus, da entlang dieser senkrecht zur Walzebene liegenden Richtung beim uniaxialen Kaltwalzen die stärkste Kornfeinung erwartet wird. Um die Mikrostruktur in S-Richtung zu analysieren, wurden die Messungen auf den Kanten der Belche durchgeführt. Die Darstellungen der Blechkanten werden mit „Blick in L-Richtung“ (Blick in longitudinale Richtung, Walzrichtung) und „Blick in T-Richtung“ (Blick in transversale Richtung, senkrecht zur Walzrichtung und Blechebenennormalen) unterschieden.

Zur Probenpräparation wurden 1,5 cm x 1 cm große Stücke mittels Drahterosion aus den Blechen im Ausgangszustand entnommen. Da die EBSD-Analyse hohe Anforderungen an die Oberflächengüte stellt, wurden die Kanten der Proben als Paket geschliffen und mit Diamantsuspension bis 1 µm Partikelgröße poliert. Das Bilden eines Pakets verhindert die Delamination während des Schleifens, wie es häufig bei dünnen, kaltgewalzten Wolframblechen auftritt. Eine anschließende Elektropolitur bei 11 V in einer zweiprozentigen Natronlauge befreit die mechanisch präparierten Oberflächen von der beim Schleifen eingebrachten Deformationsschicht, um die Patternqualität während der EBSD Messung zu verbessern.

Die EBSD Aufnahmen wurden mit 20 kV Beschleunigungsspannung und einem Strahlstrom von 10 nA erstellt. Pro Probe wurden, wenn nicht anders angegeben, mehrere Bereiche von je 30 µm x 24 µm mit einer Schrittweite von 20 nm vermessen. Dies soll garantieren, auch in UFG-Körnern mit einer Korngröße von rund 200 nm noch eine ausreichende Zahl an Messpunkten pro Korn in jeder Richtung zu erhalten. Die Auswertung der Kikuchipattern erfolgte in situ während des Versuchs mittels der „TEAM EBSD Analysis Software“ der Firma EDAX. Dabei wird die lokale Orientierung des Kristallgitters über die Houghtransformation der Kikuchipattern und deren Abgleich mit einer Datenbank an Wolframpattern bestimmt.

In der Nachbearbeitung der Daten wurden mittels der „OIM Analysis Software“ alle Punkte mit einem *confidence index* (CI) kleiner 0,1 entfernt, wobei sich einige der Punkte über eine „CI Standardisation“ wieder zurückgewinnen lassen. Diese Filterung führt zu keiner Veränderung der tatsächlich gemessenen Orientierungen. Die Auswertung der

EBSD Daten erlaubt die Bestimmung der lokalen Kristallorientierungen, Textur und Korngrößenverteilung. Dazu wurden Körner als zusammenhängende Bereiche von mindestens 20 Pixeln ähnlicher Orientierung definiert, die sich durch eine Misorientierung von mindestens 15° zu den umliegenden Pixeln unterscheiden. Neben dieser Definition der Kornstruktur über die Großwinkelkorngrenzen (high angle grain boundaries, HAGBs, $> 15^\circ$), lässt sich auch die Subkornstruktur in Form von Kleinwinkelkorngrenzen (low angle grain boundaries, LAGBs, $2^\circ - 15^\circ$) bestimmen.

Die Darstellung der lokalen Kristallorientierung geschieht über inverse Polfiguren (Inverse Pole Figure, IPF), die immer in Bezug auf die jeweilige Blickrichtung ausgewertet wurden. Die Farbkodierung der IPF-Darstellungen zeigt die zur Auswerterichtung jeweils parallele Kristallrichtung. Die Bestimmung der Textur aus den EBSD Daten erfolgte über die Berechnung der Orientierungsdichteverteilungsfunktion (orientation distribution function, ODF). Die ODF stellt die Häufigkeit der Orientierungen als Intensitätsverteilung im dreidimensionalen Eulerraum dar, der durch die drei Eulerwinkel, φ_1 , Φ und φ_2 , aufgespannt wird. Die Eulerwinkel beschreiben dabei eine Folge von Rotationen, die Probenkoordinatensystem und Kristallkoordinatensystem ineinander überführen. Jeder Punkt im Eulerraum entspricht also einer bestimmten Kristallorientierung. Eine regellose Textur würde für alle Intensitäten im Eulerraum zu einem Wert von „1“ führen und Intensitäten größer 1 geben entsprechend die relative Häufigkeit im Vergleich zur regellosen Verteilung an. Zur Bestimmung der Textur bei kubisch-raumzentrierten Metallen ist die Betrachtung eines Schnittes durch den Eulerraum bei $\varphi_2 = 45^\circ$ sinnvoll, da dieser Schnitt für krz Metalle die wesentlichen Verformungs- und Rekristallisationskomponenten der Textur enthält. Aufgrund der Symmetrien im krz Gitter genügt die Darstellung des Schnittes für die Winkel φ_1 und Φ von $0^\circ - 90^\circ$ [125]. Abbildung 3.2 zeigt die Positionen der wichtigsten Orientierungen für krz Metalle im $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitt der ODF. Um die Textur mit Bezug auf die Walzebene und Walzrichtung anzugeben, musste das an der Probenkante aufgenommene EBSD Datenset vor der Auswertung rotiert werden.

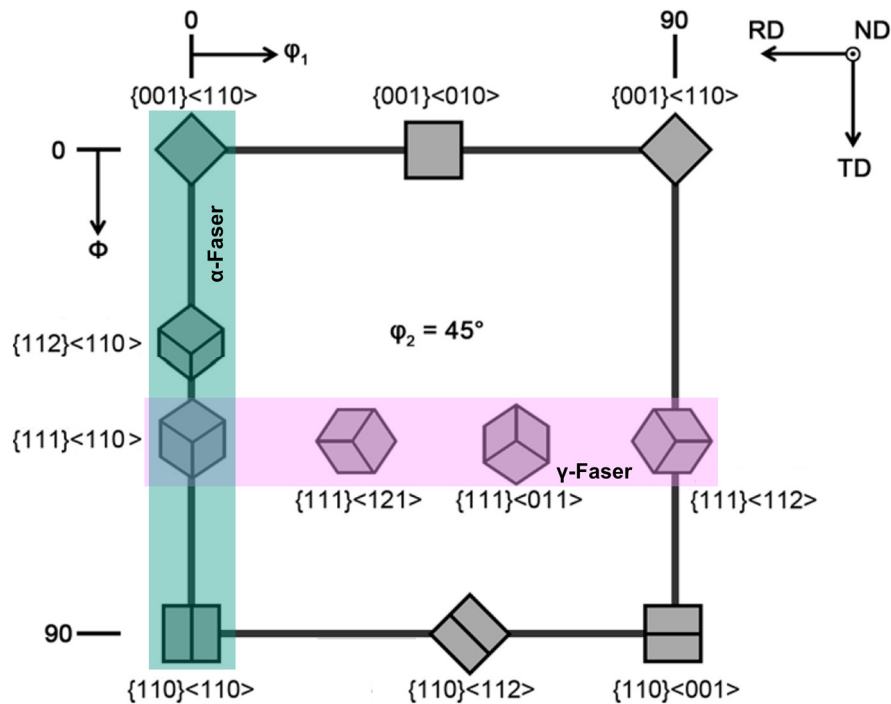


Abbildung 3.2: Schlüssel zum Lesen der ODF-Darstellungen bei einem $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitt durch den Eulerraum mit den Positionen der wichtigsten Orientierungen für kubisch-raumzentrierte Metalle. [126]

3.2.2 Hochauflösende Elektronenrückstreuung (HR-EBSD)

Die EBSD Messungen mit hoher Winkelauflösung (high angular resolution EBSD, HR-EBSD) sind während eines Forschungsaufenthaltes an der University of Oxford, Department of Materials, UK, unter der Leitung von Prof. Angus Wilkinson und mit der Unterstützung durch Dr. David Collins entstanden. Während die Winkelauflösung des Standard EBSD für die Bestimmung von Groß- und Kleinwinkelkorngrenzen ausreicht, gehen potentielle Misorientierungsunterschiede aus mikroelastischen Dehnungen oder Gitterverzerrungen durch Versetzungen größtenteils verloren. Beim hochauflösenden HR-EBSD Verfahren werden die Kikuchipattern direkt genutzt, um über Kreuzkorrelation die relativen Orientierungsunterschiede mit einer Winkelauflösung von rund $0,006^\circ$ aufzulösen, was einer um zwei Größenordnungen besseren Auflösung als Standard EBSD entspricht [127]. Die relativen Orientierungsunterschiede lassen sich in einen lokalen Deformationsgradiententensor mit Dehnungs- und Rotationsanteil umrechnen, aus welchem Mikrodehnungen und Versetzungsdichten bestimmt werden können.

Zur Messung kam ein Zeiss Merlin Rasterelektronenmikroskop mit einem Bruker Quantax EBSD System (Auflösung 1600×1200 Pixel) zum Einsatz. Die Probenpräparation entspricht dem Vorgehen beim Standard-EBSD Verfahren. Mittels einer Standard-EBSD Messung wurde zuerst eine günstige $28,6 \mu\text{m} \times 21,5 \mu\text{m}$ große Stelle gesucht und daran die HR-EBSD Messung (20 kV, 15 nA) mit 50 nm Schrittweite durchgeführt. Um die Auflösung

und Qualität der Kikuchipattern zu optimieren, wurde für die HR-EBSD Messung das Pattern-Center zentriert, das Binning auf 2x2 herabgesetzt und die Verweilzeit des Strahles (exposure) und die Signalverstärkung (gain) zugunsten einer geringen Signalverstärkung angepasst.

Die Verarbeitung der Daten wurde mit dem hauseigenen Matlab-Code der Gruppe um Prof. Wilkinson durchgeführt, welcher den aktuellen Stand der Technik darstellt. Von jedem weiteren Pattern werden kleinere Bildausschnitte (regions of interest, ROI) mit den korrespondierenden Bildausschnitten des jeweiligen Referenzpatterns verglichen, um so die Verschiebung zwischen den Bildregionen zu bestimmen (siehe Abbildung 3.3, Schritt 1). Die Bestimmung der Verschiebung geschieht mittels Kreuzkorrelation, welche zur effizienteren Berechnung und zur Filterung der Pattern im Fourierraum stattfindet [128]. Die Kreuzkorrelation (cross correlation function, XCF) ist eine numerische Methode, um den besten Fit zwischen zwei Datensätzen zu bestimmen, in diesem Fall also die Verschiebung in x- und y-Richtung zwischen den beiden korrespondierenden Bildausschnitten.

Um aus diesen Verschiebungen den Deformationsgradiententensor \mathbf{A} zu bestimmen (9 Unbekannte, siehe Abbildung 3.3, Schritt 2), sind mindestens vier ROI pro Pattern nötig [127]. Die neunte Komponente, diejenige senkrecht zum Phosphorschirm, lässt sich nicht messen, sondern wird unter der Annahme eines spannungsfreien Zustandes der Probenoberfläche berechnet. Der Deformationsgradiententensor lässt sich in einen Dehnungsanteil ϵ und einen Rotationsanteil ω aufteilen. Während vier ROI für die Bestimmungen des Tensors theoretisch ausreichen, wird in der Praxis eine größere Anzahl an ROI genutzt, um die Genauigkeit der Berechnung zu erhöhen. Dabei wird über die Methode der kleinsten Quadrate der Tensor bestimmt, der alle ROIs am besten annähert. Die Betrachtung von 20 bis 40 ROI hat sich dabei als guter Kompromiss aus Genauigkeit und Rechenaufwand etabliert. Bei der Auswertung in dieser Arbeit wurden 40 ROI genutzt. Um die Genauigkeit der Auswertung weiter zu erhöhen, werden alle Kikuchipattern um die jeweilig bestimmte Rotation korrigiert und das Prozedere mit diesen neuen Pattern wiederholt. Die aus den beiden Durchläufen bestimmten Tensoren werden kombiniert und ergeben so die Dehnung und Rotation an jeder Stelle der EBSD-Messung mit hoher Auflösung. Diese Auswertung stellt im Vergleich zu Standard-EBSD hohe Anforderungen an die Nachbearbeitung der Daten. So ergeben sich für Abbildungen, wie sie in dieser Arbeit verwendet wurden, Datensätze von rund 200 GB und selbst an Workstations Rechenzeiten von 25 bis 50 Stunden.

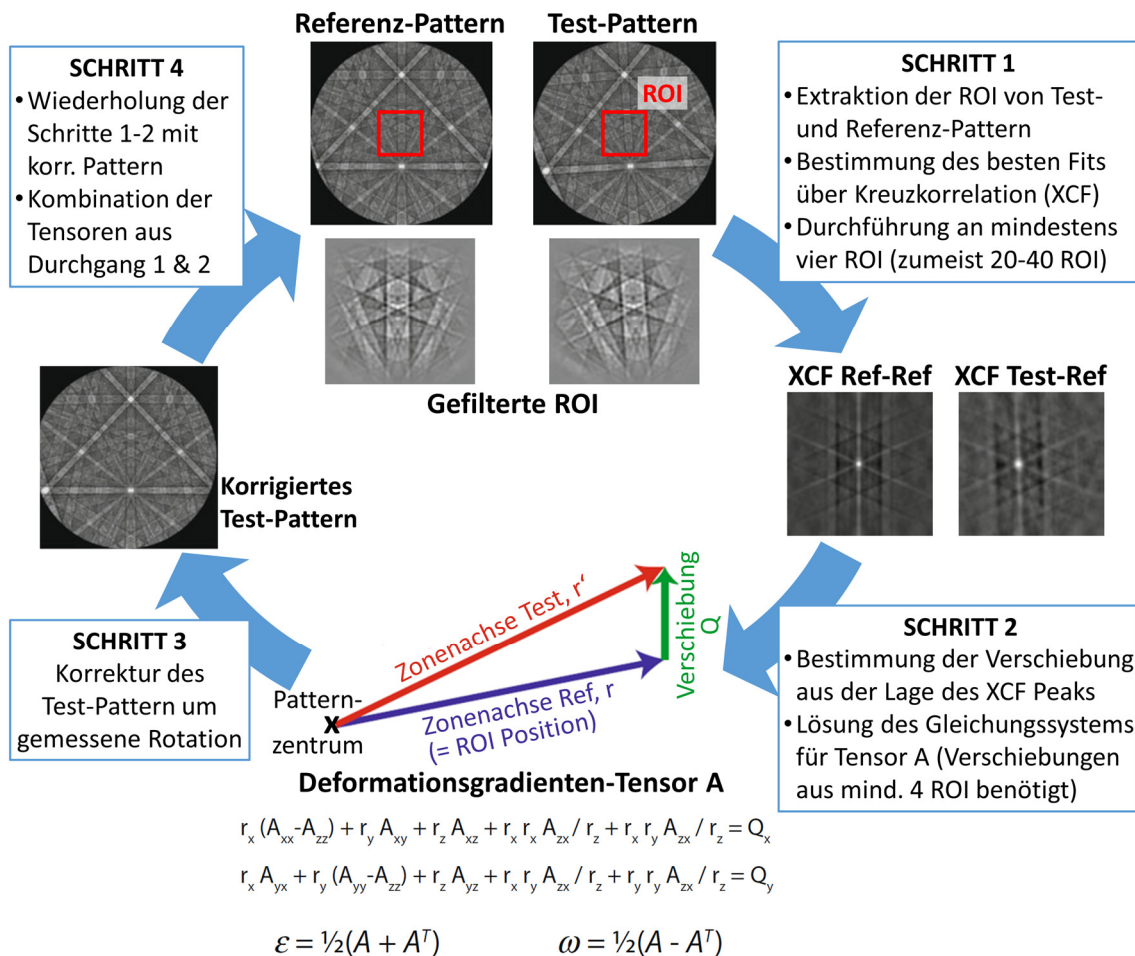


Abbildung 3.3: Vorgehen beim HR-EBSD Verfahren zur Auswertung der Kikuchipattern. Mittels Kreuzkorrelation wird die relative Verschiebung zwischen einem Pattern und dem Referenzpattern bestimmt und daraus der Deformationsgradiententensor A berechnet. Darstellung auf Grundlage der Beschreibung von Britton und Wilkinson [128].

Die Messung der relativen Misorientierungsunterschiede, kombiniert mit der hohen Winkelauflösung, erlaubt die Darstellung der Dichteverteilung von geometrisch notwendigen Versetzungen (geometrically necessary dislocations, GNDs) innerhalb der Körner. Die Berechnung der GND-Dichte beruht auf kontinuumsmechanischen Betrachtungen der Gitterkrümmung. Nach Kröner [129] sind GNDs sowohl mit dem elastischen Dehnungsfeld, wie auch der Gitterkrümmung korreliert. Da der Einfluss des elastischen Dehnungsfeldes aber deutlich geringer ausfällt, wird er bei der Berechnung häufig vernachlässigt [130]. An jedem Punkt kann der mittels HR-EBSD bestimmte Rotationstensor lokal abgeleitet werden und erlaubt so die Bestimmung der lokalen Gitterkrümmung. Da es sich um zweidimensionale Messungen handelt und die Ableitung senkrecht zur Probenoberfläche nicht berechnet werden kann, lassen sich sechs Komponenten des lokalen Gitterkrümmungstensors durch Differenzieren in x- und y-Richtung bestimmen [131].

Die GND-Dichte ergibt sich als eine Verteilung von Versetzungen, welche zu der gemessenen Gitterkrümmung führen kann. Dabei wird in einer vereinfachten Betrachtung angenommen, dass eine Versetzung mit einem Burgersvektor \mathbf{b} auf einem bestimmten Gleitsystem eine fest definierte Krümmung verursacht. Dieser Zusammenhang wird mathematisch über den Nye-Tensors $\boldsymbol{\eta}$ beschrieben [132]. Die einzelnen Komponenten des Nye-Tensors η_{ij} sind mit verschiedenen „Versetzungssystemen“ (s) über Gleichung (3.2) verknüpft [130]. Ein Versetzungssystem ist dabei ein Typ von Versetzung (Stufe oder Schraube) auf einem bestimmten Gleitsystem mit dem entsprechenden Burgersvektor \mathbf{b}^s , Linienvektor \mathbf{t}^s und dem zu lösenden Parameter Dichte ρ_s .

$$\eta_{ij} = \sum_{s=1}^{s_{max}} \rho_s b_i^s t_j^s \quad (3.2)$$

Der Lösungsansatz für einen kubisch-raumzentrierten Werkstoff ist am Beispiel von Eisen bei Wilkinson und Randman dargestellt [130]. Verschiedene Kombinationen von Versetzungen auf verschiedenen Gleitsystemen können die gleiche Gitterrotation hervorrufen. Daher dient ein Optimierungskriterium, welches auf das Gleichungssystem des Nye-Tensors angewandt wird, zur begründeten Auswahl einer der Kombinationen. So wird in der Literatur beispielsweise die Minimierung der Versetzungsdichte, der äquivalenten Linienlänge oder der Linienenergie der Versetzungen verwendet [130].

Während die Auflösung der Orientierungsunterschiede deutlich verbessert wird, liefert das HR-EBSD Verfahren lediglich relative Orientierungsunterschiede und keine globale Beziehung zur Probenorientierung wie beim Standard EBSD. Um aus den relativen Orientierungsunterschieden wahre Orientierungen zu erhalten, ist ein ungestörtes Referenzpattern pro Korn nötig, was in SPD-verformten UFG-Materialien nicht realisierbar ist. Die hohe Winkelauflösung des HR-EBSD Verfahrens, kombiniert mit der guten lateralen Auflösung des Rasterelektronenmikroskops, ermöglicht aber auch ohne ungestörtes Referenzpattern die Berechnung und Abbildung der GND-Dichteverteilung innerhalb der Körner. Damit schlägt HR-EBSD die Brücke zwischen XRD (Bestimmung der globalen Versetzungsdichte, aber unzureichende laterale Auflösung) und TEM (Abbildung einzelner Versetzungen und Versetzungsstrukturen, aber schwierige quantitative Auswertung). Es gilt zu beachten, dass lediglich GNDs erfasst werden und nicht wie bei XRD die gesamte Versetzungsdichte. Außerdem ist das HR-EBSD Verfahren sehr rechenintensiv und das Speichern aller Kikuchipattern verlangt das Handling großer Datensätze.

3.2.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM): Rastermodus und Methodenentwicklung zur Probenpräparation

Während mittels XRD und HR-EBSD Versetzungsdichten bestimmt werden, bietet das Transmissionselektronenmikroskop (TEM), durch die hohe laterale Auflösung, die Möglichkeit einzelne Versetzungen abzubilden. Die im Vergleich zu Lichtmikroskopen um mehrere Größenordnungen bessere laterale Auflösung basiert auf der kleinen Wellenlänge der Elektronen. Sie beträgt im TEM rund 0,1 nm - 1 nm und wird durch die Aberrationen der zur Fokussierung der Elektronen benötigten Magnetlinsen begrenzt [133]. Der Aufbau eines TEM und die vielen möglichen Abbildungs- und Analysemethoden wie Hochauflösung (High-resolution TEM, HR-TEM), Energiedispersive Röntgenspektroskopie (Energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX), Elektronenenergieverlustspektroskopie (Electron energy loss spectroscopy, EELS) und Tomographie sind in der Literatur, z.B. bei Willams und Carter [133], umfassend beschrieben.

Die Abbildung der Subkornstruktur im TEM beruht auf der Wechselwirkung der Elektronen mit den Spannungsfeldern der Versetzungen. Fallen die Elektronen nahe dem Braggwinkel einer Netzebenenschar ein, ohne dass es zu Beugung kommt, so kann durch das Verzerrungsfeld der Versetzung und der damit einhergehenden Gitterkrümmung die Bragg-Bedingung nahe der Versetzung erfüllt werden. Ein Teil der einfallenden Elektronen wird dann lokal an dieser Stelle abgelenkt und sorgt für einen Kontrastunterschied. Das ist nicht möglich, wenn Burgersvektor und Streuvektor senkrecht zueinander liegen, was dazu führt, dass in einer einzigen TEM-Aufnahme möglicherweise nicht alle Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitsystemen gleichzeitig abgebildet werden können.

Neben Versetzungen gibt es weitere Einflussfaktoren, wie Dickenunterschiede oder Biegungen der Probe, die zu einer Intensitätsänderung führen können [134]. Die so entstehenden Konturen können sich mit den Versetzungskontrasten überlagern und diese schmälern oder gar komplett verdecken. Einige dieser Probleme können durch die Nutzung des Rastermodus (Scanning transmission electron microscopy, STEM) umgangen werden. Anstatt ein bestimmtes Probenvolumen mittels paralleler Strahlen zu durchleuchten und ein statisches Bild zu erzeugen, wird der Elektronenstrahl auf einen kleineren Punkt fokussiert und lediglich die Anzahl gestreuter Elektronen gezählt, welche einen ringförmigen, unterhalb der Probe angebrachten Detektor treffen (annular darkfield detector, ADF detector). Durch die Detektion gestreuter Elektronen bei kleineren Streuwinkeln (low-angle ADF, LAADF) entsteht, trotz des grundsätzlich andersartigen Abbildungsmodus, ein zur TEM-Abbildung ähnliches Bild [135].

Da durch die stärkere Fokussierung des Strahles auf der Probe der Konvergenzwinkel θ_K größer ist als im TEM-Modus (θ_K nahe Null für parallele Strahlen), gibt es für deutlich mehr Netzebenen Elektronen nahe der Bragg-Bedingung. Es tragen im STEM somit grundsätzlich mehr Versetzungen potentiell zur Kontrastbildung bei. Außerdem können

dickere Proben durchleuchtet werden und zusätzliche Kontrasteffekte wie Dicken- oder Beugungskonturen werden unterdrückt, während der Kontrast durch Defekte erhalten bleibt [136]. STEM bietet also eine potentielle Verbesserung des Defektkontrastes, allerdings sinkt durch den größeren Konvergenzwinkel auch das Auflösungsvermögen im Vergleich zum TEM-Modus.

Die TEM Untersuchungen wurden mit einem Tecnai F20, ausgestattet mit einer 200 kV Feldemissionskathode und einer Gatan Orius Kamera mit Halbleiterdetektor (charge-coupled device, CCD) durchgeführt. Dabei wurden die Aufnahmen, wenn nicht anders angegeben, im STEM-Modus erstellt. Um den zur Verfügung stehenden Detektor für großen Streuwinkeln (high-angle ADF, HAADF) zur Abbildung der Versetzungen zu nutzen, muss die Position des Detektors entlang der optischen Achse zu größeren Kameralängen verschoben werden. Dazu wird die Stärke der Magnetlinsen unterhalb der Probe entsprechend angepasst und die Kameralänge virtuell vergrößert. [137]

Aufgrund der starken Wechselwirkung zwischen Elektronen und Materie, und der damit einhergehenden hohen Wahrscheinlichkeit der inelastischen Streuung, wird für die Durchstrahlung mit Elektronen eine Probendicke in der Größenordnung 200 nm oder dünner benötigt. Bei Wolfram werden aufgrund der hohen Ordnungszahl in einem 200 kV TEM Proben mit einer Dicke von maximal 130 nm - 150 nm benötigt. Dies stellt besondere Anforderungen an die Probenpräparation. Die dünnen, kaltgewalzten Bleche können für einen Blick in S-Richtung (siehe Abbildung 3.4) verhältnismäßig einfach auf 100 μm - 200 μm geschliffen, ausgestanzt und mittels Tenupol ausgedünnt werden. Das Ausdünnen im Tenupol geschieht dabei durch elektrolytisches Polieren mit einer zweiprozentigen Natronlauge und einer Spannung von rund 11 V bis 13 V. Die Probe wird von beiden Seiten poliert, bis es zu einer Perforation kommt und ein Infrarot-Sensorsystem den Prozess unmittelbar unterbricht. Um das so entstandene Loch sollte die Probe ausreichend dünn für die Durchstrahlung im TEM sein.

Methodenentwicklung Probenpräparation

Da der Blick in S-Richtung allerdings nicht die durch das Kaltwalzen eingebrachte ultrafeinkörnige Mikrostruktur zeigt und sich daher die Anordnung der Versetzungen zu dem UFG-Gefüge nicht analysieren lässt, ist eine Präparation der Probenkante nötig. Die Präparation geeigneter TEM-Lamellen mittels fokussiertem Ionenstrahl (Focused Ion Beam, FIB) war aufgrund von Strahlungsschäden durch die FIB-Präparation nicht erfolgreich. Daher wurde im Rahmen dieser Dissertation, auf Grundlage früherer Arbeiten am Institut, ein Verfahren zur Präparation verschieden dicker Bleche mittels Tenupol für die Abbildung mit Blick in T-Richtung entwickelt. Bei dem Verfahren werden aus den Blechen Steifen mit einer Breite von 2 mm und einer Länge von 2 cm mittels Drahterosion entnommen und je nach Blechdicke ein oder mehrere Streifen in einem Kupferröhrchen eingebettet (siehe Abbildung 3.4). Das Kupferröhrchen wird dabei zuvor mit „G1

Epoxidharz“ der Firma Gatan Inc. gefüllt, welches sowohl der Elektropolitur in Natronlauge, als auch der Elektronenbestrahlung im TEM widersteht. Da das Epoxidharz für Infrarotstrahlung durchlässig ist, wurde es für den Einsatz im Tenupol mit feingemahlenem Phenolharz mit hohem Graphitanteil („Duroplast schwarz“) versetzt. Als erfolgreiche Zusammensetzung hat sich ein Verhältnis von 10 Tropfen G1 Epoxidharz, 1 Tropfen Härter und 0,2 g Duroplast schwarz bewährt. Nach dem Aushärten kann das Röhrchen mit einer Diamantdrahtsäge in 300 - 400 μm dicke Scheiben zerteilt werden, welche mechanisch auf rund 150 μm geschliffen und im Anschluss im Tenupol gedünnt werden.

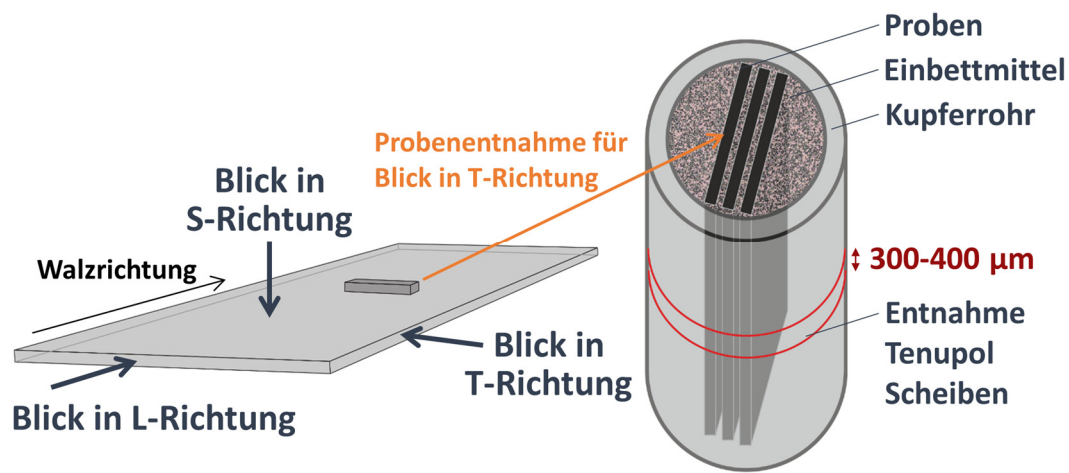


Abbildung 3.4: Probenentnahme und Präparation zur Herstellung von TEM-Proben mit Blick in T-Richtung mittels Einbetten und Entnahme von Scheiben für die Elektropolitur im Tenupol.

Die Transmissionselektronenmikroskopie bietet als einzige Methode die Möglichkeit, einzelne Versetzungen direkt abzubilden. Die Methode benötigt keine aufwendigen mathematischen Berechnungen und Näherungen, um Versetzungsdichten über Gitterverzerrungen zu bestimmen, wie es bei XRD oder HR-EBSD der Fall ist. Allerdings zeigen einzelne TEM Aufnahmen nur ein sehr kleines Probenvolumen wodurch eine aufwendige statistische Auswertung nötig ist, um abgebildete Versetzungen als repräsentativ für die gesamte Struktur zu interpretieren [138]. Die zur Durchstrahlung erforderliche, geringe Probendicke birgt außerdem die Gefahr, dass die Versetzungsstrukturen durch Bildkräfte beeinflusst werden. Bei der Interpretation von TEM Aufnahmen gilt es zudem zu beachten, dass es sich bei der Aufnahme um eine Projektion des Probenvolumens auf eine zweidimensionale Fläche handelt, was die räumliche Lage oder Ausrichtung von Defekten nicht immer erkennen lässt. Außerdem werden abhängig von der Relation zwischen Burgersvektor und Streuvektor (diffraction vector) nicht immer alle vorhandenen Versetzungen abgebildet, was bei geschickter Kippung der Probe aber auch zur Bestimmung des Burgersvektors genutzt werden kann.

3.3 Mechanische Prüfverfahren

Zugversuche sind eine etablierte Methode zur Bestimmung von charakteristischen Materialeigenschaften wie dem Elastizitätsmodul, der Streckgrenze, der Zugfestigkeit, der Bruchfestigkeit und der Gleichmaßdehnung. Im Folgenden wird auf die Besonderheiten im Aufbau der verwendeten Universalprüfmaschine eingegangen, welche es erlaubt Wolframproben bei mindestens 800 °C zu testen und dabei die Dehnungsmessung direkt auf der Probe zu ermöglichen. Des Weiteren wird eine auf die Zugkurven von UFG-Werkstoffen angepasste Fit-Funktion entwickelt, um das charakteristische Verfestigungsverhalten von UFG-Werkstoffen quantitativ zu beschreiben. Der für die Zugversuche entworfene Aufbau erlaubt es außerdem makroskopische Dehnratenwechselversuche durchzuführen. Die Entwicklung dieser Methode in Kooperation mit der Zwick Roell AG, die Versuchsparameter und das Vorgehen zur Auswertung werden in Kapitel 3.3.3 näher erläutert.

3.3.1 Uniaxiale Zugversuche an kaltgewalzten Blechen

Als Universalprüfmaschine wurde in dieser Arbeit eine elektromechanische Zwick Z100 mit Spindelantrieb zur Bewegung des unteren Querhauptes und einer 50 kN Kraftmessdose genutzt (siehe Abbildung 3.5). Die Zuggestänge können dabei von einem Vakuumofen umschlossen werden. Zur Messung der Längenänderung steht, neben der Position der Traverse, die Nutzung eines Axial-Extensometers zur Verfügung. Dieses erlaubt über zwei an die Probe angedrückte Keramikspitzen die Längenänderung direkt auf der Probe zu messen.

Da im Rahmen dieser Arbeit Bleche getestet wurden, kamen für die Zugversuche lediglich Flachzugproben in Frage. Die Duktilität in Form der Gleichmaßdehnung und Bruchdehnung von UFG-Werkstoffe wurde in einigen früheren Arbeiten aufgrund der Verwendung zu kleiner Proben, bedingt durch die beschränkten realisierbaren Dimensionen bei der SPD Umformung, häufig überschätzt [80]. Für diese Arbeit wurden daher die am Institut etablierten „langen Flachzugproben“ mit einer Steglänge von 14 mm und einer Stegbreite von 2 mm genutzt. Die technische Zeichnung der Proben befindet sich im Anhang (Abbildung A.1). Alle Zugproben wurden mittels Drahterosion gefertigt und mit der längsten Kante in Walzrichtung entnommen, so dass die Zugrichtung parallel zur Walzrichtung liegt. Die Bleche und Proben befinden sich im Zustand, wie vom Hersteller erhalten („as-received“) und wurden, weder vor der Drahterosion, noch vor den Zugversuchen einer speziellen Behandlung unterzogen, wie beispielsweise einer Politur der Oberfläche oder der Kanten.

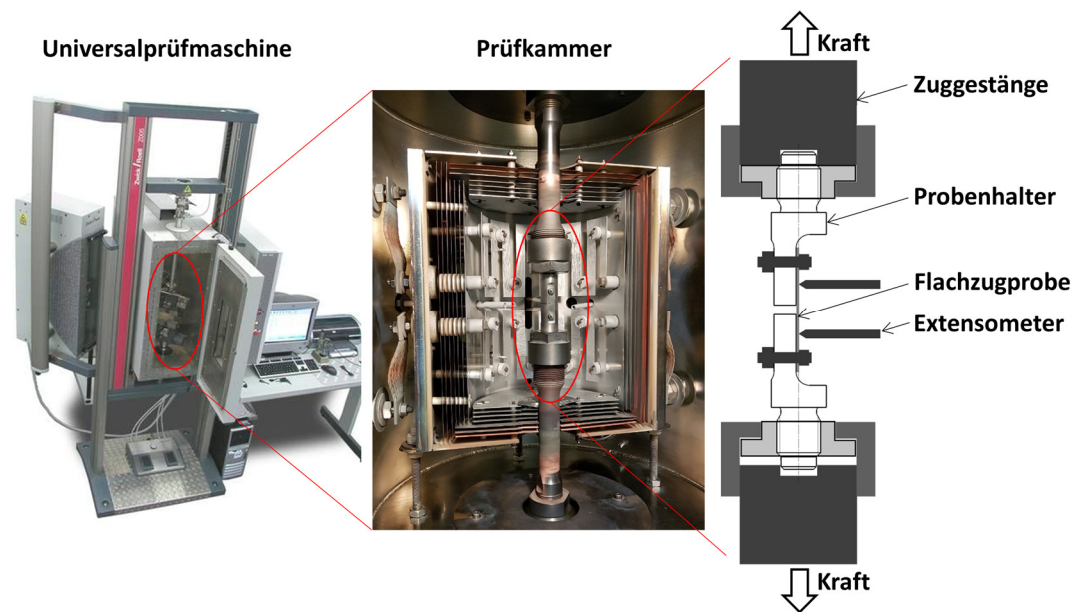


Abbildung 3.5: Aufbau der verwendeten Universalprüfmaschine (Zwick Z100), inklusive der Prüfkammer und einer Skizze des Probenhalters.

Die Evolution der Mikrostruktur wurde, wie in Kapitel 3.1.1 beschrieben, durch Kaltwalzen auf unterschiedliche Dicken realisiert, wodurch auch die Flachzugproben eine entsprechend unterschiedliche Dicke aufweisen. Abbildung 3.6 zeigt, dass auch die Probendicke die gemessene Dehnung beeinflusst und dünnere Proben tendenziell eine kleinere Bruchdehnung aufweisen. Die Gleichmaßdehnung hingegen bleibt aber selbst bis zu einer Probendicke von 100 μm von dieser weitgehend unbeeinflusst. Auch wenn für die in Abbildung 3.6 dargestellte Studie grobkörniges Kupfer verwendet wurde, so sind die abgebildeten Trends für die Bruchdehnung und die Gleichmaßdehnung laut der Autoren auf UFG Werkstoffe übertragbar [81]. Für die Diskussion der Duktilität wird daher in dieser Arbeit die Gleichmaßdehnung (uniform elongation, ϵ_{ue}) genutzt anstatt alle Proben auf eine ähnliche Dicke zu schleifen, was beispielsweise bei den 1000 μm Proben eine Dickenreduktion um 90 % verlangt hätte.

Da die Flachzugproben bis zu 100 μm dünn sind und auch bei hohen Temperaturen getestet werden sollten, wurde ein spezieller Halter aus einer Titan-Zirkon-Molybdän Legierung (TZM) konstruiert (siehe Abbildung 3.5). Die technische Zeichnung befindet sich im Anhang (Abbildung A.2). Dieser Halter erlaubt bei der gegebenen Probenform ein Aufheizen der Proben ohne vorheriges Aufbringen einer Vorkraft, indem der untere Teil des Halterpaares zu Beginn des Aufheizens keinen Kontakt mit dem Zuggestänge besitzt. Das ist wichtig, da zumindest die 100 μm dünnen Zugproben kaum Druckkräfte übertragen können. Ein Aufheizen unter Vorkraft darf daher weder im Druckbereich stattfinden, noch bei den nur kleinen Vorkräften, welche im Zugbereich erlaubt sind, da dabei die Gefahr des Abdriftens der Vorkraft in den Druckbereich besteht. Damit sich beim Aufsetzen des Extensometers nach dem Aufheizen die Probe nicht verbiegt, wird sie vor

dem Versuchsstart mit einer Vorkraft belastet. Das Gewicht des Halters von rund 140 g wurde bei der Auswertung entsprechend subtrahiert.

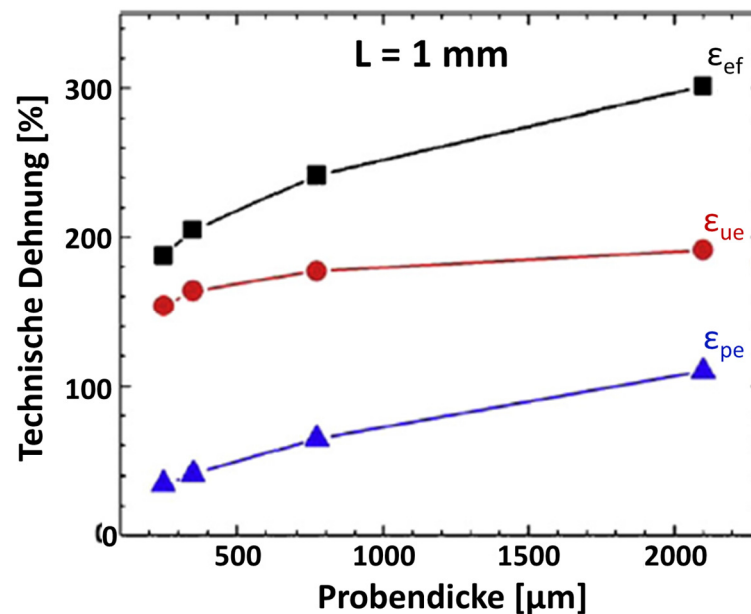


Abbildung 3.6: Einfluss der Probengeometrie auf die Bestimmung von Dehnungen im Zugversuch bei Raumtemperatur. Dargestellt sind die Gleichmaßdehnung (rot, ϵ_{ue}), die Dehnung zwischen dem Beginn der Einschnürung und dem Bruch (blau, ϵ_{pe}) sowie die resultierende Bruchdehnung (schwarz, ϵ_{ef}) bei grobkörnigem Kupfer in Abhängigkeit der Probendicke (konstante Messlänge $L = 1$ mm). [81]

Die Zugversuche wurden bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur (RT, ≈ 20 °C) und 800 °C in Schritten von 200 °C durchgeführt. Dabei wird für jede Temperatur ein angepasstes Aufheizprogramm gefahren, welche zu Beginn für ein schnelles Aufheizen sorgt und mit Annäherung an die Zieltemperatur die Heizrate verlangsamt, um Überschwinger zu vermeiden. Zum Einstellen der gewünschten Probentemperaturen wurde vor der Versuchsreihe eine Temperaturkalibrierung des Ofens mit Hilfe einer Stahlprobe mit aufgeschweißten Thermoelementen durchgeführt.

Die Zugversuche wurden lagegeregelt mit konstanter Geschwindigkeit des Querhauptes von 0,9 mm/min oder 0,09 mm/min gefahren, was näherungsweise Dehnraten von 10^{-3} 1/s, beziehungsweise 10^{-4} 1/s entspricht. Die wichtigsten Kennwerte der Zugversuche sind in Tabelle 3.4 zusammengefasst.

Tabelle 3.4: Wichtigste Kennwerte der für die Zugversuche verwendeten Universalprüfmaschine, Versuchsparameter und Probenform.

Prüfmaschine	Zwick Z100
Kraftmessung	50 kN Kraftmessdose
Dehnungsmessung	Axial-Extensometer
Versuchsführung	Lageregelung (konst. Geschwindigkeit Querhaupt)
Geschwindigkeit (Dehnraten)	0,9 – 0,09 mm/min (10^{-3} 1/s – 10^{-4} 1/s)
Temperaturbereich	RT – 800 °C
Vorkraft	10 N
Probenform	Flachzugprobe
Länge	37,5 mm
Breite	9,5 mm
Dicke	entsprechend Blechdicke (100 µm - 1000 µm)
Steglänge	14 mm
Stegbreite	2 mm
Stegdicke	Entsprechend Blechdicke (100 µm - 1000 µm)

3.3.2 Methodenentwicklung zur Beschreibung des Verfestigungsverhaltens

UFG Werkstoffe zeigen häufig ein charakteristisches Verfestigungsverhalten (siehe Kapitel 2.2.2). Um das Verfestigungsverhalten für Bleche mit unterschiedlicher Mikrostruktur oder bei unterschiedlichen Prüftemperaturen quantitativ zu erfassen, eignet sich die Berechnung des Verfestigungskoeffizienten θ . Der Verfestigungskoeffizient ist als Steigung der wahren Spannungs-Dehnungs-Kurve für eine bestimmte Dehnung definiert: $\theta = d\sigma/d\varepsilon|_{\varepsilon}$.

Im elastischen Bereich ist der Verfestigungskoeffizient konstant und oberhalb der Streckgrenze nimmt der Koeffizienten mit fortschreitender plastischer Dehnung stetig ab, bis beim Erreichen der Zugfestigkeit das Considère Kriterium für plastische Instabilität erreicht ist: $\theta = d\sigma/d\varepsilon = \sigma$. Die Geschwindigkeit der Abnahme des Verfestigungskoeffizienten gibt einen Eindruck vom Verfestigungsverhalten.

Die Berechnung von θ als Steigung der Zugkurve, erfordert die Beschreibung des Kurvenverlaufes als differenzierbare Funktion. In der Literatur existieren verschiedene empirische Modelle, um den elasto-plastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurven zu fitten. Sie basieren dabei zumeist auf den frühen Beschreibungen nach Hollomon und

Voce. Hollomon [139] führte zur Beschreibung des elasto-plastischen Verformungsbereiches eine einfache Potenzfunktion ein:

$$\sigma = \sigma_o + K \varepsilon_{pl}^n \quad (3.3)$$

Dabei steht σ_o für die Spannung bei $\varepsilon_{pl} = 0$ (Streckgrenze) und K und n sind weitere material- und temperaturabhängige Fitparameter. Während die Gleichung bei vielen Materialsystemen die Kurvenform insbesondere für kleine plastische Dehnungen gut beschreibt, kann damit eine Sättigung der Spannung nicht abgebildet werden. Voce [140] verknüpft Spannung und Dehnung über eine Exponentialfunktion:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_o) \exp(-n \varepsilon_{pl}) \quad (3.4)$$

Auch hier steht σ_o für die Streckgrenze und n für einen material- und temperaturabhängigen Fitparameter. Mit der Gleichung in der Form $(1 - e^{-\varepsilon})$ lässt sich eine Sättigung für hohe Dehnungen beschreiben, welche in der Form der Sättigungsspannung σ_s vorgegeben werden kann. Aufbauend auf diesen noch aus den 1940er Jahren stammenden Funktionen, wurden für eine präzisere Beschreibung der Zugkurve anspruchsvollere Fitfunktionen entwickelt, wie beispielsweise der „generalisierte Voce Fit“ von Tome et al. [141]:

$$\sigma = \sigma_o - (\sigma_1 + \theta_1 \varepsilon_{pl}) [1 - \exp(-\theta_0 \varepsilon_{pl} / \sigma_1)] \quad (3.5)$$

Dabei stehen σ_o und θ_o für Spannung und Steigung (Verfestigungskoeffizient) bei $\varepsilon_{pl} = 0$ und σ_1 und θ_1 für weitere Fitparameter, wobei θ_1 eine annähernd konstante Steigung bei hohen Dehnungen bewirkt. Diese Gleichung ermöglicht Randbedingungen für den Verlauf des Verfestigungskoeffizienten anzugeben (z.B. $\theta_o = E$ -Modul) und kann sowohl eine Sättigung ($\theta_1 = 0$) sowie eine konstante Zunahme der Spannung bei hohen Dehnungen beschreiben. Allerdings erlaubt diese Gleichung aufgrund der limitierten Fitparameter im Exponenten nicht, stark unterschiedliche Verfestigungsverhalten zu beschreiben. Chinh et al. [142] lösten dieses Problem bei ihrem Versuch Spannungs-Dehnungs-Kurven über große Dehnungsbereiche zu beschreiben, indem sie die empirischen Gleichungen von Hollomon und Voce vereinten und eine Potenzfunktion innerhalb der Exponentialfunktion einführen:

$$\sigma = \sigma_o + \sigma_1 [1 - \exp(-\varepsilon_{pl}^n / \varepsilon_c)] \quad (3.6)$$

Die Konstante σ_o steht wie zuvor für die Streckgrenze und $\sigma_o + \sigma_1$ für die Sättigungsspannung. n und ε_c sind Fitparameter, welche es erlauben Zugkurven über großen Dehnungsbereich anzunähern, beispielsweise auch für hochgradig umgeformte Metalle aus SPD-Verfahren. Eine genaue Betrachtung von Gleichung (3.6) zeigt aber, dass der Fit bei $\varepsilon_{pl} = 0$ ($\sigma = \sigma_o$) mit einer Steigung von Null startet und auch ausschließlich eine Sättigung für hohe Dehnungen beschreibt.

Aufgrund der angeführten Defizite, erlaubte keine dieser empirischen Gleichungen das sehr unterschiedliche Verfestigungsverhalten der in dieser Arbeit getesteten Proben hinreichend gut anzufitten. Im Zuge dieser Promotion wurde daher eine eigene Formel entwickelt, welche es durch die Kombination der Stärken der zuvor beschriebenen Gleichungen gestattet, den elasto-plastischen Bereich von Spannungs-Dehnungs-Kurven zwischen Streckgrenze und Zugfestigkeit mit stark unterschiedlichem Verfestigungsverhalten zu beschreiben:

$$\sigma = \sigma_0 + (\sigma_1 + \theta_1 \varepsilon_{pl}) [1 - \exp(-\theta_2 \varepsilon_{pl}^n)] + \sigma_2 [1 - \exp(-E \varepsilon_{pl} / \sigma_2)] \quad (3.7)$$

Dabei steht σ_0 weiterhin für die Streckgrenze ($\sigma(\varepsilon_{pl} = 0)$) und mit der Einführung des Elastizitätsmoduls E kann die Steigung zu Beginn des Fits vorgegeben werden. Die Fitparameter σ_1 und σ_2 dienen zur Näherung der Zugfestigkeit. Mit θ_1 als Steigung der Kurve für große Dehnungen, kann sowohl eine konstante Verfestigung als auch eine Plateaubildung abgebildet werden. Die Fitparameter θ_2 und n in der Exponentialfunktion erlauben eine Anpassung der Kurve an sehr unterschiedliche Verfestigungsgeschwindigkeiten. Bei einem erfolgreichen Fit der Zugkurve mit Hilfe von Gleichung (3.7), kann schließlich die Steigung in Form der Ableitung der ermittelten Fitkurve über die plastische Dehnung dargestellt werden. Damit lässt sich UFG-Wolfram mit grobkörnigem Wolfram für verschiedene Prüftemperaturen quantitativ bezüglich der Verfestigung vergleichen.

3.3.3 Methodenentwicklung zur Durchführung präziser Dehnratenwechselversuche

Die Dehnratensensitivität eines Werkstoffes gilt als ein Fingerabdruck für die der plastischen Verformung zugrundeliegenden Deformationsmechanismen. In der Literatur wird sie häufig durch den Vergleich zweier Spannungs-Dehnungs-Kurven bei einer bestimmten Dehnung berechnet, was aber zu einer hohen Zahl an möglichen Fehlerquellen führt. So können bereits geringe Temperaturunterschiede aus der Ofenregelung, aufgrund des hohen Einflusses auf die Peierlsspannung in krz Metallen, zu Fehlern bei der Bestimmung der Fließspannung führen. Daneben hat Bechtold [106] gezeigt, dass die Dehnratensensitivität in Wolfram auch von der plastischen Dehnung abhängt, welche sowohl durch Fehler in der Messung der Längenänderung als auch durch die Bestimmung des E-Moduls beeinflusst wird. Zusätzlich kann die Lageregelung bei den Zugversuchen zu einer Abweichung der tatsächlichen Dehnraten von der vorgegebenen Dehnraten führen und müsste an der Stelle der Auswertung jedes Mal neu berechnet werden. Den Ergebnissen dieser Arbeit vorweggenommen, ist eine Bestimmung der Dehnratensensitivität aus dem Vergleich zweier mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten geprüften Proben, nicht mit ausreichender Präzision möglich (siehe Ergebnisse und Diskussion, Abbildung 4.30).

Um die geringen Änderungen in der Dehnratensensitivität über die Temperatur oder durch die Manipulation der Mikrostruktur aufzulösen, bedarf es der Untersuchung durch Dehnratenwechselfersuche (strain rate jump tests, SRJ) [6,89,143]. Diese ermöglichen die Fließspannung einer Probe an der Stelle des Dehnratenwechsels bei zwei Dehnraten zu untersuchen, wodurch gewährleistet ist, dass die kritischen Parameter Mikrostruktur, Temperatur und zuvor aufgebrachte plastische Verformung bei beiden Dehnraten gleich sind. Die in dieser Arbeit optimierte Methode erlaubt eine präzise Messung der Dehnratensensitivität, um auch bei Werkstoffen mit geringer Dehnratensensitivität Einflüsse der Mikrostruktur und Temperatur aufzulösen. Dazu werden Probenform, Halter und Versuchsaufbau der Zugversuche (siehe Kapitel 3.3.1) übernommen.

Beachtet werden muss, dass neben dem einfachen Wechsel zwischen zwei Dehnraten folgende Veränderungen bei der Versuchsführung umgesetzt werden:

- Dynamische Dehnratenanpassung
Um die gewünschten Dehnraten zu gewährleisten, wird von einer Lageregelung der Traversenposition auf eine Dehnungsregelung, basierend auf dem Extensometersignal, umgestellt.
Da zu Beginn des Versuchs das Extensometer unter Umständen noch etwas Spiel aufweist, birgt die Dehnungsregelung die Gefahr außer Kontrolle zu geraten. Daher wird im unteren elastischen Bereich zuerst lagegeregelt gefahren. Vor dem Erreichen der Stützstellen zur E-Modul Ermittlung wird schließlich automatisiert auf die Dehnungsregelung umgeschaltet.
- Sicherheits-Endschalter
Endschalter an der Universalprüfmaschine und in der Software müssen mit Bedacht eingestellt werden, da die Dehnungsregelung, insbesondere an dünnen Zugproben und bei hohen Temperaturen, schnell zu einem unkontrollierten Verfahren des Querhauptes führen kann.
- Sprung bei vorgegebener plastischer Dehnung
Um die Dehnratensensitivitäten der verschiedenen Bleche und Prüftemperaturen vergleichen zu können, müssen die Dehnratenwechsel bei der jeweils gleichen plastischen Dehnung durchgeführt werden [144]. Dazu musste die plastische Dehnung als Kanal in die Software eingebaut werden, was auch die in situ Bestimmung des E-Moduls und der Nullpunktkorrektur während der Versuchsdurchführung verlangt.

Diese Methode zur präzisen Durchführung von Dehnratenwechselfersuchen wurde in Kooperation mit der Zwick Roell AG in die Steuerungssoftware der Universalprüfmaschine implementiert. Um den Dehnratenwechsel bei einer vorgegebenen plastischen Dehnung durchführen zu können, musste die plastische Dehnung als Kanal zur Regelung in der

Steuerungssoftware eingebunden werden. In diesem Kanal wird die plastischen Dehnung durchgehend in situ während dem Versuch bestimmt:

$$\varepsilon_{pl} = \varepsilon - \varepsilon_{el} = \frac{\Delta l - x_0}{l_0} - \frac{F/A_0}{E} \quad (3.8)$$

Dabei stellen Δl , die Längenänderung aus dem Extensometersignal, und die Kraft F die beiden Messgrößen dar und die Ausgangsmesslänge des Extensometers, l_0 , sowie die Querschnittsfläche des Probenstegs, A_0 ($= 2 \text{ mm} \cdot \text{Probendicke}$), werden zu Beginn des Versuches vorgegeben. Das Elastizitätsmodul, E , wird während der Versuchsführung im elastischen Bereich automatisiert mittels linearer Regression berechnet und x_0 als Nullpunkt (x-Achsenabschnitt) der Regressionsgerade bestimmt. Anhand der zuvor durchgeführten Zugversuche konnten die Grenzen des elastischen Bereiches für jede Probendicke und Testtemperatur abgeschätzt werden. Dies ermöglicht für die Berechnung des E-Moduls die individuelle Definition der Stützstellen, was die Wahrscheinlichkeit einer erfolgreichen in situ Bestimmung des E-Moduls und damit einer erfolgreichen Versuchsdurchführung erhöht. Aus der Gesamtheit der Zugversuche wurden außerdem die plastischen Dehnungen für die Dehnratenwechsel bestimmt. Dabei galt es für den ersten Sprung eine plastische Dehnung zu finden, welche für alle Kombinationen aus Mikrostrukturen und Prüftemperaturen im Bereich zwischen Streckgrenze und Zugfestigkeit liegt.

Die SRJ-Tests umfassen folgende Schritte, die automatisiert ohne Unterbrechung der Versuchsführung ablaufen:

- Lagegeregelt mit 0,015 mm/s verfahren, bis eine bestimmte Spannung erreicht ist. Diese Spannung muss individuell pro Probe festgelegt werden, so dass entsprechend vor den Stützstellen des E-Moduls auf Dehnungsregelung umgeschaltet werden kann.
- Dehnungsgeregelt mit einer Dehnrade von 10^{-3} 1/s verfahren, bis die plastische Dehnung für den ersten Sprung erreicht ist (siehe Tabelle 3.5). Dazu müssen das E-Modul, die Nullpunktkorrektur und die plastische Dehnung in situ berechnet werden.
- Nach dem ersten Sprung die Probe im Wechsel mit niedriger und hoher Verformungsgeschwindigkeit belasten, bis insgesamt fünf Sprünge absolviert sind oder die Probe bricht. Die verwendeten Dehnraten und Verfahrenwege sind in Tabelle 3.5 zusammengefasst. Bereich hoher Verformungsgeschwindigkeit

Tabelle 3.5: Dehnraten und Verfahrenwege für Dehnratenwechselversuche. Die Daten der verwendeten Maschine und Probengeometrie sind in Tabelle 3.4 aufgeführt.

(A) Lageregelung	
Geschwindigkeit Querhaupt	0,9 mm/s
Umschalten Dehnungsregelung	Individuell je nach Probe
(B) Erster Dehnratenwechsel	
plastische Dehnung	0,3 %
Dehnratenwechsel	Hohe auf niedrige Dehnraten
(C) Bis zu vier weitere Dehnratenwechsel im Wechsel	
Bereich hoher Verformungsgeschwindigkeit	
Dehnraten	10^{-3} 1/s (dynamisch angepasst)
Verfahrenweg	0,3 % plastische Dehnung
Bereich niedriger Verformungsgeschwindigkeit	
Dehnraten	10^{-4} 1/s (dynamisch angepasst)
Verfahrenweg	0,2 % plastische Dehnung

Die Auswertung der Dehnratenwechsel, mit den einhergehenden Sprüngen in der Fließspannung, erfolgte mithilfe von Origin an den wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven. Da in dieser Versuchsreihe die Messung der Querschnittsänderung nicht stattfand, mussten wahre Spannung (σ_{wahr}) und wahre Dehnung (ε_{wahr}) aus der technischen Spannungs-Dehnungskurve unter der Annahme von Volumenkonstanz bei plastischer Verformung abgeschätzt werden [34]:

$$\varepsilon_{wahr} = \ln(1 + \varepsilon_{tech}) \quad (3.9)$$

$$\sigma_{wahr} = \sigma_{tech}(1 + \varepsilon_{tech}) \quad (3.10)$$

An diesen Kurven lassen sich mittels linearer Regression jeweils die Bereiche vor und hinter jedem Sprung anfitten sowie die Dehnung bestimmen, bei welcher der Sprung stattfand (siehe Abbildung 3.7). Mittels der Geradengleichungen aus der linearen Regression und der ermittelten Dehnung können so die Spannungswerte am Punkt des Sprungs angenähert werden. Die Dehnratensensitivität m ergibt sich, basierend auf Gleichung (2.11), makroskopisch zu:

$$m = \frac{\Delta \ln(\sigma)}{\Delta \ln(\dot{\varepsilon})} \quad (3.11)$$

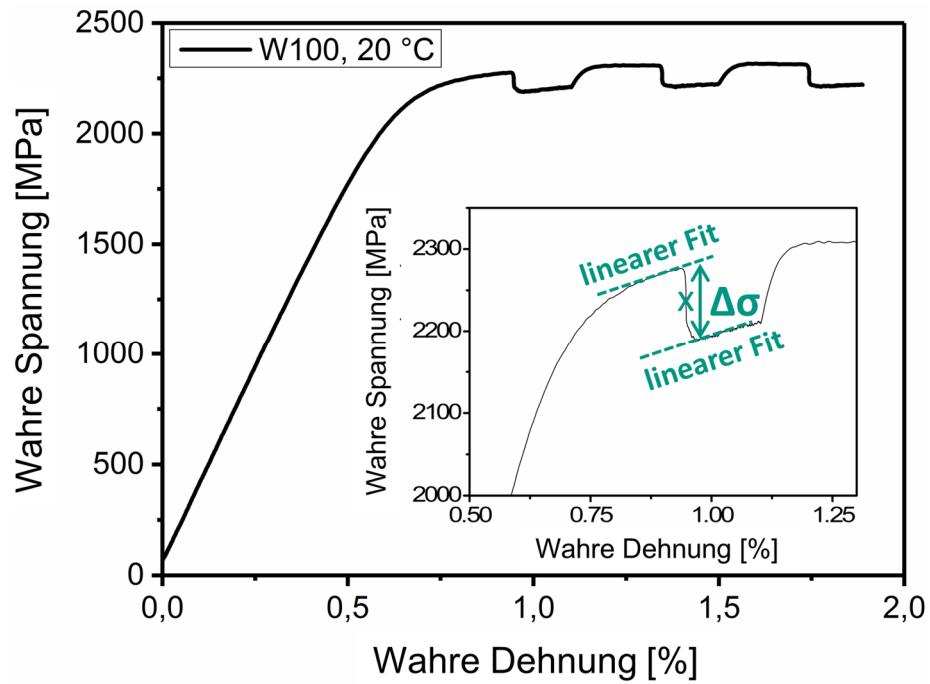


Abbildung 3.7: Wahre Spannung über wahre Dehnung eines Dehnratenwechselversuches, exemplarisch dargestellt an einem bei Raumtemperatur getesteten 100 μm Blech. Die Auswertung des Sprungs in der Fließspannung über lineare Regression ist in der vergrößerten Abbildung des ersten Dehnratenwechsels skizziert.

4 Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse werden entsprechend der Arbeitsmethodik in drei Paketen dargestellt und diskutiert:

- (1) Die **Basisanalyse** des für diese Arbeit hergestellten Materials umfasst die Analyse der chemischen Zusammensetzung, der Mikrostruktur des kaltgewalzten Materials im Ausgangszustand, sowie der thermischen Stabilität der UFG-Mikrostruktur.
- (2) Die **Analyse der Versetzungsstrukturen** über mehrere Größenordnungen ergänzt die Gefügeanalyse. Dabei werden sowohl der Ausgangszustand, wie auch die Versetzungsstrukturen nach der plastischen Verformung in Zugversuchen bei verschiedenen Temperaturen betrachtet.
- (3) Die **Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften** der unterschiedlich stark umgeformten Wolframbleche umfasst Versuche unter uniaxialer Zugbelastung mit konstanter Dehnrates sowie Dehnrateswechselversuche. Dabei werden aus der Veränderung der mechanischen Eigenschaften unter Beachtung der in Kapitel 4.1 und 4.2 gewonnenen Erkenntnisse zur Evolution der Mikrostruktur mögliche Mechanismen diskutiert, die die plastische Verformung in UFG-Wolfram bei verschiedenen Temperaturen kontrolliert.

Die erzielten Erkenntnisse werden bewertet und Ansätze zu weiterführenden Forschungsarbeiten aufgezeigt, um die Mechanismen der plastischen Verformung in kubisch-raumzentrierten UFG-Werkstoffen aufzuklären und den technischen Einsatz der Wolframbleche als Konstruktionswerkstoff zu fördern.

4.1 Mikrostrukturanalyse

Die Herstellung des für diese Arbeit verwendeten Probenmaterials bei der Firma Plansee SE aus Reutte, Österreich, ist in Kapitel 3.1.1 beschrieben. Bei der Herstellung wurde bewusst der anspruchsvolle Weg gegangen, alle Proben verschiedener Dicke aus einem einzigen Sinterling durch Kaltwalzen herzustellen. Die Absicht dabei war, dass die Bleche sich neben unterschiedlichen Dicken lediglich in der Mikrostruktur unterscheiden und einen Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die relative Änderung der mechanischen Eigenschaften ausgeschlossen werden kann. Eine solche Serie aus kaltgewalzten Wolframblechen ist einzigartig und bildet die Grundlage der Diskussion zum Verformungsverhalten von Wolfram mit unterschiedlichen Mikrostrukturen. Die Basisanalyse des Materials soll folgende Fragen klären:

- (1) Führt das schrittweise Kaltwalzen mit höheren Umformgraden zu einer stetigen Kornfeinung und wird eine ultrafeinkörnige (UFG) Mikrostruktur erreicht?
- (2) Wie entwickeln sich die Textur und die Art der Korngrenzen beim Kaltwalzen?
- (3) Führen die Veränderungen der Mikrostruktur durch das Kaltwalzen auch zu einer Änderung der mechanischen Eigenschaften? Dies soll über Härtemessungen abgeschätzt werden.

Chemische Zusammensetzung des Probenmaterials

In polykristallinem Wolfram wirken sich Verunreinigungen, insbesondere interstitielle Atome wie Sauerstoff, Kohlenstoff und Stickstoff, erheblich auf das mechanische Verhalten aus [94]. Um sicherzustellen, dass es sich bei dem Probenmaterial um technisch reines Wolfram (> 99,97 Gew.-% W) handelt und dass mögliche Änderungen in den mechanischen Eigenschaften allein auf die Evolution der Mikrostruktur zurückgeführt werden können, musste der Einfluss des Kaltwalzens auf die chemische Zusammensetzung untersucht werden. Dazu wurde eine chemische Analyse nach den im Kapitel 3.1.3 beschriebenen Verfahren an der 1000 μm Platte (geringster Umformgrad) und dem 100 μm Blech (höchster Umformgrad) als repräsentative Anfangs- und Endzustände des Kaltwalzens durchgeführt. Die Ergebnisse der chemischen Analyse befinden sich in Tabelle A.1 des Anhangs. Um mögliche Kontaminationen der Oberfläche durch den Umformprozess aufzulösen, wurde die chemische Analyse durch eine oberflächensensitive Augerelektronenspektroskopie (AES) an einem 100 μm Blech ergänzt. Die Abbildungen A.3 und A.4 im Anhang zeigen ein repräsentatives Spektrum der Oberfläche sowie das Tiefenprofil der Elementkonzentrationen.

Die chemische Analyse bestätigt, dass bei den für diese Arbeit hergestellten Blechen mit verschiedenen Dicken die Vorgaben an technisch reines Wolfram eingehalten sind. Das Kaltwalzen hat keinen signifikanten Einfluss auf die chemische Zusammensetzung. Einzig

Molybdän und Eisen zeigen geringe Konzentrationsunterschiede zwischen dem 1000 μm und dem 100 μm Blech. Beide Elemente liegen aber deutlich unter der maximal erlaubten Konzentration. Eine tiefenaufgelöste AES-Analyse der Oberfläche einer 100 μm Probe zeigt, dass die Verunreinigung mit Eisen auf die Oberfläche beschränkt ist. Auf der Grundlage dieser chemischen Analyse wird für weitere Diskussionen in dieser Arbeit angenommen, dass die mechanischen Eigenschaften der verschiedenen stark umgeformten Bleche von der chemischen Zusammensetzung nicht beeinflusst wurden und sich mögliche Unterschiede in den Eigenschaften einzig auf die Veränderung der Mikrostruktur zurückführen lassen.

4.1.1 Evolution der Mikrostruktur bei starker plastischer Umformung

Die Analyse der Mikrostruktur des einphasigen, technisch reinen Wolframs erfolgte mittels EBSD im Rasterelektronenmikroskop über die Bestimmung der lokalen Kristallorientierungen und den daraus ableitbaren Informationen zu Korngröße, Textur und Korngrenzen-Misorientierungswinkel. Die EBSD-Analyse wurde an den beiden Kanten der uniaxial kaltgewalzten Bleche durchgeführt, um die Mikrostruktur sowohl in longitudinaler Blickrichtung (Walzrichtung, „Blick in L-Richtung“) als auch in transversaler Blickrichtung („Blick in T-Richtung“) abzubilden. Beide Blickrichtungen zeigen die Richtung senkrecht zur Walzebene (S-Richtung), in welcher die stärkste Kornfeinung erwartet wurde. Die Kombination von FIB und EBSD in einer Serienschnitttechnik ermöglichte es zusätzlich einen plastischen Eindruck der Kornform zu gewinnen. Um vor einer umfangreichen mechanischen Testserie zu überprüfen, ob die analysierten Gefügeänderungen zu einer signifikanten Änderung der mechanischen Eigenschaften führen, wurde die Härte der verschiedenen Bleche mit Härtewerten aus der Literatur verglichen.

Abbildungen 4.1 und 4.2 zeigen EBSD-Messungen mit Blick in T-Richtung und Blick in L-Richtung, jeweils als IPF-Darstellungen (links) und als Korngrenzendarstellungen (rechts). Die IPF-Darstellungen wurden in der entsprechenden Blickrichtung ausgewertet und die Farbkodierung zeigt die zur Auswerterichtung parallelen Kristallrichtungen. Bei der Darstellung der Korngrenzen wurde zwischen Großwinkelkorngrenzen (HAGB, $> 15^\circ$, blau) und Kleinwinkelkorngrenzen (LAGB, $2^\circ - 15^\circ$, grün) unterschieden. Beide Abbildungen zeigen für einen qualitativen Eindruck der Evolution der Mikrostruktur jeweils nur eine analysierte Fläche der 1000 μm , 300 μm und 100 μm Bleche. Ein Vergleich aller fünf Bleche in Form von IPF-Darstellungen befindet sich im Anhang (Abbildung A.8 und A.9). Für die in diesem Kapitel dargestellten quantitativen Ergebnisse wurden an allen fünf Blechen jeweils mindestens drei EBSD Aufnahmen ausgewertet.

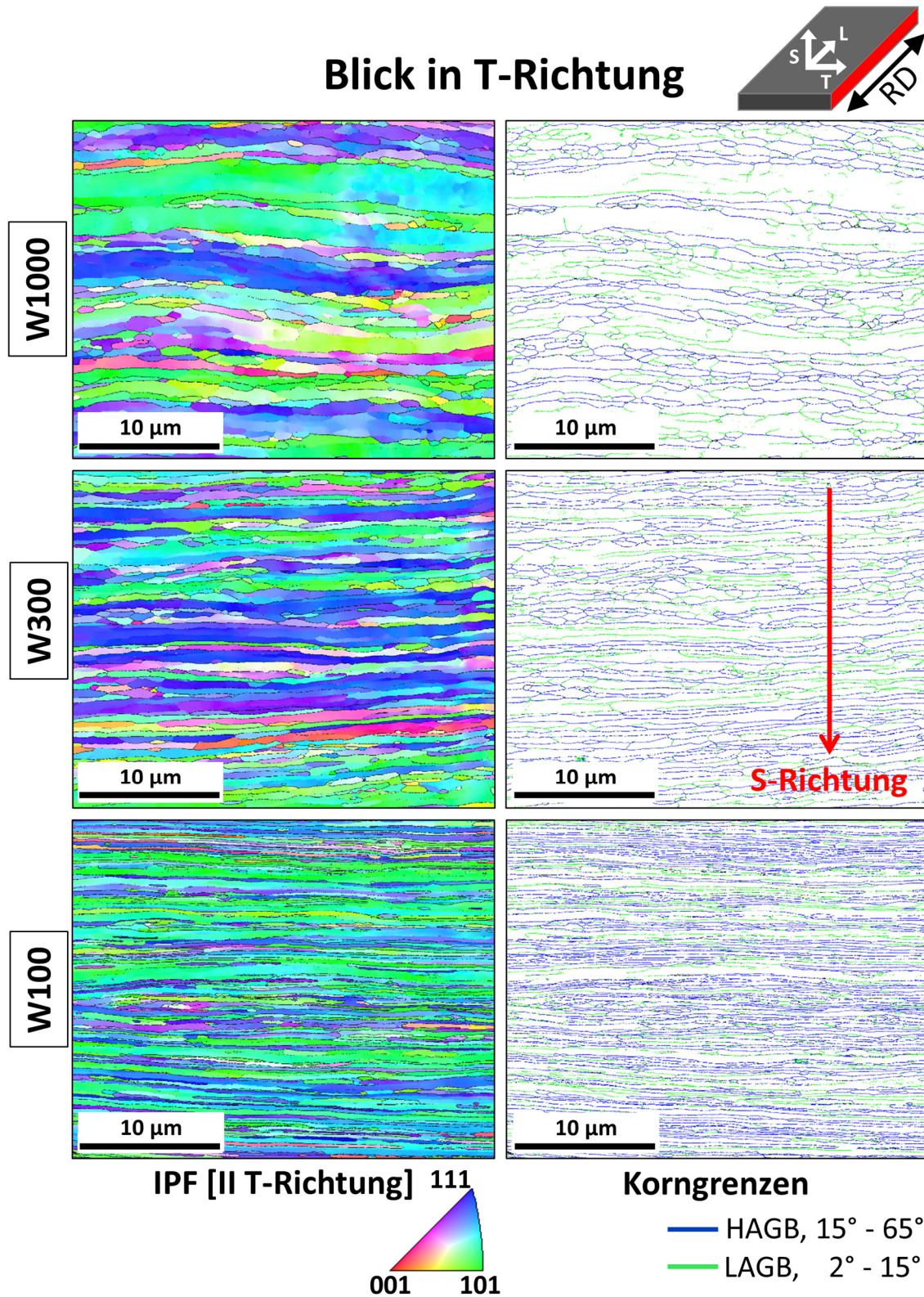


Abbildung 4.1: EBSD-Aufnahmen mit Blick in T-Richtung für drei Blechdicken (W1000, W300, W100). Dargestellt sind die lokalen Kristallorientierungen mittels IPF Farbcodierung [II T] (links) und die daraus bestimmten Großwinkelkorngrenzen (HAGB) und Kleinwinkelkorngrenzen (LAGB) (rechts).

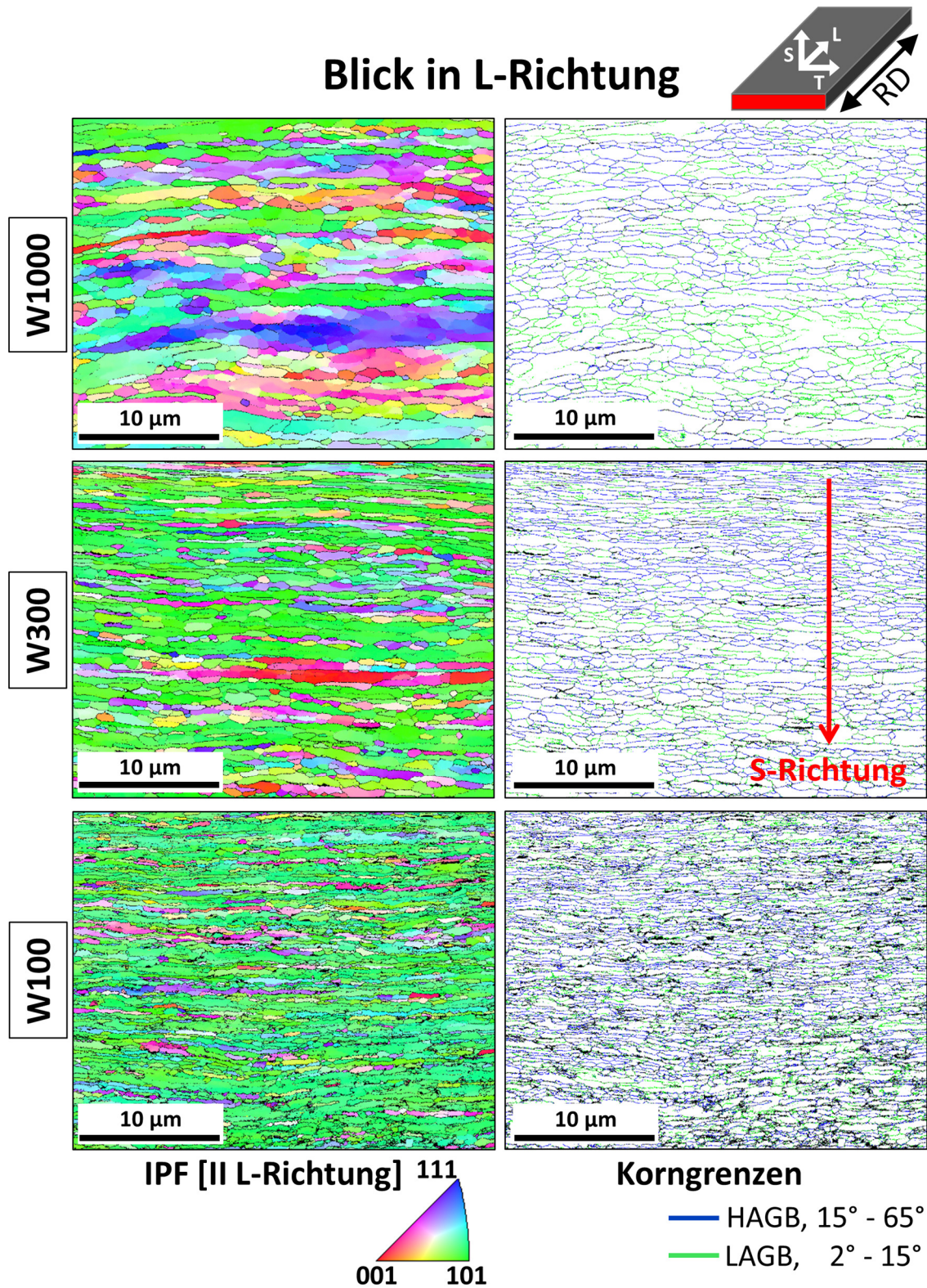


Abbildung 4.2: EBSD-Aufnahmen mit Blick in L-Richtung für drei Blechdicken (W1000, W300, W100). Dargestellt sind die lokalen Kristallorientierungen mittels IPF Farbcodierung [II L] (links) und die daraus bestimmten Großwinkelkorngrenzen (HAGB) und Kleinwinkelkorngrenzen (LAGB) (rechts).

Korngröße

Abbildungen 4.1 und 4.2, insbesondere die Darstellungen der Korngrenzen, zeigen rein qualitativ bereits eine deutliche Kornfeinung in S-Richtung für die stärker umgeformten Bleche. Die 1000 μm Probe (Umformgrad $\varphi = 1,75$) weist dabei sehr unterschiedlich große Körner in S-Richtung auf, wobei neben Körnern mit einigen Mikrometern auch bereits Körnern kleiner 1 μm existieren. Eine ähnliche Mikrostruktur kann auch noch für die 500 μm dicken Bleche ($\varphi = 2,48$) beobachtet werden, wohingegen dünnere Bleche eine zunehmend gleichmäßigere Kornform in S-Richtung aufweisen. Die Abbildungen 4.1 und 4.2 zeigen außerdem, dass sowohl die Korngröße in L-Richtung als auch in T-Richtung deutlich größer als in S-Richtung ist.

Aus den EBSD Messungen konnte die Korngröße in S-Richtung auch quantitativ mittels des Linienschnittverfahrens bestimmt werden, welches sich unter den automatisierten Auswerteverfahren für eine lamellare Struktur am besten eignet. Bei diesem Verfahren werden virtuell vertikale Linien in gleichmäßigen Abständen über die Abbildung gelegt und die Längen der Liniensegmente zwischen jeweils zwei HAGBs (Misorientierung $> 15^\circ$) bestimmt. Eine Darstellung der Liniensegmentlängen bezüglich ihrer Häufigkeit ab 0,05 μm ergibt die Korngrößenverteilung in S-Richtung. Die drei Verteilungen, welche sich aus den in Abbildung 4.1 dargestellten EBSD Messungen berechnen lassen, sind in Abbildung 4.3(a) zusammengefasst. Alle drei Verteilungen zeigen die Form einer logarithmischen Normalverteilung. Für die stärker verformten Bleche verschieben sich die Häufigkeitsverteilungen zu immer kleineren Korngrößen und die Peakbreite nimmt deutlich zu. Die Häufigkeitsverteilung der 1000 μm Platte (orangefarben) zeigt, dass bereits ein Großteil der Körner kleiner 1 μm sind. In der Vergrößerung ist zu erkennen, dass bei der 1000 μm Platte aber auch noch deutlich mehr Liniensegmente mit Längen von 1,5 μm - 3 μm gemessen wurden, als bei den stärker verformten Blechen.

Dabei muss beachtet werden, dass es sich um eine numerische Häufigkeitsverteilung handelt und dass wenige große Körner in dieser Verteilung einen erheblichen Anteil der vermessenen Fläche ausmachen können. Dies ist in Abbildung 4.3(b) verdeutlicht, in welcher die Liniensegmente gewichtet (multipliziert) mit ihrer jeweiligen Länge dargestellt sind. Diese Art der Darstellung ist in der Literatur wenig verbreitet, ermöglicht aber einen guten Eindruck der flächenanteiligen Korngrößenverteilung. Die 1000 μm Platte (orangefarben) zeigt hier eine deutlich breitere Korngrößenverteilung und es wird ersichtlich, dass das Gefüge zu etwa gleichen Teilen aus Körnern größer und kleiner 1,5 μm besteht. Die Mikrostruktur ist aber nicht bimodal, wie aus den IPF-Abbildungen vermutet, sondern zeigt vielmehr eine gleichmäßige Korngrößenverteilung zwischen 0,5 μm bis 3 μm . Der etwas parabelförmige Verlauf wird auf die zu kleine Stichprobengröße innerhalb einer EBSD-Abbildung zurückgeführt. Für die stärker verformten Bleche verschieben sich auch die gewichteten Häufigkeitsverteilungen zu immer kleineren Korngrößen und die Peakbreite nimmt deutlich ab. Dies spricht für eine

sowohl feinere wie auch gleichmäßigere Korngröße bei den hochverformten Blechen. Beim 100 μm Blech sind praktisch alle Körner kleiner 1 μm in S-Richtung, die Mikrostruktur ist in dieser Richtung durchgehend ultrafeinkörnig.

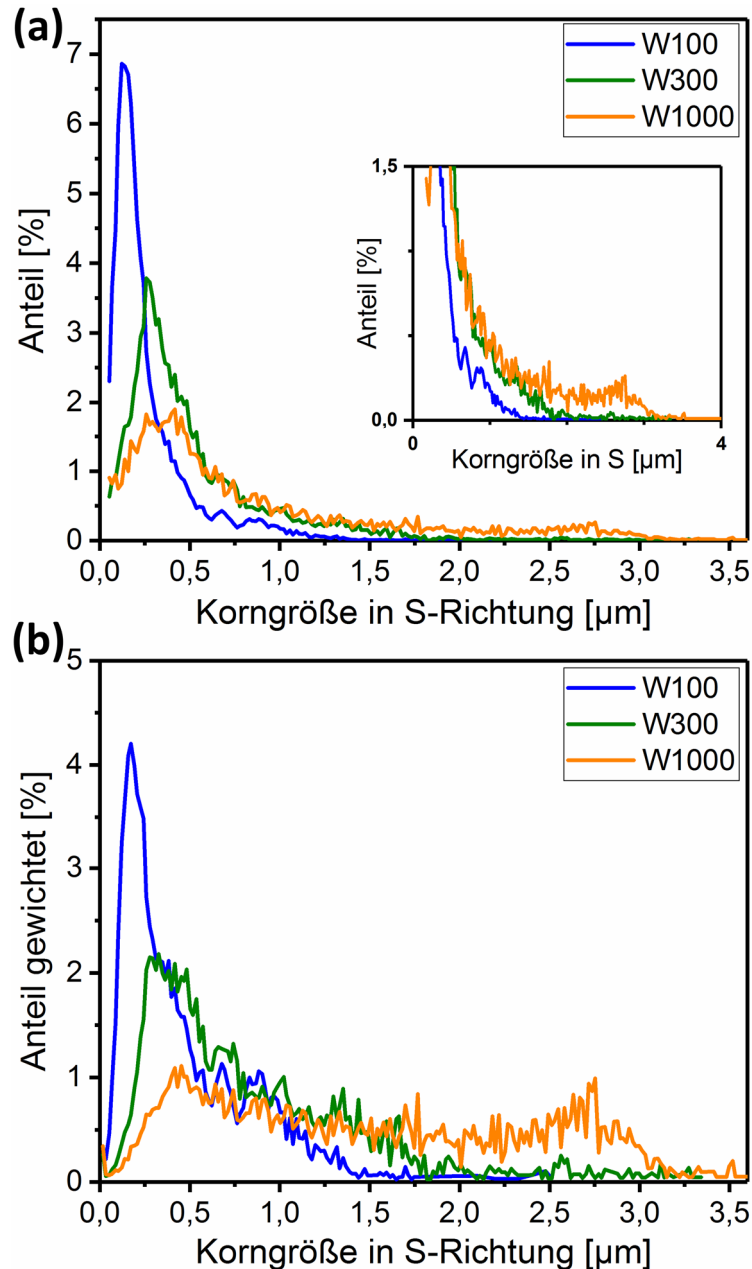


Abbildung 4.3: (a) zeigt die Häufigkeitsverteilung der mittels EBSD gemessenen Längensegmente in S-Richtung, welche mit der Korngröße in S-Richtung gleichgesetzt werden können. In der vergrößerten Abbildung ist die erhöhte Häufigkeit von Korngrößen über 1,5 μm bei dem W1000 Blech zu erkennen. (b) zeigt die gleiche Verteilung, wobei die Anzahl der Längensegmente mit ihrer jeweiligen Länge gewichtet wurden, um einen Eindruck des Flächenanteils der unterschiedlich großen Körner zu erhalten.

Das arithmetische Mittel über die Liniensegmentlängen entspricht der mittleren Korngröße in S-Richtung. Abbildung 4.4 zeigt die aus den Häufigkeitsverteilungen berechneten mittleren Korngrößen, aufgetragen über den Umformgrad. Die Fehlerbalken stellen die Standardabweichung zwischen den jeweils mindestens drei verschiedenen EBSD Messungen pro Blechdicke dar. Zusätzlich wurde auf die gleiche Weise die durchschnittliche Korngröße unter Beachtung der Substruktur berechnet, indem Misorientierungswinkel größer 2° anstatt größer 15° zur Definition der Korngrenzen genutzt wurden.

Abbildung 4.4 bestätigt den qualitativen Eindruck der Kornfeinung in S-Richtung mit zunehmendem Umformgrad. Beginnend mit einer durchschnittlichen Korngröße von 790 nm für die kaltgewalzte 1000 μm Platte, nimmt die Korngröße stetig ab und erreicht rund 250 nm für die 100 μm Bleche. Damit ist das Kaltwalzen für die Kornfeinung bis weit in den UFG-Bereich (100 nm - 1 μm) geeignet. Während die durchschnittlichen Korngrößen auch für die 500 μm und 1000 μm Platten bereits im UFG-Bereich liegen, muss beachtet werden, dass die Mikrostruktur auch viele Körner mit einer Größe deutlich über 1 μm umfasst. Die Korngröße nimmt bis zum 200 μm Blech stetig ab, wobei erwartungsgemäß die Kornfeinung zu höheren Umformgraden hin einen asymptotischen Verlauf zeigt. Die stärkere Kornfeinung für das 100 μm Blech kann vermutlich auf die Senkung der Walztemperatur vor dem letzten Walzschritt zurückgeführt werden. Die durchschnittliche Korngröße unter Beachtung der Großwinkelkorngrenzen (blau) stellt den Hauptparameter für die Korrelation von Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften in der weiteren Diskussion dar. Eine Betrachtung der Substruktur zeigt, dass auch der Abstand der Kleinwinkelkorngrenzen in S-Richtung mit zunehmendem Umformgrad abnimmt. Während der Abstand der beiden Strukturparameter in Abbildung 4.4 bei W1000 am größten ist, die Körner im 1000 μm Blech also noch vermehrt von Subkornstrukturen durchzogen sind, wird der Abstand mit zunehmendem Umformgrad stetig kleiner. Als Grund für diese Beobachtung ist sowohl denkbar, dass es für die stärker verformten Bleche zu verhältnismäßig mehr HAGBs als LAGBs kommt als auch, dass die LAGBs vermehrt senkrecht zur Walzrichtung auftreten.

Es sei nochmals betont, dass die quantitative Auswertung und der Nachweis der Kornfeinung in den UFG-Bereich sich ausschließlich auf die Korngröße in S-Richtung bezieht. Da durch die stark anisotrope Kornform die S-Richtung den mit Abstand größten Einfluss auf die mittlere freie Weglänge der Versetzungsbewegung und damit auf die mechanischen Eigenschaften haben sollte, wurden deutlich aufwändigere Methoden zur Bestimmung der Korngröße in L- und T-Richtung, wie eine Vermessung über TEM, nicht weiterverfolgt.

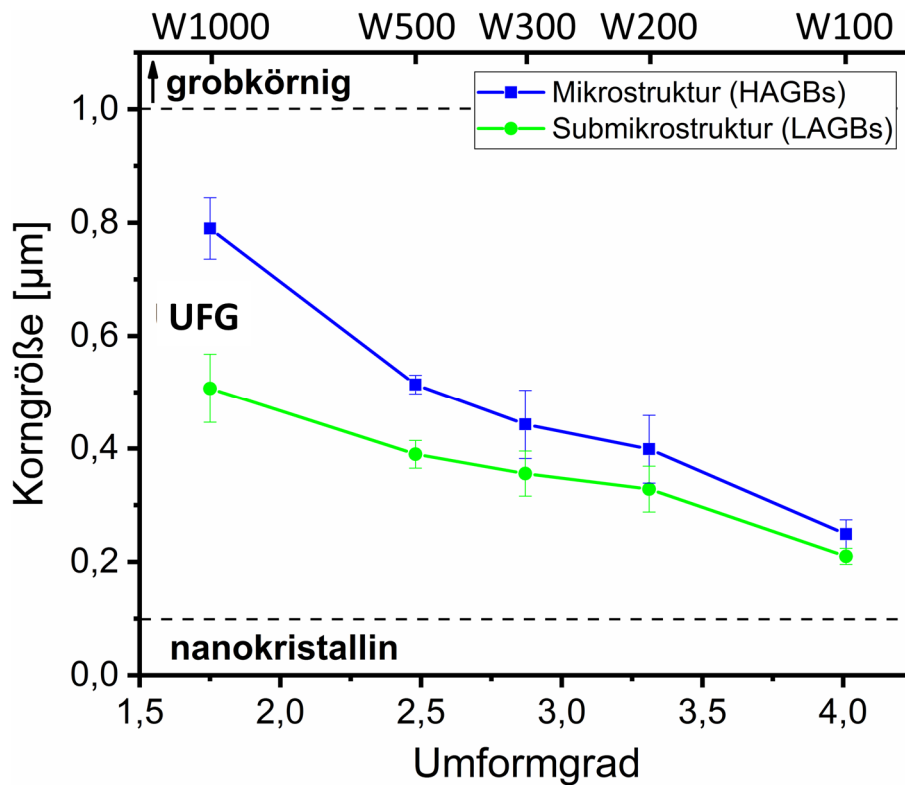


Abbildung 4.4: Durchschnittliche Länge der Liniensegmente in S-Richtung aus dem Linienschnittverfahren für die verschieden stark umgeformten Bleche. Dabei ergibt das arithmetische Mittel über die Liniensegmente zwischen HAGBs die klassische Korngröße in S-Richtung (blau), welche als Hauptparameter für die Korrelation von Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften genutzt wird. Unter Beachtung aller Korngrenzen ab 2° Misorientierung (LAGBs) ergibt sich die Korngröße der Subkornstruktur (grün). Die Messwerte stellen Mittelwerte und Standardabweichungen aus mindestens drei verschiedenen EBSD Messungen pro Blechdicke dar.

Kornform

Auch wenn eine quantitative Auswertung der Korngröße in L- und T-Richtung nicht weiterverfolgt wurde, soll für ein tieferes Verständnis der Mikrostruktur ein qualitativer Eindruck der Kornform gewonnen werden. Dazu wurde ein poliertes $100\ \mu\text{m}$ Blech mittels einer Kombination von FIB (Focus Ion Beam) und EBSD in einer Serienschmitttechnik analysiert. Mit der Serienschmitttechnik wurde ein Volumenelement der Probe in $50\ \text{nm}$ Schritten mit Ionen abgetragen und nach jedem Schnitt ein $10\ \mu\text{m} \times 11\ \mu\text{m}$ großes Feld mittels EBSD analysiert. Durch die Nachbearbeitung der Daten lässt sich ein Volumenelement mit der Kristallorientierung jedes Pixels darstellen (Abbildung 4.5(a)) und einzelne Körner voneinander getrennt hervorheben (Abbildung 4.5(b)). Die einzelnen Körner können so dreidimensional in ihrer Ausdehnung aus verschiedenen Blickwinkeln betrachtet werden (Abbildung 4.5(c)). Diese Darstellungen zeigen, dass es sich um eine

flache, pfannkuchenartige Kornform mit deutlicher Streckung in Walzrichtung handelt. Außerdem ist zu erkennen, dass die dünnen Körner nicht perfekt eben in der Walzebene liegen. Das erklärt auch die Schwierigkeit, die Korngrößen in L- und T-Richtung aus den EBSD Messungen an der Walzebene oder an den Kanten der Bleche auszuwerten. Bei der Abbildung der Walzebene kommt es zur Überschneidung der Körner und bei der Abbildung der Blechkanten verlangen Korngrößenbestimmungen wie über das Linienschnittverfahren ebene Korngrenzen.

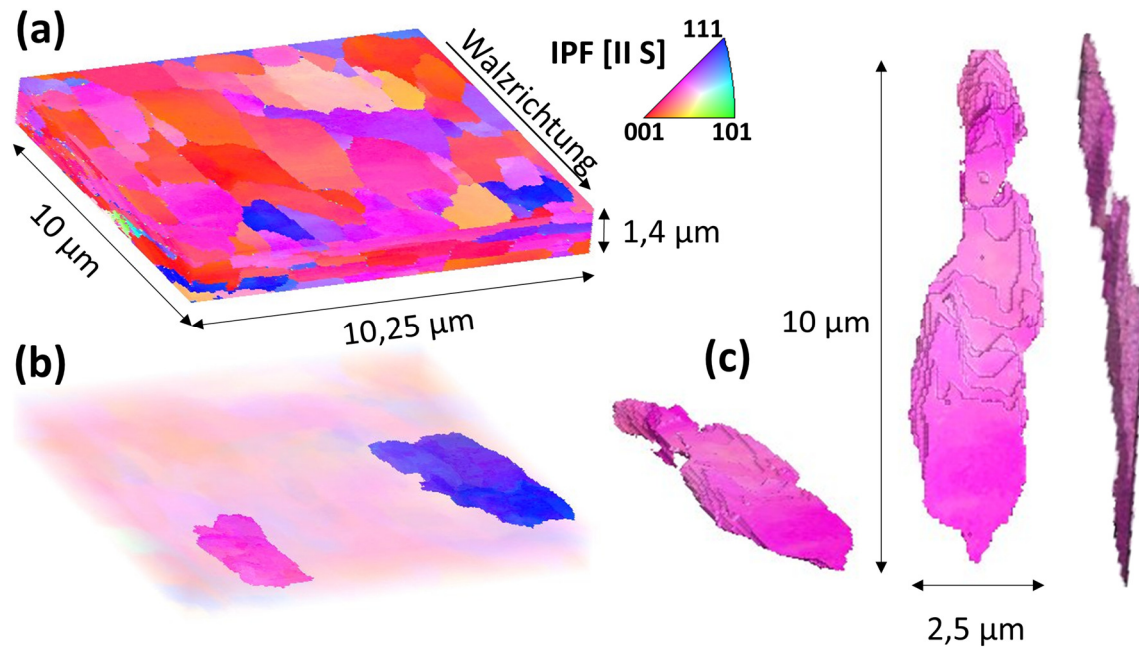


Abbildung 4.5: Rekonstruktion des mittels Serienschchnittverfahren untersuchten Probenvolumens eines 100 µm Bleches (a), die Lage einzelner Körner in diesem Probenvolumen (b) und die Darstellung eines einzelnen Korns aus Draufsicht und Seitenansicht (c)

Dieses Serienschchnittverfahren ermöglicht aufgrund des aufwendigen Messverfahrens und der zeitintensiven Aufbereitung der Daten keine statistische Auswertung der Kornform. Der paarweise Vergleich der Korngrenzendarstellungen mit Blick in T- und L-Richtung (Abbildungen 4.1 und 4.2) bei gleichem Umformgrad stützt aber die in Abbildung 4.5 dargestellte pfannkuchenartige Kornform mit Streckung der Körner in Walzrichtung. So sind die Körner in horizontaler Richtung bei der Darstellung mit Blick in T-Richtung zum größten Teil deutlich länger als bei der Darstellung mit Blick in L-Richtung. Diese Kornform gilt in unterschiedlich starker Ausprägung für alle untersuchten, kaltgewalzten Bleche und lässt sich durch das verwendete uniaxiale Walzen erklären.

Anteil an Großwinkelnkorngrenzen

Die Misorientierung zwischen zwei benachbarten Bereichen unterschiedlicher Orientierung stellt einen wichtigen Faktor bei der Betrachtung der Versetzungsbewegung dar, da die Grenzflächen sowohl als Versetzungshindernis und Versetzungssenke als auch als Versetzungsquelle dienen können. Dabei wird zwischen Großwinkelnkorngrenzen (HAGBs) und Kleinwinkelnkorngrenzen (LAGBs) unterschieden. Über den Abstand der HAGBs wird die Korngröße beschrieben, während die LAGBs die Substrukturen innerhalb der Körner bilden. Abbildung 4.6 zeigt für die Bleche mit verschiedenen Umformgraden die Flächenanteile S_A an LAGBs ($2^\circ - 15^\circ$) und HAGBs ($> 15^\circ$) als Punktdiagramm (rechte y-Achse). Die dargestellten Messwerte stellen Mittelwerte und dazugehörige Standardabweichungen aus jeweils zwei bis drei EBSD-Messungen dar. Die Flächenanteile entsprechen der Summe der Längen der jeweiligen Korngrenzen, geteilt durch die mittels EBSD vermessene Fläche. Daneben wird der Anteil an HAGBs an der Gesamtzahl der Korngrenzen als Balkendiagramm angegeben (linke y-Achse). Der Anteil der HAGBs steigt mit zunehmendem Deformationsgrad stetig von rund 50 % für W1000 auf 69 % bei W100. Dies stimmt mit Erfahrungswerten aus der Literatur überein, die für lamellare Gefüge aus SPD-Verfahren von einer Sättigung des Anteils an HAGBs bei 70 % - 80 % berichten [145]. Dabei zeigt das Punktdiagramm, dass diese Zunahme auf den steigenden Flächenanteil der HAGBs für die stärker verformten Bleche zurückgeführt werden kann, während der Flächenanteil der LAGBs relativ konstant bleibt.

In Kombination mit der in den vorherigen Abschnitten beschriebenen Kornfeinung und der Entwicklung der pfannkuchenartigen Kornform passen diese Ergebnisse zu dem in Kapitel 2.2.1 beschriebenen Mechanismus der Kornfragmentierung während der SPD Umformung nach Hughes und Hansen [67]. Da das Kaltwalzen bis 200 μm Dicke bei Temperaturen im Bereich von 1000 $^\circ\text{C}$ durchgeführt wurden, ist eine dynamische Rekristallisation während der Umformung nicht auszuschließen. Inwiefern die Korngrenzen und Subkorngrenzen bei den kaltgewalzten Blechen auf ursprünglich vorhandene Subkorngrenzen zurückgeführt werden können und wie viele Korngrenzen sich während dem Kaltwalzen neu gebildet haben, kann aus diesen Untersuchungen nicht bestimmt werden. Die Ergebnisse verdeutlichen aber, dass eine Erhöhung des Umformgrades nicht nur zu einer stetigen Kornfeinung bis in den UFG-Bereich führt und sich die Anzahl an Korngrenzen an sich erhöht, sondern dass das Kaltwalzen insbesondere in einer Erhöhung der Anzahl und damit des Anteils an HAGBs resultiert.

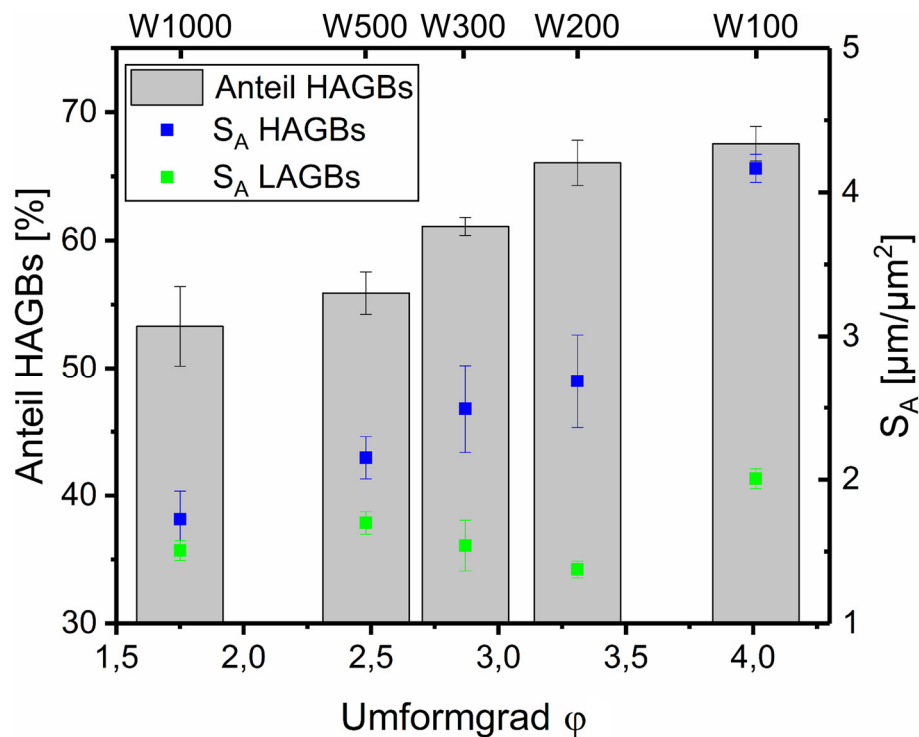


Abbildung 4.6: Flächenanteile S_A der HAGBs (blau) und LAGBs (grün) in den einzelnen Blechen (Punktdiagramm, rechte y-Achse) und der Anteil an HAGBs an der Gesamtzahl der Korngrenzen (Balkendiagramm, linke y-Achse). Die Werte wurden mittels EBSD Messungen mit Blick in T-Richtung bestimmt.

Textur

Die IPF Darstellungen in Abbildungen 4.1 und 4.2 geben bereits einen qualitativen Eindruck der Texturentwicklung. Die IPFs wurden jeweils in Blickrichtung ausgewertet und die Farbgebung zeigt, welche Richtung des Kristalls an der jeweiligen Stelle parallel zur Blickrichtung liegt. Da Wolfram eine krz Gitterstruktur besitzt, liegen $\langle uvw \rangle$ Richtungen immer parallel zu den Normalenvektoren der (uvw) Ebenen. Die IPF-Darstellung kann daher auch so interpretiert werden, dass die lokale Farbgebung diejenige (uvw) Ebene des Kristalls aufzeigt, welche parallel zur abgebildeten Fläche liegt.

Bereits beim 1000 μm Blech ist, insbesondere beim Blick in T-Richtung, eine Tendenz zu den Farben grün und blau zu erkennen. Das bedeutet, dass größtenteils (110) und (111) Ebenen parallel zur betrachteten Fläche liegen. Mit zunehmender Kaltverformung verstärkt sich diese Textur und insbesondere beim Blick in L-Richtung dominiert die (110) Orientierung (grün). Eine einzige IPF-Darstellung erlaubt keine vollständige Beschreibung der Textur, da nur die jeweils zur Auswertungsrichtung senkrechte Ebene angezeigt wird, nicht aber deren Rotation um die Ebenennormale. Daher sind immer mindestens zwei IPF-Darstellung zur vollständigen Beschreibung der Textur nötig. Eine einfachere Beschreibung der Textur ermöglicht die Orientierungsverteilungsfunktion (ODF), welche sich aus den EBSD Messungen berechnen lässt. Um die Textur mit Bezug

auf die Walzebene (Blick in S-Richtung) und Walzrichtung anzugeben, wurde das EBSD Datenset bei der Auswertung entsprechend rotiert.

Abbildung 4.7(a) zeigt für jede Blechdicke einen Schnitt durch die ODF bei $\phi_2 = 45^\circ$. Die der Berechnung zugrundeliegende Reihe wurde bis zur 16ten Ordnung entwickelt. Wie in Kapitel 3.2.1 beschrieben, entspricht jeder Punkt auf einem Schnitt durch die ODF einer bestimmten Kristallorientierung. Die Positionen einiger häufig vorkommenden Orientierungen sind im obersten Diagramm dargestellt. Die 1000 μm Platte zeigt eine ausgeprägte α -Faser (Kristallorientierungen mit einer $\langle 110 \rangle$ Richtung parallel zur Walzrichtung) und γ -Faser (Kristallorientierungen mit einer (111) Ebene parallel zur Walzebene) und stimmt somit mit den in der Literatur für kaltgewalzte krz Metalle häufig gefundenen Texturkomponenten überein (siehe Kapitel 2.2.1). Außerdem lässt sich eine erhöhte Intensität in den oberen beiden Ecken der ODF-Schnitte beobachten, was der (001) $\langle 110 \rangle$ Orientierung entspricht. Bei dieser Orientierung ist der Kristall mit einer (001) Ebene parallel zur Walzebene und mit einer $\langle 110 \rangle$ Richtung parallel zur Walzrichtung orientiert (siehe Abbildung 4.7(b)).

Mit der Erhöhung des Umformgrades ist eine Evolution der Textur zu beobachten: Während die γ -Faser weitestgehend unverändert bleibt, tritt die α -Faser und insbesondere die (001) $\langle 110 \rangle$ Orientierung immer häufiger auf. Die relative Häufigkeit der (001) $\langle 110 \rangle$ Orientierung bei den einzelnen Blechen ist als orangefarbener Zahlenwert neben dem jeweiligen Diagramm dargestellt. Diese (001) $\langle 110 \rangle$ Orientierung bildet damit die Hauptkomponente der Textur bei den stark verformten UFG-Wolframblechen. Die (001) $\langle 110 \rangle$ Texturkomponente wird bei kaltgewalzten krz Metallen häufig gefunden [71,72] und ist auch als gedrehte Würfellage bekannt.

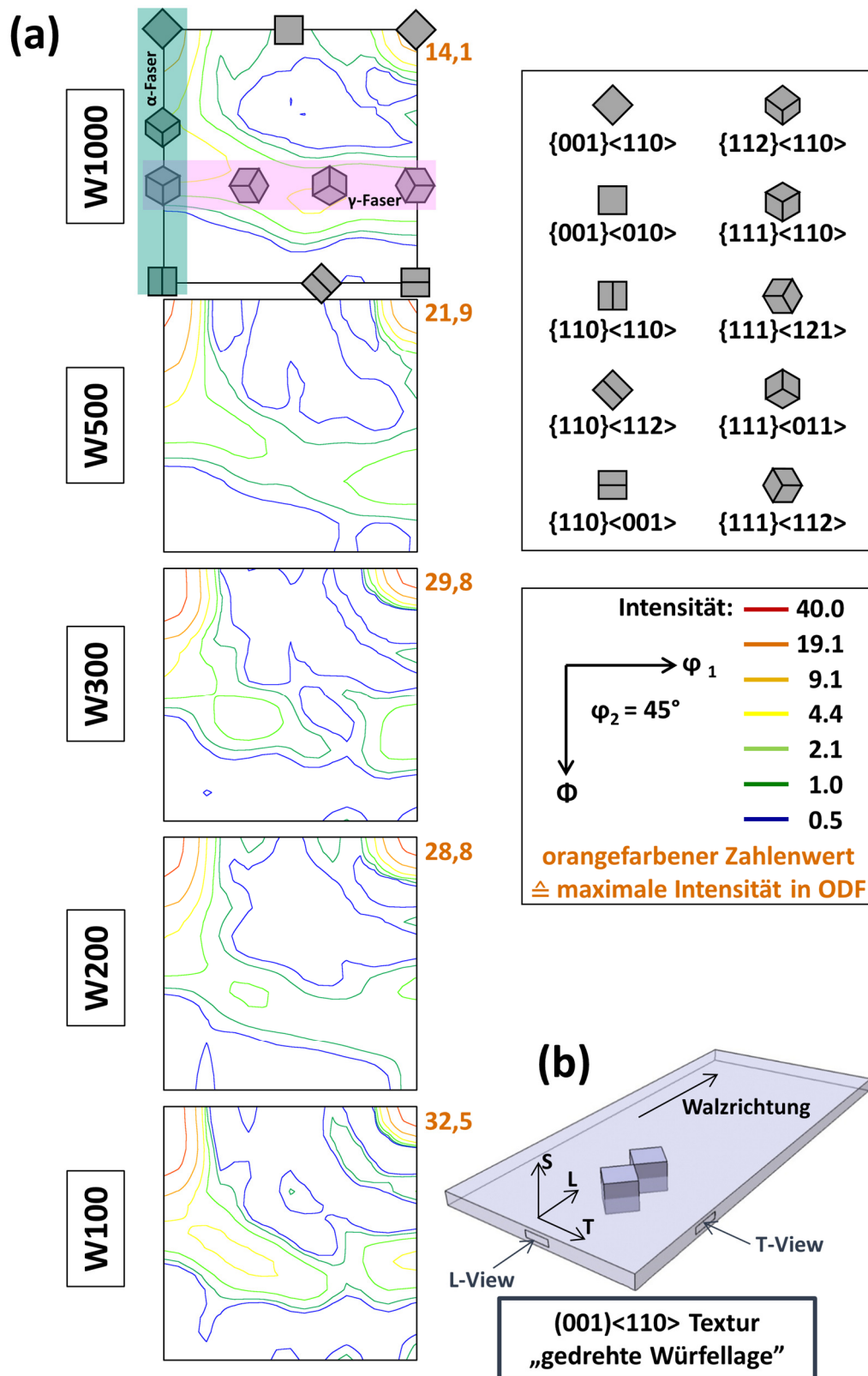


Abbildung 4.7: Schnitte durch die ODF bei $\phi_2 = 45^\circ$ (a) mit den Positionen der wichtigsten Orientierungen. Der Farbcodiert stellt die Häufigkeit der jeweiligen Orientierungen dar. Die maximale Intensität jedes Diagramms (dargestellt durch orangefarbene Zahlenwerte) entspricht der Intensität der (001)<110> Textur. Die (001)<110> Orientierung ist in (b) dargestellt.

Mikrohärte

Die Analyse der Mikrostruktur zeigte eine deutliche Kornfeinung in S-Richtung durch das Kaltwalzen. Das Ziel der Manipulation der Mikrostruktur in den UFG-Korngrößenbereich ist eine Änderung der mechanischen Eigenschaften. Die Messung der (Mikro)härte nach Vickers mit einem Prüfgewicht von 0,1 kg (HV 0,1) erlaubt über einen unkomplizierten Versuchsaufbau und bei einfacher Probenpräparation eine qualitative Überprüfung der Evolution der mechanischen Eigenschaften durch das Kaltwalzen. Während die Härte technologisch häufig nicht von besonderem Interesse ist, so besteht meist ein Zusammenhang zur Festigkeit und Duktilität des Materials. Härtemessungen werden daher häufig zur Untersuchung von SPD verformten Materialien eingesetzt und bieten die Möglichkeit, das für diese Arbeit hergestellte Material mit Härten für Wolfram verschiedener Mikrostrukturen aus der Literatur zu vergleichen.

Abbildung 4.8 zeigt den Verlauf der Härtewerte nach Vickers [HV 0,1] über den Umformgrad der verschieden stark gewalzten Wolframbleche. Dabei sind die Mittelwerte aus jeweils mindestens sechs Härtemessungen an den beiden Kanten der Bleche (T- und L-Richtung) dargestellt und zum Vergleich die Härten von Wolfram unterschiedlicher Mikrostrukturen aus der Literatur aufgezeigt (siehe Abbildung 2.12, Stand der Technik). W1000 besitzt mit 592 HV0,1 bereits eine Härte vergleichbar zu der von ECAP prozessiertem Wolfram [76,77,101,102] und liegt damit auch deutlich über Härtewerten für grobkörniges, warmverformtes Wolfram [77,102–104]. Diese Härtewerte passen zu der bereits recht feinen Mikrostruktur des W1000 Bleches mit einer mittleren Korngröße von 790 nm, auch wenn die Korngrößenverteilung (Abbildung 4.3(b)) eine Mikrostruktur mit vielen Körnern außerhalb des UFG-Bereiches ($> 1 \mu\text{m}$) zeigt.

Die Härte steigt mit zunehmendem Umformgrad beim Kaltwalzen zwischen W1000 und W500 erst nur leicht, ab W500 dann deutlich stärker an. Dieser Anstieg ab W500 koinzidiert mit der Mikrostruktur, die ab W500 eine deutlich engere Korngrößenverteilung mit weniger Körnern größer $1 \mu\text{m}$ zeigt. Lediglich das $100 \mu\text{m}$ Blech (Umformgrad $\varphi = 4,01$) erreicht Härtewerte vergleichbar zu Literaturwerten für UFG-Wolfram [6], obwohl auch W300 und W200 bereits mittlere Korngrößen kleiner 500 nm in S-Richtung zeigen. Es muss allerdings beachtet werden, dass die Korngröße bei den gewalzten Blechen sehr anisotrop ist und in L- und T-Richtung keine UFG-Mikrostruktur vorliegt. Abbildung 4.8 zeigt des Weiteren, dass es keine Tendenz bezüglich einer höheren Härte bei Messungen mit Blick in T- oder L-Richtung gibt, obwohl die EBSD Messungen und 3D-Rekonstruktionen einzelner Körner eine deutliche Verlängerung der Körner in Walzrichtung (L-Richtung) zeigen. Dies führt zum Schluss, dass die Kornfeinung in S-Richtung die Verfestigung kontrolliert und das Kaltwalzen trotz dieser eindimensionalen Kornfeinung berechtigt zu den Herstellungsverfahren für UFG-Wolfram gezählt wird.

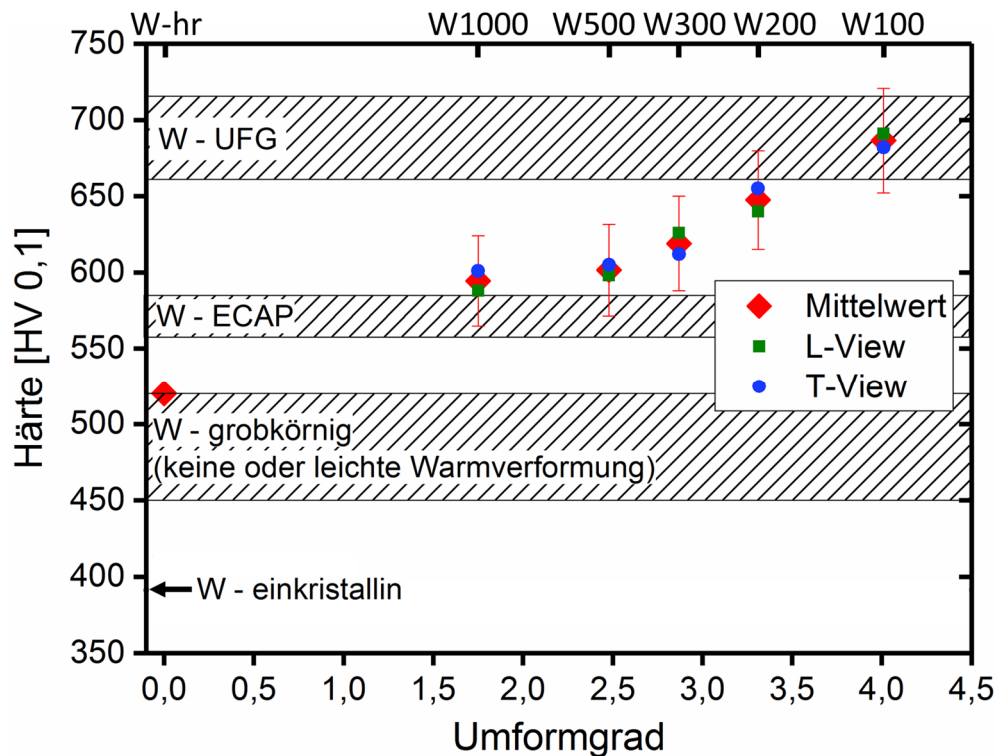


Abbildung 4.8: Härte [HV 0,1] über den Umformgrad für das warmgewalzte sowie die fünf kaltgewalzten Bleche, gemessen mit Blick in L-Richtung (grün), T-Richtung (blau) und dargestellt als arithmetisches Mittel inklusive der Standardabweichung (rot). Die grau markierten Balken fassen die Literaturwerte für Wolfram verschiedener Mikrostrukturen zusammen. Die jeweiligen Quellen befinden sich in der Beschreibung zur Abbildung 2.12 (Kapitel 2.2.2, Stand der Technik).

Festigkeit und Härte zeigen bei der klassischen Kornfeinung häufig eine umgekehrt proportionale Abhängigkeit von der Wurzel der Korngröße d_K . Diese sogenannte Hall-Petch Beziehung kann mittels Auftragung der Härte über die Korngröße in der Form $d_K^{-1/2}$ überprüft werden (siehe Abbildung 4.9). Die korrespondierende Blechdicke ist auf der oberen x-Achse dargestellt. Die lineare Regression wurde dabei lediglich zwischen den Blechen W1000 bis W200 durchgeführt, da diese bei der gleichen Temperatur gewalzt wurden. Der letzte Walzschrift auf W100 wurde bei einer niedrigeren Walztemperatur durchgeführt und W100 weist, den Ergebnissen von Kapitel 4.2.1 vorweggenommen, eine deutlich erhöhte Versetzungsdichte auf, während die Versetzungsdichten der Bleche W1000 bis W200 relativ konstant bleibt. Die Härte folgt der Hall-Petch Beziehung nach der Geradengleichung der linearen Regression:

$$HV(d_K) = 109,5 \cdot d_K^{-1/2} + 459,7 \quad (4.1)$$

Der Hall-Petch Koeffizient von $109,5 \text{ kg}\sqrt{\mu\text{m}}/\text{mm}^2$ entspricht $1,073 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und stimmt gut mit Literaturwerten von rund $0,996 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für Wolfram überein [146]. Eine Extrapolation zu der Korngröße von W100 zeigt, dass die Abschätzung der Härte über Hall-Petch auch die Härte dieser bei niedrigen Temperaturen gewalzten Bleche mit hoher Versetzungsdichte noch zufriedenstellend beschreibt. Folglich kann die Korngröße als der dominierende Faktor bei der Beeinflussung der Härte durch das Kaltwalzen angesehen werden. Die Extrapolation zu Korngrößen in der Größenordnung weniger Mikrometer ergibt Härtwerte, die mit Literaturwerten für grobkörniges Wolfram korrelieren [77,102–104]. Die Gleichung (4.1) kann im Umkehrschluss auch genutzt werden, um die Korngröße in S-Richtung aus Härtemessungen abzuschätzen, ohne für jedes neue Blech eine deutlich aufwendigere EBSD Analyse durchführen zu müssen.

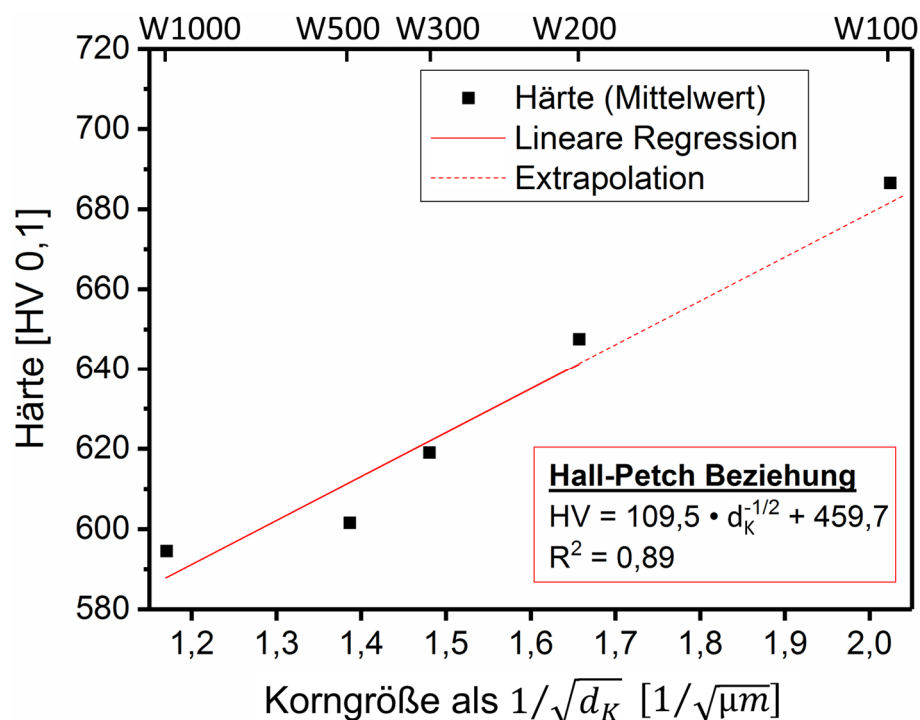


Abbildung 4.9: Vickershärte [HV 0,1] über Korngröße (als $d_K^{-1/2}$), inklusive der korrespondierenden Blechdicken (obere x-Achse). Die Hall-Petch Beziehung ergibt sich aus der linearen Regression der Datenpunkte.

4.1.2 Thermische Stabilität der ultrafeinkörnigen Mikrostruktur

Die mechanischen Eigenschaften der kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen Wolframbleche beruhen zu einem großen Teil auf deren besonderen Mikrostruktur. Die Kornfeinung führt allerdings nicht nur zur Änderung der mechanischen Eigenschaften, sondern auch zu einer Erhöhung der in den Werkstoff eingebrachten Verformungsenergie. Dadurch kommt es zu einer Störung des thermodynamischen Gleichgewichts und einer Erhöhung der treibenden Kräfte der Erholung und Rekristallisation, was die thermische Stabilität des Gefüges reduziert [110,111]. Bei Körnern von wenigen hundert Nanometern oder kleiner gewinnt, durch die hohe Dichte und die geringeren Krümmungsradien der Korngrenzen, die in den Korngrenzen gespeicherte Energie immer weiter an Bedeutung. Des Weiteren weist ein solches ultrafeinkörniges (UFG) oder nanokristallines (NC) Gefüge, welches durch SPD Verfahren erzeugt wurde, viele Großwinkelkorngrenzen auf, die durch Kornfragmentierung entstanden sind (siehe Kapitel 2.2.1). Es konnte experimentell gezeigt werden, dass solche Großwinkelkorngrenzen eine höhere Energie aufweisen als konventionelle Großwinkelkorngrenzen [147,148], was die Triebkräfte für die Rekristallisation erhöht. Welcher Mechanismus zum Abbau der in der Mikrostruktur gespeicherten Energie führt, hängt von der Versetzungsdichte und der Dichte und Art der Korngrenzen ab.

Um für die in dieser Arbeit verwendeten Wolframbleche einen ersten Eindruck der thermischen Stabilität der Mikrostruktur zu erhalten, wurde an dem Blech mit dem höchsten Umformgrad (W100) eine isochrone Glühreihe (1 h) mit Temperaturen von 600 °C – 2000 °C durchgeführt. Für Details zur Wärmebehandlung sei auf Kapitel 3.1.2 verwiesen. Repräsentative Proben dieser Glühreihe dienten zur Untersuchung der Auswirkung von Erholung und Rekristallisation auf die mechanischen Eigenschaften (siehe Kapitel 4.3). Umfassende Analysen der Erholung und Rekristallisation von kaltgewalzten 100 µm Blechen, inklusive isothermer Glühreihen zur Bestimmung der Aktivierungsenergie der Rekristallisation, finden aktuell im Rahmen weiterer Promotionen in unserer Arbeitsgruppe statt. Für weitere Ergebnisse sei auf die Masterarbeit von Karcher verwiesen [149].

Abbildung 4.10 zeigt die EBSD Analyse der isochronen Glühreihe bei ausgewählten Temperaturen als IPF-Darstellungen (Blick in T-Richtung). Als Referenz ist das kaltgewalzte 100 µm Blech im Ausgangszustand (ohne Wärmebehandlung) dargestellt. Während nach Glühung bei 600 °C noch keine Änderung der Mikrostruktur zu erkennen ist, ist bei 900 °C die Mikrostruktur schon deutlich grobkörniger. Das lamellare Gefüge und die bekannte Textur vom Kaltwalzen bleiben bei beiden Temperaturen erhalten. Diese Tendenz setzt sich bis zu einer Glühtemperatur von 1200 °C fort. Ab 1400 °C kommt es zu ausgeprägtem Kornwachstum und zur Gefügeneubildung, so dass weder die ursprünglich lamellare Walzstruktur noch die Walztextur zu erkennen sind. Der Eindruck vom gradientenfreien

Korninneren in der IPF Abbildung lässt schließen, dass spätestens bei 1200 °C das Gefüge bereits vollständig rekristallisiert ist.

Dieser Eindruck wird von einem qualitativen Vergleich der CIs (confidence indices) der einzelnen EBSD Messungen gestützt (siehe Anhang, Abbildung A.7). Der CI ist ein Maß für die Verlässlichkeit bei der Indizierung der Kikuchipattern während der EBSD Auswertung und umfasst Werte von null bis maximal eins. Er kann zur Abschätzung der Erholung und Rekristallisation herangezogen werden, da rekristallisierte Körner aufgrund ihres gradientenfreien Korninnerem höhere CIs aufweisen und sich daher verlässlich indizieren lassen [150]. Der Vergleich des Ausgangszustandes mit den bei 600 °C und 1200 °C wärmebehandelten Proben in Abbildung A.7 (siehe Anhang) zeigt, dass die CIs mit zunehmender Glühtemperatur deutlich zunehmen. Während im Ausgangszustand nur vereinzelte Körner einen hohen CI aufweisen, führt bereits eine Wärmebehandlung bei 600 °C zur großflächigen Zunahme der CIs. Dabei existieren aber noch immer Bereiche mit schlechter Indizierung und nur wenige Körner weisen einen CI nahe eins auf (ungestörtes Korninneres). Das bei 1200 °C wärmebehandelte Gefüge zeigt durchgehend hohe CIs und viele Körner weisen einen CI nahe eins auf, was auf ein rekristallisiertes Gefüge hindeutet. Schattierungen innerhalb der Körner in der EBSD Abbildung 4.10, wie sie bei 1400 °C und insbesondere bei 1800 °C zu sehen sind, weisen für gewöhnlich auf Deformationsgradienten hin, welche hier aufgrund des offensichtlich rekristallisierten Gefüges aber ausgeschlossen werden. Die Ursache für die Schattierungen liegt vermutlich in der Probenpräparation. Alle Proben wurden im Paket geschliffen und poliert, wobei die extremen Zustände nach 1400 °C und 1800 °C deutlich weicher sind als die weniger stark geglühten Proben. Dies führte zu einer schlechteren Politur der Oberfläche und damit zu schlechteren EBSD Aufnahmen.

Das Gefüge nach der Wärmebehandlung von einer Stunde bei 1200 °C weist bereits erste, bei der Rekristallisation zu erwartenden [151], globulare Körner auf. Allerdings dominiert noch immer die vom Kaltwalzen bekannte lamellare Struktur, wobei die Körner deutlich dicker als im Ausgangszustand sind. Daneben ist die vom Kaltwalzen bekannte Textur weiterhin zu erkennen. Dies ist nicht ungewöhnlich, da die Rekristallisationstextur bekanntermaßen mit der Deformationstextur eng zusammenhängen kann [152]. Für das durch die Rekristallisation nach einer Stunde bis 1200 °C entstanden größtenteils lamellare Gefüge sind zwei Mechanismen denkbar. Primäre Rekristallisation mit geführtem Keimwachstum oder Kornwachstum ohne vorherige Keimbildung. Im Falle einer klassischen, primären Rekristallisation müsste die Keimwachstumsrichtung sich an der lamellaren Struktur orientieren, damit weiterhin das lamellare Gefüge erkennbar ist. Gründe hierfür können ungünstige Kristallorientierungen sein, die das Keimwachstum in S-Richtung beschränken, während der Keim in der Plattenebene deutlich länger wachsen kann ohne auf ein Nachbarkorn zu treffen. Daneben können auch Verunreinigungen auf den Korngrenzen ein Wachstum entlang der bereits bestehenden Lamellen begünstigen.

Alternativ zu dieser primären Rekristallisation ist es denkbar, dass es durch die hohe gespeicherte Energie in Form von Gitterfehlern in den Körnern zu einer so starken Erholung kommt, dass im Anschluss die primäre Rekristallisation keine ausreichend hohe Triebkraft mehr besitzt. Anstelle der Kornneubildung kommt es dann zu einem kontinuierlichen Kornwachstum stark erholter und weitgehend versetzungsfreier Körner mit günstiger Orientierung. Ein ähnliches Verhalten wurde auch bereits in der Literatur an ferritischem und austenitischem Stahl nachgewiesen [153,154] und von Prangnell et al. [145] an stark verformtem Aluminium mit lamellarer Mikrostruktur sowohl experimentell nachgewiesen als auch simuliert. Die Triebkraft ist hierbei die hohe Anzahl an Korngrenzen und die über diese in der UFG-Struktur gespeicherte Energie. Das Resultat der starken Erholung, gefolgt vom kontinuierlichen Kornwachstum während der Glühung ist ein Abbau der im Korn gespeicherten Versetzungen und eine Kornvergrößerung ohne die signifikante Änderung der Textur des Gefüges. Dies würde sich mit den Beobachtungen an den bis 1200 °C wärmebehandelten Gefügen decken. Um zu klären, welcher Mechanismus tatsächlich zur Kornvergrößerung führt, müssen Studien mit verschiedenen, insbesondere kürzeren, Glühdauern durchgeführt werden.

Unabhängig vom Mechanismus, welcher zu der beobachteten Kornvergrößerung führt, soll in dieser Arbeit der Einfluss dieser Gefügeänderungen auf das mechanische Verhalten untersucht werden. Härtemessungen auf den Kanten der geglühten Bleche geben dazu einen ersten Eindruck. Abbildung 4.11 zeigt den Verlauf der Härte über die Glüh-temperatur und korreliert diesen mit dem Verlauf der Korngröße in S-Richtung aus den EBSD Messungen. Detailliertere Verläufe für die Korngröße (Abbildung A.5) und die Härte (Abbildung A.6) finden sich im Anhang. Die dargestellten Messwerte stellen Mittelwerte und dazugehörige Standardabweichungen aus jeweils sechs Härtemessungen, beziehungsweise drei EBSD-Messungen dar.

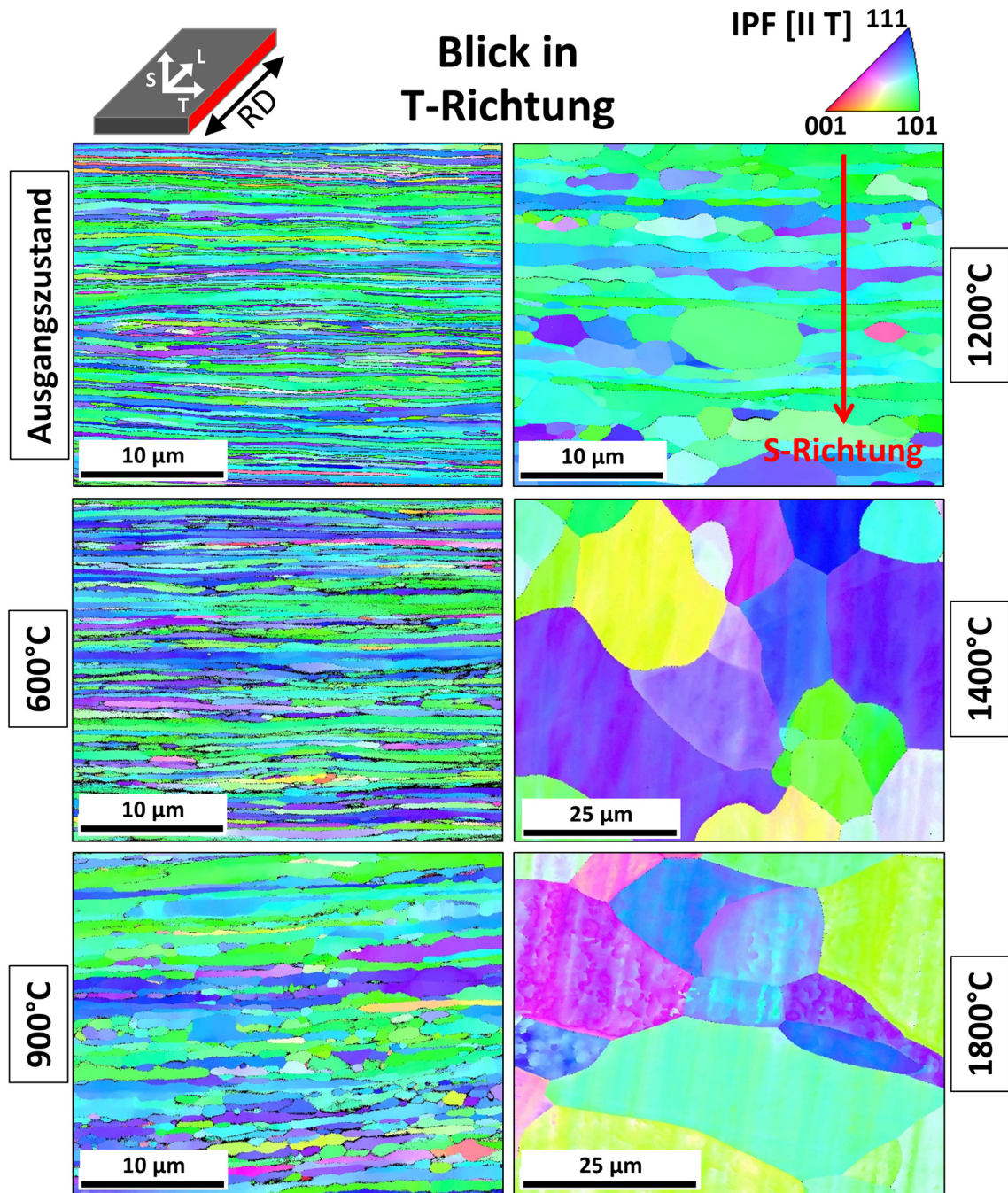


Abbildung 4.10: Gefügeentwicklung bei der isochronen Wärmebehandlung (1h) zwischen 600 °C und 1800 °C. Die Abbildungen zeigen IPF-Darstellungen der EBSD-Messungen an den Kanten der Bleche mit Blick in T-Richtung, um mögliche Veränderungen der UFG-Mikrostruktur aufzulösen.

Während die Härte bei 600 °C bereits von rund 690 HV_{0,1} auf 665 HV_{0,1} deutlich abgenommen hat, zeigt sich noch keine Veränderung der Korngröße. Die Härteabnahme wird folglich auf Erholungsvorgänge und den damit einhergehenden Abbau von versetzungsinduzierten Spannungen innerhalb der Körner zurückgeführt. Oberhalb von 700 °C nimmt die Härte über die Temperatur stetig bis auf 425 HV_{0,1} bei 1600 °C ab und bleibt für höhere Temperaturen konstant. Dieser Härtewert stimmt mit der aus der Literatur bekannten Härte von rekristallisiertem Wolfram (410 HV_{0,1} [76]) gut überein. Nach einer Stunde bei 1200 °C - 1300 °C fällt die Härte bereits auf typische Werte für warmgewalztes Wolfram [102] ab und die Eigenschaftsänderungen durch das Kaltwalzen werden neutralisiert. Der Härteverlauf zeigt einen relativ konstanten Abfall der Härte zwischen 700 °C und 1600 °C und damit keinen scharfen Übergang zwischen erholtem und vollständig rekristallisiertem Gefüge, wie es für einen weniger stark verformten Werkstoff zu erwarten wäre [151]. Dies kann als weiterer Hinweis für ein kontinuierliches Kornwachstum gewertet werden.

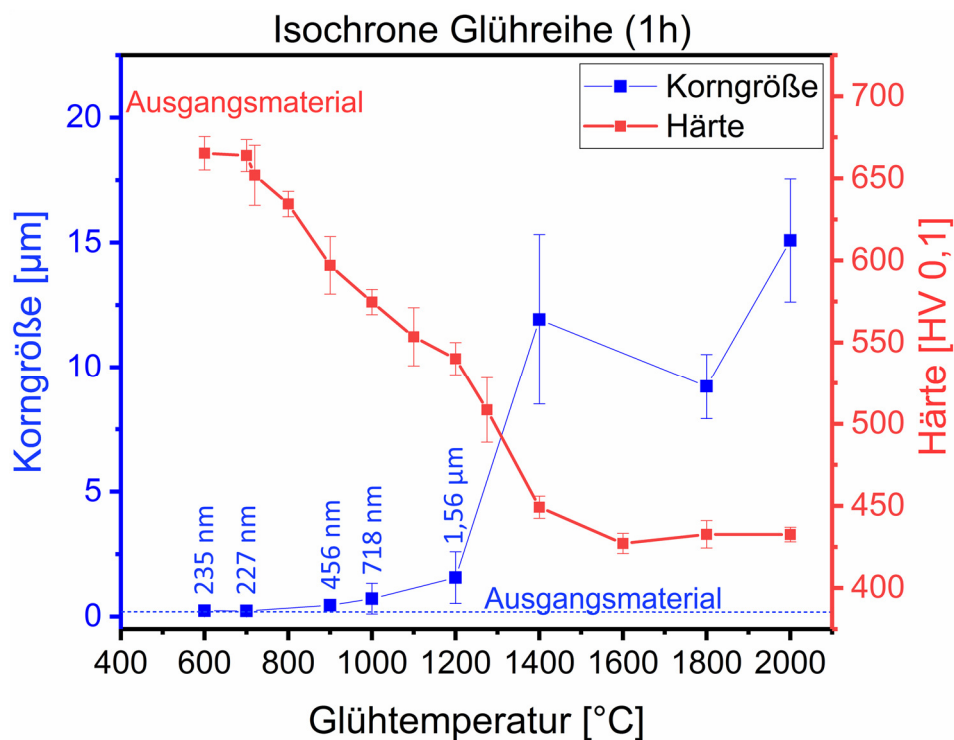


Abbildung 4.11: Evolution der Korngröße in S-Richtung (blau) und Abnahme der Härte (rot) in Abhängigkeit der Glühtemperatur isochron (1 h) geglühter 100 µm Bleche (Umformgrad $\varphi = 4,01$). Die Korngröße wurde anhand von EBSD-Daten mittels Linienschnittverfahren senkrecht zur Walzebene ausgewertet. Die Härte wurde mittels Vickersprüfung [HV 0,1] an den Kanten der Bleche bestimmt und gestrichelt ist die Härte des Ausgangszustandes vor der Wärmebehandlung dargestellt. Die dargestellten Messwerte stellen Mittelwerte und Standardabweichungen aus jeweils sechs Härtemessungen, beziehungsweise drei EBSD-Messungen dar.

Zusammenfassung

Die Glühreihe erlaubt die thermische Stabilität des UFG-Gefüges der kaltgewalzten 100 µm Bleche abzuschätzen. Bis 700 °C kommt es nach einer Wärmebehandlung von einer Stunde ausschließlich zu einer Erholung, was zur Verringerung der Härte ohne eine Änderung der Korngröße führt. Für Glühtemperaturen bis 1200 °C ist eine Kornvergrößerung unter Konservierung der lamellaren Struktur und Walztextur beobachtet. Diese könnte auf die primäre Rekristallisation mit geführtem Kornwachstum oder das Wachstum der bereits bestehenden Korngrenzen ohne Keimbildung zurückzuführen sein. Bei Temperaturen über 1400 °C kommt es zur Neubildung des Gefüges mit globularen Körnern größer 10 µm und weder die Walzstruktur noch die Walztextur des Ausgangszustandes sind noch zu erkennen. Die Glühreihe bildet die Grundlage zur Untersuchung der thermischen Stabilität der mechanischen Eigenschaften in Kapitel 4.3 und erlaubt auch für die Diskussion der Hochtemperaturversuche den Einfluss der mikrostrukturellen Änderungen auf die mechanischen Eigenschaften abschätzen. Bezüglich der Rekristallisationsmechanismen kann auf Grundlage dieser isochronen Glühreihe lediglich spekuliert werden. Insbesondere eine mögliche Keimbildung im UFG-Gefüge ist schwer nachzuweisen und verlangt Versuchsreihen mit deutlich kürzeren Glühzeiten. Diesbezügliche Untersuchungen, sowie die Bestimmung der Aktivierungsenergie der Erholung und Rekristallisation aus isothermen Glühreihen werden in aktuell laufenden Arbeiten am Institut weiterverfolgt.

Zusammenfassung Kapitel 4.1: Mikrostrukturanalyse

Basierend auf den vorgestellten Ergebnissen zur Basisanalyse lassen sich die wichtigsten Eigenschaften der Mikrostruktur für die kaltgewalzten Bleche, sowie für deren thermische Stabilität wie folgt zusammenfassen:

- (1) Das Gefüge erfährt durch das sukzessive Kaltwalzen eine stetige (eindimensionale) Kornfeinung bis weit in den UFG-Bereich. Für das 100 μm Blech (Umformgrad $\varphi = 4,01$) wird eine Korngröße von 240 nm in S-Richtung erreicht.
- (2) Die Kornfeinung durch das Kaltwalzen geht mit einer Erhöhung der Anzahl an Großwinkelkorngrenzen einher, während die Anzahl an Kleinwinkelkorngrenzen weitestgehend konstant bleibt. Damit steigt der Anteil an Großwinkelkorngrenzen mit zunehmendem Umformgrad.
- (3) Alle kaltgewalzten Bleche zeigen eine ausgeprägte Texturierung mit bevorzugten Orientierungen aus den α - und γ -Fasern. Mit steigendem Umformgrad verstärkt sich zunehmend die (001) \langle 110 \rangle Textur (gedrehte Würfellage).
- (4) Eine stetige Erhöhung der Härte mit dem Umformgrad weist auf eine Veränderung der mechanischen Eigenschaften durch die eindimensionale Kornfeinung hin. Für das 100 μm Blech wird eine Härte vergleichbar zu Literaturwerten für UFG-Wolfram bestätigt.
- (5) Wärmebehandlung von 600 $^{\circ}\text{C}$ für eine Stunde führen bereits zu einer starken Erholung ohne die Korngröße zu verändern. Für Wärmebehandlungen ab 900 $^{\circ}\text{C}$ kommt es zu einer erkennbaren Kornvergrößerung und das bei 1200 $^{\circ}\text{C}$ geglühte Gefüge ist vollständig rekristallisiert.

Basierend auf diesen Ergebnissen lässt sich folgern, dass die für diese Arbeit hergestellte Probenreihe für die Untersuchung der Entwicklung der mechanischen Eigenschaften und Deformationsmechanismen der plastischen Verformung über den Umformgrad geeignet ist. Da die Bleche mit unterschiedlichen Umformgraden alle aus einem einzigen Sinterling gewalzt wurden und die chemische Analyse keine Änderung der Zusammensetzung durch das Kaltwalzen zeigt, sollten sich Änderungen der mechanischen Eigenschaften allein mit den oben genannten Charakteristika der Mikrostruktur korrelieren lassen. Die wichtigsten Kennwerte der verschiedenen Bleche sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst.

Tabelle 4.1: Übersicht über die wichtigsten Eigenschaften der für die mechanischen Prüfverfahren ausgewählten Proben.

* gesintert (si), warmgewalzt (hr), kaltgewalzt (cr)

** Kaltwalz-Umformgrad in Bezug zur Blechdicke nach dem Warmwalzen

Nomenklatur	Verarbeitung Material*	Blechdicke [μm]	Umformgrad ϕ^{**}	Korngröße (S-Richtung) [μm]	Härte [HV 0,1]
Kaltgewalzte Bleche					
W1000	si + hr + cr	960	1,75	0,73	595
W500	si + hr + cr	459	2,48	0,52	602
W300	si + hr + cr	311	2,87	0,46	619
W200	si + hr + cr	200	3,31	0,36	648
W100	si + hr + cr	100	4,01	0,24	687
Glühreihe					
W100-1h-600°C	W100 + 1h/600°C	100	-	0,24	665
W100-1h-900°C	W100 + 1h/900°C	100	-	0,46	652
W100-1h-1200°C	W100 + 1h/1200°C	100	-	1,56	597
Referenz					
W-si	si	1000	-	10,7	370
W-hr	si + hr	500	-	3,45	520
W-rx	W1000 + 1h/2000°C	1000	-	130	411

4.2 Verformungsmechanismen: Direkte Hinweise mittels analytischer Methoden

Die im vorherigen Kapitel zusammengefassten Charakteristika der Gefüge von unterschiedlich stark kaltgewalzten Wolframblechen (siehe Tabelle 4.1) beschränkten sich auf die mit EBSD erfassbare Kornstruktur und Textur. Diese Erkenntnisse sollen mittels XRD und hochauflösender Elektronenmikroskopie (STEM, HR-EBSD) um Informationen zu den Versetzungsstrukturen im kaltgewalzten Ausgangszustand ergänzt werden. Die Kombination der Ergebnisse aus der Gefügeanalyse mit den Informationen zu den Versetzungsstrukturen soll als Grundlage der Diskussion des mechanischen Verhaltens und der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen in Kapitel 4.3 dienen. Des Weiteren werden stichprobenartige HR-EBSD und STEM Untersuchungen an Zugproben durchgeführt, um die Versetzungsstrukturen nach der mechanischen Prüfung bei verschiedenen Temperaturen aufzulösen.

4.2.1 Einfluss des Umformgrades auf die Versetzungsstrukturen

Die Untersuchungen zum Einfluss des Umformgrades auf die Versetzungsstrukturen sind entsprechend der verwendeten Verfahren unterteilt. Mittels XRD wird die Versetzungsdichte in drei repräsentativen kaltgewalzten Zuständen gemessen sowie der Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Versetzungsdichte ermittelt. HR-EBSD und STEM Messungen mit Blick in T-Richtung sollen diese Informationen um die lokale Verteilung der Versetzungen in den Körnern ergänzen.

XRD: Quantitativer Vergleich der Versetzungsdichte

Um die Versetzungsdichte quantitativ zu erfassen, wurden die drei Bleche W1000, W200 und W100 mit einem Röntgendiffraktometer vermessen. In Abbildung 4.12(a) sind die XRD-Spektren der drei Messungen vergleichend gegenüber gestellt und die für die Peaks verantwortlichen Netzebenen indiziert. Die Spektren beinhalten eine Hintergrundkorrektur und eine Glättung der Daten (siehe Kapitel 3.2.1) und wurden für eine vergleichende Darstellung entlang der γ -Achse verschoben.

Zur Identifizierung der Peaks wurden die Beugungswinkel 2θ der niedrig indizierten Netzebenen nach der Bragg-Gleichung (Gleichung (3.1)) berechnet, wobei der Netzebenenabstand d_{hkl} im kubisch-raumzentrierten Gitter von der Gitterkonstante a_0 nach $d_{hkl} = a_0/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ [34] abhängt.

$$\theta[\text{rad}] = \arcsin\left(\frac{\lambda}{2d_{hkl}}\right)$$

$$\Leftrightarrow 2\theta[^\circ] = \frac{360}{\pi} \arcsin\left(\frac{\lambda\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2a_0}\right) \quad (4.2)$$

Die daraus resultierenden Reflexpositionen 2θ der niedrig indizierten Netzebenen sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst. Dabei wurde für die Gitterkonstante des Wolframs bei Raumtemperatur $a_0 = 3,165 \text{ \AA}$ [94] verwendet und die Wellenlänge der verwendeten Cu-K α Strahlung vereinfacht als $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ angenommen.

Tabelle 4.2: Netzebenenabstände (d_{hkl}) niedrig indizierter Netzebenen in Wolfram und Beugungswinkel (2θ) bei der Röntgenbeugung mit Cu-K α Strahlung. Die kinematisch verbotenen Reflexe (siehe unten) sind ausgegraut.

Netzebene (hkl)	d_{hkl} [Å]	2θ [°]
(100)	3,165	28,17
(110)	2,238	40,27
(111)	1,827	49,86
(200)	1,583	58,263
(211)	1,292	73,19
(220)	1,119	87,00
(310)	1,001	100,64
(222)	0,9137	114,94
(321)	0,8459	131,19

Neben der Verwendung des XRD-Spektrums zur Bestimmung der Versetzungsdichte aus der Peakverbreiterung, lassen sich aus der Position und Intensität der Reflexe auch Informationen bezüglich der vorliegenden Textur gewinnen und mit den Ergebnissen der Texturbestimmung aus der EBSD-Analyse (siehe Abbildung 4.7) vergleichen. Dabei muss beachtet werden, dass keine Eichmessungen an entsprechend orientierten Einkristallen durchgeführt wurden und nicht alle Netzebenenscharen bei der Röntgenbeugung am krz Gitter zu dem von der Bragg-Gleichung vorhergesagten Reflex führen. So findet sich in

den Diffraktogrammen in Abbildung 4.12(a) beispielsweise weder der (100) Reflex, noch der (111) Reflex, welche laut der Texturbestimmung mittels EBSD besonders häufig vorkommen sollten. Der Grund dafür ist, dass die Erfüllung der Bragg-Gleichung eine notwendige, aber keine hinreichende Bedingung für Beugung und positive Interferenz ist. Während für kubisch-primitive Gitter alle Reflexe erscheinen, verschwinden bei der Beugung an kubisch-raumzentrierten Gittern aufgrund der Anordnung der Atome in den Netzebenen alle Reflexe von Netzebenenscharen (hkl) mit $h + k + l = \text{ungerade}$. Die Reflexe gelten als kinematisch verboten. Zur Erklärung auf Grundlage des Strukturformfaktors sei auf die Literatur verwiesen [155].

Der qualitative Vergleich der Diffraktogramme in Abbildung 4.12(a) zeigt, dass eine stärkere Umformung zu einer stärker ausgeprägten Textur führt. Während die Vielzahl an verschiedenen Reflexen bei der W1000 Probe ($\varphi = 1,75$) noch auf viele verschieden orientierte Kristalle zurückschließen lässt, nimmt deren Anzahl mit zunehmendem Umformgrad stetig ab. In der W100 Probe ($\varphi = 4,01$) finden sich schließlich mit den dominierenden (200) und (211) Reflexen lediglich Reflexe der α -Faser. Insbesondere der stark ausgeprägte (200) Reflex bestätigt die Interpretation der EBSD-Ergebnisse im vorherigen Kapitel bezüglich der Texturierung hin zur (100)<110>-Textur. Dabei muss beachtet werden, dass sich aufgrund des kinematisch verbotenen (111) Reflexes keine gesicherte Aussage bezüglich einer Veränderung der γ -Faser durch das Kaltwalzen treffen lässt.

Um aus den XRD Spektren die Versetzungsdichte zu bestimmen, muss die Verbreiterung der Peaks analysiert werden (siehe Kapitel 3.2.1). Die Peakverbreiterung ist in Abbildung 4.12(b), einer vergrößerten Darstellung eines Teils der Spektren aus Abbildung 4.12(a), zu erkennen. Die Peakbreiten der W1000 und W200 Proben unterscheiden sich optisch nur geringfügig, während die Reflexe der W100 Probe deutlich breiter sind. Die um das Geräteprofil und den Cu-K_β Anteil korrigierten Daten wurden bezüglich der Mikrodehnungen mittels Rietveld Verfeinerung ausgewertet und daraus die Versetzungsdichte berechnet. Die Änderung der Versetzungsdichte über den Umformgrad der drei untersuchten Proben ist in Abbildung 4.13 dargestellt.

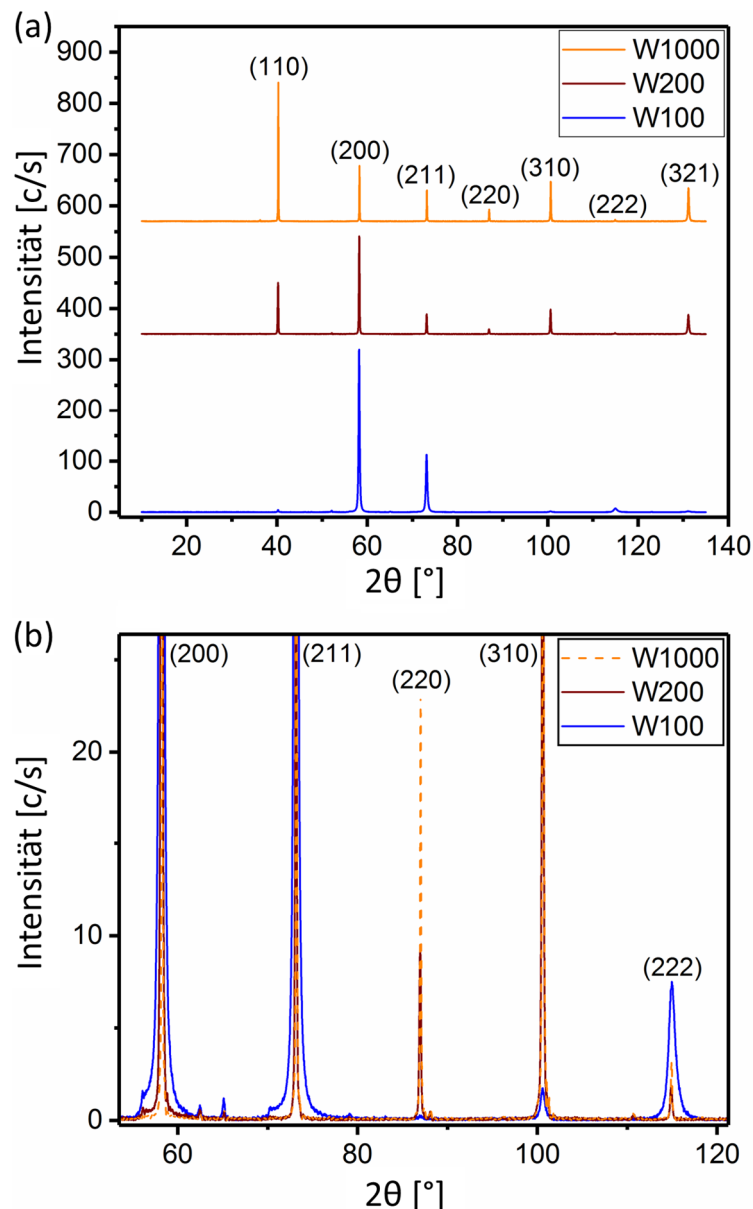


Abbildung 4.12: Vergleich der Röntgendiffraktogramme dreier kaltgewalzter Wolframbleche mit verschiedenen Umformgraden im Ausgangszustand: W1000 ($\varphi = 1,75$), W200 ($\varphi = 3,31$) und W100 ($\varphi = 4,01$). (a) zeigt die kompletten Diffraktogramme, die zur besseren Vergleichbarkeit entlang der y-Achse verschoben wurden sowie die Indizierung der Reflexe auf Grundlage von Tabelle 4.2. (b) verdeutlicht die Peakverbreiterung mittels einer vergrößerten Darstellung der überlagerten Spektren.

Die W1000 und W200 Proben zeigen, trotz der unterschiedlich starken Umformung und der einhergehenden Kornfeinung (siehe EBSD, Abbildung 4.4), Versetzungsdichten in der gleichen Größenordnung von rund 10^{13} $1/m^2$. Es ist dabei lediglich ein geringer Anstieg der Versetzungsdichte von W1000 zu W200 zu beobachten. Beim Kaltwalzen von W200 zu W100 kommt es hingegen zu einem Anstieg der Versetzungsdichte um eine

Größenordnung, obwohl die Kaltumformung im Vergleich zur Umformung von W1000 auf W200 geringer ausfällt. Der starke Anstieg der Versetzungsdichte im letzten Walzschrift wird daher nicht allein auf die fortschreitende Umformung zurückgeführt, sondern auf die Änderung der Walztemperatur im letzten Walzschrift (siehe Tabelle 3.1). Die Walztemperaturen von unter 1000 °C, wie sie für das Kaltwalzen bis 200 µm (W200) verwendet wurden, ermöglichen zwar eine Kornfeinung in den UFG-Bereich, allerdings ändert sich die Versetzungsdichte während der Umformung nur geringfügig. Dieser Effekt wird auf eine ausgeprägte dynamische Erholung durch die verwendeten Walztemperaturen zurückgeführt. Das Kaltwalzen unterhalb von 300 °C, welches für die Umformung des Bleches von 200 µm auf 100 µm Dicke verwendet wurde, unterdrückt die dynamische Erholung hingegen stärker, was zu dem deutlichen Anstieg der Versetzungsdichte im letzten Walzschrift führt. Da lediglich ein Walzschrift bei der für Wolfram sehr niedrigen Umformtemperatur von unter 300 °C durchgeführt wurde, ist eine weitere Erhöhung der Versetzungsdichte bis in einen Sättigungsbereich mittels Kaltwalzen für das UFG-Wolfram denkbar. Eine Studie mit mehreren Walzschriften in diesem Temperaturbereich wird aktuell im Rahmen einer weiteren Dissertation in unserer Arbeitsgruppe durchgeführt.

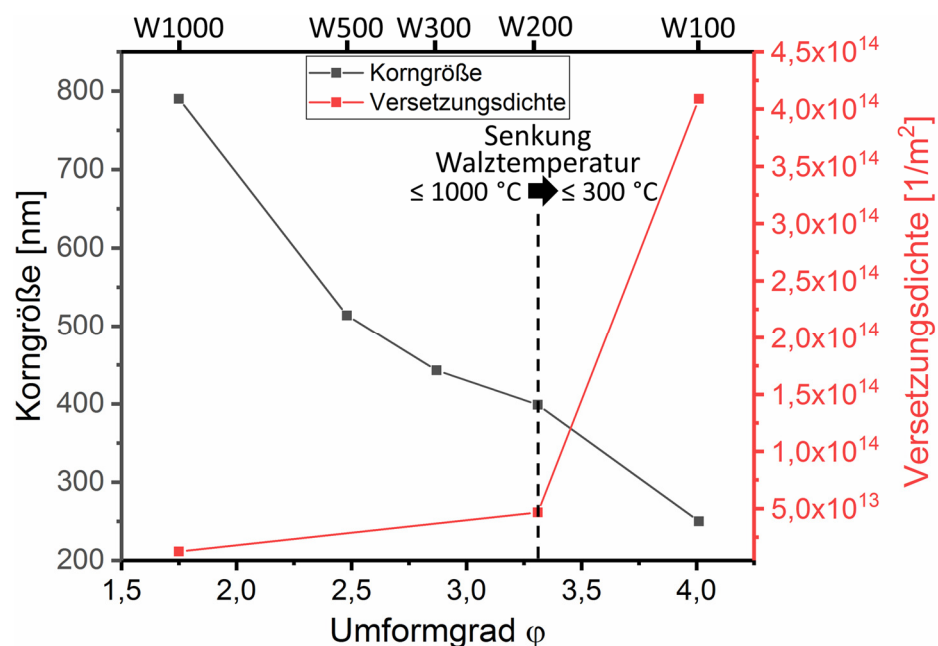


Abbildung 4.13: Versetzungsdichte aus XRD Messungen und Korngröße aus EBSD Analysen (siehe Abbildung 4.4) in Abhängigkeit vom Umformgrad an den kaltgewalzten Blechen W1000, W200 und W100 im Ausgangszustand. Während die Korngröße bereits durch Kaltwalzen unterhalb von 1000 °C von W1000 auf W200 stark reduziert wird, nimmt die Versetzungsdichte nur schwach zu. Erst ein Absenken der Walztemperatur auf kleiner 300 °C für die Herstellung der 100 µm Bleche (W100) führt zu einer starken Erhöhung der Versetzungsdichte.

Da der Anstieg der Versetzungsdichte auf unterschiedliche Walztemperaturen zurückgeführt wird, wurden weitere XRD-Messungen an zwei Proben aus der in Kapitel 4.1.2 beschriebenen Glühreihe durchgeführt. Dazu wurden als repräsentative Proben die jeweils für eine Stunde bei 600 °C und 1200 °C geglühten 100 µm Bleche untersucht. Die bei 600 °C geglühten Proben wiesen bei der EBSD Untersuchung (Abbildung 4.11) keine Änderung der Korngröße auf, während die bei 1200 °C geglühten Proben bereits eine deutliche Kornvergrößerung zeigten.

Die Röntgendiffraktogramme der XRD-Messungen an den beiden 100 µm Blechen mit unterschiedlichen Wärmebehandlungen finden sich im Anhang (Abbildung A.10). Der Vergleich der Diffraktogramme mit dem 100 µm Blech im Ausgangszustand zeigt eine höhere Intensität der (200) und (211) Reflexe, was auf eine Verstärkung der Textur mit zunehmender Glüh Temperatur bis 1200 °C hindeutet. Aufgrund der kinematisch verbotenen Reflexe kann bezüglich der Texturteilung aber keine gesicherte Aussage getroffen werden.

Die Auswertung der Versetzungsdichte aus der Peakverbreiterung mittels der Rietveld Verfeinerung zeigt, dass eine Wärmebehandlung von einer Stunde bei 600 °C bereits zu einer starken Abnahme der Versetzungsdichte auf einen Wert in der Größenordnung der 200 µm Bleche im Ausgangszustand führt (siehe Abbildung 4.14). Die stark erholte Versetzungsdichte vom Kaltwalzen bei unter 300 °C im letzten Walzschrift wurde wieder abgebaut. Da die Korngröße aus den EBSD Messungen für die bei 600 °C geglühte Probe keine Veränderung zeigte (siehe Abbildung 4.11), kann die Abnahme der Versetzungsdichte auf eine stark ausgeprägte statische Erholung zurückgeführt werden. Eine Wärmebehandlung für eine Stunde bei 1200 °C führt, neben der deutlichen Kornvergrößerung, zu einer weiteren Abnahme der Versetzungsdichte auf einen Wert von rund 10^{11} 1/m². Die Versetzungsdichte liegt damit erwartungsgemäß deutlich unterhalb derer für die kaltgewalzten Wolframbleche.

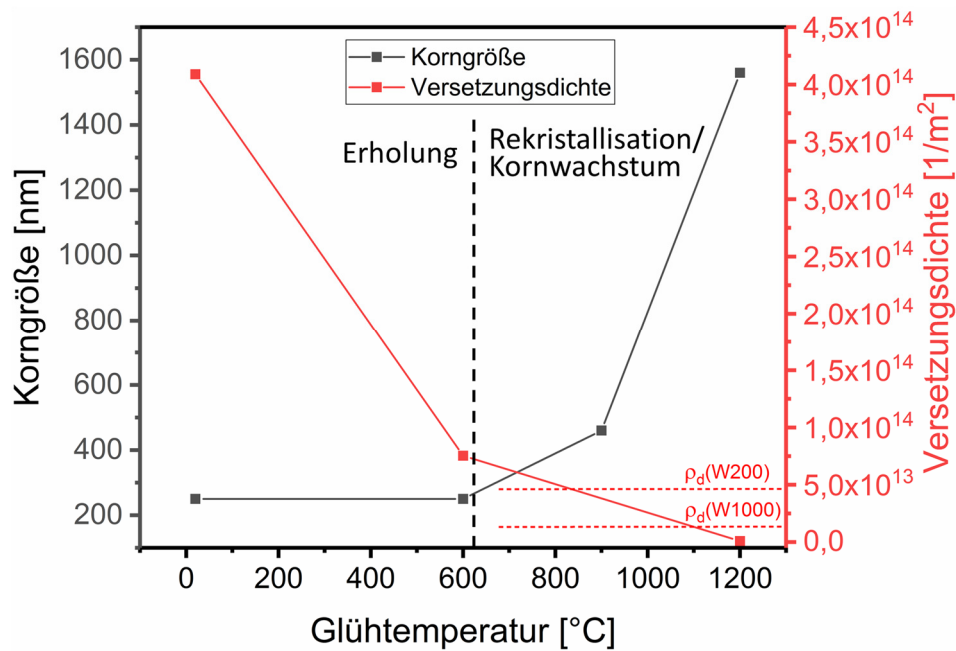


Abbildung 4.14: Versetzungsdichte aus XRD Messungen und Korngröße aus EBSD Analysen (siehe Abbildung 4.11) in Abhängigkeit der Glühtemperatur an wärmebehandelten 100 μm Blechen. Die Versetzungsdichten wurden an 100 μm Blechen im Ausgangszustand und an jeweils einer für eine Stunde bei 600 $^{\circ}\text{C}$ und 1200 $^{\circ}\text{C}$ geglühten Probe gemessen. Als Referenz sind die Versetzungsdichten (ρ_d) des W200 und W1000 Bleches im Ausgangszustand eingetragen.

Zusammengefasst haben die XRD Messungen gezeigt:

- (1) Das 100 μm Blech weist im Vergleich zu den anderen kaltgewalzten Blechen eine deutlich erhöhte Versetzungsdichte auf.
- (2) Die Versetzungsdichte wird, im Gegensatz zur Korngröße, von der Walztemperatur deutlich stärker beeinflusst als vom Umformgrad.
- (3) Der Grund für die relativ konstante Versetzungsdichte bis auf 200 μm Dicke ist eine dynamische Erholung während dem Walzen.
- (4) Das 100 μm Blech erfährt durch die Glühung für eine Stunde bei 600 $^{\circ}\text{C}$ eine stark ausgeprägte statische Erholung. Dies stimmt mit der Vermutung der unterschiedlich starken dynamischen Erholung beim Kaltwalzen mit verschiedenen Walztemperaturen überein.

Die XRD-Messungen erfassen die Versetzungsdichte quantitativ über ein großes Probenvolumen. Daher lassen sich mit dieser Methode keine Aussagen zur Anordnung der Versetzungsstrukturen bestimmen. Verfahren mit höherer Ortsauflösung wie HR-EBSD und TEM ermöglichen die lokal Auflösung der Versetzungsstrukturen.

HR-EBSD: Vergleich der GND-Dichteverteilung

HR-EBSD kombiniert die gute laterale Auflösung des EBSD-Verfahrens mit einer hohen Winkelauflösung der relativen Misorientierungsunterschiede über die Auswertung der Kikuchipattern mittels Kreuzkorrelation. Damit lässt sich unter anderem die Dichteverteilung von geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs) innerhalb der Körner berechnen und darstellen. Die Messungen und Auswertungen wurden während eines Forschungsaufenthaltes an der University of Oxford in Kooperation mit Prof. Angus Wilkinson und Dr. David Collins durchgeführt. Die Bestimmung der relativen Orientierungsunterschiede und die Methodik zur Auswertung der GND-Dichteverteilung ist in Kapitel 3.2.2 beschrieben. Es gilt zu beachten, dass lediglich GNDs erfasst werden und nicht wie bei XRD die gesamte Versetzungsdichte.

Da sowohl die Messung als auch die Auswertung sehr zeitintensiv sind, wurden lediglich das 1000 μm und das 100 μm Blech als repräsentative kaltgewalzte Zustände untersucht. Außerdem wurde als Referenz eine Messung an einer rekristallisierten 1000 μm Probe (1h, 2000 $^{\circ}\text{C}$) durchgeführt. Die GND-Dichteverteilung der rekristallisierten Probe ist im Anhang dargestellt (Abbildung A.11(a)). Erwartungsgemäß zeigt das rekristallisierte Gefüge eine sehr niedrige Dichte von GNDs, die sich am unteren Ende der Auflösungsgrenze des HR-EBSD Verfahrens befindet. Besonders heben sich die Korngrenzen als Orte erhöhter Misorientierung hervor und der Tripelpunkt ist gut zu erkennen.

Die Qualität der Auswertung kann über drei Diagramme kontrolliert werden (Abbildung A.11(b)). Die Korn-ID erlaubt zu überprüfen, ob die Körner mittels EBSD erfolgreich identifiziert wurden und welche Positionen als Referenz dienen. Die Peakhöhe (peak height, PH) gibt an, wie gut die Kreuzkorrelation Test- und Referenzpattern in Übereinstimmung bringt. Dabei wird über alle ROIs eines Patterns gemittelt und auf die Kreuzkorrelation des Referenzpatterns mit sich selbst normiert. Werte für PH nahe an 1 sprechen somit für eine gute Übereinstimmung von Test- und Referenzpattern. Mit der mittleren Winkelabweichung (mean angular error, MAE) wird überprüft, wie gut die gemessenen Verschiebungen aus den einzelnen ROIs an einer bestimmten Stelle mit der berechneten Verschiebung aus dem ermittelten Dehnungstensors übereinstimmt. Ein MAE Wert nahe Null spricht für einen guten Fit [156]. Für die Messungen in dieser Arbeit wurden $\text{MAE} < 0,01$ und $\text{PH} > 0,3$ als Grenzwerte genutzt. Die Darstellungen der MAE und PH Werte bei der rekristallisierten Probe zeigen, dass beide Grenzwerte für die gesamte Messung erfüllt wurden und die Messung entsprechend verlässlich sein sollte.

Die HR-EBSD Messungen an den kaltgewalzten 1000 μm (W1000) und 100 μm (W100) Blechen im Ausgangszustand sind in Abbildung 4.15 dargestellt. Beide Messungen wurden, wie bei der Gefügeuntersuchung im vorherigen Kapitel (Abbildung 4.1), an einer der Blechkanten mit Blick in T-Richtung durchgeführt. Bei beiden Messungen mussten Teile aufgrund von nicht erfüllten Qualitätskriterien (PH oder MAE außerhalb der

Grenzwerte) von der Auswertung ausgeschlossen werden und erscheinen als weiße Flächen. Die Korn-ID, MAE und PH Darstellungen für beide Messungen befinden sich im Anhang (Abbildung A.12). Die GND-Dichte des W100 Bleches ist gegenüber der des W1000 Bleches erhöht (siehe Abbildung 4.15). Dabei finden sich im W100 Blech kaum noch großflächige Bereiche mit einer Dichte von 10^{14} $1/m^2$ oder weniger (türkisfarben – blau), während diese Bereiche im W1000 Blech noch dominieren. Diese Tendenz stimmt qualitativ mit den XRD-Messungen überein, wobei die absoluten Zahlenwerte sich nicht direkt vergleichen lassen.

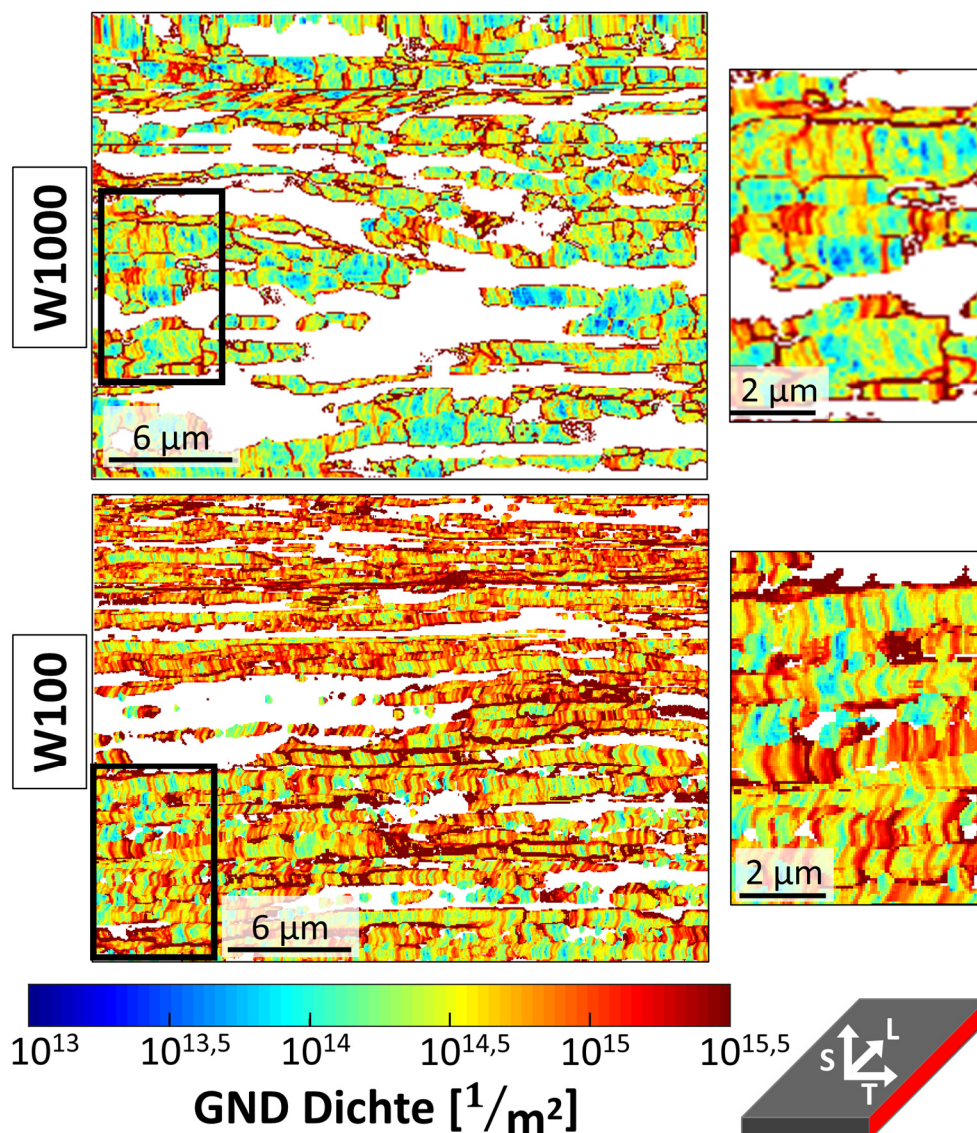


Abbildung 4.15: Dichteverteilung der GNDs zweier kaltgewalzten Bleche im Ausgangszustand aus HR-EBSD Messungen an den Blechkanten (Blick in T-Richtung). Als repräsentative Zustände dienen der erste kaltgewalzte Zustand der Walzserie (W1000, Umformgrad $\varphi = 1,75$) sowie das am stärksten umgeformte Blech (W100, $\varphi = 4,01$). Zur besseren Auflösung der Subkornstrukturen ist jeweils ein Ausschnitt vergrößert dargestellt.

Die GND-Dichteverteilung im W100 Blech zeigt außerdem ein interessantes Merkmal. In den schmalen Körnern der UFG-Mikrostruktur erstrecken sich versetzungsreiche Gebiete in Form dünner Bänder in S-Richtung von einer Korngrenze zur anderen, wobei sich dazwischen versetzungsärmere Gebiete befinden (siehe vergrößerter Ausschnitt). Solche Strukturen werden zwar auch im W1000 Blech beobachtet, insbesondere in schmalen Körnern, treten aber deutlich seltener auf. In den dickeren Körnern des W1000 Bleches bilden die Bereiche erhöhter GND-Dichte häufiger Netzwerke anstatt geordnet von einer Korngrenze zu anderen zu verlaufen (siehe vergrößerten Ausschnitt). Diese Vielzahl an Bändern erhöhter Versetzungsdichte zwischen zwei Korngrenzen legt die Vermutung nahe, es könnte sich um ein Artefakt der Messung oder der Auswertung handeln. So wurde beispielsweise untersucht, ob auf Grund der schwierigen Identifikation einzelner Körner bei der ultrafeinkörnigen Mikrostruktur ein Fehler bei der Auswahl der Referenzpattern für die Auswertung vorliegt. Allerdings konnte auch bei genauerer Betrachtung der Positionen von Referenzpattern und versetzungsreichen Bändern kein Zusammenhang erkannt werden. Weder in der Literatur, noch bei der Diskussion mit den HR-EBSD Experten in Oxford, konnte ein möglicher systematischer Fehler in Messung oder Auswertung identifiziert werden, der die Bandstrukturen erklärt. Sie scheinen vielmehr ein besonderes Merkmal der pfannkuchenartigen UFG-Mikrostruktur von kubisch-raumzentrierten Materialien zu sein, welche sich durch Kaltwalzen realisieren lässt.

TEM: Qualitativer Vergleich der Versetzungsstrukturen

Bei TEM-Aufnahmen von Versetzungsstrukturen ist es wichtig Bereiche der Probe zu untersuchen, die weder zu dick und damit unzureichend durchstrahlbar sind, noch zu dünn und damit über Bildkräfte an den Probenoberflächen möglicherweise die Versetzungsstrukturen beeinflusst werden [157]. Die Präparation geeigneter TEM-Lamellen mittels FIB (Focused Ion Beam) war aufgrund von Strahlungsschäden durch die FIB-Präparation nicht erfolgreich. Die Lamellen konnten zwar mit der gewünschten Dicke entnommen werden, allerdings verhinderten die durch Galliumionen während der Probenentnahme eingebrachten Strahlungsdefekte einen ausreichenden Kontrast der Versetzungen. Das Problem konnte bisher weder durch eine schrittweise Minimierung des Strahlstroms, noch durch Ion-Milling im PIPS oder den Einsatz von Flash-Polishing an dickeren Lamellen gelöst werden. Um Aufnahmen der dünnen Bleche mit Blick in T-Richtung zu ermöglichen, wurde ein spezielles Präparationsverfahren für die Elektropolitur im Tenupol entwickelt (siehe Kapitel 3.2.3).

Die für die TEM Untersuchungen in dieser Arbeit mittels Tenupol präparierten Proben für den Blick in S- und T-Richtung (siehe Kapitel 3.2.3) weisen prozessbedingt eine Keilform des durchstrahlbaren Bereiches auf, indem dieser zum Loch hin immer dünner wird. Es ist daher notwendig, gezielt Bereiche vergleichbarer Dicke zu untersuchen. Dazu wurde stichprobenartig die Probendicke lokal mittels Elektronenenergieverlustspektroskopie

(electron energy loss spectroscopy, EELS) vermessen. Die Berechnung beruht auf der Annahme, dass die Wahrscheinlichkeit einer inelastischen Streuung der Elektronen mit der Probendicke zunimmt. Dabei wird die Wahrscheinlichkeit, dass es zu einer n -fachen Streuung kommt, aus dem Verhältnis der Intensität nach n -facher Streuung (I_n) zur Gesamtintensität (I_g) berechnet und lässt sich über eine Poisson-Verteilung mit der Probendicke (h) und der mittleren freien Weglänge der Elektronen (λ) verknüpfen [158]:

$$P_n = \frac{I_n}{I_g} = \frac{1}{n!} \left(\frac{h}{\lambda}\right)^n \exp\left(-\frac{h}{\lambda}\right) \quad (4.3)$$

Zur Auswertung wird für I_n die Intensität der Elektronen genutzt, die ohne Streuereignisse die Probe durchquert haben ($n = 0, I_0$). Damit ergibt sich die relative Probendicke (h) in Form des logarithmierten Intensitätsverhältnisses (Log-ratio) zu:

$$\frac{h}{\lambda} = -\ln\left(\frac{I_0}{I_g}\right) \quad (4.4)$$

Um die Probendicke zu bestimmen, muss der Log-ratio mit der mittleren freien Weglänge der Elektronen (λ) multipliziert werden, die sowohl abhängig vom untersuchten Werkstoff, wie auch von der Beschleunigungsspannung ist. Für Wolfram gilt bei 200 kV Beschleunigungsspannung eine mittlere freie Weglänge von 82 nm [159]. Abbildung 4.16 zeigt beispielhaft ein EELS Spektrum, aus dem automatisiert mithilfe der DigitalMicrograph Software der Log-ratio (siehe Gleichung (4.4)) bestimmt wurde. Die auf diese Weise ermittelten Probendicken an verschiedenen Stellen des durchstrahlbaren Bereiches sind in Abbildung 4.16 zusammengefasst. Die Probendicken wurden an drei Proben auf vergleichbare Weise analysiert und Dicken von 75 - 125 nm für vergleichbare TEM-Aufnahmen festgelegt. Die Dicke wurde dann an abzubildenden Bereichen stichprobenartig überprüft, um vergleichbare Abbildungen zu garantieren.

Ein Vergleich repräsentativer STEM-Aufnahmen der Versetzungsstrukturen in kaltgewalzten Wolframblechen mit unterschiedlichen Umformgraden ist in Abbildung 4.17 dargestellt. Im Anhang befinden sich weitere STEM-Aufnahmen aus den Versuchsserien mit Blick in T- und S-Richtung für die Bleche W100 (Abbildung A.13), W200 (Abbildung A.14) und W1000 (Abbildung A.15). Die Abbildungen bestätigen eine deutliche Kornfeinung mit zunehmendem Umformgrad sowie die Ausbildung einer lamellaren Kornform, wie sie bereits aus den EBSD-Messungen abgeleitet wurden. Eine signifikante Zunahme der Versetzungsdichte bei dem W100 Blech, wie sie bei den XRD und HR-EBSD Analysen gemessen wurde, kann anhand dieser Bilder nicht eindeutig bestätigt werden. Dabei muss beachtet werden, dass in (S)TEM Abbildungen abhängig von der Beziehung zwischen Burgersvektor und reziprokem Gittervektor häufig nicht alle Versetzungen zugleich sichtbar sind [133].

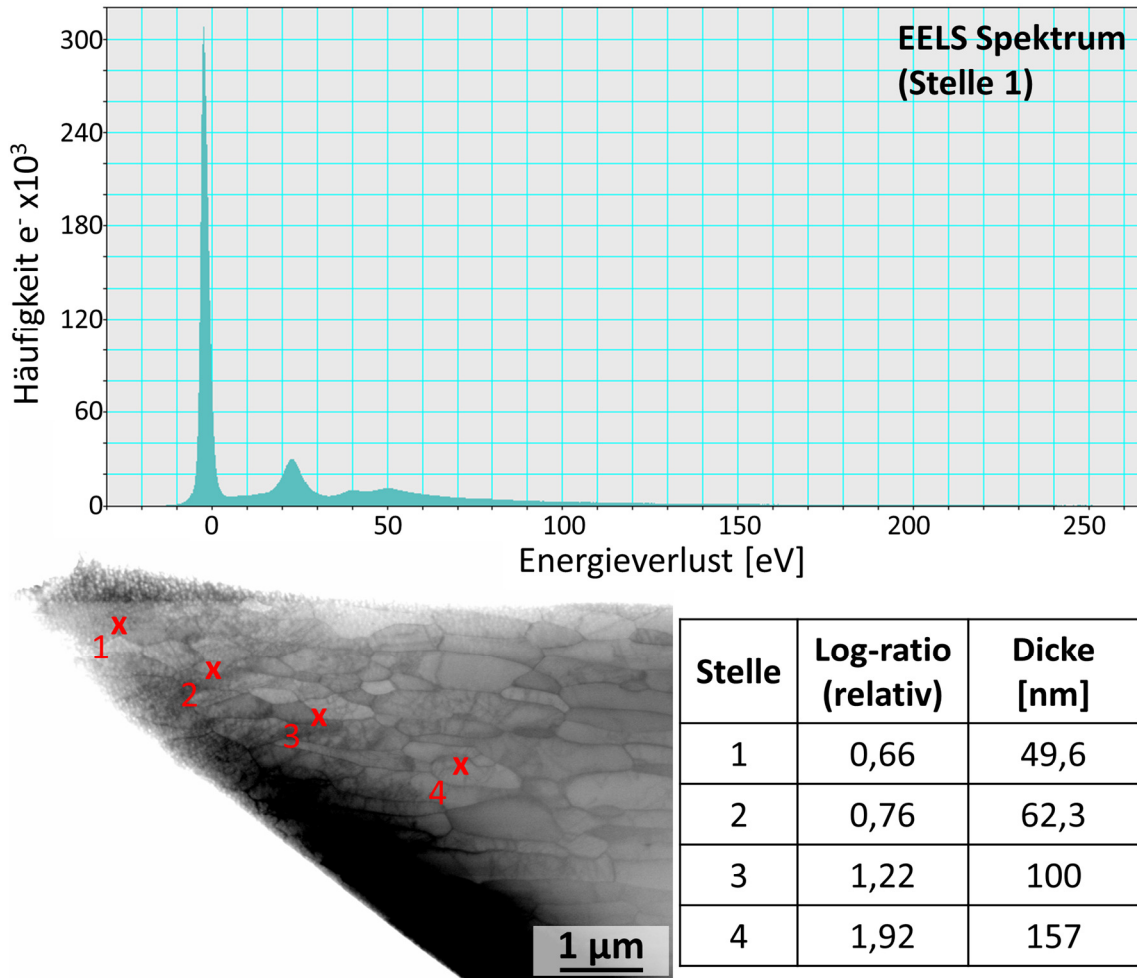


Abbildung 4.16: Exemplarische Dickenbestimmung mittels EELS im TEM. Abgebildet ist eine Übersichtsaufnahme der Probe mit den verschiedenen Stellen der EELS-Messung, dem Spektrum an Stelle 1 und dem von der TIA Software bestimmten Log-ratio, sowie der daraus berechneten Dicke.

Allerdings zeigen die Aufnahmen, dass im W1000 Blech die Körner großflächig frei von Versetzungen sind und existierende (sichtbare) Versetzungen zumeist in definierten Strukturen zueinander angeordnet sind oder gelegentlich auch ein ungeordnetes Netzwerk innerhalb eines Kornes bilden. Bei dem W200 Blech kommen solche Netzwerke ebenfalls gelegentlich vor. Es werden in dünneren Körnern (ab rund 250 nm - 300 nm) aber auch Versetzungen beobachtet, die in S-Richtung von einer Korngrenze zur anderen reichen und meist mit einer gewissen Neigung zu den Korngrenzen verlaufen. Im W100 Blech, mit dessen gleichmäßig dünnen Körnern weniger hundert Nanometer in S-Richtung, werden fast ausschließlich Versetzungen abgebildet, die sich zwischen zwei benachbarten Korngrenzen erstrecken. Versetzungsnetzwerke, wie noch bei den weniger stark verformten Blechen vorhanden, werden in den W100 Blechen nicht mehr beobachtet.

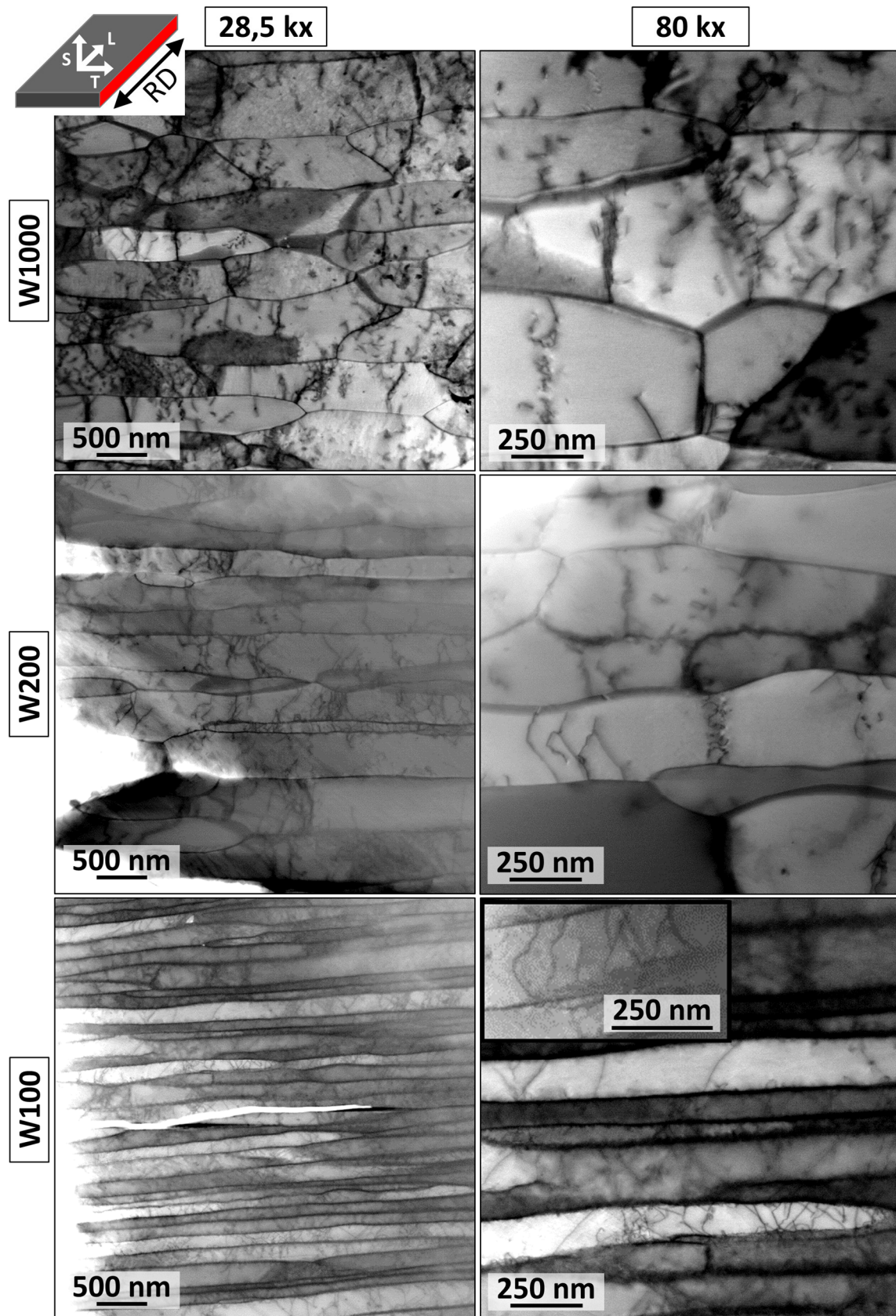


Abbildung 4.17: Vergleich der Versetzungsstrukturen im Ausgangszustand mittels STEM Abbildungen (Blick in T-Richtung) an drei repräsentativen Blechen W1000, W200 und W100.

4.2.2 Entwicklung der Versetzungsstrukturen während der plastischen Verformung

Für ein besseres Verständnis der Deformationsmechanismen bei der plastischen Verformung von kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen Wolframblechen, wurden die Versetzungsstrukturen nach der mechanischen Verformung im Zugversuch untersucht. Dazu dienten repräsentativ die Zustände mit geringster Kaltumformung (W1000, $\varphi = 1,75$) und höchster Kaltumformung (W100, $\varphi = 4,01$). Die Analyse umfasst eine Serie an STEM Aufnahmen mit Blick in T- und S-Richtung an den beiden Walzzuständen nach der mechanischen Prüfung bei Raumtemperatur sowie bei 800 °C. Die Probenpräparation der TEM-Proben aus den Zugproben ist allerdings deutlich anspruchsvoller als bei der Untersuchung des Ausgangszustandes, was Aufnahmen guter Qualität erschwerte. Ergänzt werden die Aufnahmen durch den Vergleich von HR-EBSD Messungen eines bei Raumtemperatur gezogenen 100 μm Bleches mit dem Blech im Ausgangszustand. Eine Serie an in situ Zugversuchen im Rasterelektronenmikroskop in Kombination mit EBSD Analysen, die während eines Forschungsaufenthaltes am Erich-Schmid-Institut in Leoben, Österreich, durchgeführt wurden, führten zu keinen verwertbaren Ergebnissen. Mittels in situ Zugversuchen im TEM gelang zwar die Aufnahme sich bewegender Versetzungen bei Raumtemperatur, allerdings konnten diese nicht mit der Mikrostruktur korreliert werden.

In den Abbildungen 4.18 und 4.19 sind jeweils für W100 und W1000 die Versetzungsstrukturen im Ausgangszustand sowie nach uniaxialer Zugbelastung bei Raumtemperatur und 800 °C vergleichend gegenübergestellt. Weitere repräsentative Aufnahmen mit Übersichten zu den einzelnen Versuchsreihen befinden sich im Anhang: W100 nach Zugversuchen bei 20 °C (Abbildung A.16), W100 nach Zugversuchen bei 800 °C (Abbildung A.17), W1000 nach Zugversuchen bei 20 °C (Abbildung A.18), W1000 nach Zugversuchen bei 800 °C (Abbildung A.19). Bei dem weniger stark kaltgewalzten W1000 Blech (Abbildung 4.18) sind deutliche Unterschiede in den Versetzungsstrukturen nach den Zugversuchen bei Raumtemperatur (niedrige homologe Temperatur) und 800 °C (hohe homologe Temperatur) zu erkennen. Während im Ausgangszustand nur wenige Versetzungen in den Körnern zu erkennen sind und sich diese zumeist in geordneten Strukturen befinden, ist nach den Raumtemperaturversuchen die Versetzungsdichte innerhalb der Körner im Vergleich zum Ausgangszustand deutlich erhöht. Dabei bilden die Versetzungen größtenteils ungeordnete Netzwerke innerhalb der Körner. Dieser Eindruck wird von weiteren Beispielen im Anhang inklusive der Abbildungen mit Blick in S-Richtung bestätigt (siehe Abbildung A.18). Nach der Prüfung bei 800 °C zeigen sich die Körner größtenteils frei von Versetzungen und die Abbildungen ähneln derer des Ausgangszustandes. Versetzungen finden sich lediglich direkt an den Korngrenzen (siehe auch Anhang, Abbildung A.19). Dies kann als Hinweis auf die Absorption von Versetzungen an Korngrenzen gewertet werden, die bei der Diskussion der Deformationsmechanismen bei hohen homologen Prüftemperaturen in Kapitel 4.3 näher ausgeführt ist.

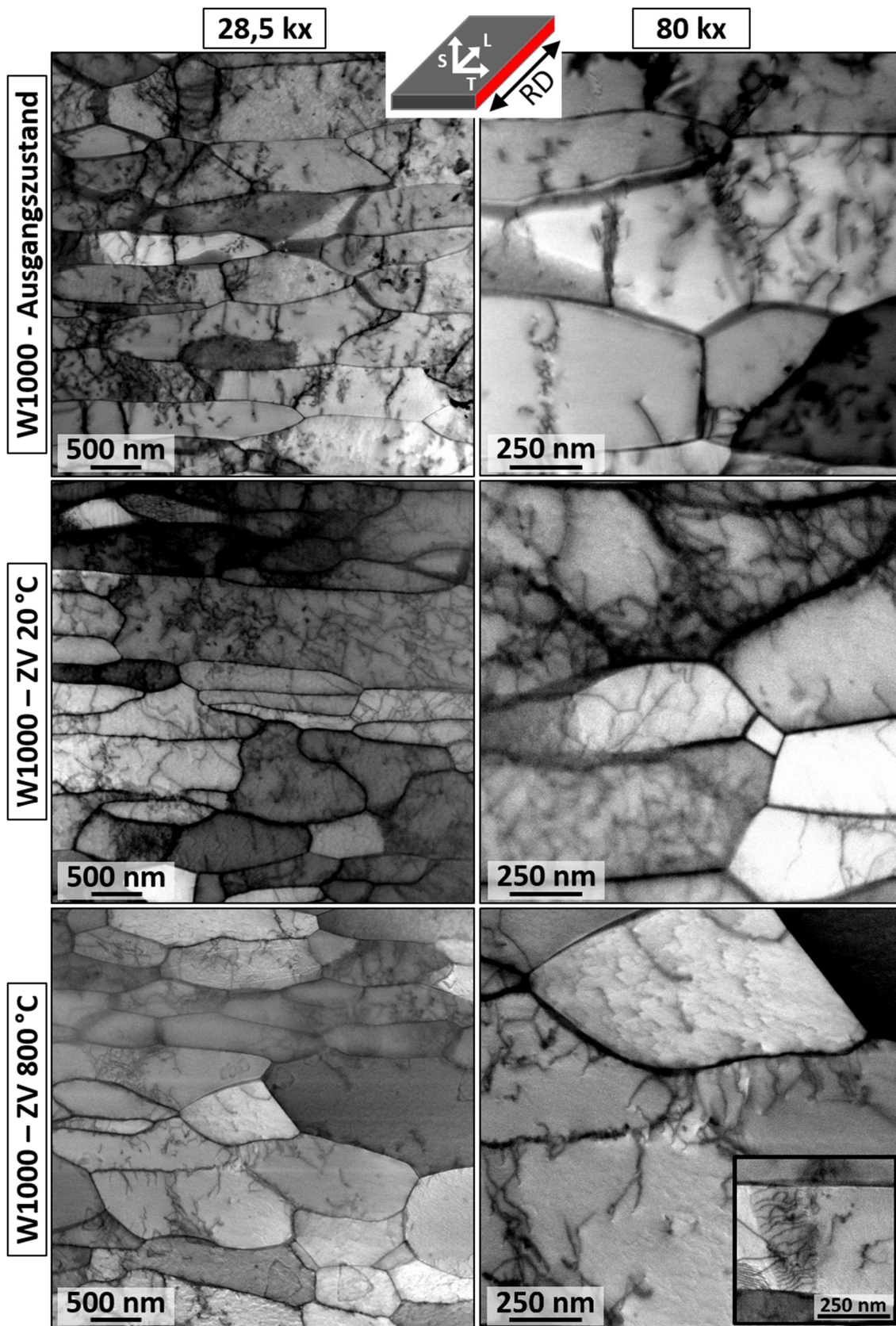


Abbildung 4.18: Versetzungsstrukturen in STEM Abbildungen (Blick in T-Richtung) von W1000 Blechen im Ausgangszustand sowie nach Zugversuchen („ZV“) bei 20 °C und 800 °C.

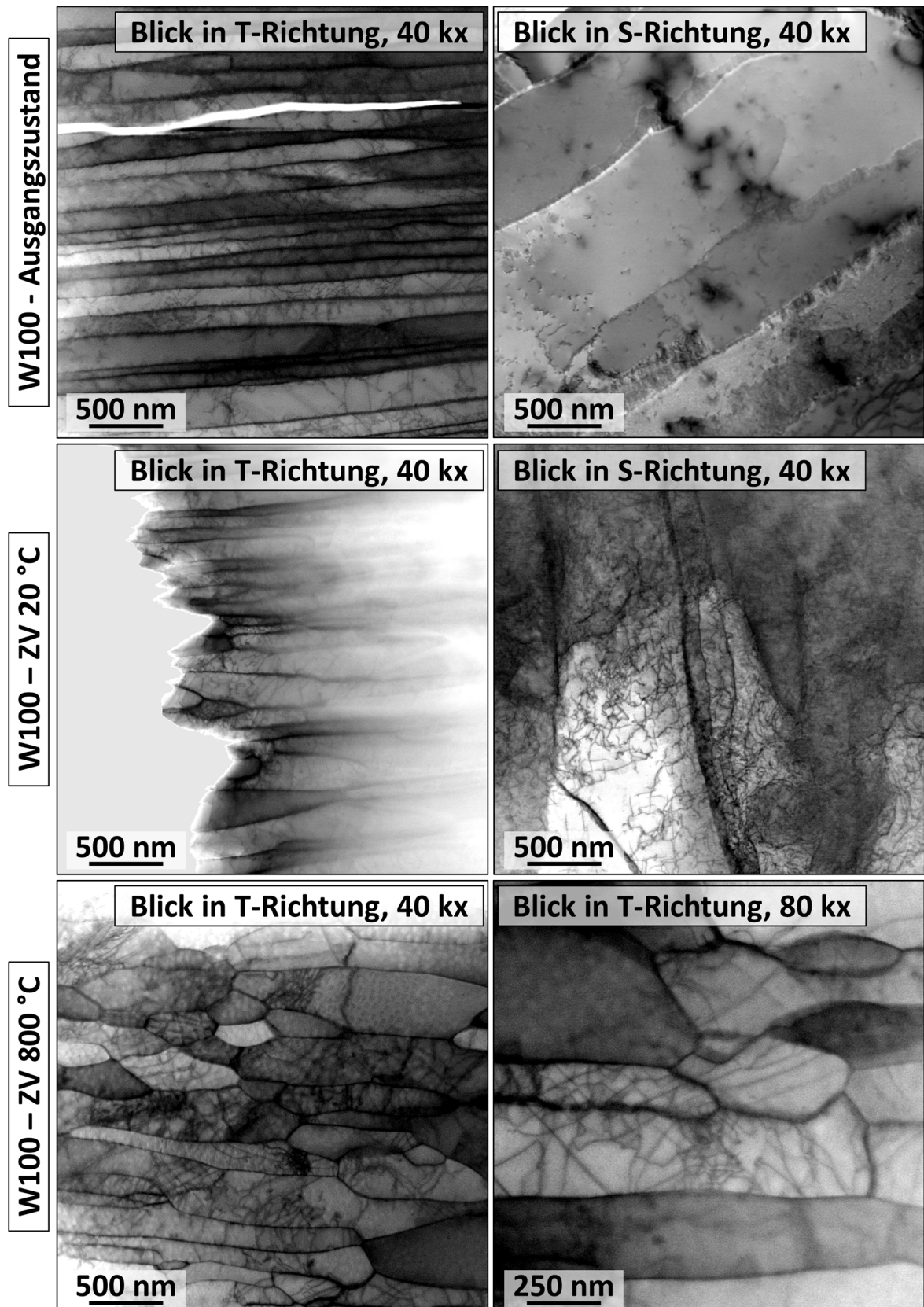


Abbildung 4.19: Vergleich der Versetzungsstrukturen mittels STEM Abbildungen von W100 Blechen im Ausgangszustand, nach Zugversuchen („ZV“) bei 20 °C und 800 °C.

Die Abbildung der Versetzungsstrukturen in W100 Proben nach Zugversuchen gestaltete sich deutlich schwieriger als bei den weniger stark verformten und daher dickeren W1000 Blechen. Insbesondere zeigen die STEM Aufnahmen der Versetzungsstrukturen nach der Prüfung bei Raumtemperatur für den Blick in T-Richtung eine vergleichsweise schlechte Qualität. Daher lassen sich die Versetzungsstrukturen nach der Prüfung bei niedrigen und hohen homologen Temperaturen nur schlecht vergleichen. Die vergleichende Darstellung der Mikrostrukturen in Abbildung 4.19 sind aus diesem Grund durch Aufnahmen mit Blick in S-Richtung an den bei Raumtemperatur gezogenen Proben ergänzt. Diese Aufnahmen mit Blick in S-Richtung zeigen eine deutlich erhöhte Versetzungsdichte für die bei Raumtemperatur geprüften Proben im Vergleich zum Ausgangszustand. In UFG-Wolfram kommt es bei Raumtemperatur damit nachweislich zur Nukleation von Versetzungen, deren Bewegung zur plastischen Deformation des Werkstoffs führt. Die Duktilität der Wolframbleche, wie sie in Kapitel 4.3.1 anhand der Gleichmaßdehnung demonstriert wird, lässt sich damit auf die klassische plastische Verformung über Versetzungen zurückführen und begründet sich nicht in anderen inelastischen Mechanismen wie der Mikrorissbildung, der Zwillingsbildung oder der Bildung adiabatischer Scherbänder. Die Aufnahmen mit Blick in T-Richtung zeigen, dass die Korngröße im Vergleich zum Ausgangszustand unverändert bleibt und die beim Ausgangszustand für die W100 Bleche typischen Versetzungen von einer zur nächsten Korngrenze noch immer zu erkennen sind (siehe auch Anhang, Abbildung A.16).

Auch eine HR-EBSD Aufnahme an einer W100 Probe nach der mechanischen Prüfung bei Raumtemperatur (siehe Abbildung 4.20) zeigt eine ähnliche Verteilung der (GND) Versetzungsdichten wie der Ausgangszustand. Dies bestärkt die Annahme, dass die Versetzungsstrukturen zwischen zwei Großwinkelkorngrenzen ein charakteristisches Merkmal bei der Verformung von UFG-Wolfram bei niedrigen homologen Temperaturen darstellen. Für eine statistisch gesicherte Aussage sollten im Rahmen zukünftiger Arbeiten weitere HR-EBSD Aufnahmen ausgewertet werden.

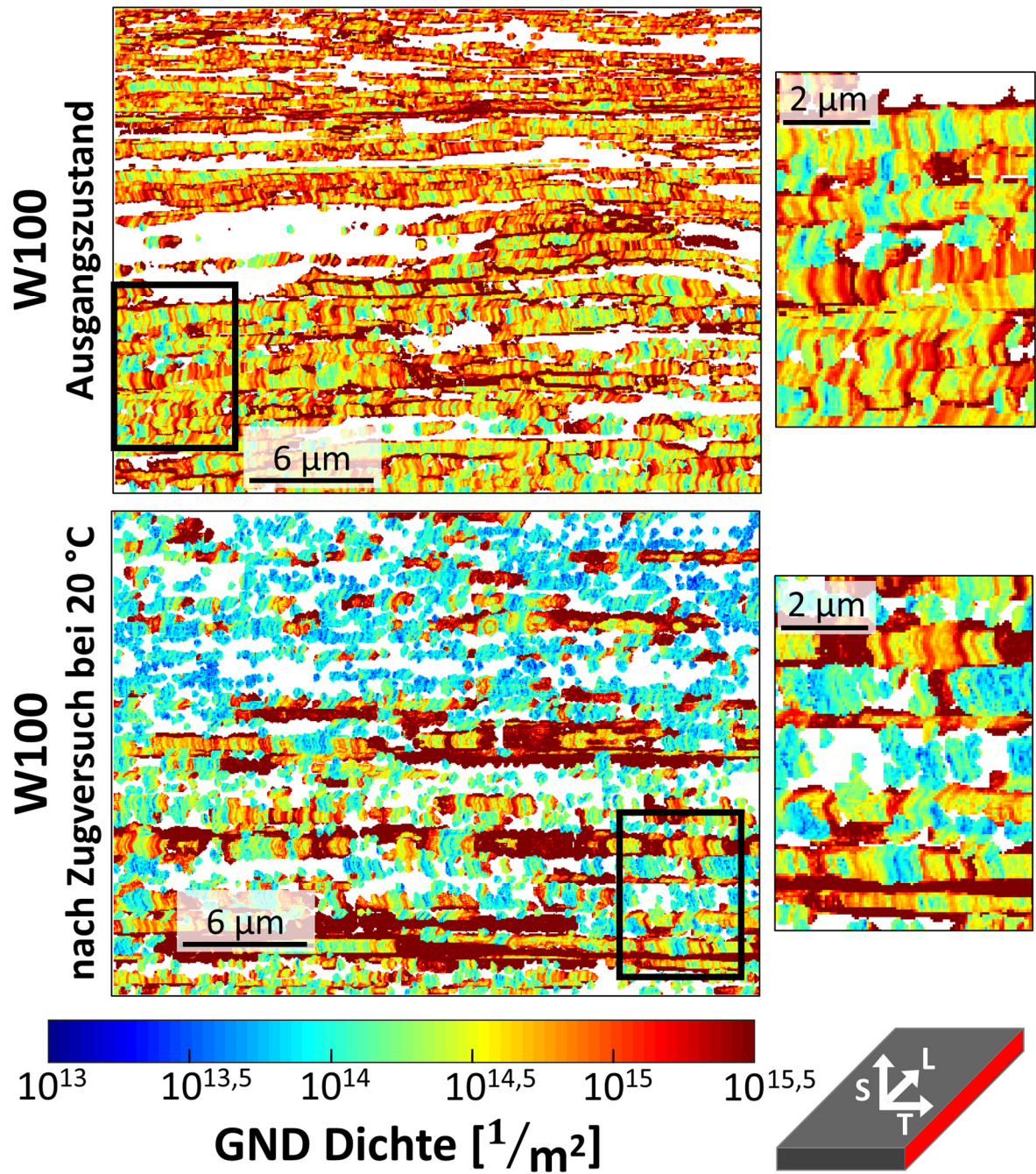


Abbildung 4.20: Dichteverteilung der GNDs in einem bei Raumtemperatur mechanisch geprüften 100 μm Blech aus HR-EBSD Messungen. Der Ausgangszustand ist als Referenz dargestellt.

Die STEM Aufnahmen der bei 800 °C geprüften W100 Bleche zeigen, dass die Mikrostruktur durch die kurzzeitige Erhöhung auf die Prüftemperatur bereits deutlich grobkörniger als im Ausgangszustand ist und nur vereinzelt noch dünne Körner zu erkennen sind. Die Mikrostruktur besitzt dabei nicht mehr die vom Ausgangszustand bekannte lamellare Struktur, sondern weist bereits eine deutliche Tendenz zu gleichachsigen Körnern auf. Das Kornwachstum ist weiter fortgeschritten, als es von der

isothermen Glühreihe zu erwarten war (siehe Kapitel 4.1.2), was auf dynamische Erholungs- und Rekristallisationsprozesse während der mechanischen Prüfung zurückgeführt wird. Daneben weisen die Körner in den STEM Aufnahmen ebenfalls eine erhöhte Zahl an Versetzungen auf, womit sie sich deutlich zu den bei 800 °C geprüften und weitestgehend versetzungsfreien W1000 Blechen unterscheiden.

Neben diesen Erkenntnissen zu Versetzungsstrukturen in kaltgewalzten Wolframblechen sind für eine abschließende Beurteilung noch weitere Projekte in Planung. So soll eine weitere Probenserie qualitativ bessere STEM Abbildungen mit Blick in T-Richtung für die bei Raumtemperatur geprüften W100 Proben ermöglichen, um Hinweise für die bei UFG-Wolfram auftretende Raumtemperaturduktilität zu liefern. Versetzungsbewegungen bei Raumtemperatur wurden im Rahmen dieser Promotion bereits mittels in situ Zugversuchen im TEM per Video festgehalten. Allerdings konnten die Aufnahmen lediglich mit Blick in S-Richtung erstellt werden und ermöglichen so keine Korrelation zwischen Versetzungen und Mikrostruktur. In situ Aufnahmen mit Blick in T-Richtung sollten mit ähnlichem Aufbau grundsätzlich möglich sein und versprechen interessante Einblicke in die Deformationsmechanismen von UFG-Wolfram bei Raumtemperatur. Diese verlangen aber zwingend die Präparation von FIB Lamellen aus UFG-Wolfram, was aktuell in der Arbeitsgruppe weiterverfolgt wird.

Zusammenfassung zur Analyse der Versetzungsstrukturen

Die in diesem Kapitel mittels XRD und hochauflösender Elektronenmikroskopie gewonnenen Erkenntnisse ermöglichen ein tieferes Verständnis der Versetzungsstrukturen in unterschiedlich stark kaltgewalzten Wolframblechen im Ausgangszustand sowie nach mechanischer Prüfung. Sie ergänzen damit die Ergebnisse der Gefügeanalyse aus Kapitel 4.1.1 und dienen mit diesen als Grundlage der Diskussion des mechanischen Verhaltens und der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen.

Die Analyse des Ausgangszustandes mit XRD, STEM und HR-EBSD zeigt:

- (1) Eine Walztemperatur unterhalb der Erholungstemperatur ist entscheidend für die Erhöhung der Versetzungsdichte. So zeigen alle kaltgewalzten Bleche bis 200 µm Dicke (W200) trotz steigendem Umformgrad eine ähnliche Versetzungsdichte, was auf eine dynamische Erholung während des Walzens zurückgeführt wird. Das bei einer niedrigeren Temperatur gewalzte 100 µm Blech weist eine um eine Größenordnung höhere Versetzungsdichte auf.
- (2) Bereits eine Wärmebehandlung des 100 µm Bleches für eine Stunde bei 600 °C genügt für eine ausgeprägte statische Erholung der Versetzungsstrukturen.

- (3) HR-EBSD Aufnahmen zeigen im W100 Blech viele schmale Bereiche hoher GND-Dichte, die sich zwischen zwei Korngrenzen erstrecken. In den dickeren W1000 Körnern finden sich hingegen vermehrt Versetzungsnetzwerke.
- (4) Eine Tenupol-Präparationsmethode für STEM Aufnahmen mit Blick in T-Richtung wurde für die Herstellung von Proben mit 75 - 100 nm Dicke erfolgreich implementiert. Dieser Dickenbereich erwies sich in einer Studie zur Abbildung von Versetzungen als optimal.
- (5) Die STEM-Aufnahmen zeigen eine Abnahme der Versetzungsnetzwerke mit zunehmendem Umformgrad, beziehungsweise der Bildung dünner, lamellarer Körner. In diesen Körnern treten stattdessen vermehrt einzelne Versetzungen auf, die sich von Korngrenze zu Korngrenze erstrecken.

Stichprobenartig wurden des Weiteren W1000 und W100 Proben als repräsentative Zustände nach Zugversuchen bei 20 °C und 800 °C mittels STEM und HR-EBSD untersucht:

- (1) Bei dem grobkörnigeren W1000 Blech zeigt sich nach einer mechanischen Prüfung bei 20 °C im Vergleich zum Ausgangszustand eine deutliche Erhöhung der Versetzungsdichte in Form ungeordneter Versetzungsnetzwerke. Nach einer Prüfung bei 800 °C sind die Körner hingegen nahezu versetzungsfrei mit lediglich einzelnen Versetzungen nahe der Korngrenzen.
- (2) Auch nach der Prüfung von W100 Blechen bei 20 °C lässt sich eine stark erhöhte Zahl an Versetzungen nachweisen, was einen Hinweis auf ausgeprägte plastische Verformung in UFG-Wolfram Blechen darstellt. Bei Prüftemperaturen von 800 °C kommt es bei den UFG W100 Blechen allerdings zu einer deutlichen Kornvergrößerung und zum Verlust der lamellaren Struktur. Dabei weisen die Körner mehr Versetzungen als die bei 800 °C geprüften W1000 Blechen auf.

Abschließend sei angemerkt, dass bei den elektronenmikroskopischen Untersuchungen kein Hinweis auf eine erhöhte Zahl an Stufenversetzungen nach dem Kaltwalzen gefunden wurde, die einige Autoren als Grundlage der plastischen Verformung in besonders feinkörnigen (UFG/NC) kubisch-raumzentrierten Metallen vermuteten [100,102,160].

4.3 Verformungsmechanismen: Indirekter Nachweis mittels transienter mechanischer Prüfverfahren

Zusammen mit den umfangreichen mikrostrukturellen Analysen der Wolframbleche in den Kapiteln 4.1 und 4.2, ermöglicht die mechanische Charakterisierung der Bleche die Korrelation von mikrostrukturellen Kenngrößen mit den mechanischen Eigenschaften. Damit soll ein tieferes Verständnis für die Änderung der Eigenschaften beim Übergang von grobkörnigem zu ultrafeinkörnigem Wolfram gewonnen werden. Die wichtigsten mikrostrukturellen Kenngrößen wie Korngröße, Kornform, Textur und Versetzungsstrukturen der getesteten Proben sind in Tabelle 4.1 sowie in der Zusammenfassung zu Kapitel 4.1 übersichtlich dargestellt.

Im Fokus der mechanischen Prüfung zur Untersuchung der plastischen Deformationsmechanismen steht das Verhalten von kaltgewalzten UFG-Wolframblechen unter uniaxialer Zugbelastung und daraus ableitbare charakteristische Kenngrößen wie Streckgrenze, Gleichmaßdehnung und Dehnratensensitivität. Dazu wurde ein spezieller Versuchsaufbau entwickelt, welcher es ermöglicht, die unterschiedlich dicken Bleche bei Temperaturen bis 800 °C unter Verwendung eines Extensometers zu testen (siehe Kapitel 3.3.1).

Klassische Zugversuche mit konstanter Dehnrates dienen zur mechanischen Charakterisierung der Werkstoffe in Abhängigkeit von Prüftemperatur und Mikrostruktur. Daneben wurden Dehnratenwechselversuche zum indirekten Nachweis der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen entwickelt und implementiert. Aus der Korrelation von mikrostrukturellen und mechanischen Kenngrößen werden für die unterschiedlichen Temperaturbereiche Arbeitshypothesen zu den zugrundeliegenden Deformationsmechanismen abgeleitet.

4.3.1 Charakterisierung und Interpretation temperatursensitiver, mechanischer Kennwerte in Abhängigkeit vom Umformgrad

In diesem Kapitel werden die Eigenschaften von kaltgewalztem Wolfram unter uniaxialer Zugbelastung in Abhängigkeit von Mikrostruktur und Prüftemperatur dargestellt. Die Versuche umfassen die in Tabelle 4.1 zusammengefassten Wolframproben mit verschiedenen Gefügeständen. Die Beschreibung des Versuchsaufbaus, die Versuchsparameter und die verwendete Probengeometrie sind in Kapitel 3.3.1 zusammengefasst.

Die Zugversuche zwischen 20 °C und 800 °C sollen folgende Fragen beantworten:

- (1) Wie reagieren die kaltgewalzten Wolframbleche mit verschiedenen Mikrostrukturen auf eine Zugbelastung im Vergleich zu grobkörnigem Wolfram?
- (2) Wie verändern sich Fließspannung, Verfestigungsverhalten und Gleichmaßdehnung mit steigender Prüftemperatur und zunehmendem Umformgrad?
- (3) Welches Bruchverhalten zeigen die kaltgewalzten Bleche unter uniaxialer Zugbelastung in Abhängigkeit der Prüftemperatur?
- (4) Welche Hinweise auf Verformungsmechanismen lassen sich aus den gewonnenen Ergebnissen ableiten?

Die Zugversuche werden hinsichtlich der Kurvenform analysiert und Materialkennwerte wie die Gleichmaßdehnung und die Streckgrenze in Abhängigkeit von Prüftemperatur und Umformgrad diskutiert. Eine elektronenmikroskopische Untersuchung (REM) der Bruchflächen gibt Aufschluss über das Bruchverhalten der kaltgewalzten Bleche. Dabei sollen die mechanischen Eigenschaften und das Bruchverhalten mit den Erkenntnissen zur Mikrostruktur aus den Kapiteln 4.1 und 4.2 korreliert werden, um so Rückschlüsse auf die plastischen Verformungsmechanismen zu ziehen.

Zugverhalten kaltgewalzter UFG-Wolframbleche

Der in Kapitel 3.3.1 beschriebene Zugversuchsaufbau erlaubte es, alle verschieden dicken Wolframbleche der Kaltwalz-Serie sowie die Referenzmaterialien in uniaxialen Zugversuchen über einen breiten Temperaturbereich zu testen. Alle Bleche wurden lagegeregelt mit 0,9 mm/min geprüft (\approx Dehnrates von 10^{-3} 1/s) und die Verschiebung mit Hilfe eines Extensometers direkt auf der Probe gemessen. Die Zugkurven in Form technischer Spannungs-Dehnungs-Kurven für die kaltgewalzten Bleche sowie für eine warmgewalzte Platte (W-hr) sind in Abbildung 4.21 dargestellt. Die Zugkurven der weiteren Referenzmaterialien (W-rx, W-si) befinden sich im Anhang (siehe Abbildung A.20) und zeigen das zu erwartende Verhalten: Versagen ohne vorherige plastische Verformung bei niedrigen homologen Prüftemperaturen und plastische Verformbarkeit bei Prüftemperaturen über 350 °C - 400 °C. Da die Referenzmaterialien bereits bei 200 °C - 300 °C im elastischen Bereich der Zugkurve versagten, wurde auf weitere Zugversuche unterhalb dieser Temperatur verzichtet. Das warmgewalzte Wolfram (W-hr) zeigt im Vergleich zu den anderen Referenzmaterialien eine deutlich höhere Festigkeit (Faktor 3), verliert aber bei hohen homologen Temperaturen (\geq 400 °C) auch einen beträchtlichen Teil der Gleichmaß- und Bruchdehnung. Diese klassische Tendenz zur Verfestigung kann auf die Kornfeinung in den Bereich weniger Mikrometer und die walzbedingten Deformationsstrukturen zurückgeführt werden, die durch ihre

Wirkung als Versetzungshindernisse die mittlere freie Weglänge der Versetzungen verringern [34].

Bei den Zugkurven für die kaltgewalzten Bleche (Abbildung 4.21) setzt sich bei allen Prüftemperaturen der beim Warmwalzen beobachtete Trend zu höheren Festigkeiten mit zunehmendem Umformgrad fort. Den höchsten Wert erreicht das 100 μm Blech (Umformgrad $\varphi = 4,01$) mit einer Zugfestigkeit von rund 2250 MPa bei Raumtemperatur. Die Zugfestigkeit von 1070 MPa bei 800 °C bestätigt dem UFG-Wolfram zudem eine herausragende Warmfestigkeit. Gleichzeitig zeigen aber auch alle kaltgewalzten Bleche eine plastische Verformbarkeit bei Raumtemperatur, was für technisch reines Wolfram außergewöhnlich ist. Diese entstehende Raumtemperaturduktilität und ihre möglichen Ursachen werden bei der Beschreibung der Gleichmaßdehnungen (S. 125) näher diskutiert. Wie bereits bei der warmgewalzten Platte beobachtet, weisen die kaltgewalzten Bleche trotz der Raumtemperaturduktilität bei hohen homologen Prüftemperaturen (> 400 °C) geringere Gleichmaß- und Bruchdehnungen als rekristallisiertes und gesintertes Wolfram auf.

Beim direkten Vergleich der Zugkurven der kaltgewalzten Bleche hebt sich insbesondere die Kurvenform des 100 μm Bleches (W100) von der Form der anderen Bleche ab. Während es bei den Blechen mit 1000 μm bis 200 μm Dicke noch zu einer ausgeprägten Verfestigung bei der plastischen Verformung kommt, zeigen die 100 μm Bleche ein fast lehrbuchmäßiges, linear elastisch - ideal plastisches Werkstoffverhalten mit einem nur geringen Verfestigungsbereich. Die schnelle Verfestigung lässt sich vermutlich auf die hohe Versetzungsdichte in den 100 μm Blechen im Ausgangszustand zurückführen. So erreichen die 100 μm Bleche schon bei niedrigen Dehnungen eine hohe Festigkeit, was für gewöhnlich zu einer plastischen Instabilität und dem unmittelbaren Einschnüren der Probe führt [6]. Das 100 μm Blech lässt sich aber auf diesem hohen Festigkeitsniveau selbst bei Raumtemperatur noch weiter plastisch verformen und die Zugkurve bildet ein Plateau. Dieses Plateau repräsentiert eine fortlaufende plastische Deformation ohne Verfestigung.

Zur Erklärung dieses für Wolfram außergewöhnlichen Phänomens sind zwei Mechanismen denkbar. Die erste Hypothese geht von einer Balance zwischen Versetzungsnukleation und Versetzungsannihilation aus, die beispielsweise an den reichlich vorhandenen Korngrenzen im UFG-Gefüge auftreten könnte. Die Annihilation von Versetzungen an Korngrenzen ist bei niedrigen Temperaturen aber deutlich weniger wahrscheinlich als mit Hilfe thermischer Aktivierung, wobei sich dieser Effekt nicht in den Zugkurven widerspiegelt. Wahrscheinlicher ist, dass das Plateau auf dem Einfluss der dünnen, pfannkuchenartigen Körnern (siehe Abbildung 4.17) auf das Versetzungsgleiten beruht. Die Körner können als Kanäle verstanden werden, durch deren Größe und Form es seltener zum Schneiden von Versetzungen untereinander kommt. Dadurch wäre die mit dem Schneiden von Waldversetzungen einhergehende Versetzungsmultiplikation

(*Taylor Hardening*) und das daraus resultierende klassische Verfestigungsverhalten signifikant reduziert. Zum einen wird das seltenere Schneiden durch die Kornfeinung in den UFG Bereich (rund 240 nm) und die damit verringerte mittlere freie Weglänge der Versetzungen in S-Richtung begünstigt. Durch die Kornfeinung und den geringeren Abstand der Korngrenzen können die Versetzungen vermehrt zwischen den Korngrenzen, beziehungsweise von einer Versetzungsquelle bis zur Korngrenze gleiten, ohne zuvor auf andere Versetzungen zu treffen und diese zu schneiden. Zum andere sind veränderte Bedingungen für die Auswahl der Gleitsysteme denkbar, die zu einer geordneten Versetzungsbewegung durch die „kanalförmigen“ Körner führen (*channeling* der Versetzungen). Die Idee basiert auf den Grundlagen zum Verständnis und der Simulation von Texturentwicklungen, die bei einer pfannkuchenartigen Mikrostruktur mit sehr dünnen Körnern drei Gleitsysteme anstelle der üblichen fünf Gleitsysteme als ausreichend ansehen, um die von außen aufgebrachte plastische Verformung zu realisieren [161]. Diese Bedingung wird als *relaxed constraints* anstelle von *full constraints* (siehe Taylormodell, Kapitel 2.1.3) bezeichnet. Da bei *relaxed constraints* lediglich die drei unabhängigen Gleitsysteme mit den günstigsten Taylorfaktoren benötigt werden, bewegen sich die Versetzungen mit höherer Wahrscheinlichkeit auf identischen Gleichsystemen. Dieses geordnete Gleiten führt dazu, dass Versetzungen von unterschiedlichen Gleitsystemen sich seltener schneiden und es häufiger zur Auslöschung zweier Versetzungen mit unterschiedlichem Vorzeichen auf der gleichen Gleitebene kommt. Beide Effekte würden potentiell die Verfestigung reduzieren, indem sie das Schneiden von Waldversetzungen reduzieren.

Die Hypothese des veränderten Verfestigungsverhaltens vom *Taylor Hardening* (Schneiden von Waldversetzungen und Versetzungsmultiplikation) hin zum *Confined Layer Slip* im ultrafeinkörnigen, lamellaren Wolframgefüge wird von den Ergebnissen vergleichbarer Arbeiten gestützt. Reiser et al. [162] zeigten, dass das ebenfalls kubisch-raumzentrierte Molybdän sich im kaltgewalzten Zustand sehr ähnlich wie das in dieser Arbeit untersuchte UFG-Wolfram verhält und ebenfalls ein Plateau in der Spannungs-Dehnungs-Kurve unter Zugbelastung bei Raumtemperatur aufweist. Im Gegensatz dazu weisen stark verformte Wolframdrähte, die zwar ebenfalls ein sehr feinkörniges Gefüge aber keine lamellare Struktur besitzen, kein Plateau in den Spannungs-Dehnungs-Kurven auf [163]. Daraus lässt sich schließen, dass nicht allein die ultrafeinkörnige Korngröße für das veränderte Deformationsverhalten verantwortlich ist, sondern die durch das Kaltwalzen eingebrachte lamellare Kornform einen entscheidenden Anteil hat.

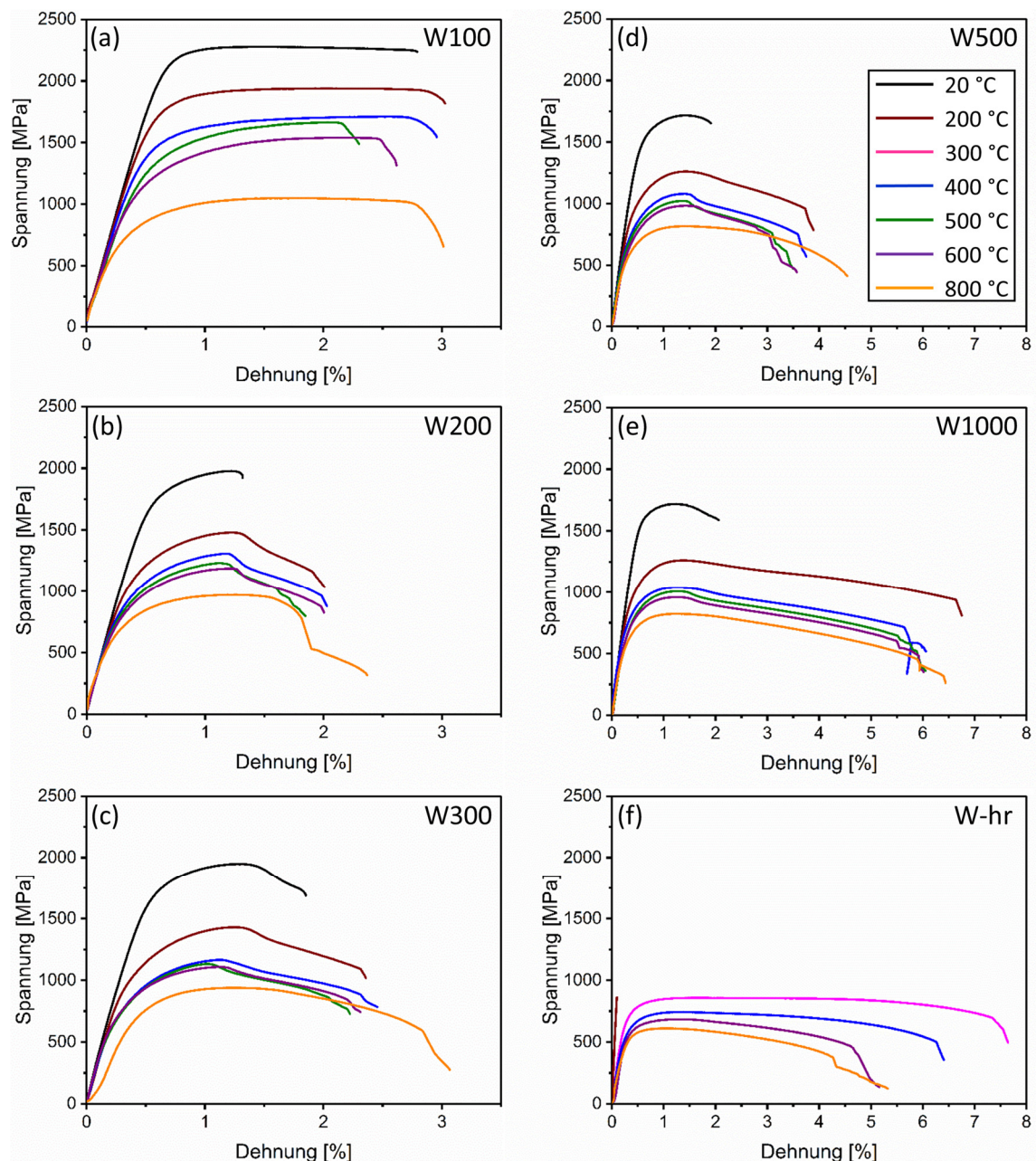


Abbildung 4.21: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven aus uniaxialen Zugversuchen der fünf kaltgewalzten Bleche (a)-(e) bei Prüftemperaturen zwischen 20 °C und 800 °C und einer warmgewalzten Platte (f) als Referenz bei Prüftemperaturen zwischen 300 °C und 800 °C. Alle Bleche wurden lagegeregelt mit 0,9 mm/min geprüft (\approx Dehnrate von 10^{-3} 1/s).

Eine nähere Betrachtung der Kurvenformen der 200 μm (W200) bis 1000 μm (W1000) Bleche zeigen ein auffälliges Phänomen nach dem Erreichen der Zugfestigkeit. Die Spannung fällt zuerst rapide ab, die Proben lassen sich dann aber mit einem weniger starken Abfall der Spannung noch weiter verformen, bevor es zum Bruch kommt. Dies entspricht nicht der Kurvenform, die bei der Einschnürung von Proben für gewöhnlich

beobachtet wird. Die Kurvenform ähnelt vielmehr Zugkurven von einkristallinem Wolfram, welches entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung gezogen wurde [18]. Wie die mikrostrukturelle Analyse in Kapitel 4.1.1 gezeigt hat, weisen die kaltgewalzten Bleche eine ausgeprägte $(001)\langle 110 \rangle$ -Textur auf (siehe Abbildung 4.7). Die Zugproben für diese Arbeit wurden mit der Zugachse entlang der Walzrichtung aus den Blechen entnommen, womit ein Großteil der Körner mit ihrer $\langle 110 \rangle$ -Richtung in Zugrichtung ausgerichtet sind. Es liegt daher die Vermutung nahe, dass der Abfall der Spannung und die anschließende Verformung einen orientierungsspezifischen Effekt darstellen.

Der fehlende Abfall beim 100 μm Blech, dem am stärksten texturierten Blech, kann über einen orientierungsspezifischen Effekt allerdings nicht erklärt werden. Ein Einfluss der Probendicke, der in dem besonders dünnen 100 μm Blech zu einem Ausbleiben des Effektes führen könnte, kann durch die Ergebnisse einer weiteren Arbeit unserer Arbeitsgruppe ausgeschlossen werden [103]. Darin wurde gezeigt, dass der Abfall der Spannung bei gleichbleibender Probendicke mit kleiner werdender Korngröße verschwindet.

Eine alternative Erklärung des Phänomens der rapide abfallenden Spannung mit anschließender plastischer Verformung findet sich im vergleichbaren Verhalten von anderen kaltverformten UFG-Werkstoffen wie Aluminium und Stahl, welche nach der SPD-Umformung eine Erholungsglühung erfahren haben [83]. Der in diesem Zusammenhang als *yield drop* bezeichnete Effekt wird dabei auf das Fehlen von mobilen Versetzungen und Versetzungsquellen in Form von Frank-Read-Quellen zurückgeführt [164]. Der Abfall der Spannung ist demnach bei feinkörnigeren Materialien stärker ausgeprägt, da die Vielzahl an Korngrenzen während der Erholung als Senken für mobile Versetzungen und Versetzungsquellen dienen und so weitestgehend versetzungsfreie Körner entstehen. Dies konnte auch bereits in TEM-Untersuchungen bestätigt werden [165]. Der *yield drop* ergibt sich in der Folge aus der notwendigen Aktivierung neuer Frank-Read-Quellen.

Die hier untersuchten Proben wurden zwar vor den Zugversuchen nicht wärmebehandelt, die Walztemperatur bis zum Walzen auf 200 μm Dicke lag aber bei vergleichsweise hohen homologen Temperaturen, wodurch eine dynamische Erholung während dem Walzen stattfand. Die XRD und HR-EBSD Untersuchungen am Ausgangszustand (Kapitel 4.2.1) bestätigen eine deutlich geringere Versetzungsdichte der 200 μm Bleche im Vergleich zu den 100 μm Blechen. Die erhöhte Versetzungsdichte aufgrund der niedrigeren Verformungstemperatur im letzten Walzschrift auf 100 μm erklärt nach diesem Modell auch den fehlenden *yield drop* bei den 100 μm Blechen. Für die Erklärung des Phänomens der rapide abfallenden Spannung mit anschließender plastischer Verformung wird daher die Notwendigkeit der Aktivierung neuer Versetzungsquellen gegenüber einem orientierungsspezifischen Effekt bevorzugt.

Verfestigungsverhalten

Die Berechnung des Verfestigungskoeffizienten θ als lokale Steigung der Zugkurve erlaubt das Verfestigungsverhalten der verschiedenen Proben näher zu quantifizieren. Um eine differenzierbare Funktion zu erhalten, müssen die Zugkurven approximiert werden, was mittels der in Kapitel 3.3.2 entwickelten Gleichung (3.7) realisiert wurde. Das Verfestigungsverhalten sollte immer an wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven ausgewertet werden [6], die für diese Arbeit aus den technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven nach den Gleichungen (3.9) und (3.10) abgeschätzt wurden (siehe Kapitel 3.3.3). Die Auswertung des Verfestigungskoeffizienten θ erfolgt zwischen der Streckgrenze (Ende des elastischen Bereiches, $\theta = \text{konstant}$) und der Zugfestigkeit, da oberhalb der Zugfestigkeit der verwendete Ansatz zur Berechnung der wahren Spannung und Dehnung aufgrund der Einschnürung nicht mehr gültig ist. Abbildung 4.22(a) zeigt beispielhaft den elasto-plastischen Verformungsbereich und dessen mathematische Näherung nach Gleichung (3.7) für drei Extremfälle des Verfestigungsverhaltens: Das 100 μm Blech gezogen bei Raumtemperatur sowie das 500 μm Blech und das warmgewalzte Blech bei einer Prüftemperatur von 800 °C. Die mathematischen Näherungen (rote Kurven) besitzen allesamt ein Bestimmtheitsmaß (R^2) größer 0,99, was für eine erfolgreiche Approximation der Zugkurven mit der im Zuge dieses Projektes entwickelten Gleichung spricht.

Die Steigung dieser Fitkurven an einer beliebigen Stelle ergibt den entsprechenden Verfestigungskoeffizienten θ . Durch das Differenzieren der Fitkurve kann der Verlauf von θ über der plastischen Dehnung dargestellt werden. Abbildung 4.22 zeigt den Verlauf des Verfestigungskoeffizienten für vier repräsentative Bleche (W100, W200, W500, W-hr) bei zwei unterschiedlichen Prüftemperaturen (20 °C (b) und 800 °C (c)). Für die warmgewalzte Platte (W-hr) konnte bei Raumtemperatur kein Verfestigungskoeffizient berechnet werden, da das grobkörnige Material im Zugversuch bereits unterhalb von 300 °C ohne vorherige plastische Verformung versagte. Bei einer Prüftemperatur von 20 °C (Abbildung 4.22(b)) zeigt der Vergleich zwischen den kaltgewalzten Blechen mit unterschiedlichem Umformgrad φ eine Tendenz zu schneller abgeschlossener Verfestigung (tiefer gelegene Kurve) für höhere Umformgrade. Während dabei der Unterschied zwischen W500 ($\varphi = 2,48$) und W200 ($\varphi = 3,31$) nur gering ausfällt, zeigen die W100 Bleche ($\varphi = 4,01$) eine bereits bei rund 0,5 % plastischer Verformung abgeschlossener Verfestigung ($\theta \approx \text{konstant}$). Danach lassen sich die W100 Bleche aber auch ohne Verfestigung noch weiter verformen als die beiden weniger stark umgeformten Bleche.

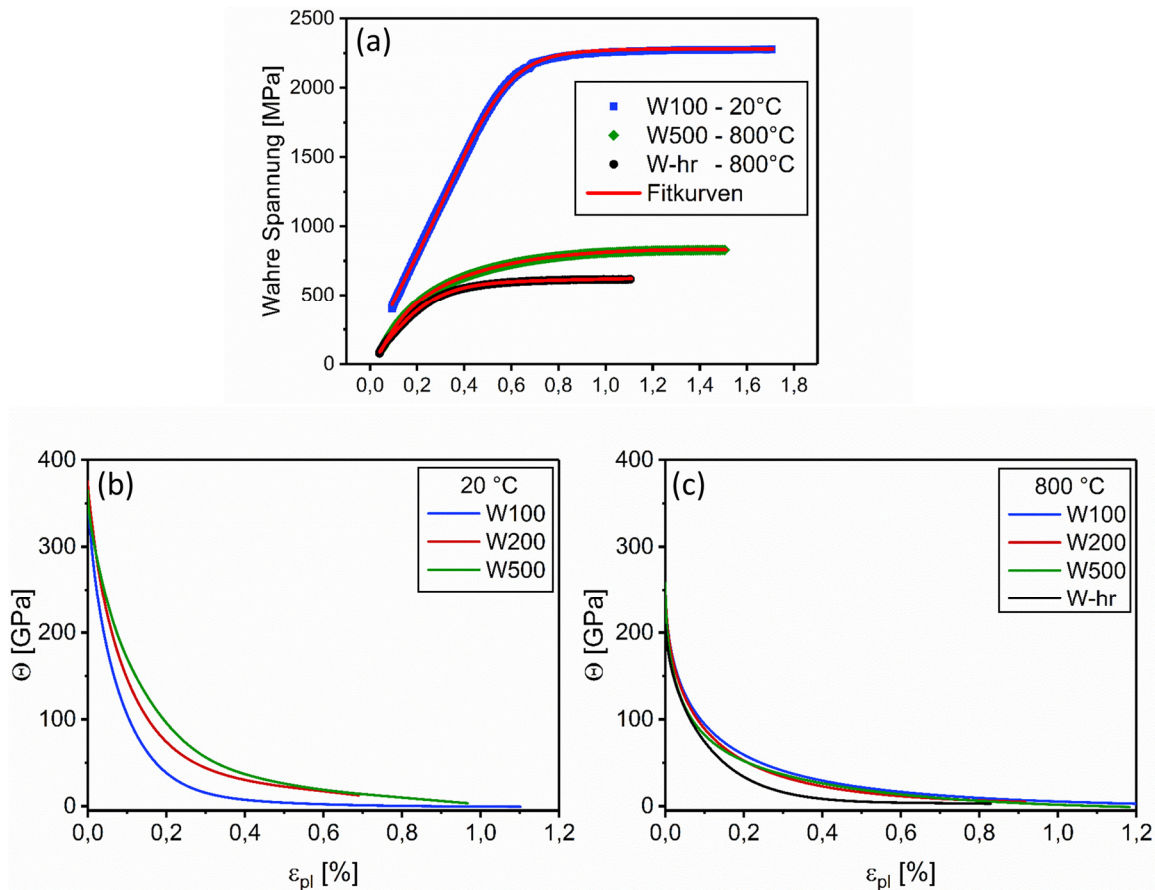


Abbildung 4.22: (a) Beispiele für die mathematische Näherung wahrer Spannungs-Dehnungs-Kurven mit stark abweichender Kurvenform aus Zugversuchen an warm- und kaltgewalzten Wolframproben. Die roten Linien zeigen den entsprechenden Fit der Zugkurven eines 100 μm Bleches, gezogen bei Raumtemperatur (blau), eines 500 μm Bleches bei einer Prüftemperatur von 800 $^{\circ}\text{C}$ (grün) und einer warmgewalzten Wolframplatte bei einer Prüftemperatur von 800 $^{\circ}\text{C}$ (schwarz). In der unteren Reihe sind die aus den Fitkurven berechneten Verfestigungskoeffizienten Θ über die plastische Dehnung an repräsentativen Proben für Prüftemperaturen von 20 $^{\circ}\text{C}$ (b) und 800 $^{\circ}\text{C}$ (c) aufgetragen.

Die Verläufe der Verfestigungskoeffizienten bestätigen damit den qualitativen Eindruck aus der Betrachtung der Zugkurven. Die bereits bei 0,5 % plastischer Verformung abgeschlossene Verfestigung der W100 Bleche lässt sich zum einen auf die feinere Korngröße, insbesondere aber auf die um den Faktor 10 höhere Versetzungsdichte zurückführen, die bei der XRD Messung nachgewiesen wurde (siehe Abbildung 4.13). Auch die etwas schneller abgeschlossene Verfestigung des W200 Bleches gegenüber dem W500 Blech korreliert mit der Versetzungsdichte im Ausgangszustand.

Die Auswertung der Zugkurven bei 800 $^{\circ}\text{C}$ (Abbildung 4.22(c)) zeigt, dass sich alle kaltgewalzten Bleche bei einer Prüftemperatur von 800 $^{\circ}\text{C}$ bezogen auf den

Verfestigungskoeffizienten sehr ähnlich verhalten. Während bei niedrigen homologen Prüftemperaturen (unterhalb der Knietemperatur von rund 500 °C) eine kleine Korngröße und eine hohe Versetzungsdichte zu einer schneller abgeschlossenen Verfestigung führen, so ändert sich dieser Effekt für hohe homologe Prüftemperaturen. Die kaltgewalzten Bleche zeigen eine langsamere Verfestigung als warmgewalztes, grobkörniges Wolfram (W-hr). Dabei spielt bei hohen homologen Prüftemperaturen die Versetzungsdichte nach dem Walzen vermutlich keine entscheidende Rolle mehr, da alle Bleche beim Aufheizen auf die Prüftemperatur bereits eine signifikante Erholung der Versetzungsstrukturen zeigen (siehe Kapitel 4.1.2, Erholung bei 600 °C). Das veränderte Verhalten kann als Hinweis gewertet werden, dass es bei hohen homologen Prüftemperaturen zur Absorption von Versetzungen an Korngrenzen kommt und dieser Effekt bei UFG-Materialien stärker ausgeprägt ist. Dieser Mechanismus wird im Rahmen der Erkenntnisse aus den Dehnratenwechselfersuchen in Kapitel 4.3.2 näher erläutert.

Einfluss der Wärmebehandlung

Die durch das Kaltwalzen erzielte hohe Festigkeit, das ungewöhnliche Verfestigungsverhalten und die Raumtemperaturduktilität begründen sich in der UFG-Mikrostruktur, Kornform sowie den Subkornstrukturen. Bei einem stark umgeformten Gefüge ist die thermische Stabilität der Mikrostruktur allerdings aufgrund der hohen eingebrachten Energie bereits unterhalb der üblichen Erholungs- und Rekristallisationstemperaturen gefährdet. In Kapitel 4.1.2 wurde der Einfluss einer einstündigen Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen auf die Mikrostruktur von kaltgewalzten 100 µm Blechen demonstriert. Abbildung 4.23 zeigt den Einfluss dieser Wärmebehandlungen und der einhergehenden Änderung der Mikrostruktur auf das mechanische Verhalten der 100 µm Bleche bei verschiedenen Prüftemperaturen.

Auf das Raumtemperaturverhalten (Abbildung 4.23(a)) haben die unterschiedlichen Wärmebehandlungen einen bedeutenden Einfluss. Bereits nach einer Glühung bei 600 °C (W100-1h-600°C), die zu keiner erkennbaren Veränderung der Korngröße führt (siehe Abbildung 4.10), verändert sich das Verfestigungsverhalten zu niedrigeren Verfestigungsraten, wobei die Zugfestigkeit von rund 2300 MPa erhalten bleibt. Das weiter oben beschriebene Plateau mit der plastischen Verformung ohne Verfestigung bildet sich bei den wärmebehandelten Proben nicht aus. Dies lässt vermuten, dass die besondere Kurvenform der Zugkurven des kaltgewalzten 100 µm Blechs auf den Versetzungsstrukturen im Ausgangszustand beruht, welche bei einer Glühung von 600 °C erholt sind. Allerdings brach die bei 600 °C wärmebehandelte Probe bereits mit dem Erreichen der Zugfestigkeit und bildet daher möglicherweise nicht den kompletten Kurvenverlauf ab. Bei höheren Glühertemperaturen (W100-1h-900°C) sinkt die Festigkeit, was sich mit einer steigenden Korngröße korrelieren lässt und bereits bei einer Wärmebehandlung von 1200 °C für eine Stunde (W100-1h-1200°C) versagen die Proben in Zugversuchen bei Raumtemperatur ohne vorherige plastische Deformation.

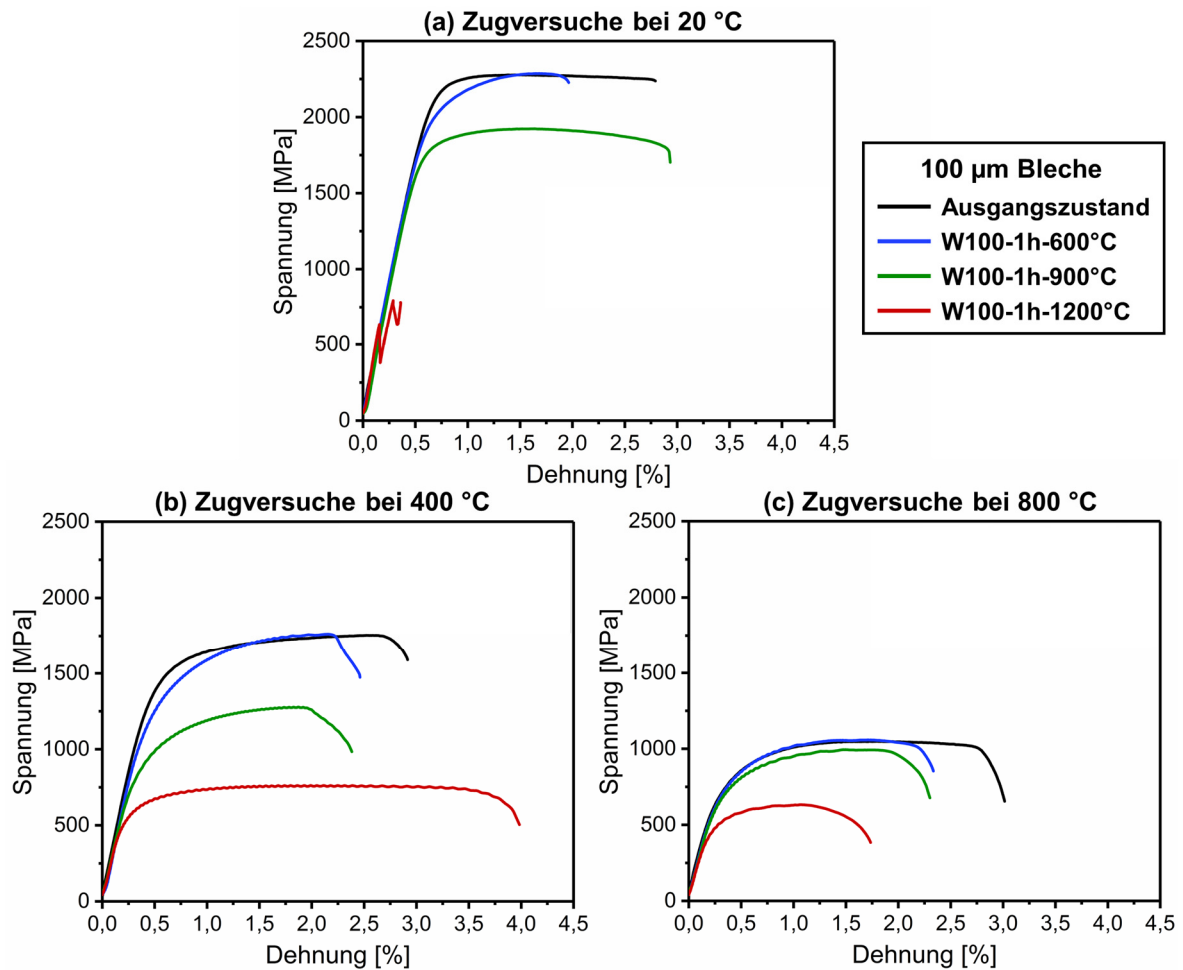


Abbildung 4.23: Zugkurven dreier repräsentativer, wärmebehandelter 100 µm Bleche sowie des 100 µm Bleches im Ausgangszustand. Die Zugkurven der vier Gefügestände sind bei den Prüftemperaturen 20 °C (a), 400 °C (b) und 800 °C (c) vergleichend gegenübergestellt. Alle Bleche wurden lagegeregelt mit 0,9 mm/min geprüft (\approx Dehnrates von 10^{-3} 1/s).

Ein ähnlicher Trend ist auch bei Prüftemperaturen bis 400 °C zu beobachten (Abbildung 4.23(b)). Während die Glühung bei 600 °C lediglich das Verfestigungsverhalten verändert, führen Glühungen bei höheren homologen Temperaturen zu einer Abnahme der Zugfestigkeit. Eine Glühung bei 1200 °C zieht bereits eine Abnahme der Festigkeit um mehr als 50 % nach sich. Für Zugversuche bei einer Prüftemperatur von 800 °C (Abbildung 4.23(b)) unterscheiden sich die Zugkurven der bis 900 °C wärmebehandelten Proben kaum, da Glüh- und Prüftemperaturen sehr ähnlich sind. Das bei 1200 °C geglühte Blech mit der daraus resultierenden mittleren Korngröße einiger Mikrometer (siehe Abbildung 4.11) zeigt allerdings eine deutlich niedrigere Festigkeit sowie geringere Dehnung. Eine signifikante Zunahme der Gleichmaßdehnung, wie für andere UFG-Materialien nach dem Erholungsglühen nachgewiesen wurde [83,166], ist bei den UFG-Wolframblechen bei keiner der getesteten Glüh- und Prüftemperaturen zu beobachten.

Die Wärmebehandlung und die damit verbundenen Änderungen der Mikrostruktur führen zu drei wichtigen Erkenntnissen bei der Diskussion des Zugverhaltens bei Prüftemperaturen bis rund 400 °C:

- (1) Ein Erholungsglühen bei 600 °C und die damit verbundene Senkung der Versetzungsdichte beeinflusst das Verfestigungsverhalten zu langsameren Verfestigungsraten ohne dass sich dabei die Zugfestigkeit ändert.
- (2) Die Glühung bei 900 °C – 1200 °C und die damit verbundene Kornvergrößerung senkt hingegen die Festigkeit der Wolframbleche.
- (3) Keine der Wärmebehandlungen führt zu einer deutlichen Änderung der Gleichmaßdehnung.

Streckgrenze in Abhängigkeit der Temperatur

Aus den Zugkurven in Abbildung 4.21 lässt sich die Streckgrenze bestimmen, die als etablierter Materialkennwert in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrates den Beginn der plastischen Verformung markiert. Anstelle der eigentlichen Streckgrenze wird dabei die Spannung bei 0,2 % plastischer Dehnung (0,2%-Dehngrenze, $R_{p0.2}$) genutzt, die sich traditionell graphisch verlässlicher bestimmen lässt. Die Streckgrenzen der fünf kaltgewalzten UFG-Wolframbleche sowie der drei grobkörnigen Referenzmaterialien sind in Abbildung 4.24(a) in Abhängigkeit der Prüftemperatur zwischen -50 °C und +800 °C zusammengefasst. Die Standardabweichung wurde dabei stichprobenartig an verschiedenen Zuständen mit jeweils mindestens drei Messungen bestimmt. Die Werte unterhalb 20 °C wurden an einer zweiten Universalprüfmaschine gewonnen (Zwick1474), welche den Einsatz von Flüssigstickstoff zur Kühlung erlaubt und einen ähnlichen Aufbau wie die in der Arbeitsmethodik beschriebene Zwick Z100 besitzt (siehe Kapitel 3.3.1). Proben, welche vor dem Erreichen von $R_{p0.2}$ ohne vorherige plastische Verformung versagten, wurden nicht in Abbildung 4.24(a) aufgenommen. Das Diagramm wurde zur Einordnung des getesteten Materials mit bekannten Streckgrenzen für grobkörniges Wolfram aus der Literatur ergänzt, die in Kapitel 2.1.3 zusammengefasst sind (siehe Abbildung 2.5).

Abbildung 4.24(a) zeigt drei Trends für die Streckgrenze von Wolfram mit unterschiedlicher Mikrostruktur:

- (1) Starke Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze bei allen Gefügeständen
- (2) Stetige Erhöhung der Streckgrenze mit zunehmenden Umformgrad bzw. kleinerer Korngröße
- (3) Ungewöhnlicher Verlauf der Streckgrenze in Abhängigkeit der Temperatur bei den 100 µm Blechen (W100)

Während die grobkörnigen, unverformten Referenzmaterialien W-rx und W-si noch sehr kleine Streckgrenzen bis maximal 200 MPa zeigen, was gut mit den Literaturwerten für vergleichbare Wolframproben übereinstimmt, steigt die Streckgrenze durch das Warmwalzen des Sinterlings bereits auf 500 MPa (bei 800 °C) bis 750 MPa (bei 300 °C). Das Kaltwalzen auf eine Blechdicke von 1000 µm bis 200 µm führt zu einer weiteren Erhöhung der Streckgrenze über den gesamten Temperaturbereich, wobei sich die Streckgrenzen dieser Bleche mit unterschiedlichen Umformgraden alle maximal um 200 MPa unterscheiden. Das 100 µm Blech hebt sich von diesen weniger stark verformten Blechen durch eine deutlich erhöhte Streckgrenze im Temperaturbereich von -20 °C bis 600 °C ab. Bei 800 °C liegt die Streckgrenze hingegen im Bereich der anderen kaltgewalzten Bleche. Die Auftragung der Streckgrenze der kaltgewalzten Bleche in Abhängigkeit der Prüftemperatur, mit Ausnahme des 100 µm Bleches, zeigt den aus der Literatur bekannten Verlauf für krz Werkstoffe. Die Streckgrenze nimmt dabei unterhalb der Krietemperatur von rund 500 °C mit der Prüftemperatur stark ab und läuft für höhere Prüftemperaturen asymptotisch mit einer geringen Steigung aus.

Abbildung 4.24(b) zeigt, wie durch die lineare Näherung des asymptotischen Bereiches die Streckgrenze in einen athermischen und einen thermischen Spannungsanteil aufgespalten werden kann (siehe auch Kapitel 2.1, Gleichung (2.10)). Der athermische Anteil (σ_{ath}) umfasst alle langreichweitigen Einflussfaktoren auf die Versetzungsbewegung durch Gitterfehler, wobei im Falle des UFG-Gefüges insbesondere die Wechselwirkung von Versetzungen mit anderen Versetzungen, Substrukturen und Korngrenzen von Bedeutung ist. Dieser Anteil zeigt nur eine sehr geringe Temperaturabhängigkeit, die in der Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls begründet ist. Der thermische Anteil (σ^*) hingegen resultiert aus der Gitterreibspannung bei der Versetzungsbewegung und wird bei Wolfram unterhalb der Krietemperatur T_K durch die hohe Peierlsenergie der Schraubenversetzung bestimmt [167,168] (siehe Kapitel 2.1.2). Die beiden Anteile der Streckgrenze sind für das 500 µm Blech (grün, $\varphi = 2,48$) und das stärker verformte 200 µm Blech (rot, $\varphi = 3,31$) in Abbildung 4.24(b) vergleichend gegenüber gestellt. Der athermische Anteil des 200 µm Bleches ist höher als der des 500 µm Bleches, was auf die Mikrostruktur des stärker verformten Bleches zurückgeführt wird. Diese feinkörnigere Mikrostruktur bietet durch die höhere Dichte an Gitterdefekten, insbesondere in Form von Großwinkelkorngrenzen, mehr Hindernisse bei der Versetzungsbewegung.

Der thermische Anteil der Streckgrenze bleibt hingegen bei beiden Proben unverändert. Dies deutet darauf hin, dass sich die Aktivierungsenergie für die Überwindung der Gitterreibspannung zwischen diesen Umformgraden beim Kaltwalzen nicht ändert. Aus dem für krz Metalle charakteristischen Verlauf der Streckgrenze über die Temperatur lässt sich eine wichtige Erkenntnis zu dem zugrundeliegenden Deformationsmechanismus ableiten: Die Bewegung der Schraubenversetzung über den Kinkenpaarmechanismus, welche in der Literatur für die Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze verantwortlich gemacht wird [26], kontrolliert auch bei den kaltgewalzten Blechen weiterhin die

plastische Verformung. Dabei steigt beim Kaltwalzen mit zunehmendem Umformgrad der athermische Spannungsanteil der Streckgrenze und erreicht für Umformgrade zwischen $\varphi = 2,48$ und $\varphi = 3,31$ bei Raumtemperatur eine Größenordnung im Bereich des thermischen Spannungsanteils.

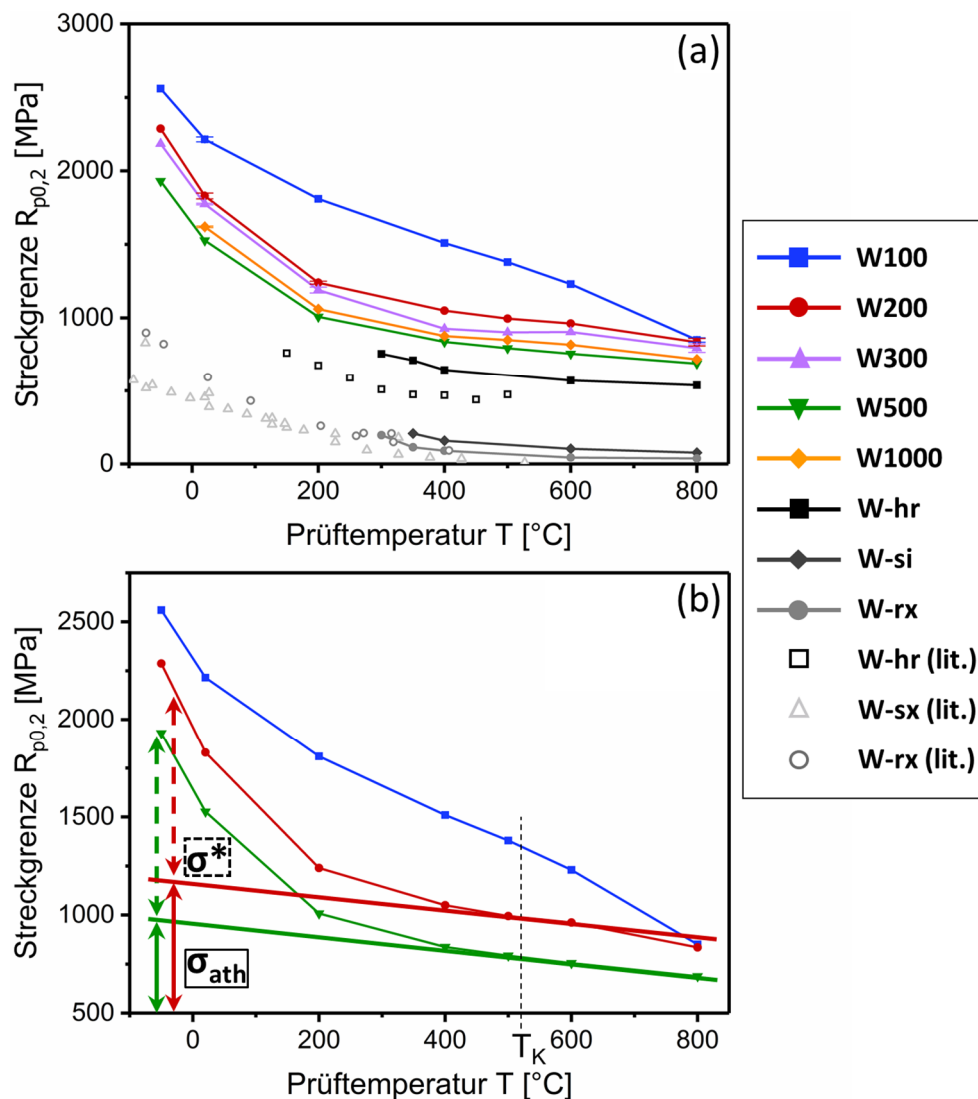


Abbildung 4.24: Streckgrenze bei 0,2 % plastischer Dehnung ($R_{p0,2}$) in Abhängigkeit der Prüftemperatur. Die Standardabweichung wurde dabei stichprobenartig an verschiedenen Zuständen mit jeweils mindestens drei Messungen bestimmt. (a) Messwerte aller getesteten kaltgewalzten Bleche und Referenzmaterialien sowie vergleichbare Werte aus der Literatur (siehe Abbildung 2.5). (b) Aufteilung der Streckgrenze in den athermischen Spannungsanteil (σ_{ath} , durchgängige Linie) und den thermischen Spannungsanteil (σ^* , gestrichelte Linie) auf Grundlage des asymptotischen Kurvenverlaufes oberhalb der Knettemperatur (T_K). Bei dem 100 μm Blech ist eine solche Aufteilung nicht möglich.

Der charakteristische Verlauf ist bis zu einem Umformgrad von $\varphi = 3,31$ (200 μm Blech) zu erkennen. Das 100 μm Blech ($\varphi = 4,01$) hingegen verhält sich atypisch (Abbildung 4.24(b)). Die Streckgrenze ist im Vergleich zu den anderen kaltgewalzten Blechen und Referenzmaterialien nicht nur deutlich erhöht, sie zeigt auch mit der Erhöhung der Prüftemperatur bis 800 °C eine quasi lineare Abnahme anstelle des asymptotischen Verlaufes. Damit gelingt für das 100 μm Blech die Bestimmung des athermischen Anteils aus dem Diagramm nicht. Die Abnahme der Streckgrenze mit der Prüftemperatur zeigt aber, dass eine thermische Aktivierung der Schraubenversetzung unterhalb der Knietemperatur auch in UFG-Wolfram einen bedeutenden Einfluss auf die plastische Verformung besitzt. Die hohen Streckgrenzen bei niedrigen homologen Prüftemperaturen lassen schließen, dass der athermische Anteil im Vergleich zu den anderen kaltgewalzten Blechen deutlich erhöht ist.

Die starke Abnahme der Streckgrenze bei einer Prüftemperatur von 800 °C lässt sich auf die dynamische Rekristallisation des Gefüges durch die Prüftemperatur und die damit einhergehende Kornvergrößerung zurückführen, wodurch der athermische Spannungsanteil sinkt und den asymptotischen Verlauf der Streckgrenze überlagert. Diese Annahme wird durch die in Kapitel 4.1.2 beschriebene Glühreihe und die in Kapitel 4.2.2 diskutierten TEM-Aufnahmen an dem 100 μm Blech gestützt. Die Wärmebehandlung der 100 μm Bleche führt bereits bei einer Glühtemperatur von 900 °C nach einer Stunde durch statische Rekristallisation zu einer Kornvergrößerung um fast 100 % (siehe Abbildung 4.11). Außerdem zeigen die TEM-Aufnahmen einer bei 800 °C geprüften 100 μm Zugprobe (Abbildung 4.19) qualitativ eine deutliche Vergrößerung des Gefüges in S-Richtung sowie eine Aufweitung der pfannkuchenartigen Kornform hin zu gleichachsigen Körnern. Diese Gefügeänderung erklärt die Abnahme der Streckgrenze des W100 Bleches während der Prüfung bei 800 °C. Daneben ist aber auch die Aktivierung eines weiteren Deformationsmechanismus bei hohen homologen Prüftemperaturen denkbar, dessen Effekt von der Abnahme der Streckgrenze durch die Kornvergrößerung überlagert wird.

Abbildung 4.25 zeigt den Einfluss einer isochronen Glühreihe auf die Streckgrenze des 100 μm Bleches. Die bei 600 °C geglühten Proben weisen noch einen ähnlichen Verlauf wie das 100 μm Blech im Ausgangszustand auf, wobei die Streckgrenze durch die Erholung der hohen Versetzungsdichte in den Körnern etwas geringer ausfällt. Die bei 900 °C geglühten Proben hingegen zeigen bereits den für kurzwerkstoffe klassischen asymptotischen Verlauf der Streckgrenze über die Prüftemperatur. Der Verlauf der Streckgrenze des bei 900 °C geglühten 100 μm Bleches ist dabei weitestgehend identisch zu dem des 300 μm Bleches im Ausgangszustand (siehe W300, Abbildung 4.24). Dies verdeutlicht die starke Korrelation der Streckgrenze mit der Korngröße, die in beiden Fällen rund 450 nm beträgt.

Bei einer Prüftemperatur von 800 °C stimmen die Streckgrenzen der bei 600 °C und der bei 900 °C geglühten Bleche mit dem 100 μm Blech im Ausgangszustand überein. Dies

unterstützt die oben diskutierte Annahme, dass es bereits während der Aufheizung und Prüfung bei 800 °C zu einer Gefügeänderung kommt.

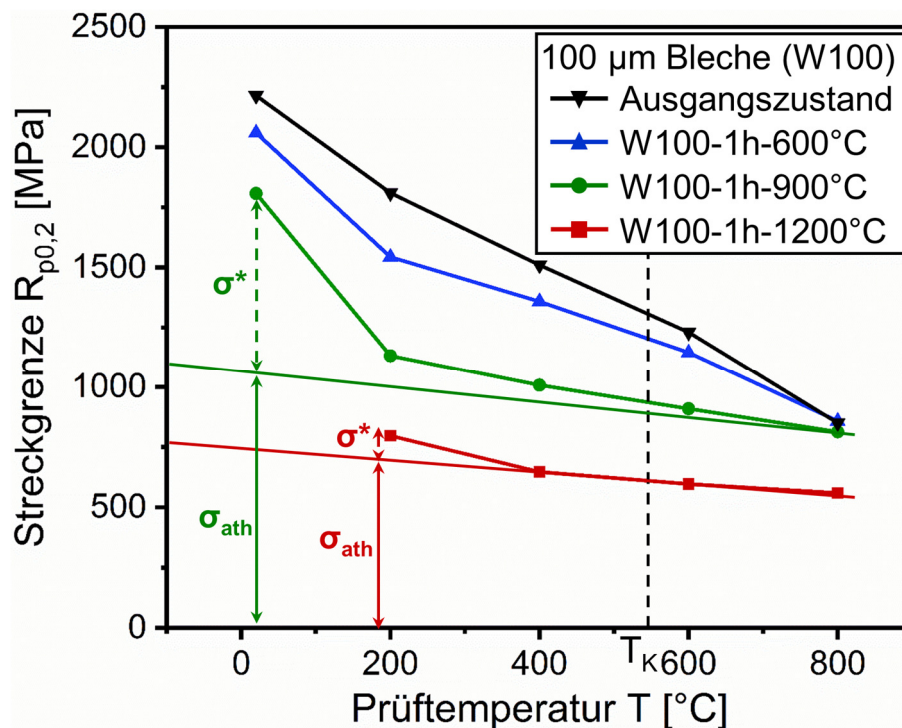


Abbildung 4.25: Streckgrenze bei 0,2 % plastischer Dehnung ($R_{p0,2}$) in Abhängigkeit der Prüf­temperatur für drei wärmebehandelte 100 µm Bleche sowie dem 100 µm Blech im Ausgangszustand. Die Aufteilung von $R_{p0,2}$ in den athermischen Anteil (σ_{ath}) und thermischen Anteil (σ^*) aufgrund des asymptotischen Verlaufs oberhalb der Knie­temperatur (T_K) ist entsprechend Abbildung 4.24 dargestellt.

Streckgrenze in Abhängigkeit der Korngröße

Um für verschiedene Prüf­temperaturen die Abhängigkeit der Streckgrenze von der Korngröße zu diskutieren, ist in Abbildung 4.26 der Verlauf der Streckgrenze ($R_{p0,2}$) über die Korngröße in der Form $d_K^{-1/2}$ für die verschiedenen Prüf­temperaturen aufgetragen. Diese spezielle Auftragung erlaubt mittels linearer Regression den Hall-Petch Koeffizienten (k_p) für jede Prüf­temperatur zu bestimmen. Die Diskussion der Ergebnisse muss mit Vorsicht behandelt werden, da diese Art der Auftragung den Einfluss der Mikrostruktur auf den Einfluss der Korngröße reduziert und weitere Faktoren wie die Versetzungsdichte, die Art der Korngrenzen oder die Textur unbeachtet lässt. Für eine

vereinfachte Betrachtung werden diese Beiträge als konstant angesehen und zusammen mit dem thermischen Anteil der Fließspannung in σ_0 zusammengefasst:

$$\sigma = \sigma_0 + k_p \cdot d_K^{-1/2} \quad (4.5)$$

Um den Einfluss der Versetzungsdichte zu minimieren, wurden lediglich die Werte für die kaltgewalzten W1000, W500, W300 und W200 Bleche linear angenähert. Das W100 Blech, welches laut der XRD Analyse eine signifikant höhere Versetzungsdichte besitzt (siehe Abbildung 4.13), wurde bei der Berechnung der Hall-Petch Koeffizienten außen vor gelassen. Die Ergebnisse der linearen Regression sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

Tabelle 4.3: Ergebnis der linearen Regression des in Abbildung 4.26 dargestellten Verlaufs der Streckgrenze über die Korngröße im Bereich zwischen W1000 und W200 für verschiedene Prüftemperaturen. Die Steigung der Regressionsgerade wird bei dieser Form der Auftragung auch als Hall-Petch Koeffizient (k_p) bezeichnet. n dokumentiert den y-Achsenabschnitt der Regressionsgerade und R^2 das Bestimmtheitsmaß des jeweiligen Fits.

	Prüftemperatur					
	20 °C	200 °C	400 °C	500 °C	600 °C	800 °C
k_p [MPa $\sqrt{\mu\text{m}}$]	497	416	364	318	330	268
$n^{(*)}$ [MPa]	980	532	404	433	393	378
R^2	0,52	0,61	0,64	0,56	0,59	0,64

Die positive Steigung bei allen Prüftemperaturen bestätigt die durchgehend festigkeitssteigernde Wirkung der Kornfeinung. Höhere Prüftemperaturen weisen dabei, mit einer Ausnahme zwischen 500 °C und 600 °C, niedrigere k_p -Werte auf. Die starke Temperaturabhängigkeit von k_p verdeutlicht, dass die Festigkeitssteigerung durch Kornfeinung für niedrige Prüftemperaturen effektiver als für hohe Prüftemperaturen ist. Dieses Ergebnis stimmt mit Simulationen von Ahmed und Hartmaier [169] für UFG-Materialien überein. Ahmed und Hartmaier demonstrierten, dass bei UFG-Werkstoffen eine starke Temperaturabhängigkeit des Hall-Petch Koeffizienten besteht, wenn ein Modell der korn grenzenunterstützten Plastizität (grain boundary mediated plasticity) vorausgesetzt wird. Die in dieser Arbeit durchgeführten Dehnratenwechselversuche bestätigen, den Ergebnissen aus Kapitel 4.3.2 vorweggenommen, weitere Vorhersagen dieses Modells. Der Mechanismus wird in der Diskussion der Dehnratenwechselversuche näher erläutert.

Neben den Datenpunkten der kaltgewalzten W1000 bis W200 Bleche sind in Abbildung 4.26 auch die Streckgrenzen des W100 Bleches sowie die Streckgrenzen der drei geglühten Bleche dargestellt. Die Extrapolation der Regressionsgeraden zeigt, dass das W100 Blech eine deutlich höhere Streckgrenze aufweist als allein durch die

Kornfeinung zu erwarten wäre. Das bei 600 °C gegläute W100 Blech, welches die annähernd gleiche Korngröße wie der Ausgangszustand besitzt, liegt bei allen Prüftemperaturen außer 800 °C zwar oberhalb der extrapolierten Regressionsgerade, aber deutlich näher an dieser als das W100 Blech im Ausgangszustand. Dieser Unterschied kann auf die geringe Versetzungsdichte zurückgeführt werden, die sich durch die Erholung während der Wärmebehandlung bei 600°C einstellt (siehe Abbildung 4.14). Auch die Streckgrenzen der weiteren gegläuten W100 Bleche werden durch die Regressionsgeraden gut beschrieben. Aus den Regressionsgeraden kann damit bei bekannter Korngröße die Streckgrenze für kaltgewalzte Wolframbleche für verschiedene Prüftemperaturen abgeschätzt werden. Bei besonders niedrigen Walztemperaturen wird die Streckgrenze dabei durch die erhöhte Versetzungsdichte unterschätzt.

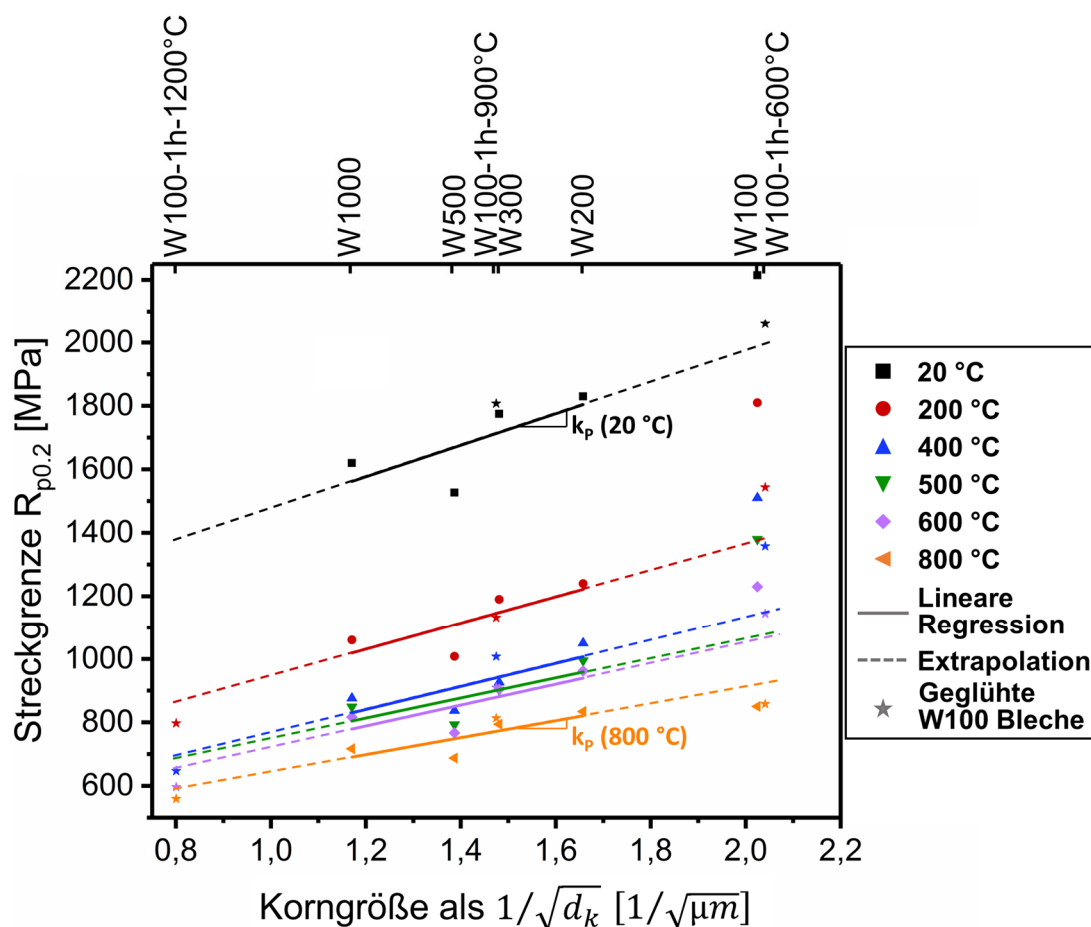


Abbildung 4.26: Streckgrenze in Abhängigkeit der Korngröße für die kaltgewalzten Bleche und die wärmebehandelten 100 µm Bleche (Sterne) bei Prüftemperaturen zwischen 20 °C und 800 °C. Aus der linearen Regression zwischen den kaltgewalzten Blechen W1000 - W200 wird der Hall-Petch Koeffizienten (k_p) bestimmt (siehe Tabelle 4.3). Außerdem sind die Datenpunkte für das deutlich versetzungsreichere 100 µm Blech im Ausgangszustand (W100) sowie in drei gegläuteten Zuständen (W100, 1h, 600 °C – 1200 °C) eingezeichnet.

Gleichmaßdehnung

Weitere wichtige Parameter in Bezug auf die Duktilität, welche sich aus den Zugkurven gewinnen lassen, sind die Gleichmaßdehnung (uniform elongation, ε_{ue}) und die Bruchdehnung (elongation at failure, ε_{ef}). Die Bruchdehnung steht für die plastische Dehnung beim Versagen der Probe, die Gleichmaßdehnung für die plastische Dehnung beim Erreichen der Zugfestigkeit. Die Gleichmaßdehnung beschreibt damit, wie weit ein Material sich in kontrollierter Weise plastisch verformen lässt und dient daher als ein wichtiges Maß der Verformbarkeit in ingenieurwissenschaftlichen Betrachtungen [170]. Die Betrachtung der Gleichmaßdehnung anstelle der Bruchdehnung bei UFG-Werkstoffen hat aber auch einen wichtigen experimentellen Grund. Viele Veröffentlichungen zu UFG-Werkstoffen wurden für ihre Diskussion der Bruchdehnung in der Vergangenheit kritisiert, da aufgrund der oft nur kleinen realisierbaren Probenvolumina bei der SPD Umformung Proben weit ab der ASTM-Norm getestet wurden. Proben mit einer unzureichenden Länge im Verhältnis zum Querschnitt weisen tendenziell höhere Werte für die Bruchdehnung auf [80]. In dieser Arbeit wurden daher zwar lange Flachzugproben verwendet (siehe Anhang, Abbildung A.1), die allerdings verschiedene Dicken aufweisen. Wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben, stellt die Gleichmaßdehnung einen von der Probendicke weitestgehend unabhängigen und damit für diese Untersuchung verlässlicheren Kennwert als die Bruchdehnung dar [80,81].

Die Temperaturabhängigkeit der Gleichmaßdehnung für die fünf kaltgewalzten Bleche verschiedenen Umformgrades sowie der Referenzmaterialien ist in Abbildung 4.27 dargestellt. Die Standardabweichung wurde stichprobenartig an verschiedenen Zuständen mit jeweils mindestens drei Messungen bestimmt. Um die große Bandbreite gemessener Gleichmaßdehnungen übersichtlich darzustellen, ist die y-Achse in zwei Bereiche unterschiedlicher Skalierung aufgeteilt. Bei Prüftemperaturen über 400 °C zeigen die grobkörnigen Referenzmaterialien, die keine Umformung erfahren haben beziehungsweise deren Mikrostruktur vollständig rekristallisiert ist, erwartungsgemäß hohe Gleichmaßdehnungen von 15 % bis 20 %. Sowohl bei den warmgewalzten, wie auch bei den kaltgewalzten Blechen fällt die Gleichmaßdehnung bei diesen hohen homologen Prüftemperaturen deutlich geringer aus. Die Verringerung der Gleichmaßdehnung bei hohen homologen Prüftemperaturen kann mit dem klassischen Bild der geringeren mittleren freien Weglänge und dem schnelleren Aufstau von Versetzungen an Korngrenzen erklärt werden. Dabei ist unter den kaltgewalzten Blechen allerdings keine klare Korrelation zwischen Umformgrad und Gleichmaßdehnung zu erkennen. Lediglich das 100 µm Blech sticht unter den gewalzten Blechen hervor und erreicht 1,5 % bis 2 % plastische Dehnung.

Die Referenzmaterialien, inklusive des warmgewalzten Wolframs, büßen ihre Duktilität in Form der Gleichmaßdehnung unterhalb von 300 °C schlagartig ein und versagen ohne vorherige plastische Verformung. Die kaltgewalzten Wolframbleche weisen hingegen

noch mindestens bis zur Raumtemperatur Duktilität in Form einer Gleichmaßdehnung von rund 0,75 % bis 1 % auf. Obwohl diese Gleichmaßdehnung geringer ausfällt als bei klassischen Konstruktionswerkstoffen, so ist die Duktilität bei niedrigen homologen Prüftemperaturen eine notwendige Bedingung für die technologisch wichtige Zähigkeit des Werkstoffes. Die für Wolfram vergleichsweise hohe Gleichmaßdehnung des feinkörnigsten Bleches (W100) verspricht daher großes Potential, den Werkstoff bei weiterer Verbesserung der Eigenschaften für mechanisch belastete Bauteile zur erschließen.

Die bei den kaltgewalzten UFG-Wolframblechen entstehende Raumtemperaturduktilität lässt sich aus dem Modell der mittleren freien Weglänge der Versetzungen nicht erklären, beziehungsweise widerspricht diesem sogar. Weitere Mechanismen zur Unterstützung der plastischen Verformbarkeit müssen in den kaltgewalzten Blechen aktiv sein. Dabei sind insbesondere zwei Einflussfaktoren denkbar: die bei der Diskussion der Zugkurven bereits erwähnten *relaxed constraints* aufgrund der pfannkuchenartigen Kornform sowie eine hohe Dichte an Versetzungsquellen. Insbesondere die weitgehende Temperaturunabhängigkeit der Gleichmaßdehnung für die kaltgewalzten Bleche über den gesamten getesteten Temperaturbereich und die im TEM nachgewiesene erhöhte Versetzungsdichte nach den Zugversuchen bei Raumtemperatur (siehe Anhang, Abbildung A.16) sprechen für kürzere Abstände der Versetzungsquellen als Grundlage der Raumtemperaturduktilität. Als Versetzungsquellen sind dabei sowohl die erhöhte Zahl an Korngrenzen sowie die durch das Walzen eingebrachte Versetzungen denkbar.

Die Gleichmaßdehnungen des W100 Bleches weist bei allen Prüftemperaturen höhere Werte auf als die kaltgewalzten Bleche mit niedrigerem Umformgrad. Diese Erhöhung lässt sich nicht allein auf den geringeren Abstand der Versetzungsquellen in Form von Korngrenzen zurückführen, da die Kornfeinung im Vergleich zur Zunahme der Gleichmaßdehnung deutlich geringer ausfällt. Auch die deutlich höhere Versetzungsdichte des Ausgangszustandes sollte keinen entscheidenden Einfluss auf die Gleichmaßdehnung haben, da die Erholungsglühung bei 600 °C die Gleichmaßdehnung nicht verändert. Eine wahrscheinlichere Erklärung für die höhere Gleichmaßdehnung des W100 Bleches findet sich in dem Modell der *relaxed constraints*, welches bei der Diskussion der Zugkurven zu Beginn des Kapitels eingeführt wurde. Die nach diesem Modell vorausgesagte Bewegung der Versetzungen auf einer geringeren Anzahl an Gleitebenen und die damit einhergehende geringere Anzahl an Schneidprozessen könnte, trotz der geringeren Korngröße in S-Richtung, zu einer größeren freien Weglänge in den W100 Blechen führen. Diese von der besonders flachen pfannkuchenartigen Mikrostruktur abhängige Bedingung steht auch im Einklang zur temperaturunabhängigen Steigerung der Gleichmaßdehnung des W100 Bleches im Vergleich zu den weiteren gewalzten Blechen.

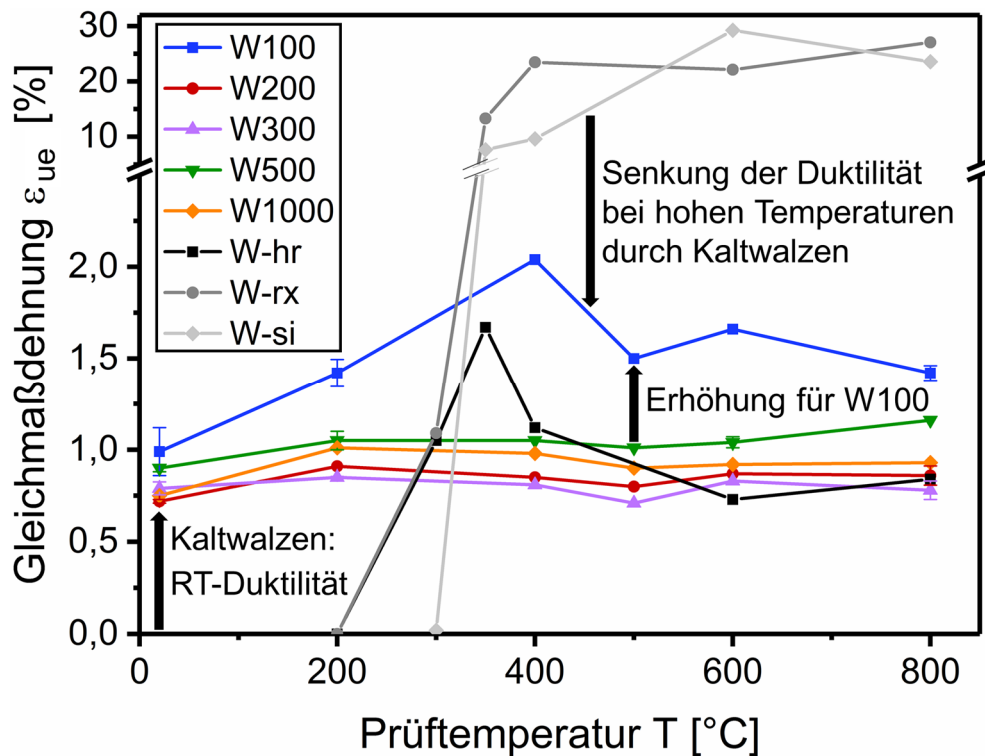


Abbildung 4.27: Gleichmaßdehnung (ϵ_{ue}) in Abhängigkeit der Prüftemperatur für die verschiedenen kaltgewalzten Zustände sowie die Referenzmaterialien. ϵ_{ue} wurde aus den Zugkurven als plastische Dehnung beim Erreichen der Zugfestigkeit bestimmt. Die Standardabweichung wurde stichprobenartig an verschiedenen Zuständen mit mindestens drei Messungen bestimmt.

Fraktographie

Neben der plastischen Verformung auf Grundlage der Versetzungsbewegung sind auch weitere inelastische Effekte denkbar, die zu einer Pseudoduktilität führen und eine erhöhte plastische Verformbarkeit lediglich suggerieren. Um zu überprüfen, ob die zuvor gezeigte Duktilität bei Raumtemperatur tatsächlich auf plastische Deformationsmechanismen zurückgeführt werden kann, wurden die gebrochenen Zugversuchsproben in einem Rasterelektronenmikroskop mittels Sekundärelektronenkontrast untersucht.

Abbildung 4.28 vergleicht die Bruchflächen der Wolframbleche mit verschiedenen Umformgraden aus Raumtemperaturversuchen und zeigt einen stetigen Übergang im Bruchverhalten mit zunehmendem Umformgrad. Während die weniger stark umgeformten W1000 und W500 Bleche noch eine klassische Bruchfläche mit überwiegendem Spröbruchanteil zeigen, ist ab dem W300 Blech ein Übergang hin zu einem lamellaren Bruch zu beobachten. Für die W300 und W200 Bleche erstreckt sich ein lamellarer Bereich von einer Kante der Bleche über rund ein Viertel der Bruchfläche, während die restliche Bruchfläche weiterhin klassischen Spröbruch zeigt. Als Bruchmechanismus wird eine von der Probenkante ausgehende stabile Rissausbreitung

unter Bildung der lamellaren Struktur vermutet. Überschreitet die Spannung in der verbliebenen Querschnittsfläche die kritische Spannung, kommt es zum spröden Restbruch. Der lamellare Bereich nimmt von der W300 zur W200 Probe leicht zu und das W100 Blech zeigt sogar eine lamellare Bruchfläche über den gesamten Querschnitt. Dies verdeutlicht, wie durch eine alleinige Änderung der Mikrostruktur zu ultrafeinkörnigen, flachen Körnern das Bruchverhalten hin zu einem zähen Bruch unter Bildung einer lamellaren Struktur manipuliert werden kann.

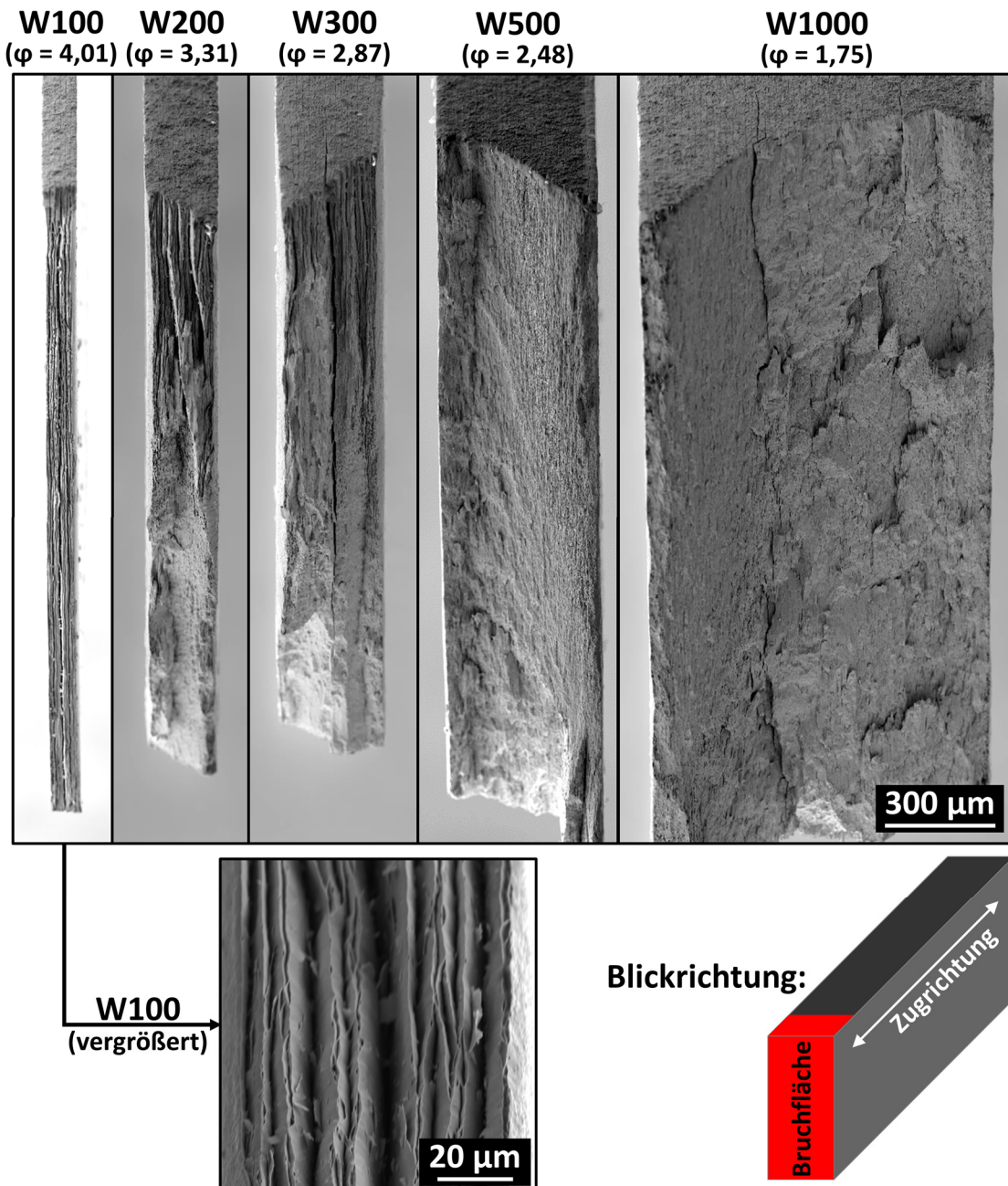


Abbildung 4.28: REM Abbildungen (Sekundärelektronen) der Bruchflächen von kaltgewalzten Wolframblechen mit unterschiedlichen Umformgraden (φ) nach uniaxialen Zugversuchen bei Raumtemperatur.

Das 100 µm dicke Blech (W100), welches den kaltgewalzten Zustand mit dem höchsten Umformgrad (φ) und der feinkörnigsten Mikrostruktur darstellt, zeigt die interessantesten mechanischen Eigenschaften unter Zugbelastung und eine komplett lamellare Bruchfläche nach Zugversuchen bei Raumtemperatur. Abbildung 4.29(a) vergleicht die Bruchflächen dieser 100 µm Bleche nach Zugversuchen bei verschiedenen Prüftemperaturen. Dabei ist auffällig, dass die Anzahl an Lamellen mit zunehmender Prüftemperatur abnimmt, das lamellare Bruchverhalten aber bis zu einer Prüftemperatur von 600 °C grundsätzlich bestehen bleibt. Die Bruchfläche der bei 800 °C geprüften Probe hingegen zeigt den von konventionellem Wolfram in diesem Temperaturbereich erwarteten Zähbruch und nur noch einen kleinen lamellaren Anteil.

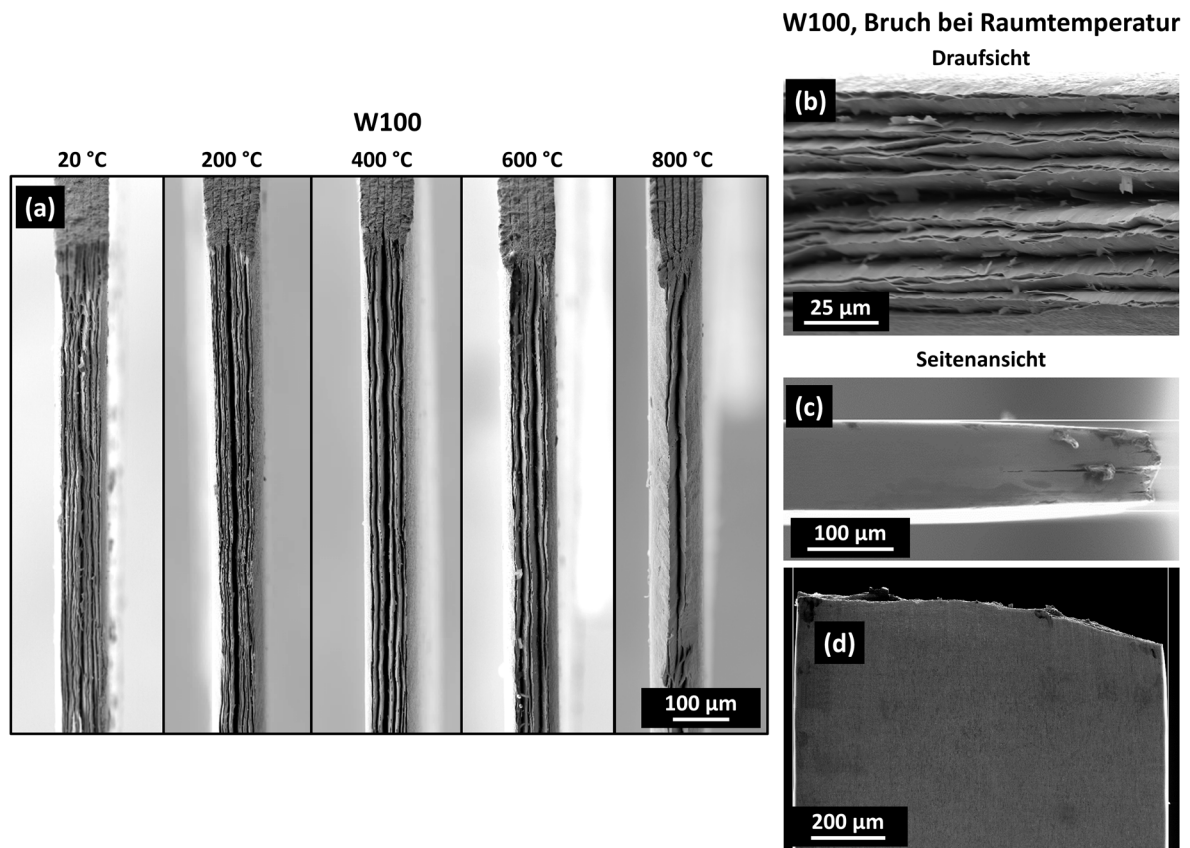


Abbildung 4.29: REM Abbildungen (mit Sekundärelektronen) der Bruchflächen von kaltgewalzten 100 µm Blechen nach uniaxialen Zugversuchen bei 20 °C bis 800 °C (a) sowie die Vergrößerung der lamellaren Bruchfläche nach einem Zugversuch bei Raumtemperatur (b). Die Blickrichtung ist in Abbildung 4.28 dargestellt. Die Seitenansichten in (c) und (d) zeigen ebenfalls die Bruchstelle nach einem Zugversuch bei 20 °C und dienen zum Nachweis der Einschnürung.

Das lamellare Bruchverhalten für die stark verformten UFG-Wolframbleche wirft die Frage auf, ob es sich bei der beobachteten Zugversuchsduktilität tatsächlich um eine Duktilität in Form von Versetzungsbewegungen handelt. Weitere inelastische Mechanismen können möglicherweise ebenfalls Energie dissipieren und zu einer Pseudoduktilität führen. So ist grundsätzlich einer Mikrorissbildung, Zwillingsbildung oder die Bildung adiabatischer Scherbänder denkbar. Letztere beide können in Wolfram aufgrund der verwendeten quasi-statischen Dehnraten und dem getesteten Temperaturbereich ausgeschlossen werden [171]. Die Mikrorissbildung vor dem Erreichen der Zugfestigkeit lässt sich anhand der post-mortem Untersuchung zwar nicht ausschließen, die Untersuchung der Bruchstelle liefert aber eindeutige Hinweise für das Auftreten der Versetzungsbewegungen. Die vergrößerte Aufnahme der Lamellen eines bei Raumtemperatur gebrochenen 100 µm Bleches in Abbildung 4.29(b) zeigt, dass es zu einer deutlichen Einschnürung jeder Lamelle kommt und diese zur Bruchfläche hin spitz zulaufen. Auch die Seitenansichten (Abbildung 4.29(c+d)) verdeutlichen die Einschnürung der Proben hin zur Bruchfläche. Diese Aufnahmen bestätigen, dass es während der Zugbelastung bei Raumtemperatur zur plastischen Verformung des UFG-Wolframs in Form von Versetzungsbewegung gekommen ist. Dies korreliert mit der erhöhten Versetzungsdichte, die nach Zugversuchen bei Raumtemperatur im 100 µm Blech mittels TEM nachgewiesen wurden (siehe Abbildung 4.19 und Anhang, Abbildung A.16).

Die Untersuchung der Bruchflächen verdeutlicht das ungewöhnliche Verhalten von UFG-Wolfram unter mechanischer Belastung und verdeutlicht die entstehende plastische Deformation bei Raumtemperatur. Die Analyse lässt aber keine Rückschlüsse auf die zugrundeliegenden plastischen Deformationsmechanismen zu. Eine detaillierte Untersuchung zur Rissausbreitung in kaltgewalztem UFG-Wolfram sollte diesbezüglich Aufklärung bringen und findet aktuell im Rahmen einer weiteren Dissertation in unserer Arbeitsgruppe statt.

Zusammenfassung zum temperaturabhängigen mechanischen Verhalten

In diesem Kapitel wurden die Zugeigenschaften von kaltgewalztem Wolfram und deren Abhängigkeit von der Mikrostruktur und Prüftemperatur untersucht. Die Versuche umfassen unterschiedlich stark umgeformte Bleche bis 100 μm Dicke mit fein- bis ultrafeinkörniger Mikrostruktur, wärmebehandelte 100 μm Bleche sowie grobkörnige Referenzmaterialien. Diese systematische Studie dient dem Zweck, die verschiedenen Einflussfaktoren auf das mechanische Verhalten und die Verformungsmechanismen in UFG-Wolframbleche aufzuklären und die Gründe für deren verbesserte Eigenschaften zu verstehen. Die wichtigsten Erkenntnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- (1) Während die Referenzmaterialien bei einer Zugbelastung unter 300 °C durchweg ohne vorherige plastische Deformation versagten, zeigte das kaltgewalzte Wolfram plastische Verformbarkeit bei Raumtemperatur und erreichte gleichzeitig eine höhere Festigkeit.
- (2) Kaltwalzen führt zu einem stetigen Anstieg der Fließspannung, was auf die erhöhte Anzahl von Hindernissen durch Kornfeinung und induzierte Gitterdefekte zurückzuführen ist. Die Streckgrenze in Form von $R_{p0,2}$ nimmt bei allen getesteten Materialien mit der Prüftemperatur ab und zeigt, mit einer Ausnahme beim 100 μm Blech, ein asymptotisches Verhalten oberhalb der Knietemperatur und einen konstanten thermischen Anteil der Fließspannung für die kaltgewalzten Bleche.
- (3) Alle kaltgewalzten Wolframbleche weisen zwischen 20 °C und 800 °C eine von der Prüftemperatur weitestgehend unabhängige Gleichmaßdehnung von rund 1 % auf. Dies stellt eine Verbesserung der Duktilität bei niedrigen homologen Prüftemperaturen dar. Das 100 μm dicke Wolframblech wies bei allen Prüftemperaturen die höchsten Streckgrenzen sowie die größten Gleichmaßdehnungen unter den gewalzten Blechen auf. Für hohe homologe Prüftemperaturen ist die Gleichmaßdehnung allerdings deutlich niedriger als bei grobkörnigem Wolfram.
- (4) Bei niedrigen homologen Prüftemperaturen führen höhere Umformgrade zu einer schneller abgeschlossenen Verfestigung des Werkstoffs unter Zugbelastung. Zu höheren Prüftemperaturen gleichen sich die Verfestigungsraten der kaltgewalzten Bleche an. Die Zugkurven für das 100 μm Blech zeichneten sich daneben durch eine Plateaubildung nach kurzer Verfestigung für alle Prüftemperaturen bis 800 °C aus.
- (5) Das Kaltwalzen des Wolframs in den ultrafeinkörnigen Bereich verändert das Bruchverhalten vom Sprödbbruch hin zu einem lamellaren Bruch. Die Einschnürung der Probe zeigte deutlich, dass eine plastische Verformung in Form eines Versetzungsgleitens stattfindet. Das 100 μm Blech bricht bei Raumtemperatur vollständig unter Lamellenbildung. Durch die Erhöhung der Prüftemperatur sinkt die Anzahl der Lamellen zugunsten eines klassischen Zähbruches.

Aus diesen Ergebnissen lassen sich erste Rückschlüsse auf die Mechanismen der plastischen Verformung ziehen: Die Temperaturabhängigkeit der Fließspannung zeigt, dass die Schraubenversetzungen unterhalb der Krietemperatur auch bei einer UFG-Mikrostruktur noch immer die plastische Deformation kontrollieren. Das Kaltwalzen führte jedoch auch zu einer plastischen Verformbarkeit des Werkstoffs bei Raumtemperatur, deren Ursprung in den kürzeren Abständen zwischen den Versetzungsquellen vermutet wird. Dabei werden im Zugversuch für die gewalzten Bleche Gleichmaßdehnungen von rund 1 % erreicht. Bei hohen homologen Prüftemperaturen, bei welchen die Schraubenversetzungen vollständig thermisch aktiviert sind, führt die Kornfeinung in den UFG-Bereich allerdings zu einer deutlichen Abnahme der Gleichmaßdehnung. Dies entspricht dem klassischen Bild der geringeren freien Weglänge der Versetzungen im UFG-Gefüge. Aus dem auffälligen Verfestigungsverhalten des 100 μm Bleches mit ausgeprägtem verfestigungsfreiem Bereich (Plateau) lässt sich außerdem schließen, dass zwischen einem Verformungsgrad von $\varphi = 3,31$ (200 μm Blech, 360 nm Korngröße) und $\varphi = 4,01$ (100 μm Blech, 240 nm Korngröße) ein weiterer Mechanismus zum Tragen kommt. Die Plateaubildung bei den Zugkurven legt nahe, dass eine Balance zwischen der Entstehung und der Annihilation von Versetzungen besteht, welche in der flachen, pfannkuchenartigen Mikrostruktur der 100 μm Bleche begründet ist. Als Arbeitshypothese dient hier die mögliche Verringerung der nötigen Gleitsystemen aufgrund von *relaxed constraints*. Dieser Umstand würde auch die höhere Gleichmaßdehnung des 100 μm Bleches im Vergleich zu den weniger stark umgeformten Blechen erklären, da es zu weniger Schneidprozessen und einer häufigeren Annihilation der Versetzungen untereinander führen würde. Schließlich kann aus dem mit der Prüftemperatur abnehmenden Hall-Petch Koeffizienten abgeleitet werden, dass eine Veränderung der Wechselwirkung zwischen Korngrenzen und Versetzungen stattfindet und die Korngrenzen bei erhöhter Prüftemperatur zu einer weniger starken Verfestigung führen.

Neben der eingeschränkten Duktilität in Form der Gleichmaßdehnung bei hohen homologen Prüftemperaturen ($> 400\text{ }^\circ\text{C}$), zeigen diese Ergebnisse, dass das Kaltwalzen von technisch reinem Wolfram einen positiven Einfluss auf viele wichtige mechanische Eigenschaften ausübt. Die Kombination von erhöhter Festigkeit und der gleichzeitigen Entwicklung von Raumtemperaturduktilität bei UFG-Wolfram verspricht Potenzial für die technische Anwendung dieses Werkstoffes als Konstruktionswerkstoff. Da selbst für die feinkörnigste der untersuchten Mikrostrukturen keine Sättigung der Festigkeit und Gleichmaßdehnungen festgestellt wurde, scheint dieses Potenzial noch nicht ausgereizt. So können vermutlich weitere Verbesserungen durch höhere Umformgrade erzielt werden und auch die frühere Senkung der Walztemperatur unter die Erholungstemperatur verspricht eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften.

4.3.2 Die Dehnratensensitivität als Fingerabdruck der plastischen Verformungsmechanismen

Aus der Interpretation der Spannungs-Dehnungs-Kurven und den daraus ermittelbaren Kennwerten wurden im vorherigen Kapitel bereits erste Hinweise auf die Mechanismen der plastischen Verformung des UFG-Wolframs diskutiert. Wie in Kapitel 2.1 hergeleitet, lassen sich aus der Antwort eines Materials auf die Prüfung mit verschiedenen Dehnraten direkte Rückschlüsse auf die Dehnratensensitivität und das Aktivierungsvolumen der plastischen Verformung ziehen, die charakteristisch für die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen sind. Dehnratensensitivität und Aktivierungsvolumen werden in der Literatur häufig durch die Auswertung zweier Spannungs-Dehnungs-Kurven bei einer bestimmten Dehnung berechnet. Das folgende Kapitel soll die präzisere Bestimmung dieser Kenngrößen mit Hilfe von speziell entwickelten Dehnratenwechselversuchen zeigen und weitere Hinweise zu folgenden Fragen liefern:

- (1) Lässt sich mit Hilfe der makroskopischen Dehnratenwechselversuche bei uniaxialer Zugbelastung die Dehnratensensitivität verlässlich bestimmen?
- (2) Wie wirken sich Prüftemperatur und Umformgrad auf die Dehnratensensitivität und das Aktivierungsvolumen aus?
- (3) Können aus den Beobachtungen und dem Vergleich mit ähnlichen Arbeiten in der Literatur Hinweise auf die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen gezogen werden?

Motivation Dehnratenwechselversuche:

Vergleich zweier Zugversuche mit unterschiedlichen Dehnraten

Abbildung 4.30 zeigt den Versuch, die Dehnratensensitivität nach Gleichung (3.11) aus dem Vergleich der Streckgrenzen ($R_{p0.2}$) zweier Zugversuche mit unterschiedlichen Dehnraten, 10^{-3} 1/s und 10^{-4} 1/s, zu bestimmen. Die Dehnratensensitivität der kaltgewalzten Bleche liegt für Raumtemperatur in einem Bereich von 0,02 bis 0,025, wie es frühere Experimente an UFG-Wolfram erwarten lassen (siehe Tabelle 2.1). Der Verlauf der Dehnratensensitivität über die Prüftemperatur und über den Umformgrad zeigt allerdings keine erkennbaren Tendenzen. Der Grund ist die hohe Zahl an möglichen Fehlerquellen beim Vergleich zweier unterschiedlicher Proben in separaten Experimenten. Bereits geringe Unterschiede in der Geometrie oder Mikrostruktur der beiden Proben sowie Temperaturunterschiede während dem Versuch und Fehler in der Messung der Längenänderung können die Effekte durch unterschiedliche Umformgrade oder Prüftemperaturen überlagern (siehe Kapitel 3.3.3). Eine Bestimmung der Dehnratensensitivität aus dem Vergleich zweier mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten geprüften Proben ist für UFG-Wolfram nicht mit ausreichender Präzision möglich.

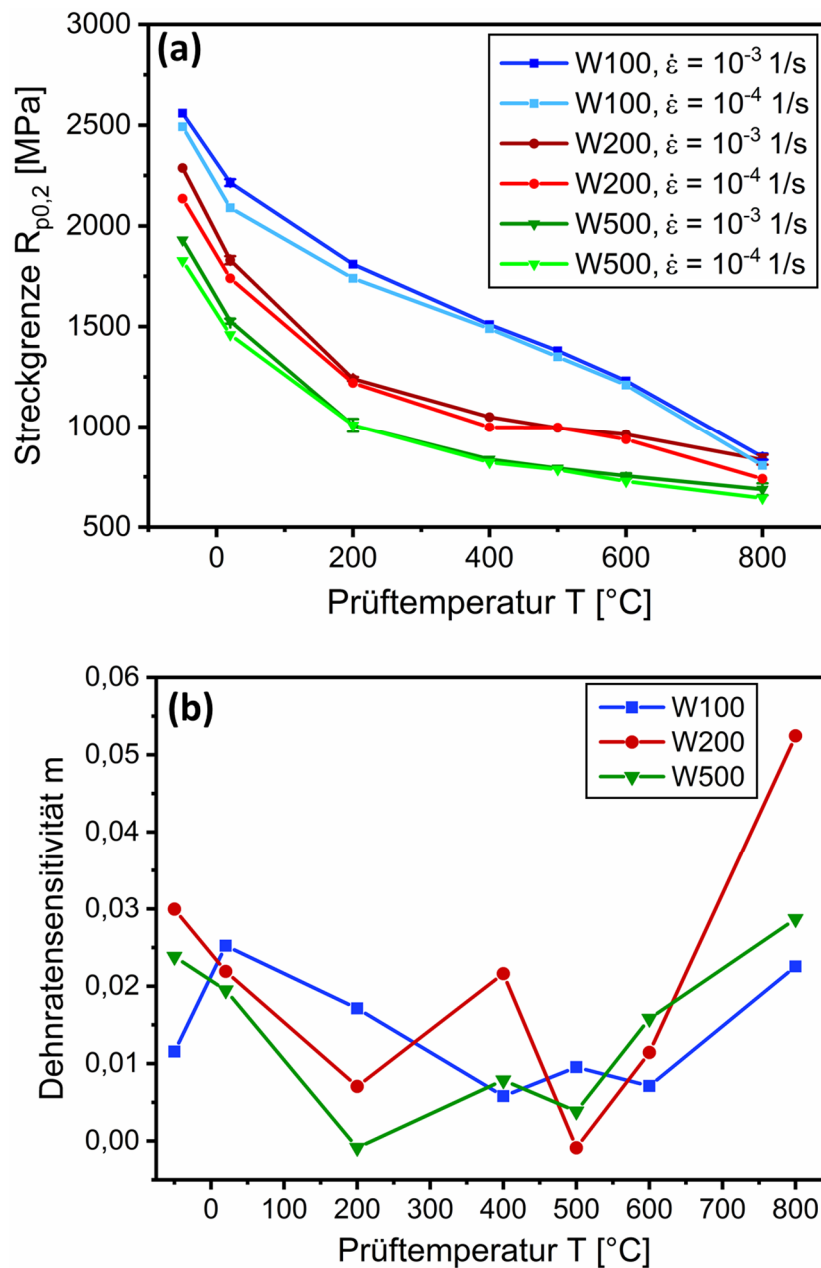


Abbildung 4.30: (a) Streckgrenze ($R_{p0,2}$) in Abhängigkeit der Prüftemperatur für je zwei unterschiedliche Dehnraten, durchgeführt an drei kaltgewalzten Blechen mit unterschiedlichem Umformgrad (W100, W200, W500). (b) Die aus $\Delta R_{p0,2}$ ermittelte Dehnratsensitivität in Abhängigkeit der Prüftemperatur zeigt nach dieser Methode keine Tendenz bezüglich der Abhängigkeit von Temperatur oder Umformgrad.

Statistische Sicherheit der Dehnratenwechselversuche

Für eine präzisere Bestimmung der Dehnratensensitivität wurden die aus der Literatur bekannten Dehnratenwechselversuche (strain rate jump tests) weiterentwickelt und als Prüfprogramm in die Steuerungssoftware der Universalprüfmaschine implementiert. Diese erlauben die Dehnratensensitivität bei konstanter Probengeometrie, Mikrostruktur, Temperatur und plastischer Dehnung zu bestimmen und vermeiden so die oben genannten Fehlerquellen. Die Beschreibung der Methodik, der Versuchsablauf, die in dieser Arbeit verwendeten Parameter und die Auswertung der Dehnratensensitivität ist in Kapitel 3.3.3 zusammengefasst. Auf Grundlage der im letzten Kapitel beschriebenen Zugversuche wurden die Stützstellen für die in situ Berechnung des E-Moduls bestimmt und sinnvolle plastische Dehnungen für die jeweiligen Sprünge ausgewählt. Die umfangreiche Anzahl an Blechen verschiedener Umformgrade und der breite Bereich an zu testenden Prüftemperaturen, erlaubte es nicht für jeden Zustand mehrere Dehnratenwechselversuche durchzuführen und auszuwerten. Die statistische Abweichung wurde daher stichprobenartig für verschiedene Umformgrade und Prüftemperaturen ermittelt und ist in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

Tabelle 4.4: Standardabweichung der Dehnratenwechselversuche für Proben verschiedener Mikrostruktur und bei unterschiedlichen Prüftemperaturen. Es wurde immer der jeweils erste Sprung ausgewertet.

Probe	W100	W200	W500	W1000	W-si
Prüftemperatur	20 °C	20 °C	400 °C	800 °C	400 °C
Dehnratensensitivität (m)	0,0184	0,0252	0,0112	0,0209	0,088
	0,0182	0,0261	0,0106	0,0215	0,084
	0,0186	0,0262	0,0096	0,0215	
		0,0260		0,0200	
Mittelwert von m	0,0184	0,0259	0,0105	0,0210	0,086
Standard-Abw.	0,0002	0,0005	0,0008	0,0007	0,0028
Standard-Abw. [%]	0,96	1,84	7,69	3,35	3,29

Daraus ergibt sich für die Bestimmung der Dehnratensensitivität eine Standardabweichung von lediglich 1 % bis maximal 7,7 % des Mittelwertes. Abbildung 4.31 zeigt dazu beispielhaft den Verlauf verschiedener Dehnratenwechselversuche für kaltgewalzte Wolframbleche und deren Wiederholbarkeit bei unterschiedlichen Umformgraden und Prüftemperaturen. Bei der Versuchsplanung wurde darauf geachtet, für den ersten Dehnratenwechsel eine plastische Dehnung zu wählen, welche bei allen Proben zwischen Streckgrenze und Zugfestigkeit liegt. Abbildung 4.31 zeigt aber auch, dass die weiteren

Dehnratenwechsel dieses Kriterium nicht zwingend erfüllen. Daher wurde für die Diskussion des temperatur- und mikrostrukturabhängigen Verhaltens der Dehnraten-sensitivität immer der jeweils erste Sprung ausgewertet.

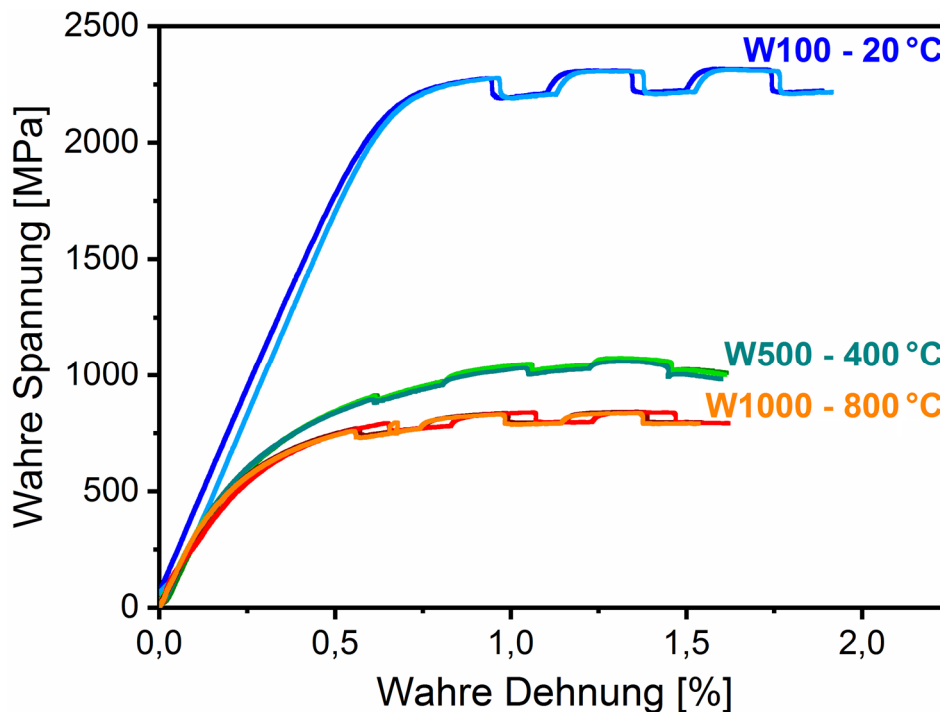


Abbildung 4.31: Beispiele für den Kurvenverlauf und die Wiederholbarkeit der Dehnratenwechselversuche an Blechen mit unterschiedlichen Umformgraden und bei verschiedenen Prüftemperaturen.

Dehnratensensitivität

Aus Spannungs-Dehnungs-Kurven wie in Abbildung 4.31 dargestellt, wurden die Dehnratenwechsel, wie in der Arbeitsmethodik (Abbildung 3.7) skizziert, mittels linearer Regression ausgewertet. Abbildung 4.32 zeigt den Verlauf der Dehnratensensitivität über die Prüftemperatur für gewalzte Wolframbleche mit unterschiedlichen Umformgraden.

Die kaltgewalzten Wolframbleche zeigen bis 200 μm Dicke (W200) alle einen sehr ähnlichen Verlauf der Dehnratensensitivität, die mit der Prüftemperatur bis 200 $^{\circ}\text{C}$ erst nur sehr leicht, bis 400 $^{\circ}\text{C}$ dann aber deutlich stärker abnimmt. Oberhalb von 400 $^{\circ}\text{C}$ steigt die Dehnratensensitivität mit zunehmender Prüftemperatur wieder an. Dieser Anstieg ist für das grobkörnige Wolfram (W-hr) nur schwach ausgeprägt, für das feinkörnigste Blech (W100) jedoch sehr stark. Auch über den Deformationsgrad lässt sich eine Tendenz der Dehnratensensitivität erkennen. Im Bereich niedriger homologer Prüftemperaturen ($< 400\text{ }^{\circ}\text{C}$) nimmt die Dehnratensensitivität mit zunehmendem Umformgrad ab, wobei das 100 μm Blech sich in diesem Temperaturbereich durch besonders geringe Dehnratensensitivitäten auszeichnet. Die Dehnratensensitivitäten der kaltgewalzten Bleche bei

Raumtemperatur sind dabei geringer als die für grobkörniges Wolfram in der Literatur dokumentierten Werte von $m \approx 0,03 - 0,15$ (siehe Tabelle 2.1). Bei Prüftemperaturen oberhalb von 400 °C dreht sich dieser Trend um und die Dehnratensensitivität ist umso höher, je stärker das Material kaltverformt wurde, beziehungsweise je feinkörniger dessen Mikrostruktur ist.

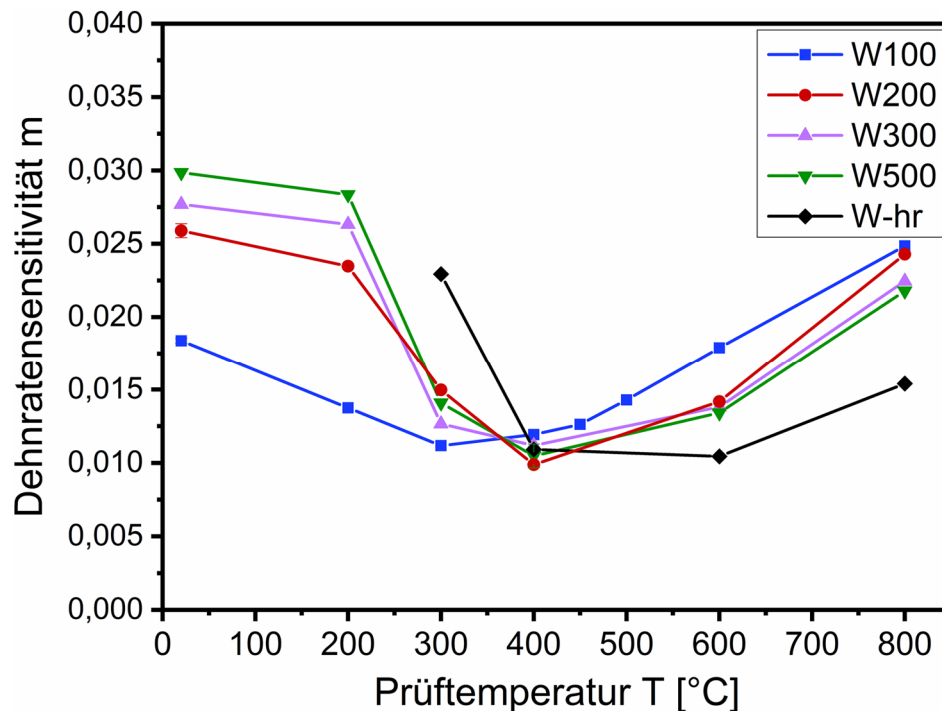


Abbildung 4.32: Dehnratensensitivität m in Abhängigkeit der Prüftemperatur für kaltgewalzte Wolframbleche (W100 bis W500) und eine warmgewalzte Wolframplatte (W-hr). Die Dehnratensensitivitäten wurden in Dehnratenwechselfersuchen ermittelt.

Aktivierungsvolumen

Neben der Dehnratensensitivität lässt sich aus den Spannungssprüngen durch Dehnratenwechsel auch das Aktivierungsvolumen (ϑ) berechnen, dessen Größenordnung sich mit den dominierenden Deformationsmechanismen korrelieren lässt [15]. Basierend auf der in Kapitel 2.1.3 hergeleiteten Definition des Aktivierungsvolumens als Ableitung der Aktivierungsenergie von Gleitvorgängen nach der Spannung (Gleichung (2.12)), kann das Aktivierungsvolumen im Falle von makroskopischen Dehnratenwechselfersuchen unter uniaxialer Zugbelastung nach Gleichung (4.6) bestimmt werden:

$$\vartheta = M_T k_B T \frac{\Delta \ln(\dot{\epsilon})}{\Delta \sigma} \quad (4.6)$$

Dabei steht M_T für den Taylorfaktor, k_B für die Boltzmann-Konstante, T für die Prüftemperatur und $\Delta\sigma$ für den Spannungssprung durch den Dehnratenwechsel $\Delta\dot{\epsilon}$. Die Taylorfaktoren der kaltgewalzten Bleche wurden aus den EBSD-Messungen der Basisanalyse gewonnen und variieren zwischen $M_T = 3,1$ für das W1000 Blech bis $M_T = 3,45$ für das W100 Blech. Der Taylorfaktor des gesinterten Wolframs wurde entsprechend der Literatur für einen polykristallinen krz Werkstoff mit zufällig orientierten Körnern zu $M_T = 2,8$ angenommen [31]. Nach Gleichung (4.6) besitzt das Aktivierungsvolumen die Einheit $[m^3]$ und wurde, wie in der Literatur üblich, zu $[b^3]$ umgerechnet. Dabei steht b für die Länge des Burgersvektors und entspricht in einfacher Näherung dem Atomabstand entlang der dichtest gepackten Richtung (Wolfram $b = 2,74 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ [172]).

Abbildung 4.33 zeigt den Verlauf des Aktivierungsvolumens über die Prüftemperatur für die verschiedenen Wolframbleche. Das Aktivierungsvolumen bei Raumtemperatur ist für alle kaltgewalzten Bleche mit rund $15 b^3$ sehr ähnlich und nimmt erwartungsgemäß mit der Prüftemperatur zu. Das grobkörnige Wolfram (W-si) zeigt einen starken Anstieg mit dem Überschreiten der Krietemperatur, während die warm- und kaltgewalzten Bleche einen geringeren Anstieg zwischen 300 °C und 400 °C aufweisen und oberhalb von 400 °C relativ konstant bleiben. Bei dem W100 Blech ist zwar bis 500 °C ebenfalls ein Anstieg des Aktivierungsvolumens mit der Temperatur zu beobachten, allerdings fällt dieser deutlich schwächer als bei den anderen kaltgewalzten Blechen aus und zeigt keinen erkennbaren Effekt beim Überschreiten der Krietemperatur. Der Anstieg zu 800 °C im W100 Blech lässt sich auf die Änderung der Mikrostruktur durch dynamische Rekristallisation zurückführen, wie bei der Diskussion der Streckgrenze (siehe Abbildung 4.24) beschrieben.

Während die Aktivierungsvolumina der Wolframproben bei Prüftemperaturen bis 300 °C sehr ähnlich sind, wobei der Messwert für das gesinterte Wolfram (W-si) aufgrund des spröden Materialverhaltens fehlt, zeigt das Aktivierungsvolumen bei hohen homologen Prüftemperaturen eine Abhängigkeit von Umformgrad. Von rund $400 b^3$ für W-si sinkt es auf rund $240 b^3$ für die warmgewalzte Platte (W-hr) und rund $125\text{-}150 b^3$ für die kaltgewalzten Bleche, beziehungsweise $75 b^3$ für das W100 Blech.

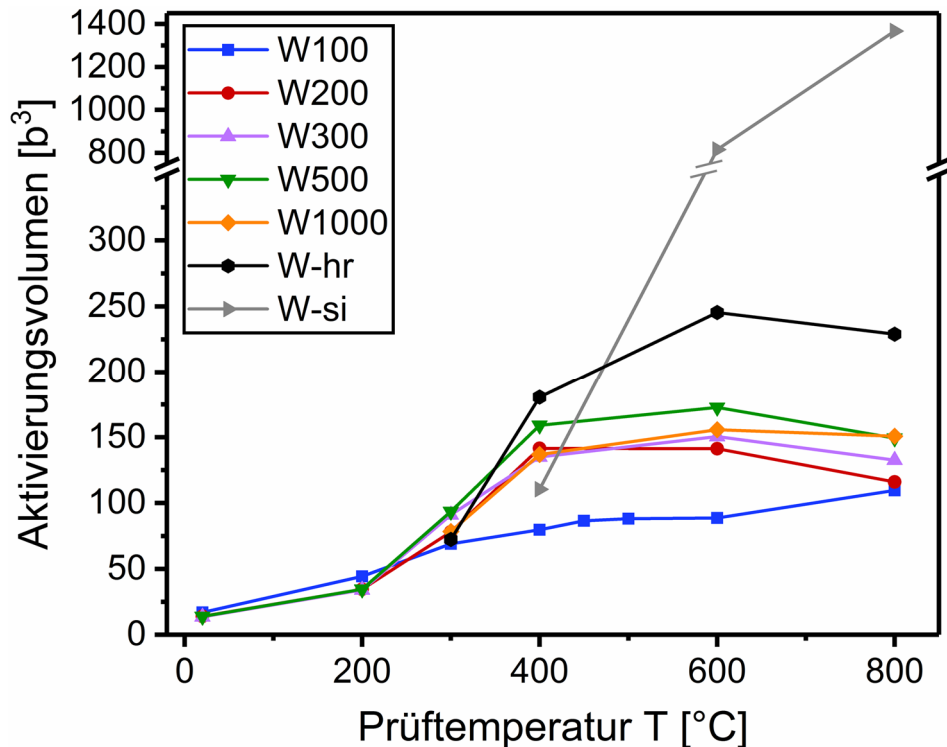


Abbildung 4.33: Aktivierungsvolumen aus Dehnratenwechselfersuchen nach Gleichung (4.6) für kaltgewalzte Wolframbleche (W100 – W1000), warmgewalztes Wolfram (W-hr) und gesintertes Wolfram (W-si) in Abhängigkeit der Prüftemperatur.

Interpretation von Dehnratensensitivität und Aktivierungsvolumen bezüglich der kontrollierenden Deformationsmechanismen

Der in Abbildung 4.32 gezeigte Verlauf der Dehnratensensitivität war für UFG-Wolfram bisher völlig unbekannt und eine eingehende Analyse der Dehnratensensitivität und des Aktivierungsvolumens erlaubt wichtige Rückschlüsse auf die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen. Für die Diskussion der Mechanismen ist in Abbildung 4.34 der Verlauf der Dehnratensensitivität für die 300 μm und 100 μm Bleche dargestellt sowie der theoretische Verlauf für einkristallines Wolfram aus der Literatur skizziert (rote Linie). Die Pfeile geben die Tendenzen für die Dehnratensensitivität mit zunehmendem Umformgrad an. Zur Diskussion der Dehnratensensitivität ist es wichtig zu beachten, dass die plastische Verformung eines Werkstoffes durch Versetzungen als die Summe dreier aufeinander folgender Prozesse angesehen werden kann (siehe Kapitel 2.1): (i) Nukleierung der Versetzung, (ii) Bewegung der Versetzung durch den Kristall bis zu einem Gebiet, in welchem sie gestoppt werden und (iii) Verbleib oder Annihilation der Versetzung in diesen Gebieten. Der langsamste dieser Prozesse bei einer bestimmten Temperatur kontrolliert die Dehnratenrate [28].

Bei einkristallinem Wolfram ist im Bereich niedriger homologer Temperaturen die Schraubenversetzung und deren thermisch aktivierte Überwindung der Peierlsbarriere über den Kinkenpaarmechanismus der geschwindigkeitsbestimmende Schritt der plastischen Verformung. Dies führt zu dem in Abbildung 4.32 rot skizzierten Verlauf der Dehnratensensitivität. Je schneller eine gewisse Verformung aufgebracht wird, desto weniger Zeit steht den Versetzungen zur Verfügung die Peierlsbarriere mit Hilfe des Kinkenpaarmechanismus zu überwinden. Bei niedrigen homologen Temperaturen, zu welchen bei Wolfram bereits Raumtemperatur zählt, führt das für verschiedene Dehnraten zu großen Unterschieden in der Fließspannung und damit zu einer hohen Dehnratensensitivität. Bei höheren Temperaturen ist die thermische Aktivierung des Kinkenpaarmechanismus effektiver, was in einer geringeren Dehnratensensitivität resultiert. Ab der Krietemperatur (T_K), bei Wolfram rund 330 °C - 530 °C [94], gilt die Schraubenversetzung als vollständig thermisch aktiviert und der Kinkenpaarmechanismus hat keinen weiteren Einfluss auf die Dehnratensensitivität. Die krz Metalle verhalten sich in diesem Fall wie kfz Metalle, die Deformation wird also durch die Interaktion der Versetzungen untereinander und mit den Korngrenzen im Material dominiert.

Bei kaltgewalzten Wolframblechen mit UFG-Mikrostruktur ist die Dehnratensensitivität bei **niedrigen homologen Prüftemperaturen** (Bereich I) gegenüber der des Einkristalls deutlich reduziert und liegt bei Raumtemperatur im Bereich von $m \approx 0,018 - 0,03$, was mit den Ergebnissen früherer Arbeiten an UFG-Wolfram bei Raumtemperatur übereinstimmt [6,79,101,107]. Dabei findet auch im UFG-Bereich mit zunehmendem Umformgrad eine stetige Abnahme der Dehnratensensitivität statt (Abbildung 4.32). Das Aktivierungsvolumen hingegen zeigt keine Abhängigkeit vom Umformgrad und beträgt bei den kaltgewalzten Blechen rund 15 b^3 . Die Werte sind vergleichbar mit denen von Wei et al. ermittelten Aktivierungsvolumen an kaltgewalztem Wolfram [6] und liegen auch in der gleichen Größenordnung wie das von Brunner bestimmte Aktivierungsvolumen von Wolfram-Einkristall bei Raumtemperatur [8].

Bei nanokristallinen kubisch-raumzentrierten Metallen wie Eisen und Tantal wurden zum Vergleich Dehnratensensitivitäten von $m = 0,006 - 0,009$ und auch deutlich reduzierte Aktivierungsvolumina von $\vartheta \approx 1 \text{ b}^3$ gemessen und diese Werte mit diffusionskontrollierten Mechanismen korreliert [173]. Dass die UFG-Wolframbleche ein zu konventionellem Wolfram vergleichbares Aktivierungsvolumen aufweisen, lässt hingegen auf einen unveränderten Mechanismus schließen. Auch für die UFG-Bleche kontrolliert die Schraubenversetzung und deren Bewegung über den Kinkenpaarmechanismus die Geschwindigkeit der plastischen Verformung bei niedrigen homologen Prüftemperaturen. Diese Schlussfolgerung wird durch die Betrachtung des Verlaufs der Dehnratensensitivität über die Prüftemperatur bestätigt. Mit zunehmender Prüftemperatur nimmt im Bereich I die bereits niedrigere Dehnratensensitivität der kaltgewalzten Blechen weiter ab, was auf die thermische Aktivierung des Kinkenpaarmechanismus zurückgeführt werden kann.

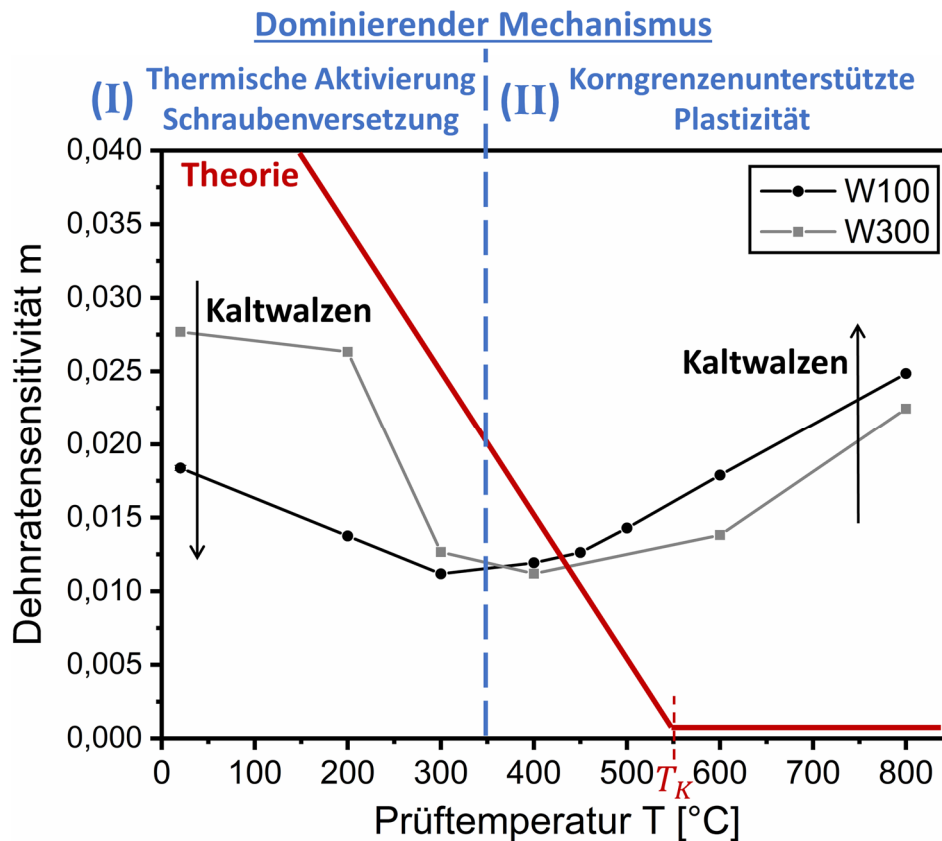


Abbildung 4.34: Dehnratesensitivität m in Abhängigkeit der Prüf­temperatur für zwei repräsentative Wolframbleche mit unterschiedlichem Umformgrad (W100, W300) und der Vergleich zum theoretischen Verhalten von grobkörnigem Wolfram (rot). Im Bereich niedrigerer homologer Temperaturen (Bereich(I)) und hoher homologer Temperaturen (Bereich(II)) lassen sich unterschiedliche Tendenzen zur Veränderung der Dehnratesensitivität mit dem Umformgrad und der Prüf­temperatur identifizieren. Dies deutet darauf hin, dass in den beiden Bereichen zwei verschiedene thermisch aktivierte Deformationsmechanismen als geschwindigkeitsbestimmende Schritte die plastische Verformung kontrollieren.

Die verringerte Dehnratesensitivität der kaltgewalzten Bleche im Vergleich zu grobkörnigem Wolfram wird daher nicht auf einen UFG spezifischen Deformationsmechanismus zurückgeführt, sondern auf den hohen athermischen Anteil der Fließspannung bei SPD-umgeformten Werkstoffen. Da die Dehnratesensitivität m über den Logarithmus der Fließspannung ($\Delta \ln(\sigma)$, siehe Gleichung (3.11)) definiert ist, führen ähnlich Sprünge in der Dehnratesensitivität bei einem höheren Fließspannungsniveau zu niedrigeren Dehnratesensitivitäten. Die stetige Abnahme der Dehnratesensitivität mit dem Umformgrad kann mit dem schrittweise erhöhten athermischen Anteil der Fließspannungen korreliert werden, wie er in den Zugversuchen für Bleche mit steigendem

Umformgrad nachgewiesen wurden (Abbildung 4.24). Die deutlich niedrigere Dehnratensensitivität des 100 μm Bleches kann dementsprechend auf die stark erhöhte Fließspannung zurückgeführt werden, welche sich neben der geringen Korngröße auch in der hohen Versetzungsdichte nach dem Walzen bei niedrigeren Temperaturen begründet.

Für **hohe homologe Prüftemperaturen** (*Bereich (II)*), wenn die Schraubenversetzungen ganz oder weitgehend thermisch aktiviert sind, kommt es bei den kaltgewalzten Blechen zu einer Erhöhung der Dehnratensensitivität mit zunehmender Prüftemperatur. Dies lässt sich aus dem klassischen Bild des Kinkenpaarmechanismus nicht erklären. Sind die Schraubenversetzungen thermisch aktiviert, sollte die Dehnratensensitivität von der Temperatur unabhängig sein, solange es zu keiner Veränderung der Mikrostruktur kommt (siehe Abbildung 4.34, rote Kurve). Bei einem gleichbleibenden Mechanismus könnte lediglich eine weitere Abnahme der Fließspannung zu einem Anstieg der Dehnratensensitivität führen. Der asymptotische Verlauf der Fließspannungen ab rund 400 °C (Abbildung 4.24) zeigt aber keine ausreichende Temperaturabhängigkeit des athermischen Anteils der Fließspannung, um den beobachteten Anstieg der Dehnratensensitivität darauf zurückzuführen. Ein weiterer thermisch aktivierter Mechanismus muss bei UFG-Wolfram oberhalb von 400 °C zum geschwindigkeitskontrollierenden Deformationsmechanismus werden und zu einer Erhöhung der Dehnratensensitivität mit steigenden Prüftemperaturen führen. Da die Bewegung der Schraubenversetzung in diesem Temperaturbereich vollständig thermisch aktiviert ist, muss nach den Überlegungen zum Beginn dieses Kapitels die Nukleierung von Versetzungen oder deren Speicherung und Annihilation das Deformationsverhalten kontrollieren [28].

Die Zunahme der Dehnratensensitivität mit zunehmendem Umformgrad und damit feinerer Korngröße bei hohen homologen Prüftemperaturen (*Bereich (II)*) deutet darauf hin, dass im UFG-Wolfram eine thermisch aktivierte Interaktion von Versetzungen mit den Korngrenzen von entscheidender Bedeutung ist. Ein Modell, das dieses Verhalten voraussagt und durch Simulationen bestätigt, wurde von Ahmed und Hartmaier postuliert [169]. Sie simulierten das Deformationsverhalten von UFG-Materialien bei verschiedenen Temperaturen unter der Berücksichtigung konventioneller Deformationsmechanismen wie Versetzungsgleiten, -klettern und -multiplikation. Daneben implementierten sie in die Simulation ein Modell der korngrenzenunterstützten Deformation auf Grundlage dynamischer Erholungsprozesse. Bei diesem Modell können Versetzungen von den Korngrenzen absorbiert werden, wobei sie sich unter Konservierung des Burgersvektors in zwei Versetzungen aufspalten (siehe Abbildung 4.35). Die eine Versetzung kann durch Gleiten entlang der Korngrenze, der zweite durch Klettern innerhalb der Korngrenze von der Stelle der Absorption entfernt werden. Die Verteilung der beiden Versetzungen entlang der Korngrenze reduziert die Spannung auf die nachfolgenden Versetzungen, welche sich der Korngrenze somit schneller nähern können und selbst absorbiert werden. Das Klettern durch Diffusion in der Korngrenze stellt einen thermisch aktivierten Prozess dar und ist der geschwindigkeitsbestimmende Schritt des Mechanismus. Ist bei niedrigen

Temperaturen die Diffusion nicht ausreichend thermisch aktiviert, kann die Korngrenze als blockend angesehen werden und es kommt zum Versetzungsaufstau (Pile-Up). Steigt mit zunehmender Temperatur die thermische Aktivierung des Mechanismus, so ändert sich der Charakter der Korngrenze zu absorbierend und kann damit den Versetzungsaufstau verringern [169].

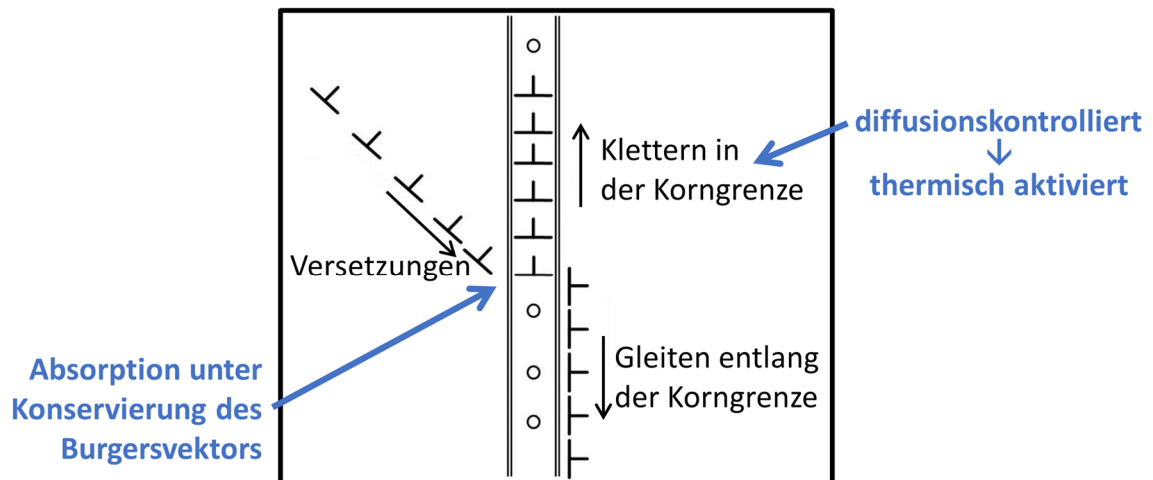


Abbildung 4.35: Modell nach Ahmed und Hartmaier zur korngrenzenunterstützten Plastizität durch dynamische Erholung der Versetzungen an Korngrenzen mit absorbierendem statt blockendem Charakter [169].

Ahmed und Hartmaier [169] führten ihre Simulationen zwar an kubisch-flächenzentriertem Kupfer durch, aber da für Temperaturen über 400 °C die Schraubenversetzungen in Wolfram thermisch aktiviert sind, sollten die Ergebnisse auch auf krz Metalle übertragbar sein. Die Simulationen bei verschiedenen Korngrößen und Temperaturen konnten zeigen, dass ein Mechanismus der korngrenzenunterstützten Plastizität zu folgenden Charakteristika führt, welche auch in dieser Arbeit an UFG-Wolfram beobachtet werden:

- (1) Zunahme der Dehnratensensitivität bei abnehmender Korngröße für hohe Prüftemperaturen
- (2) Zunahme der Dehnratensensitivität bei Erhöhung der Prüftemperatur
- (3) Abnahme des Hall-Petch Koeffizienten mit zunehmender Prüftemperatur (siehe Abbildung 4.26)

Dabei zeigen die Simulationen, dass die Zunahme der Dehnratensensitivität erst für ausreichend kleine Korngrößen auftritt. Es ist also eine gewisse Korngrenzendichte nötig, damit die korngrenzenunterstützte Plastizität zum geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus wird. Dabei sei darauf hingewiesen, dass die Bewegung der Versetzungen an beziehungsweise in der Korngrenze nur einen kleinen Teil der plastischen Verformung ausmacht. Die dynamische Erholung an den Korngrenzen durch die Absorption hilft vielmehr, die konventionelle plastische Verformung im Korn aufrecht zu erhalten [169]. Ob der Mechanismus in UFG-Metallen tatsächlich so abläuft, wie von Ahmed und Hartmaier postuliert und sich in dieser Form auf UFG-Wolfram übertragen lässt, kann nicht mit Sicherheit gesagt werden. Aber eine thermisch aktivierte Versetzungskorngrenzen-Interaktion, basierend auf Diffusionsvorgängen, stellt auf Grundlage des Vergleichs von Experiment und Simulation eine vielversprechende Arbeitshypothese dar, um das plastische Verformungsverhalten von UFG-Wolfram oberhalb der Krietemperatur zu erklären.

Auch die starke Abhängigkeit des Aktivierungsvolumens vom Umformgrad bei hohen homologen Temperaturen (Abbildung 4.33) harmoniert mit dem Modell der korngrenzenunterstützten Plastizität. Im Vergleich zu dem konstanten Aktivierungsvolumen der verschiedenen Bleche bei niedrigen homologen Temperaturen nimmt das Aktivierungsvolumen bei höheren Temperaturen mit zunehmendem Umformgrad ab. Gesintertes Wolfram (W-si) zeigt mit $\vartheta \approx 400 b^3$ die aus der Literatur zu erwartenden Größenordnung des Aktivierungsvolumens für einen vom Schneiden von Waldversetzungen kontrollierten Mechanismus [173]. Das niedrigere Aktivierungsvolumen der kaltgewalzten Bleche deutet hingegen auf einen anderen Mechanismus hin.

Es konnten in der Literatur keine vergleichbaren Studien der Dehnratensensitivität und des Aktivierungsvolumens von UFG-Wolfram in Abhängigkeit der Prüftemperatur gefunden werden. Neben der Erwähnung einer erhöhten Dehnratensensitivität bei α -Eisen für hohe Temperaturen [174], zeigen einzig kürzlich veröffentlichte Arbeiten an UFG-Chrom, einem ebenfalls kubisch-raumzentrierten Metall, ein ähnliches Verhalten von Dehnratensensitivität und Aktivierungsvolumen [91,173]. Die Versuche wurden dabei mittels Nanoindentation und Druckversuchen unter- und oberhalb der Krietemperatur durchgeführt und zeigen ebenfalls einen U-förmigen Verlauf der Dehnratensensitivität mit zunehmender Prüftemperatur. Das Minimum der Dehnratensensitivität ist, entsprechend der geringeren Krietemperatur in Chrom, zu tieferen Temperaturen verschoben. Es liegt dabei, wie auch in dieser Arbeit beobachtet, knapp unterhalb der üblichen Krietemperatur des Werkstoffs. Des Weiteren zeigt sich bei hohen homologen Prüftemperaturen ebenfalls ein Trend zu deutlich niedrigeren Aktivierungsvolumina für das hochgradig verformte Material, während der Umformgrad bei niedrigen Prüftemperaturen keine Auswirkung auf das Aktivierungsvolumen hat [173]. Die Autoren führen als Grund für den Anstieg der Dehnratensensitivität und den Abfall des Aktivierungsvolumens bei hohen Temperaturen ebenfalls eine nicht näher beschriebene,

thermisch aktivierte Versetzungs-Korngrenzen Interaktion an. Der sehr ähnliche Verlauf bei UFG-Chrom und UFG-Wolfram ist ein deutlicher Hinweis, dass das Verhalten charakteristisch für kubisch-raumzentrierte Metalle mit hinreichend kleiner Korngröße ist.

Des Weiteren lässt sich mit dem Modell der absorbierenden Korngrenzen auch das anisotrope Verhalten von Wolfram unter Zugbelastung bei verschiedenen Prüftemperaturen erklären. Wie von Reiser et al. [162] untersucht, zeigt kaltgewalztes UFG-Wolfram bei Raumtemperatur ein stark anisotropes Verhalten unter Zugbelastung. So ist das Material senkrecht zur Walzrichtung deutlich weniger verformbar als parallel zur Walzrichtung (siehe Anhang, Abbildung A.21). Bei niedrigen homologen Temperaturen spielt also die Kornform und die Belastungsrichtung in Relation zu dieser Kornform eine wichtige Rolle bei der mechanischen Beanspruchung. Diese Anisotropie des Zugverhaltens verschwindet bei hohen homologen Temperaturen. Mithilfe des Modells der korngrenzenunterstützten Plastizität lässt sich dieser technologisch bedeutsame Effekt erklären. Bei niedrigen homologen Prüftemperaturen spielt die gestreckte, pfannkuchen-artige Kornform durch den blockierenden Charakter und den Versetzungsaufstau (Pile-Up) an den Korngrenzen noch eine entscheidende Rolle für das Verhalten in Abhängigkeit von der Belastungsrichtung. Die thermisch aktivierte Absorption von Versetzungen an Korngrenzen bei hohen homologen Temperaturen führt zu einem geringeren Versetzungsaufstau an den Korngrenzen, wodurch der Einfluss der Korngrenzen, und damit der Kornform, auf das mechanische Verhalten geringer ausfällt.

Zusammenfassung zur Dehnratensensitivität kaltgewalzter UFG Wolframbleche

Mit Hilfe von Dehnratenwechselversuchen wurden an unterschiedlich stark umgeformten Blechen mit grob- bis ultrafeinkörniger Mikrostruktur Hinweise auf die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen bei verschiedenen Prüftemperaturen gewonnen. Dies erforderte eine präzise Bestimmung der Dehnratensensitivität m und des Aktivierungsvolumens ϑ sowohl für Temperaturen um Raumtemperatur als auch für Temperaturen deutlich oberhalb der klassischen Krietemperatur (hier bis 800 °C). Im Rahmen dieser Arbeit wurden ein an diese Anforderung angepasstes Prüfverfahren entwickelt und implementiert. Die wichtigsten Ergebnisse dieser Untersuchungen zeigen:

- (1) Das entwickelte Prüfverfahren erlaubt eine verlässliche Bestimmung der Dehnratensensitivität und des Aktivierungsvolumens und kann selbst geringe Änderungen aufgrund unterschiedlicher Mikrostrukturen oder Prüftemperaturen auflösen.
- (2) Bei niedrigen homologen Temperaturen nimmt die Dehnratensensitivität mit zunehmender Prüftemperatur und höherem Umformgrad ab, während das Aktivierungsvolumen konstant bleibt.

- (3) Bei hohen homologen Temperaturen weicht die Dehnratensensitivität von dem bei grobkörnigem Wolfram zu erwartenden, temperaturunabhängigen Verlauf ab. Die Dehnratensensitivität nimmt sowohl mit zunehmender Prüftemperatur als auch mit höherem Umformgrad zu. Dies führt mit der anfänglichen Abnahme zu einem U-förmigen Verlauf der Dehnratensensitivität über der Prüftemperatur.
- (4) Bei hohen homologen Temperaturen weisen die kaltgewalzten Bleche ein weitestgehend temperaturunabhängiges und mit zunehmendem Umformgrad abnehmendes Aktivierungsvolumen auf.

Bei niedrigen homologen Temperaturen bestätigt die mit steigender Prüftemperatur abnehmende Dehnratensensitivität und das niedrige Aktivierungsvolumen die Schraubenversetzung und deren Bewegung über den Kinkenpaarmechanismus als geschwindigkeitsbestimmenden Schritt der plastischen Deformation. Die im Vergleich zu grobkörnigem Wolfram geringe Dehnratensensitivität kann auf den hohen athermischen Anteil der Fließspannung aus der Kaltverfestigung zurückgeführt werden.

Der Wechsel dieser Tendenz im Bereich hoher homologer Temperaturen in Form einer Zunahme der Dehnratensensitivität mit der Prüftemperatur und dem Umformgrad, lässt auf einen weiteren thermisch aktivierten Verformungsmechanismus schließen, der bei hohen homologen Temperaturen die Geschwindigkeit der plastischen Verformung kontrolliert. Das mit dem Umformgrad abnehmende Aktivierungsvolumen verdeutlicht dabei die Bedeutung der stetigen Kornfeinung für den Mechanismus. Als Arbeitshypothese wird hier ein Modell der korngrenzenunterstützten Plastizität bei hohen homologen Temperaturen vorgeschlagen, bei welchem Versetzungen in einer dynamischen Erholung vermehrt an Korngrenzen absorbiert werden und so die plastische Deformation im Korn begünstigt. Die experimentellen Beobachtungen entsprechen den Vorhersagen aus der Simulation eines solchen Modells durch Ahmed und Hartmaier [169]. Vergleichbare Arbeiten an UFG-Chrom zeigen sehr ähnliche Verläufe und legen die Vermutung nahe, dass es sich um ein charakteristisches Verformungsverhalten für ultrafeinkörnige kubisch-raumzentrierte Metalle handelt.

5 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit stellt eine systematische Studie von Wolframblechen mit verschiedenen Mikrostrukturen von grob- bis ultrafeinkörnig dar. Dabei wurde die mechanische Charakterisierung unter uniaxialer Zugbelastung mit einer tiefgehenden mikrostrukturellen Analyse der Korn- und Versetzungsstrukturen kombiniert. Dies erlaubte die jeweiligen mechanischen Eigenschaften auf mikrostrukturelle Charakteristika zurückzuführen und Rückschlüsse auf die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen zu ziehen. Die systematische Studie umfasste sowohl bezüglich der mechanischen Prüfung, wie auch der mikrostrukturellen Analyse **eigens entwickelte und speziell angepasste Methoden**:

- Ein eigens entworfener Probenhalter und speziell designte Dehnratenwechselversuche erlaube selbst dünne Bleche (100 μm) mit hoher Präzision mechanisch zu prüfen und dabei geringe Schwankungen in der Dehnratensensitivität zu detektieren.
- Die Weiterentwicklung einer speziellen Probenpräparationsmethode unter Zuhilfenahme des Tenupols ermöglicht die Aufnahme von TEM Abbildungen mit Blick auf die Blechkanten und erlaubt somit Versetzungen in Bezug zur UFG Mikrostruktur abzubilden.
- Während eines Forschungsaufenthaltes an der University of Oxford wurde die HR-EBSD Methode erfolgreich zur Abbildung der GND-Dichteverteilungen in UFG Wolfram erprobt.

Um die Änderung der mechanischen Eigenschaften mit zunehmendem Kaltwalzen allein auf den Einfluss der Mikrostruktur zurückführen zu können und dabei Einflüsse der chemischen Zusammensetzung auszuschließen, kam ein exklusiver Satz an kaltgewalzten Blechen mit unterschiedlichen Umformgraden zum Einsatz, der aus einem einzigen Sinterling aus technisch reinem Wolfram gewalzt wurde. Die wichtigsten **Erkenntnisse aus der mikrostrukturellen Analyse** dieser Bleche mittels EBSD, HR-EBSD, STEM und XRD für das Verständnis der mechanischen Eigenschaften und Deformationsmechanismen umfassen:

- Mittels Kaltwalzen lässt sich eine Kornfeinung in den UFG-Bereich realisieren, wobei für den höchsten Umformgrad ($\varphi = 4,01$) eine mittlere Korngröße von 250 nm in S-Richtung (senkrecht zur Walzebene) erreicht wird.
- Das Gefüge besteht aus pfannkuchenartigen Körnern mit ausgeprägter (001) $\langle 110 \rangle$ Textur (gedrehte Würfellage).

- Das 100 μm dicke Blech (höchster Umformgrad) weist eine signifikant höhere Versetzungsdichte als die anderen kaltgewalzten Bleche auf, was auf die niedrigere Walztemperatur im letzten Walzschrift zurückgeführt wird.
- In den UFG-Körnern der 200 μm und insbesondere 100 μm dicken Bleche bilden Versetzungen nicht mehr die bei weniger stark umgeformten Blechen üblichen Netzwerke, sondern die Versetzungen reichen entlang der UFG-Richtung von einer Korngrenze zur Nächsten.

Speziell angepasste Prüfverfahren erlaubten die verschieden dicken Bleche über einen breiten Bereich an Temperaturen präzise zu testen und so Rückschlüsse auf die Mechanismen der plastischen Verformung in Abhängigkeit von Mikrostruktur und Prüftemperatur zu ziehen. Um über die Dehnratensensitivität indirekt auf die Deformationsmechanismen zu schließen, wurden Dehnratenwechselfersuche in Kooperation mit dem Prüfmaschinenhersteller Zwick Roell AG entwickelt und implementiert. Die zur Diskussion der Deformationsmechanismen wichtigsten **mechanischen Charakteristika** der Wolframbleche lauten:

- Kaltwalzen bis zu einem Umformgrad von $\varphi = 4,01$ (100 μm Blech) führt nicht nur zu einer erhöhten Festigkeit, sondern auch zur Entwicklung einer Duktilität in Form der Gleichmaßdehnung bei niedrigen homologen Prüftemperaturen. Bei Festigkeiten von über 2250 MPa werden so Gleichmaßdehnungen von rund einem Prozent erreicht.
- Im Bereich niedriger homologer Prüftemperaturen kommt es bei UFG-Wolfram, wie auch bei konventionellem Wolfram, zu einer starken Temperaturabhängigkeit der Fließspannung und Dehnratensensitivität. Während die Dehnratensensitivität bei UFG-Wolfram zwar deutlich geringer als bei grobkörnigem Wolfram ausfällt, sind die Aktivierungsvolumina weitestgehend unabhängig vom Umformgrad.
- Bei hohen homologen Prüftemperaturen zeigt UFG-Wolfram im Vergleich zur grobkörnigen Variante eine temperatur- und mikrostrukturabhängige Dehnratensensitivität. Die Abnahme des Hall-Petch Koeffizienten bei der Betrachtung der kaltgewalzten Bleche zeigt zudem, dass bei hohen homologen Prüftemperaturen die Festigkeitssteigerung durch das Umformen deutlich schwächer ausgeprägt ist.

Bezüglich der dominierenden Deformationsmechanismen ließen sich aus der Kombination von Mikrostrukturanalyse und mechanischer Erprobung folgende **Arbeitshypothesen** ableiten:

- Im Bereich niedriger homologer Temperaturen dominiert trotz des UFG-Gefüges, wie auch bei konventionellem grobkörnigem Wolfram, die Schraubenversetzung die plastische Verformung. Dafür spricht sowohl die Temperaturabhängigkeit der Fließspannung als auch die der Dehnratensensitivität.

- Die Entwicklung der Raumtemperaturduktilität in Form einer Gleichmaßdehnung kann auf Versetzungsbewegungen zurückgeführt werden und begründet sich weder in Folieneffekten noch in anderen inelastischen Mechanismen. Als Ursachen werden die durch die Korngröße beschränkte mittlere freie Weglänge und veränderte Bedingungen bei der Versetzungsbewegung vergleichbar zu *relaxed constraints* postuliert. Außerdem wird eine positive Wirkung durch die hohe Dichte an Versetzungsquellen in Form der Korngrenzen angenommen.
- Bei hohen Temperaturen tritt in UFG-Wolfram ein weiterer temperaturabhängiger Deformationsmechanismus auf, der durch die erhöhte Anzahl an Großwinkelkorngrenzen an Bedeutung gewinnt. Die Arbeitshypothese stützt sich auf ein Modell der korngrenzenunterstützten Plastizität, welches auf dem bei hohen Temperaturen absorbierenden Charakter der Korngrenzen basiert.

Bewertung der Ergebnisse und Ausblick

Teile dieser Arbeit wurden bisher in zwei Veröffentlichungen sowie mehreren Vorträgen auf Konferenzen dargestellt und legten die Grundlage für zahlreiche Diskussionen mit Experten aus dem Bereich der Fusionsreaktormaterialien, der Industrie (Plansee SE) und der Modellierung plastischer Verformungsmechanismen. Aufbauend auf den Erkenntnissen dieser Arbeit lässt sich schließen, dass Kaltwalzen die Mikrostruktur hin zu einer pfannkuchenartigen Kornform mit einer Korngröße von unter 300 nm (UFG) senkrecht zur Walzebene verändern kann. Dies führt sowohl zu einer Festigkeitssteigerung als auch zu einer Duktilisierung des technisch reinen Wolframs bei Raumtemperatur. Andere Kenngrößen, die eng mit der Duktilität eines Werkstoffs verbunden sind, aber komplexe Spannungszustände oder dynamische Dehnraten aufweisen, wie BDTT, Risszähigkeit und Kerbschlagzähigkeit, wurden in dieser Arbeit nicht betrachtet. Allerdings bildet die Zugversuchsduktilität im Sinne der Gleichmaßdehnung durch Versetzungsbewegungen eine notwendige Bedingung für eine zufriedenstellende Erfüllung der oben genannten Parameter und bestätigt damit das Potential der kaltgewalzten UFG-Wolframbleche für die technische Anwendung in Strukturbauteilen.

Im Bereich niedriger homologer Prüftemperaturen kommt es bei kaltgewalzten Wolframfolien außerdem zu einem anisotropen Verhalten zwischen der mechanischen Belastung parallel und senkrecht zur Walzrichtung. Dieses aus technologischer Sicht ungünstige Verhalten sollte nach dem postulierten Mechanismus der korngrenzenunterstützten Plastizität bei hohen homologen Prüftemperaturen verschwinden. Entsprechende Untersuchungen werden aktuell in der Arbeitsgruppe von Dr. Jens Reiser durchgeführt und dienen dabei auch zur Überprüfung der Arbeitshypothese.

Das volle Potential des Kaltwalzens wurde mit den in dieser Arbeit verwendeten Blechen noch nicht ausgereizt. Weder für wichtige mikrostrukturelle Kenngrößen wie Korngröße

(Abbildung 4.4) oder Versetzungsdichte (Abbildung 4.13), noch für mechanische Kenngrößen wie Streckgrenze (Abbildung 4.24) oder Gleichmaßdehnung (Abbildung 4.27), ist eine Sättigung bei den höchsten verwendeten Umformgraden zu erkennen. Die Realisierung höherer Umformgrade beim Kaltwalzen verspricht eine weitere Verbesserung der Eigenschaften. Insbesondere das Kaltwalzen in einem Temperaturbereich, in welchem die dynamische Erholung während dem Walzen reduziert ist, wird auf Grundlage der Ergebnisse dieser Arbeit als vielversprechend angesehen.

Die Ergebnisse zeigen die besten Eigenschaften für die Bleche mit dem höchsten Umformgrad, welche mit 100 μm Dicke allerdings zu dünn für den direkten Einsatz als Strukturbauteile sind. Die mittels Manipulation der Mikrostruktur verbesserten Eigenschaften lassen sich grundsätzlich durch einen bottom-up Prozess auf Strukturbauteile übertragen. Der in der Arbeitsgruppe von Dr. Jens Reiser verfolgte Ansatz der Laminatbildung in Kombination mit Zwischenschichten aus Kupfer hat dies für Bauteile wie Rohre erfolgreich nachgewiesen [175]. Allerdings sind die Lamine sowohl beim Zusammenfügen der Wolframbleche als auch beim vorgesehenen Einsatz hohen Temperaturen ausgesetzt. Die UFG-Mikrostruktur der hier untersuchten Bleche aus technisch reinem Wolfram zeigte bereits zwischen 600 °C und 900 °C deutliches Kornwachstum, was sich negativ auf die Festigkeit und Gleichmaßdehnung auswirkt. Um die verbesserten mechanischen Eigenschaften in diesem Temperaturbereich nutzbar zu machen, muss die Mikrostruktur thermisch stabilisiert werden. Ein möglicher Ansatz ist dabei die Dotierung mit Kalium oder Oxiden zum Pinnen der Korngrenzen. Lassen sich für die dotierten Bleche ähnliche Umformgrade realisieren, sollten diese ebenfalls die verbesserte Festigkeit und Duktilität bei niedrigen homologen Temperaturen aufweisen, wie für die technisch reinen Wolframbleche nachgewiesen. Inwiefern das in dieser Arbeit aufgestellte Modell der korngrenzenunterstützten Plastizität auch bei dotierten Blechen zutrifft und ob das damit verbundene vorteilhafte Verschwinden des anisotropen Verhaltens bei hohen homologen Temperaturen auftritt, müssen zukünftige Untersuchungen klären.

Abschließend sei angemerkt, dass die in dieser Arbeit nachgewiesenen, verbesserten Eigenschaften der Wolframbleche und die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen entscheidend vom kubisch-raumzentrierten Kristallgitter und der spezifischen Korngröße und Kornform der UFG-Mikrostruktur kontrolliert werden. Vergleichbare Experimente an kubisch-raumzentriertem UFG-Chrom [91,173] zeigen ähnliche Ergebnisse und lassen hoffen, dass sich diese Verbesserungen auch auf andere technisch relevante krz Metalle wie Eisen und Molybdän übertragen lassen.

6 Literaturverzeichnis

- [1] G.D. Rieck, Tungsten and Its Compounds, Elsevier Science, Burlington, 2013, ISBN: 9781483226118.
- [2] B. Sestak, A. Seeger, Gleitung und Verfestigung in kubisch raumzentrierten Metallen und Legierungen (I), *Z. Metallkd.* 69 (1978) 195–202.
- [3] M. Rieth, S.L. Dudarev, J. Aktaa, T. Ahlgren, S. Antusch, D.E.J. Armstrong, M. Balden et al., Recent progress in research on tungsten materials for nuclear fusion applications in Europe, *J. Nucl. Mater.* 432 (2013) 482–500, doi:10.1016/j.jnucmat.2012.08.018.
- [4] S. Wurster, N. Baluc, M. Battabyal, T. Crosby, J. Du, C. García-Rosales, A. Hasegawa et al., Recent progress in R&D on tungsten alloys for divertor structural and plasma facing materials, *J. Nucl. Mater.* 442 (2013) S181-S189, doi:10.1016/j.jnucmat.2013.02.074.
- [5] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu, Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation, *JOM* 58 (2006) 33–39, doi:10.1007/s11837-006-0213-7.
- [6] Q. Wei, L.J. Kecskes, Effect of low-temperature rolling on the tensile behavior of commercially pure tungsten, *Mater. Sci. Eng. A* 491 (2008) 62–69, doi:10.1016/j.msea.2008.01.013.
- [7] P. Schade, 100 years of doped tungsten wire, *Int. J. Refract. Met. H.* 28 (2010) 648–660, doi:10.1016/j.ijrmhm.2010.05.003.
- [8] D. Brunner, Comparison of flow-stress measurements on high-purity tungsten single crystals with the kink-pair theory, *Mater. Trans. JIM* 41 (2000) 152–160, doi:10.2320/mater-trans1989.41.152.
- [9] P. Gumbsch, Brittle fracture and the brittle-to-ductile transition of tungsten, *J. Nucl. Mater.* 323 (2003) 304–312, doi:10.1016/j.jnucmat.2003.08.009.
- [10] D. Hull, D.J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 5th ed., Butterworth-Heinemann Ltd, Oxford, 2011, ISBN: 978-0-08-096672-4.
- [11] I. Kovács, L. Zsoldos, *Dislocations and Plastic Deformation*, Akadémiai Kiadó, Budapest, 1. ed., Pergamon Press, Oxford, 1973.
- [12] Y. Kamimura, K. Edagawa, S. Takeuchi, Experimental evaluation of the Peierls stresses in a variety of crystals and their relation to the crystal structure, *Acta Mater.* 61 (2013) 294–309, doi:10.1016/j.actamat.2012.09.059.
- [13] R. Peierls, The size of a dislocation, *Proc. Phys. Soc.* 52 (1940) 34–37, doi:10.1088/0959-5309/52/1/305.
- [14] F.R.N. Nabarro, Dislocations in a simple cubic lattice, *Proc. Phys. Soc.* 59 (1947) 256–272, doi:10.1088/0959-5309/59/2/309.
- [15] H. Conrad, Thermally activated deformation of metals, *JOM* 16 (1964) 582–588, doi:10.1007/BF03378292.

- [16] C.R. Weinberger, C.C. Battaile, T.E. Buchheit, E.A. Holm, Incorporating atomistic data of lattice friction into BCC crystal plasticity models, *Int. J. Plast.* 37 (2012) 16–30, doi:10.1016/j.ijplas.2012.03.012.
- [17] A. Seeger, Why anomalous slip in body-centred cubic metals?, *Mater. Sci. Eng. A* 319-321 (2001) 254–260, doi:10.1016/S0921-5093(01)00958-3.
- [18] A.S. Argon, S.R. Maloof, Plastic deformation of tungsten single crystals at low temperatures, *Acta Metall.* 14 (1966) 1449–1462, doi:10.1016/0001-6160(66)90165-9.
- [19] J.W. Christian, Some surprising features of the plastic deformation of body-centered cubic metals and alloys, *Metall. Trans. A* 14 (1983) 1237–1256, doi:10.1007/BF02664806.
- [20] V. Vitek, Thermally activated motion of screw dislocations in B.C.C. metals, *Phys. Status Solidi B* 18 (1966) 687–701, doi:10.1002/pssb.19660180221.
- [21] V. Vitek, F. Kroupa, Dislocation theory of slip geometry and temperature dependence of flow stress in B.C.C. metals, *Phys. Status Solidi B* 18 (1966) 703–713.
- [22] L. Kaun, A. Luft, J. Richter, D. Schulze, Slip line pattern and active slip systems of tungsten and molybdenum single crystals weakly deformed in tension at room temperature, *Phys. Status Solidi B* 26 (1968) 485–499, doi:10.1002/pssb.19680260212.
- [23] P.B. Hirsch, Flow stress and workhardening of face-centred cubic metals, *Acta Cryst.* 13 (1960) 1114.
- [24] V. Vitek, Theory of the core structure of dislocations in body-centered cubic metals, *Cryst. Lattice Defects* 5 (1974) 1–34.
- [25] R. Gröger, A.G. Bailey, V. Vitek, Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten (I): Atomistic studies of the core structure and glide of $1/2 \langle 111 \rangle$ screw dislocations at 0 K, *Acta Mater.* 56 (2008) 5401–5411, doi:10.1016/j.actamat.2008.07.018.
- [26] A. Seeger, The temperature and strain-rate dependence of the flow-stress of body-centered cubic metals - A theory based on kink-kink interactions, *Z. Metallkd.* 72 (1981) 369–380.
- [27] A. Németh, The effect of microstructure on the strain-rate sensitivity and on the brittle-to-ductile transition of tungsten foil, *Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2013.*
- [28] D. Caillard, J.-L. Martin, *Thermally activated mechanisms in crystal plasticity*, Pergamon, Amsterdam, 2003, ISBN: 978-0080427034.
- [29] J. Rösler, M. Bäker, H. Harders, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, 2. Auflage, Teubner, Wiesbaden, 2006, ISBN: 9783835100084.
- [30] M. Henning, *Größeneffekte auf die mechanischen Eigenschaften - Experiment und Simulation*, Dissertation, Universität des Saarlandes, Shaker, Aachen, 2008, ISBN: 9783832268947.
- [31] U.F. Kocks, The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation, *Metall. Mater. Trans. B* 1 (1970) 1121–1143, doi:10.1007/BF02900224.
- [32] V. Schulze, O. Vöhringer, Plastic Deformation: Constitutive Description, in: K.H.J. Buschow, R.W. Cahn, M.C. Flemings, B. Ilshner (Eds.), *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 2nd ed., Elsevier Ltd., 2001, pp. 7050–7064, doi:10.1016/B0-08-043152-6/01250-X.

- [33] A.S. Schneider, D. Kaufmann, B.G. Clark, C.P. Frick, P.A. Gruber, R. Mönig, O. Kraft et al., Correlation between critical temperature and strength of small-scale bcc pillars, *Phys. Rev. Lett.* (2009) 105501, doi:10.1103/PhysRevLett.103.105501.
- [34] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2007, ISBN: 978-3-540-71104-9.
- [35] H. Schultz, Defect-sensitive properties of tungsten and other bcc transition metals, *Z. Metallkd.* 78 (1987) 469–477.
- [36] D. Cereceda, M. Diehl, F. Roters, D. Raabe, J.M. Perlado, J. Marian, Unraveling the temperature dependence of the yield strength in single-crystal tungsten using atomistically-informed crystal plasticity calculations, *Int. J. Plast.* 78 (2016) 242–265, doi:10.1016/j.ijplas.2015.09.002.
- [37] P.L. Raffo, Yielding and fracture in tungsten and tungsten-rhenium alloys, *J. Less Common Met.* 17 (1969) 133–149, doi:10.1016/0022-5088(69)90047-2.
- [38] T. Shen, Y. Dai, Y. Lee, Microstructure and tensile properties of tungsten at elevated temperatures, *J. Nucl. Mater.* 468 (2016) 348–354, doi:10.1016/j.jnucmat.2015.09.057.
- [39] E.W. Hart, Theory of the tensile test, *Acta Metall.* 15 (1967) 351–355, doi:10.1016/0001-6160(67)90211-8.
- [40] A.K. Ghosh, On the measurement of strain-rate sensitivity for deformation mechanism in conventional and ultra-fine grain alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 463 (2007) 36–40, doi:10.1016/j.msea.2006.08.122.
- [41] Q. Wei, Strain rate effects in the ultrafine grain and nanocrystalline regimes—influence on some constitutive responses, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1709–1727, doi:10.1007/s10853-006-0700-9.
- [42] R.E. Stoller, S.J. Zinkle, On the relationship between uniaxial yield strength and resolved shear stress in polycrystalline materials, *J. Nucl. Mater.* 283-287 (2000) 349–352, doi:10.1016/S0022-3115(00)00378-0.
- [43] G.A. Geach, J.E. Hughes, The alloy of rhenium with molybdenum or with tungsten and having good high temperature properties, *Proc. 2nd Plansee Seminar (Plansee AG, Reutte)* (1955) 245–253.
- [44] A. Luo, D.L. Jacobson, K.S. Shin, Solution softening mechanism of iridium and rhenium in tungsten at room temperature, *Int. J. Refract. Met. H.* 10 (1991) 107–114, doi:10.1016/0263-4368(91)90028-M.
- [45] S. Wurster, B. Gludovatz, R. Pippan, High temperature fracture experiments on tungsten–rhenium alloys, *Int. J. Refract. Met. H.* 28 (2010) 692–697, doi:10.1016/j.ijrmhm.2010.03.002.
- [46] L. Romaner, C. Ambrosch-Draxl, R. Pippan, Effect of rhenium on the dislocation core structure in tungsten, *Phys. Rev. Lett.* 104 (2010) 195503, doi:10.1103/PhysRevLett.104.195503.
- [47] J. Du, T. Höschel, M. Rasinski, J.-H. You, Interfacial fracture behavior of tungsten wire/tungsten matrix composites with copper-coated interfaces, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 1623–1629, doi:10.1016/j.msea.2009.10.046.
- [48] J. Riesch, J.-Y. Buffiere, T. Höschel, M. Di Michiel, M. Scheel, C. Linsmeier, J.-H. You, In situ synchrotron tomography estimation of toughening effect by semi-ductile fibre reinforcement in a tungsten-fibre-reinforced tungsten composite system, *Acta Mater.* 61 (2013) 7060–7071, doi:10.1016/j.actamat.2013.07.035.

- [49] C. Linsmeier, M. Rieth, J. Aktaa, T. Chikada, A. Hoffmann, J. Hoffmann, A. Houben et al., Development of advanced high heat flux and plasma-facing materials, *Nucl. Fusion* 57 (2017), doi:10.1088/1741-4326/aa6f71.
- [50] R.W. Cahn, P. Haasen (Eds.), *Physical metallurgy*, 4th ed., North-Holland, Amsterdam, New York, 2010, ISBN: 0444898751.
- [51] R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation, *J. Mater. Res.* 17 (2002) 5–8, doi:10.1557/JMR.2002.0002.
- [52] Y.M. Wang, E. Ma, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, Tough nanostructured metals at cryogenic temperatures, *Adv. Mater.* 16 (2004) 328–331, doi:10.1002/adma.200305679.
- [53] D. Balint, J. Lin, M. Pietrzyk (Eds.), *Microstructure evolution in metal forming processes: Modeling and applications*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2012, ISBN: 9780857096340.
- [54] T.G. Langdon, The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A* 462 (2007) 3–11, doi:10.1016/j.msea.2006.02.473.
- [55] P.B. Prangnell, J. Bowen, A. Gholinia, The formation of submicron and nanocrystalline grain structures by severe deformation, *Proc. 22nd Risø Int. Symp. Mater. Sci.* (2001).
- [56] C. Koch, *Bulk Nanostructured Materials - Part One: Introduction and Overview*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2009, ISBN: 978-3-527-31524-6.
- [57] L.J. Kecskes, K.C. Cho, R.J. Dowding, B.E. Schuster, R.Z. Valiev, Q. Wei, Grain size engineering of bcc refractory metals: Top-down and bottom-up—Application to tungsten, *Mater. Sci. Eng. A* 467 (2007) 33–43, doi:10.1016/j.msea.2007.02.099.
- [58] H.P. Stüwe, Equivalent Strains in Severe Plastic Deformation, in: M.J. Zehetbauer, R.Z. Valiev (Eds.), *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*, 1st ed., Wiley-VCH, Weinheim, 2006, pp. 55–64, doi:10.1002/3527602461.ch2a.
- [59] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Developments in the use of ECAP processing for grain refinement., *Rev. Adv. Mater. Sci.* 13.1 (2006) 15–26.
- [60] A. Hohenwarter, Incremental high pressure torsion as a novel severe plastic deformation process, *Mater. Sci. Eng. A* 626 (2015) 80–85, doi:10.1016/j.msea.2014.12.041.
- [61] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, *Acta Mater.* 47 (1999) 579–583, doi:10.1016/S1359-6454(98)00365-6.
- [62] N. Tsuji, Y. Saito, S.-H. Lee, Y. Minamino, ARB (Accumulative Roll-Bonding) and other new techniques to produce bulk ultrafine grained materials, *Adv. Eng. Mater.* 5 (2003) 338–344, doi:10.1002/adem.200310077.
- [63] S.H. Whang (Ed.), *Nanostructured metals and alloys: Processing, microstructure, mechanical properties and applications*, Woodhead Pub, Cambridge, U.K., 2011, ISBN: 9780857091123.
- [64] H.M. Hiersig, *VDI-Lexikon Maschinenbau*, Springer, Berlin, Heidelberg, 1995, ISBN: 9783642578502.
- [65] E. Hornbogen, H. Warlimont, *Metalle: Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen*, 5. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 2006, ISBN: 978-3-540-34010-2.

- [66] H. Kugler, *Umformtechnik: Umformen metallischer Konstruktionswerkstoffe*, Fachbuchverl. Leipzig im Carl Hanser Verl., München, 2009, ISBN: 9783446406728.
- [67] D.A. Hughes, N. Hansen, High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms, *Acta Mater.* 45 (1997) 3871–3886, doi:10.1016/S1359-6454(97)00027-X.
- [68] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, *Prog. Mater. Sci.* 60 (2014) 130–207, doi:10.1016/j.pmatsci.2013.09.002.
- [69] A. Bodin, J. Sietsman, S. van der Zwaag, Texture and microstructure development during inter-critical rolling of low-carbon steels, *Metall. Mater. Trans. A* 33 (2002) 1589–1603, doi:10.1007/s11661-002-0169-3.
- [70] D. Raabe, K. Lücke, Rolling and annealing textures of bcc metals, *Mater. Sci. Forum* 157-162 (1994) 597–610, doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.597.
- [71] C.S. Barrett, *Structure of Metals: Crystallographic methods, principles, and data*, 1st ed., McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, London, 1943.
- [72] I.L. Dillamore, W.T. Roberts, Preferred orientation in wrought and annealed metals, *Metall. Rev.* 10 (1965) 271–380, doi:10.1179/mtlr.1965.10.1.271.
- [73] Z. Zhou, Y. Ma, J. Du, J. Linke, Fabrication and characterization of ultra-fine grained tungsten by resistance sintering under ultra-high pressure, *Mater. Sci. Eng. A* 505 (2009) 131–135, doi:10.1016/j.msea.2008.11.012.
- [74] I.V. Aleksandrov, G.I. Raab, L.O. Shestakova, A.R. Kil'mametov, R.Z. Valiev, Refinement of tungsten microstructure by severe plastic deformation, *Phys. Met. Metallogr.* 93 (2002) 493–500.
- [75] M. Faleschini, H. Kreuzer, D. Kiener, R. Pippan, Fracture toughness investigations of tungsten alloys and SPD tungsten alloys, *J. Nucl. Mater.* 367-370 (2007) 800–805, doi:10.1016/j.jnucmat.2007.03.079.
- [76] S.N. Mathaudhu, A.J. deRosset, K.T. Hartwig, L.J. Kecskes, Microstructures and recrystallization behavior of severely hot-deformed tungsten, *Mater. Sci. Eng. A* 503 (2009) 28–31, doi:10.1016/j.msea.2008.03.051.
- [77] A.V. Ganeev, R.K. Islamgaliev, R.Z. Valiev, Refinement of tungsten microstructure upon severe plastic deformation, *Phys. Met. Metallogr.* 115 (2014) 139–145, doi:10.1134/S0031918X14020070.
- [78] T. Hao, Z.Q. Fan, S.X. Zhao, G.N. Luo, C.S. Liu, Q.F. Fang, Microstructures and properties of ultrafine-grained tungsten produced by equal-channel angular pressing at low temperatures, *J. Nucl. Mater.* 433 (2013) 351–356, doi:10.1016/j.jnucmat.2012.10.007.
- [79] Q. Wei, T. Jiao, K. Ramesh, E. Ma, L. Kecskes, L. Magness, R. Dowding et al., Mechanical behavior and dynamic failure of high-strength ultrafine grained tungsten under uniaxial compression, *Acta Mater.* 54 (2006) 77–87, doi:10.1016/j.actamat.2005.08.031.
- [80] Y. Zhao, Y. Guo, Q. Wei, A.M. Dangelewicz, C. XU, Y. Zhu, T. Langdon et al., Influence of specimen dimensions on the tensile behavior of ultrafine-grained Cu, *Scripta Mater.* 59 (2008) 627–630, doi:10.1016/j.scriptamat.2008.05.031.

- [81] Y.H. Zhao, Y.Z. Guo, Q. Wei, T.D. Topping, A.M. Dangelewicz, Y.T. Zhu, T.G. Langdon et al., Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress–strain curves, *Mater. Sci. Eng. A* 525 (2009) 68–77, doi:10.1016/j.msea.2009.06.031.
- [82] R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, *Bulk nanostructured materials: Fundamentals and applications*, TMS-Wiley, Hoboken, New Jersey, 2014, ISBN: 9781118742570.
- [83] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino, Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing, *Scripta Mater.* 47 (2002) 893–899, doi:10.1016/S1359-6462(02)00282-8.
- [84] X. Zeng, *Modeling hardening and softening due to high-angle grain boundaries in crystalline solids*, 1st ed., Cuvillier Verlag, Göttingen, 2007, ISBN: 9783867273732.
- [85] N. Tsuji, Fabrication of Bulk Nanostructured Materials by Accumulative Roll Bonding (ARB), in: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu (Eds.), *Bulk Nanostructured Materials*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2009, pp. 235–253, doi:10.1002/9783527626892.ch10.
- [86] H.-W. Höppel, H. Mughrabi, A. Vinogradov, *Fatigue Properties of Bulk Nanostructured Materials*, in: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu (Eds.), *Bulk Nanostructured Materials*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2009, pp. 481–500, doi:10.1002/9783527626892.ch22.
- [87] T. Niendorf, *Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger kubisch raumzentrierter Werkstoffe*, Dissertation, Universität Paderborn, 2010.
- [88] M. Okayasu, K. Sato, M. Mizuno, D. Hwang, D. Shin, Fatigue properties of ultra-fine grained dual phase ferrite/martensite low carbon steel, *Int. J. Fatigue* 30 (2008) 1358–1365, doi:10.1016/j.ijfatigue.2007.10.011.
- [89] Q. Wei, S. Cheng, K.T. Ramesh, E. Ma, Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals, *Mater. Sci. Eng. A* 381 (2004) 71–79, doi:10.1016/j.msea.2004.03.064.
- [90] J. Alkorta, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano, Critical examination of strain-rate sensitivity measurement by nanoindentation methods, *Acta Mater.* 56 (2008) 884–893, doi:10.1016/j.actamat.2007.10.039.
- [91] V. Maier, A. Hohenwarter, R. Pippan, D. Kiener, Thermally activated deformation processes in body-centered cubic Cr – How microstructure influences strain-rate sensitivity, *Scripta Mater.* 106 (2015) 42–45, doi:10.1016/j.scriptamat.2015.05.001.
- [92] G.M. Cheng, W.W. Jian, W.Z. Xu, H. Yuan, P.C. Millett, Y.T. Zhu, Grain size effect on deformation mechanisms of nanocrystalline bcc metals, *Mater. Res. Lett.* 1 (2013) 26–31, doi:10.1080/21663831.2012.739580.
- [93] D. Jia, K.T. Ramesh, E. Ma, Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron, *Acta Mater.* 51 (2003) 3495–3509, doi:10.1016/S1359-6454(03)00169-1.
- [94] E. Lassner, W.-D. Schubert, *Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Elements, Alloys, and Chemical Compounds*, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 1999, ISBN: 9780306450532.

- [95] S.W.H. Yih, C.T. Wang, *Tungsten: Sources, Metallurgy, Properties, and Applications*, Plenum Press, New York, London, 1979, ISBN: 0306311496.
- [96] J. Reiser, S. Wurster, J. Hoffmann, S. Bonk, C. Bonnekoh, D. Kiener, R. Pippan et al., Ductilisation of tungsten (W) through cold-rolling: R-curve behaviour, *Int. J. Refract. Met. H.* 58 (2016) 22–33, doi:10.1016/j.ijrmhm.2016.03.006.
- [97] V. Nikolic, S. Wurster, D. Firneis, R. Pippan, Improved fracture behavior and microstructural characterization of thin tungsten foils, *Nucl. Mater. Energy* 9 (2016) 181–188, doi:10.1016/j.nme.2016.06.003.
- [98] J. Reiser, J. Hoffmann, U. Jäntsch, M. Klimenkov, S. Bonk, C. Bonnekoh, M. Rieth et al., Ductilisation of tungsten (W): On the shift of the brittle-to-ductile transition (BDT) to lower temperatures through cold rolling, *Int. J. Refract. Met. H.* 54 (2016) 351–369, doi:10.1016/j.ijrmhm.2015.09.001.
- [99] A. Németh, J. Reiser, D.E.J. Armstrong, M. Rieth, The nature of the brittle-to-ductile transition of ultra fine grained tungsten (W) foil, *Int. J. Refract. Met. H.* 50 (2015) 9–15, doi:10.1016/j.ijrmhm.2014.11.005.
- [100] Q. Wei, K.T. Ramesh, E. Ma, L.J. Kecskes, R.J. Dowding, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev, Plastic flow localization in bulk tungsten with ultrafine microstructure, *Appl. Phys. Lett.* 86 (2005) 101907, doi:10.1063/1.1875754.
- [101] V. Maier, C. Schunk, M. Göken, K. Durst, Microstructure-dependent deformation behaviour of bcc-metals – indentation size effect and strain rate sensitivity, *Philos. Mag.* 95 (2014) 1766–1779, doi:10.1080/14786435.2014.982741.
- [102] T. Hao, Z.Q. Fan, T. Zhang, G.N. Luo, X.P. Wang, C.S. Liu, Q.F. Fang, Strength and ductility improvement of ultrafine-grained tungsten produced by equal-channel angular pressing, *J. Nucl. Mater.* 455 (2014) 595–599, doi:10.1016/j.jnucmat.2014.08.044.
- [103] J. Reiser, J. Hoffmann, U. Jäntsch, M. Klimenkov, S. Bonk, C. Bonnekoh, A. Hoffmann et al., Ductilisation of tungsten (W): On the increase of strength AND room-temperature tensile ductility through cold-rolling, *Int. J. Refract. Met. H.* 64 (2017) 261–278, doi:10.1016/j.ijrmhm.2016.10.018.
- [104] P. Norajitra, Divertor development for a future fusion power plant, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, KIT Scientific Publ, Karlsruhe, 2011, ISBN: 9783866447387.
- [105] Q. Wei, H. Zhang, B. Schuster, K. Ramesh, R.Z. Valiev, L. Kecskes, R. Dowding et al., Microstructure and mechanical properties of super-strong nanocrystalline tungsten processed by high-pressure torsion, *Acta Mater.* 54 (2006) 4079–4089, doi:10.1016/j.actamat.2006.05.005.
- [106] J.H. Bechtold, Strain rate effects in tungsten, *JOM* 8 (1956) 142–146, doi:10.1007/BF03377659.
- [107] Q. Wei, L.J. Kecskes, K.T. Ramesh, Effect of low-temperature rolling on the propensity to adiabatic shear banding of commercial purity tungsten, *Mater. Sci. Eng. A* 578 (2013) 394–401, doi:10.1016/j.msea.2013.04.109.
- [108] E. Hasenhuettl, R. Kasada, Z. Zhang, K. Yabuuchi, A. Kimura, Ion-irradiation effect on strain rate sensitivity of nanoindentation hardness of W single crystal, *Mater. Trans.* 58 (2017) 580–586, doi:10.2320/matertrans.ML201603.

- [109] S. Bonk, J. Reiser, J. Hoffmann, A. Hoffmann, Cold rolled tungsten (W) plates and foils: Evolution of the microstructure, *Int. J. Refract. Met. H.* 60 (2016) 92–98, doi:10.1016/j.ijrmhm.2016.06.020.
- [110] H.-J. Bargel, G. Schulze (Eds.), *Werkstoffkunde: Mit 85 Tabellen*, 9. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 2005, 29-32, ISBN: 3-540-26107-9.
- [111] F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris, Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation, *Philos. Trans. Royal Soc. A* 357 (1999) 1663–1681, doi:10.1098/rsta.1999.0395.
- [112] Gesellschaft für Werkstoffprüfung mbH, Analytik - Metalle und Legierungen, www.gwp.eu/menue/labor-services/analytik/metalle-und-legierungen.html (Stand: 05. Dezember 2017).
- [113] M. Prutton, M.M. El Gomati (Eds.), *Scanning Auger electron microscopy*, John Wiley & Sons, Chichester, West Sussex, England, Hoboken, NJ, 2006, ISBN: 978-0-470-86677-1.
- [114] KNMF Laboratory for Microscopy and Spectroscopy, *Auger Electron Spectroscopy*, www.knmf.kit.edu/downloads/KNMF_Technology_Description_2_IAM-AWP_AES.pdf (Stand: 15.12.2017).
- [115] M. Bates, XRD nanomaterials course, www.slideshare.net/MichaelBates30/xrd-nanomaterials-courses2015bates (Stand: 11.01.2018).
- [116] T. Ungár, Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening, *Scripta Mater.* 51 (2004) 777–781, doi:10.1016/j.scriptamat.2004.05.007.
- [117] S. Kalácska, I. Groma, A. Borbély, P.D. Ispánovity, Comparison of the dislocation density obtained by HR-EBSD and X-ray profile analysis, *Appl. Phys. Lett.* 110 (2017) 91912, doi:10.1063/1.4977569.
- [118] E.J. Mittemeijer, U. Welzel, *Modern Diffraction Methods*, 1st ed., Wiley-VCH, Weinheim, 2013, ISBN: 9783527649907.
- [119] J.I. Goldstein, D.E. Newbury, P. Echlin, D.C. Joy, C.E. Lyman, E. Lifshin, L. Sawyer et al., *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, 3rd ed., Springer, Boston, MA, 2003, ISBN: 978-1-4615-0215-9.
- [120] E. Hornbogen, B. Skrotzki, *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2009, ISBN: 978-3-540-89946-4.
- [121] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Springer, Boston, MA, 2000, ISBN: 978-1-4757-3205-4.
- [122] T.B. Britton, J.L.R. Hickey, Understanding deformation with high angular resolution electron backscatter diffraction (HR-EBSD), *IOP Conf. Proc. of EMAS-2017/IUMAS-7* (2017).
- [123] D. Chen, J.-C. Kuo, W.-T. Wu, Effect of microscopic parameters on EBSD spatial resolution, *Ultramicroscopy* 111 (2011) 1488–1494, doi:10.1016/j.ultramic.2011.06.007.
- [124] B. Britton, I. Holton, G. Meaden, D. Dingley, High angular resolution electron backscatter diffraction: measurement of strain in functional and structural materials, *Microscopy and Analysis* 27(4) (2013) 8–13.
- [125] U.F. Kocks, C.N. Tomé, H.-R. Wenk, A.J. Beaudoin, H. Mecking (Eds.), *Texture and anisotropy: Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*, 1. ed., Cambridge Univ. Press, Cambridge, 2000, ISBN: 0-521-79420-X.

- [126] E. Bruder, Thermische Stabilität von Stählen mit ultrafeinkörnigen Gradientengefügen und deren mechanische Eigenschaften, Dissertation, Technischen Universität Darmstadt, Darmstadt, 2011.
- [127] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley, High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns, *Ultramicroscopy* 106 (2006) 307–313, doi:10.1016/j.ultramic.2005.10.001.
- [128] T.B. Britton, J. Jiang, P.S. Karamched, A.J. Wilkinson, Probing deformation and revealing microstructural mechanisms with cross-correlation-based, high-resolution electron backscatter diffraction, *JOM* 65 (2013) 1245–1253, doi:10.1007/s11837-013-0680-6.
- [129] E. Kroener, Continuum theory of dislocations and self-stresses, *Erg. Angew. Mathe.* 5 (1958) 1327–1347.
- [130] A.J. Wilkinson, D. Randman, Determination of elastic strain fields and geometrically necessary dislocation distributions near nanoindents using electron back scatter diffraction, *Philos. Mag.* 90 (2010) 1159–1177, doi:10.1080/14786430903304145.
- [131] J. Jiang, T.B. Britton, A.J. Wilkinson, Measurement of geometrically necessary dislocation density with high resolution electron backscatter diffraction: Effects of detector binning and step size, *Ultramicroscopy* 125 (2013) 1–9, doi:10.1016/j.ultramic.2012.11.003.
- [132] J.F. Nye, Some geometrical relations in dislocated crystals, *Acta Metall.* 1 (1953) 153–162, doi:10.1016/0001-6160(53)90054-6.
- [133] D.B. Williams, C.B. Carter, *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*, 2. ed., Springer US, Boston, MA, 2009, ISBN: 978-0-387-76500-6.
- [134] S.J. Pennycook, P.D. Nellist (Eds.), *Scanning transmission electron microscopy: Imaging and analysis*, Springer, New York, NY, 2011, ISBN: 9781441972002.
- [135] P.J. Phillips, M.C. Brandes, M.J. Mills, M. de Graef, Diffraction contrast STEM of dislocations, *Ultramicroscopy* 111 (2011) 1483–1487, doi:10.1016/j.ultramic.2011.07.001.
- [136] J.H. Sharp, J.S. Barnard, K. Kaneko, K. Higashida, P.A. Midgley, Dislocation tomography made easy, *J. Phys. Conf. Ser.* 126 (2008) 12013, doi:10.1088/1742-6596/126/1/012013.
- [137] P.J. Phillips, M.J. Mills, M. de Graef, Systematic row and zone axis STEM defect image simulations, *Philos. Mag.* 91 (2011) 2081–2101, doi:10.1080/14786435.2010.547526.
- [138] N.D. Browning, J.P. Buba, M. Chi, B. Gipson, M. Herrera, D.J. Masiel, S. Mehraeen et al., The Application of Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM) to the Study of Nanoscale Systems, in: T. Vogt, W. Dahmen, P. Binev (Eds.), *Modeling Nanoscale Imaging in Electron Microscopy*, Springer US, Boston, MA, 2012, doi:10.1007/978-1-4614-2191-7_2.
- [139] J.H. Hollomon, Tensile deformation, *Trans. Met. Soc. AIME* 162 (1945) 268–290.
- [140] E. Voce, The relationship between stress and strain for homogeneous deformation, *J. Inst. Metals* 74 (1948) 537–562.
- [141] C. Tome, G.R. Canova, U.F. Kocks, N. Christodoulou, J.J. Jonas, The relation between macroscopic and microscopic strain hardening in F.C.C. polycrystals, *Acta Mater.* 32 (1984) 1637–1653, doi:10.1016/0001-6160(84)90222-0.

- [142] N.Q. Chinh, G. Horváth, Z. Horita, T.G. Langdon, A new constitutive relationship for the homogeneous deformation of metals over a wide range of strain, *Acta Mater.* 52 (2004) 3555–3563, doi:10.1016/j.actamat.2004.04.009.
- [143] C. Schimpf, T. Mroczek, U. Martin, Thermally activated flow stress component of the Mo alloy TZM determined by constitutive models, *Int. J. Refract. Met. H.* 28 (2010) 716–721, doi:10.1016/j.ijrmhm.2010.04.008.
- [144] O. Voehringer, *Plastizität metallischer Werkstoffe: Vorlesungsskript Sommersemester 2002*, Universität Karlsruhe (TH), Karlsruhe, 2002.
- [145] P.B. Prangnell, J.S. Hayes, J.R. Bowen, P.J. Apps, P.S. Bate, Continuous recrystallisation of lamellar deformation structures produced by severe deformation, *Acta Mater.* 52 (2004) 3193–3206, doi:10.1016/j.actamat.2004.03.019.
- [146] A. Leitner, V. Maier-Kiener, D. Kiener, Extraction of flow behavior and Hall-Petch parameters using a nanoindentation multiple sharp tip approach, *Adv. Eng. Mater.* 19 (2016) 1–9, doi:10.1002/adem.201600669.
- [147] B. Baretzky, M.D. Baró, G.P. Grabovetskaya, J. Gubicza, M.B. Ivanov, Y.R. Kolobov, T.G. Langdon et al., Fundamentals of interface phenomena in advanced bulk nanoscale materials, *Rev. Adv. Mater. Sci.* 9 (2005) 45–108.
- [148] X. Sauvage, G. Wilde, S.V. Divinski, Z. Horita, R.Z. Valiev, Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena, *Mater. Sci. Eng. A* 540 (2012) 1–12, doi:10.1016/j.msea.2012.01.080.
- [149] T. Karcher, *Zum Erholungs- und Rekristallisationsverhalten von hochgradig kaltgewalztem, ultrafeinkörnigem Wolfram*, Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2016.
- [150] I. Samajdar, L. Rabet, B. Verlinden, P. van Houtte, Recrystallization and related phenomena. The relative contribution of different nucleation sources to recrystallization textures of a cold rolled aluminum-magnesium alloy, *ISIJ Int.* 38 (1998) 539–546, doi:10.2355/isijinternational.38.539.
- [151] R. Bürgel, H.J. Maier, T. Niendorf, Gefügestabilität, in: H.J. Maier, T. Niendorf, R. Bürgel (Eds.), *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, Springer Fachmedien, Wiesbaden, 2015, pp. 37–81, doi:10.1007/978-3-658-10591-4_2.
- [152] A.D. Rollett, G.S. Rohrer, *Recrystallization and related annealing phenomena*, 3rd ed., Elsevier, Amsterdam, 2017, ISBN: 9780080982694.
- [153] A. Belyakov, Y. Kimura, K. Tsuzaki, Recovery and recrystallization in ferritic stainless steel after large strain deformation, *Mater. Sci. Eng. A* 403 (2005) 249–259, doi:10.1016/j.msea.2005.05.057.
- [154] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev, K. Tsuzaki, Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation, *Acta Mater.* 50 (2002) 1547–1557, doi:10.1016/S1359-6454(02)00013-7.
- [155] L. Spieß, G. Teichert, R. Schwarzer, H. Behnken, C. Genzel, *Moderne Röntgenbeugung: Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, 2. Auflage, Vieweg + Teubner Verlag, Wiesbaden, 2009, ISBN: 978-3-8351-0166-1.

- [156] A.J. Wilkinson, T.B. Britton, Strains, planes, and EBSD in materials science, *Mater. Today* 15 (2012) 366–376, doi:10.1016/S1369-7021(12)70163-3.
- [157] W. Wu, Free surface effects in TEM imaging of dislocation lines and loops in Fe, Dissertation (Thèse N° 6262), École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2014.
- [158] C.C. Ahn (Ed.), Transmission electron energy loss spectrometry in materials science and the EELS atlas, 2nd ed., Wiley-VCH, Weinheim Germany, 2004, ISBN: 978-3527405657.
- [159] K. Iakoubovskii, K. Mitsuishi, Y. Nakayama, K. Furuya, Mean free path of inelastic electron scattering in elemental solids and oxides using transmission electron microscopy: Atomic number dependent oscillatory behavior, *Phys. Rev. B* 77 (2008), doi:10.1103/PhysRevB.77.104102.
- [160] G.M. Cheng, W.W. Jian, W.Z. Xu, H. Yuan, P.C. Millett, Y.T. Zhu, Grain size effect on deformation mechanisms of nanocrystalline bcc metals, *Mater. Res. Lett.* 1 (2013) 26–31, doi:10.1080/21663831.2012.739580.
- [161] H.J. Bunge, F. Wagner, P. van Houtte, A new way to include the grain shape in texture simulations with the Taylor model, *J. Phys. Lett. Paris* 46 (1985) 1109–1113, doi:10.1051/jphys-let:0198500460230110900.
- [162] J. Reiser, M. Rieth, A. Moeslang, B. Dafferner, A. Hoffmann, X. Yi, D.E.J. Armstrong, Tungsten foil laminate for structural divertor applications - Tensile test properties of tungsten foil, *J. Nucl. Mater.* 434 (2013) 357–366, doi:10.1016/j.jnucmat.2012.12.003.
- [163] D. Terentyev, J. Riesch, S. Lebediev, A. Bakaeva, J.W. Coenen, Mechanical properties of as-fabricated and 2300 °C annealed tungsten wire tested up to 600 °C, *Int. J. Refract. Met. H.* 66 (2017) 127–134, doi:10.1016/j.ijrmhm.2017.03.011.
- [164] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed, *Acta Mater.* 57 (2009) 4198–4208, doi:10.1016/j.actamat.2009.05.017.
- [165] X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji, Hardening by annealing and softening by deformation in nanostructured metals, *Science (New York, N.Y.)* 312 (2006) 249–251, doi:10.1126/science.1124268.
- [166] D.R. Fang, Q.Q. Duan, N.Q. Zhao, J.J. Li, S.D. Wu, Z.F. Zhang, Tensile properties and fracture mechanism of Al–Mg alloy subjected to equal channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A* 459 (2007) 137–144, doi:10.1016/j.msea.2007.01.062.
- [167] A. Seeger, Theorie der Kristallplastizität, *Z. Naturforschg.* 9a (1954) 870–881, doi:10.1515/zna-1954-1008.
- [168] V. Schulze, O. Vöhringer, Influence of alloying elements on the strain rate and temperature dependence of the flow stress of steels, *Metall. Mater. Trans. A* 31A (2000) 825–830, doi:10.1007/s11661-000-0026-1.
- [169] N. Ahmed, A. Hartmaier, Mechanisms of grain boundary softening and strain-rate sensitivity in deformation of ultrafine-grained metals at high temperatures, *Acta Mater.* 59 (2011) 4323–4334, doi:10.1016/j.actamat.2011.03.056.
- [170] A. Vinogradov, Mechanical properties of ultrafine-grained metals: New challenges and perspectives, *Adv. Eng. Mater.* 12 (2015) 1710–1722, doi:10.1002/adem.201500177.

- [171] C.R. Weinberger, B.L. Boyce, C.C. Battaile, Slip planes in bcc transition metals, *Int. Mater. Rev.* 58 (2013) 296–314, doi:10.1179/1743280412Y.0000000015.
- [172] A. Giannattasio, Z. Yao, E. Tarleton, S.G. Roberts, Brittle–ductile transitions in polycrystalline tungsten, *Philosophical Magazine* (2010) 3947–3959, doi:10.1080/14786435.2010.502145.
- [173] R. Fritz, D. Wimler, A. Leitner, V. Maier-Kiener, D. Kiener, Dominating deformation mechanisms in ultrafine-grained chromium across length scales and temperatures, *Acta Mater.* 140 (2017) 176–187, doi:10.1016/j.actamat.2017.08.043.
- [174] H.W. Höppel, J. May, P. Eisenlohr, M. Göken, Strain-rate sensitivity of ultrafine-grained materials, *Z. Metallkd.* 96 (2005) 566–571, doi:10.3139/146.101071.
- [175] J. Reiser, L. Garrison, H. Greuner, Bla, *Int. J. Refract. Met. H.* 69 (2017) 66–109, doi:10.1016/j.ijrmhm.2017.07.013.
- [176] Plansee SE, Wolfram, www.plansee.com/de/werkstoffe/wolfram.html (Stand: 17.02.2018).

A Anhang

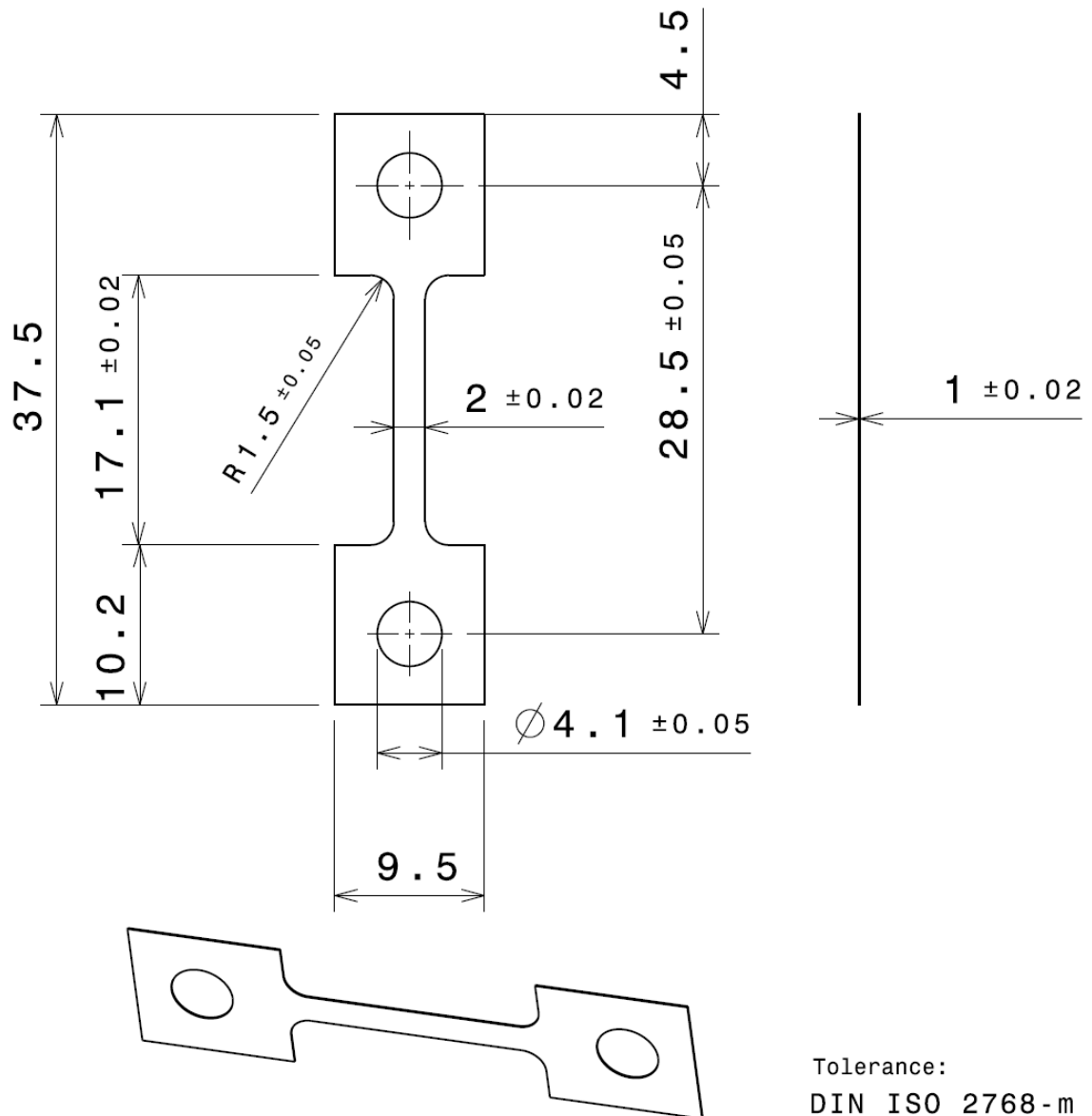


Abbildung A.1: Technische Zeichnung der verwendeten Proben für Zug- und Dehnratenwechselversuche. Alle Angaben sind in Millimeter. Die Dicke der Proben entspricht der Blechdicke (im Beispiel 1000 µm Probe) und wird nicht verändert.

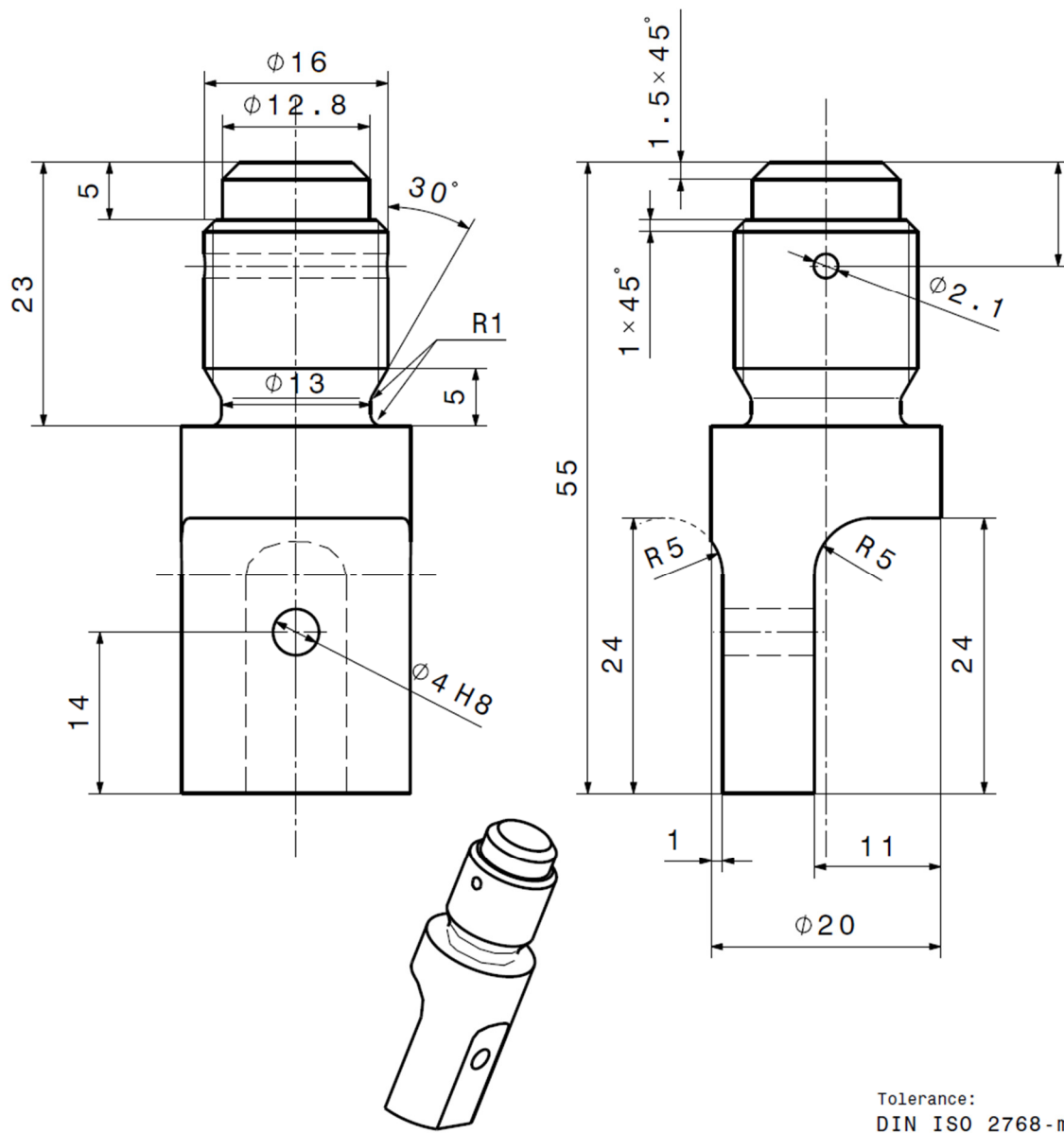


Abbildung A.2: Technische Zeichnung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Zugprobenhalters für Zug- und Dehnratenwechselfersuche. Der Halter kann für Proben unterschiedlicher Dicke eingesetzt werden und erlaubt Prüftemperaturen bis 800°C .

Tabelle A.1: Ergebnis der chemischen Integralanalyse für ausgewählte Elemente an einer 1000 µm und einer 100 µm dicken Platte, inklusive der Spezifikationen des Herstellers als Referenz [176]. Alle Angaben entsprechen Gew.-%. Wurde ein Element nicht detektiert, ist die entsprechende Nachweisgrenze (< Grenzwert) angegeben. Überschreitungen der maximal erlaubten Konzentrationen sind rot markiert, der typischen Konzentration gelb und eine unzureichende Nachweisgrenze orangefarben. Die Ursache für die erhöhte Kupferkonzentration liegt vermutlich in der Präparation der 1000 µm Proben mittels Funkenerosion unter Nutzung eines CuZn-Drahtes. Diese Hypothese wird von der Tatsache unterstützt, dass bei den 100 µm Blechen, welche sich mittels Schalgsschere aus dem Blech trennen lassen, kein Kupfer detektiert wurde. Es gibt keine schlüssige Erklärung wie Kupfer einzig durch weiteres Kaltwalzen dem Material entzogen werden könnte. Unter der Annahme, dass neben den analysierten Elementen keine weiteren nennenswerten Verunreinigungen vorliegen und selbst unter Berücksichtigung aller Nachweisgrenzen, haben sowohl das 100 µm Blech wie auch die 1000 µm Platte eine Reinheit von mindestens 99,97 Gew.-% Wolfram, vermutlich sogar rund 99,99 Gew.-%. Sie erfüllen damit die gängige Spezifikation für technisch reines Wolfram (>99,97 Gew.-%).

Element	Herstellerspezifikation		Messwerte	
	Maximal	Typisch	1000 µm	100 µm
C	0.003	0.0006	< 0.001	< 0.001
N	0.0005	0.0001	< 0.0005	< 0.0005
O	0.002	0.0002	< 0.001	< 0.001
Si	0.002	0.0001	< 0.01	< 0.01
Cr	0.002	0.0003	< 0.002	< 0.002
Fe	0.003	0.0008	0.0011	0.0014
Cu	0.001	0.0001	0.0017	< 0.0001
Mo	0.01	0.0012	0.002	0.0017
P	-	-	< 0.004	< 0,004
S	-	-	< 0.0002	< 0,0002
V	-	-	< 0.0002	< 0,0002
Mn	-	-	< 0.0001	< 0,0001
Ni	0,002	0,0002	< 0.0002	< 0,0002
Summe*	0.0255	0.0036	0.0048	0,0031
maximal durch Nachweisgrenzen:			+ 0,0192	+ 0,0192

* Summe alle detektierter Verunreinigungen (+ maximal mögliche Verunreinigung durch nicht-detektierte Verunreinigungen)

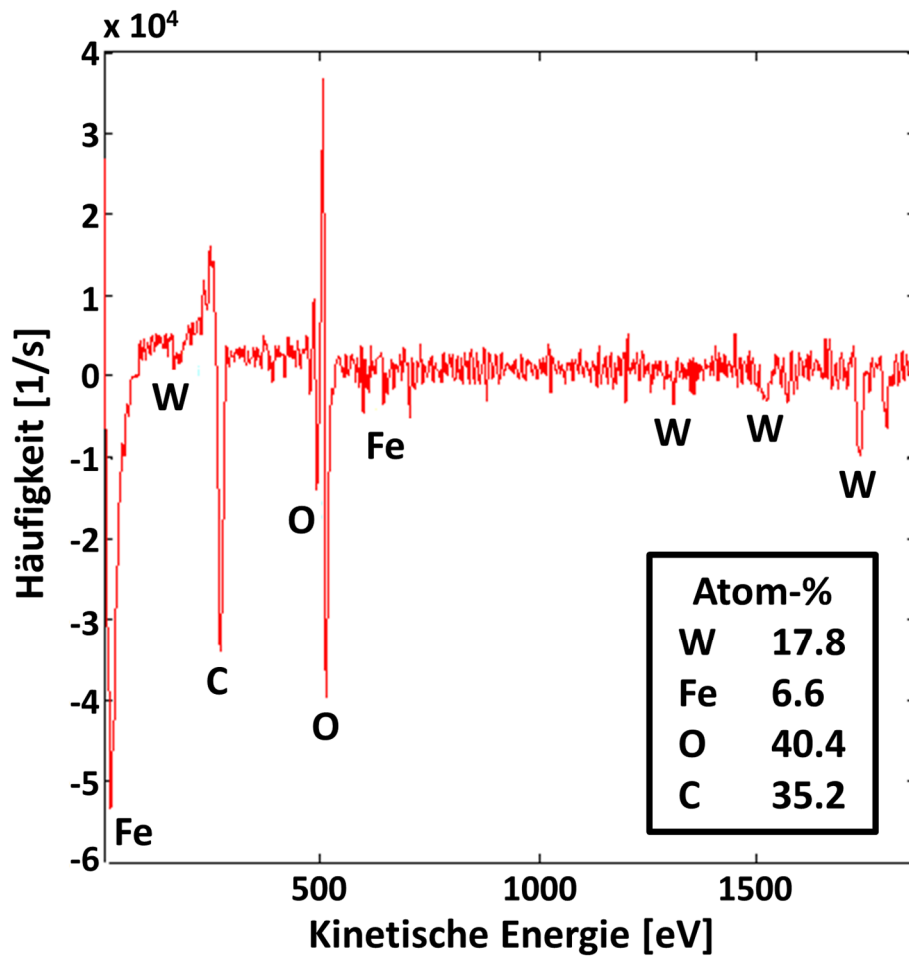


Abbildung A.3: AES-Spektrum einer repräsentativen Stelle des 100 µm Wolframbleches. Die anhand dieses Spektrums bestimmten atomaren Konzentrationen der detektierten Elemente W, Fe, O und C sind mit angegeben. Sauerstoff (O) und Kohlenstoff (C), welche beide mittels der integralen chemischen Analyse nicht detektiert wurden, weisen direkt an der Oberfläche eine Konzentration von 40,4 At.-% (13,7 Gew.-%) für Sauerstoff und 35,2 At.-% (8,98 Gew.-%) für Kohlenstoff auf. Diese hohen Konzentrationen werden auf Oxide, sublimierte Atome an der Oberfläche oder im Falle des Kohlenstoffs auch auf Rückstände des Lösungsmittels zurückgeführt. Das einzige weitere Element, welches neben Wolfram detektiert wurde, ist Eisen mit einer Konzentration von 6,6 At.-% (7,83 Gew.-%). Diese Konzentration ist um mehrere Größenordnungen höher als mittels der integralen chemischen Analyse bestimmt.

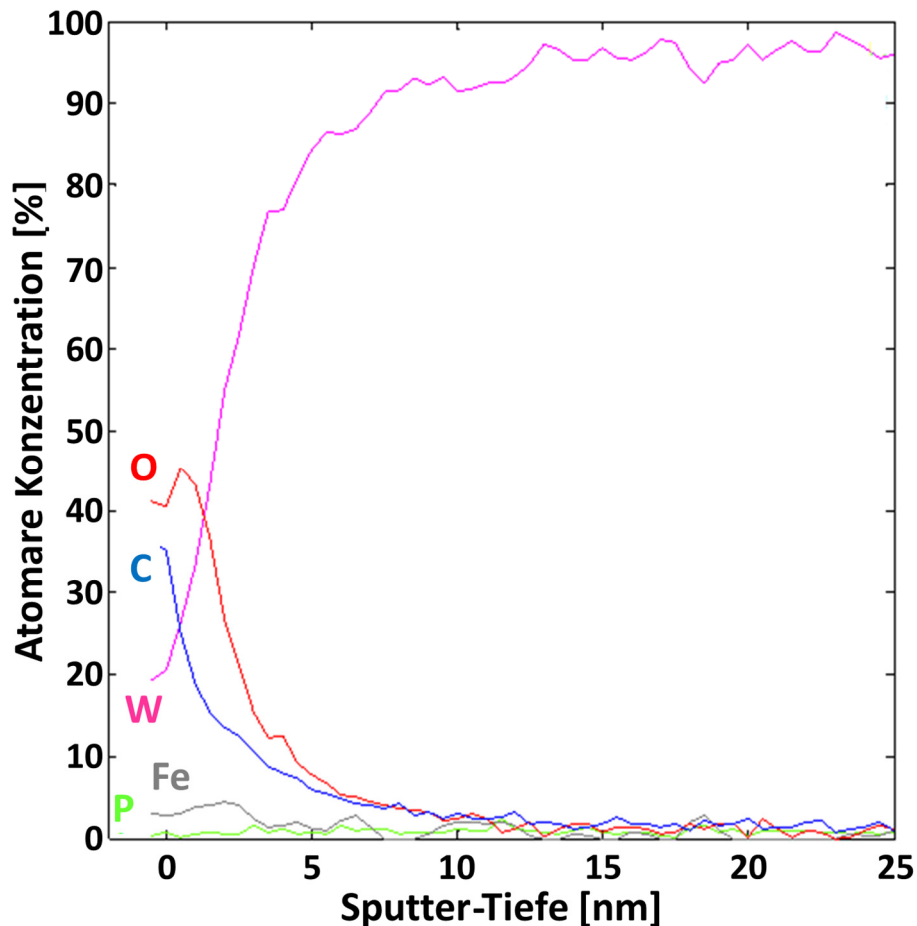


Abbildung A.4: Tiefenprofil der atomaren Konzentrationen an der Oberfläche eines kaltgewalzten 100 μm Wolframbleches durch abwechselndes Sputtern und AES. Das Tiefenprofil zeigt, dass die an der Oberfläche detektierten Verunreinigungen lediglich auf die oberen 5–10 nm des Bleches beschränkt sind und dann nur noch gelegentlich detektiert wurden. Nimmt man in einfacher Näherung in einem 100 μm dicken Blech zwei 5 nm dicke Schichten mit 4 Gew.-% Eisen an (O und C rausgerechnet), so ergibt das eine Konzentration von 0,0004 Gew.-% Eisen im 100 μm Wolframblech. Dies entspricht in etwa der Änderung der Fe-Konzentration durch das Kaltwalzen (siehe Tabelle A.1) und stärkt die Vermutung, dass die Konzentrationsänderung an Eisen von der Abrasion der Walzen herrührt. Dabei ist die erhöhte Fe-Konzentration aber auf die Oberfläche beschränkt und sollte keinen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften oder Deformationsmechanismen einer makroskopischen Probe haben. Das gilt ebenso für die hohen Konzentrationen an Sauerstoff und Kohlenstoff, die an der Oberfläche detektiert wurden und bei denen das Tiefenprofil ebenfalls eine rasche Abnahme zeigt.

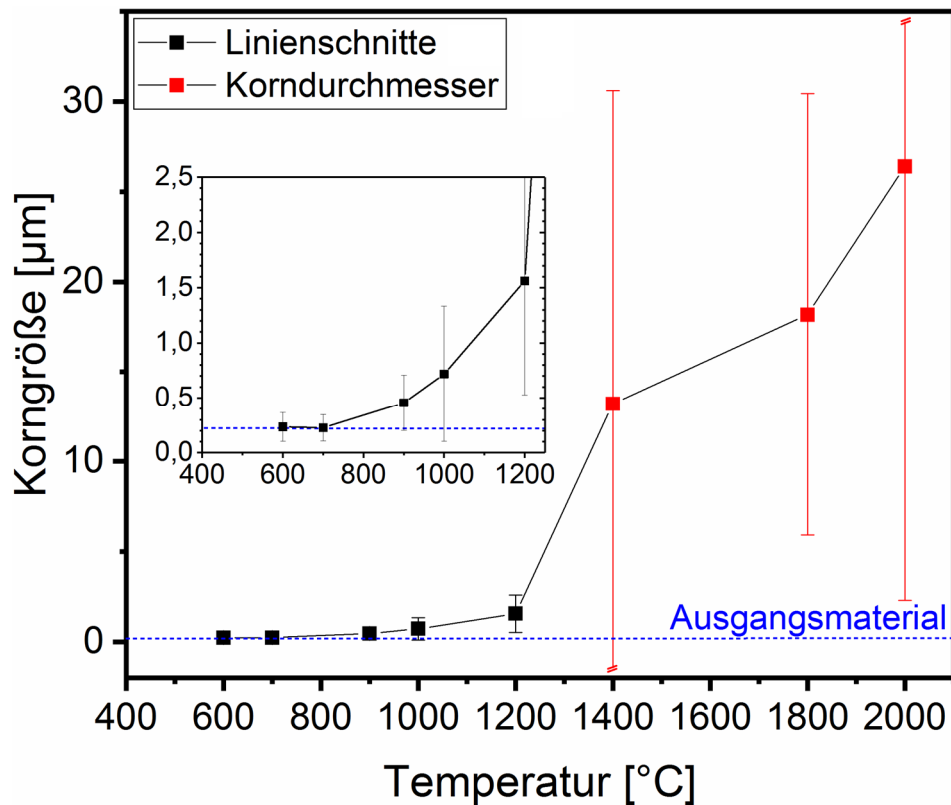


Abbildung A.5: Korngröße der isochron (1 h) geglühten 100 µm Bleche. Die Korngröße wurde anhand von EBSD-Daten ausgewertet, wobei für die lamellaren Gefüge bis 1200 °C (siehe Abbildung 4.10) das bewährte Linien-schnittverfahren in S-Richtung verwendet wurde und für das globularere Gefüge ab 1400 °C die Korngröße als Durchmesser anhand des Flächeninhaltes dargestellt ist.

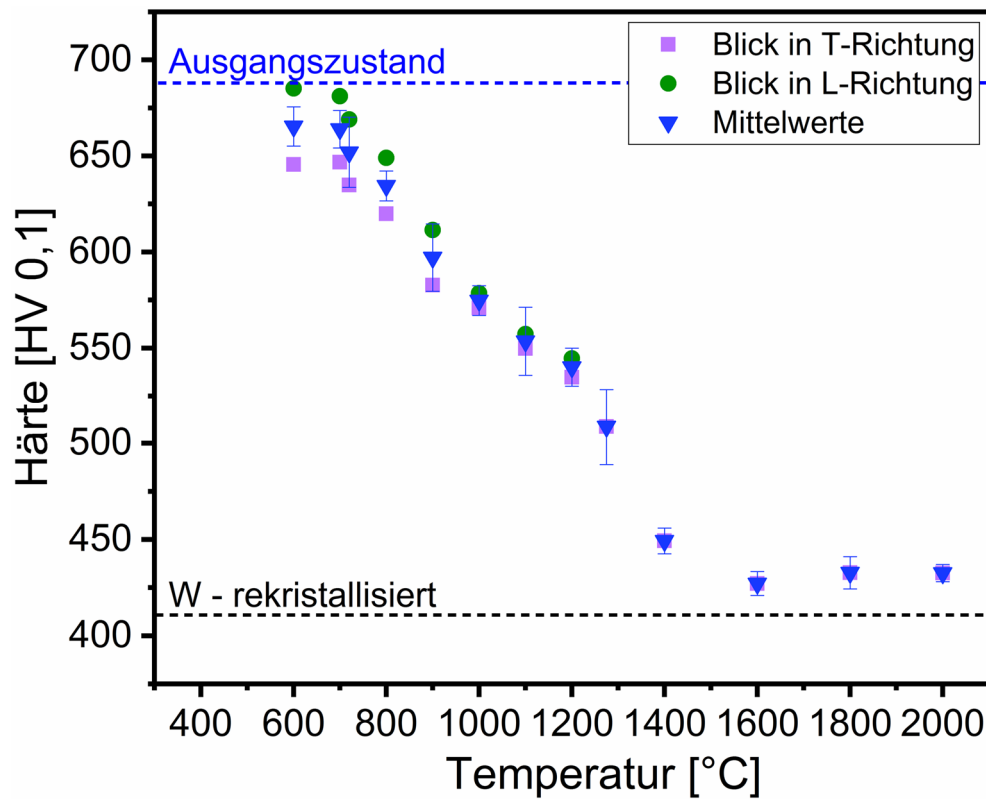


Abbildung A.6: Härte in Abhängigkeit der Glüh­temperatur isochron (1 h) ge­glühter 100 µm Bleche. Die Härte wurde mittels Vickers­prüf­ver­fahren (HV 0,1) an den Kanten der Bleche bestimmt (Blick in T- und L-Richtung) und gestrichelt ist die Härte des Ausgangszustandes vor der Wärme­be­handlung und eines Referenzwertes aus der Literatur [76] dargestellt.

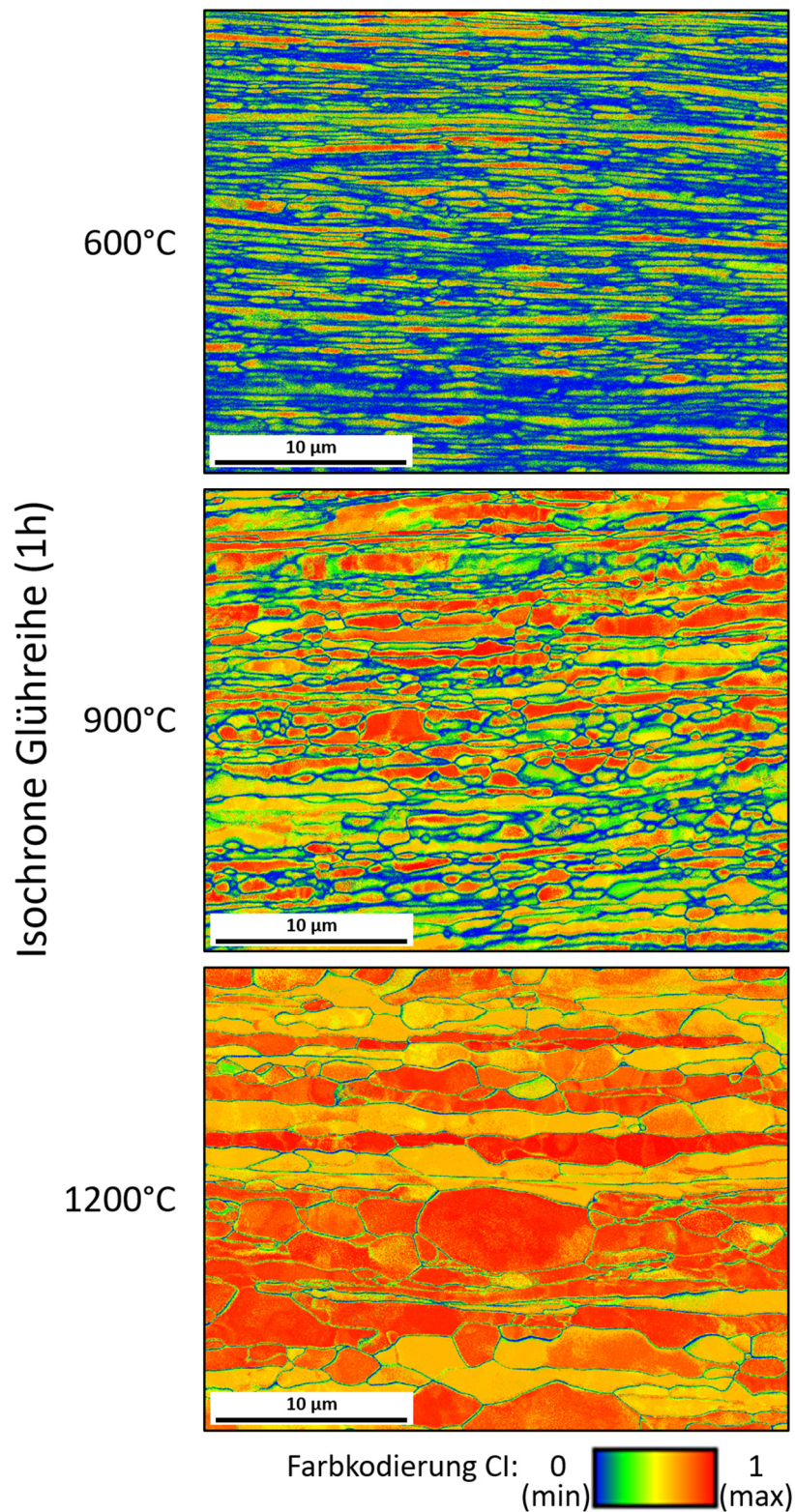


Abbildung A.7: Qualitativer Vergleich der CIs (confidence indices) von EBSD Messungen an 100 µm dicken Wolframfolien, welche bei verschiedenen Temperaturen gegläht wurden. Der CI ist ein Maß für die Verlässlichkeit bei der Indizierung der Kikuchipattern während der EBSD Auswertung (je näher an Eins, desto verlässlicher) und kann zur Abschätzung der Erholung und Rekristallisation des Gefüges herangezogen werden.

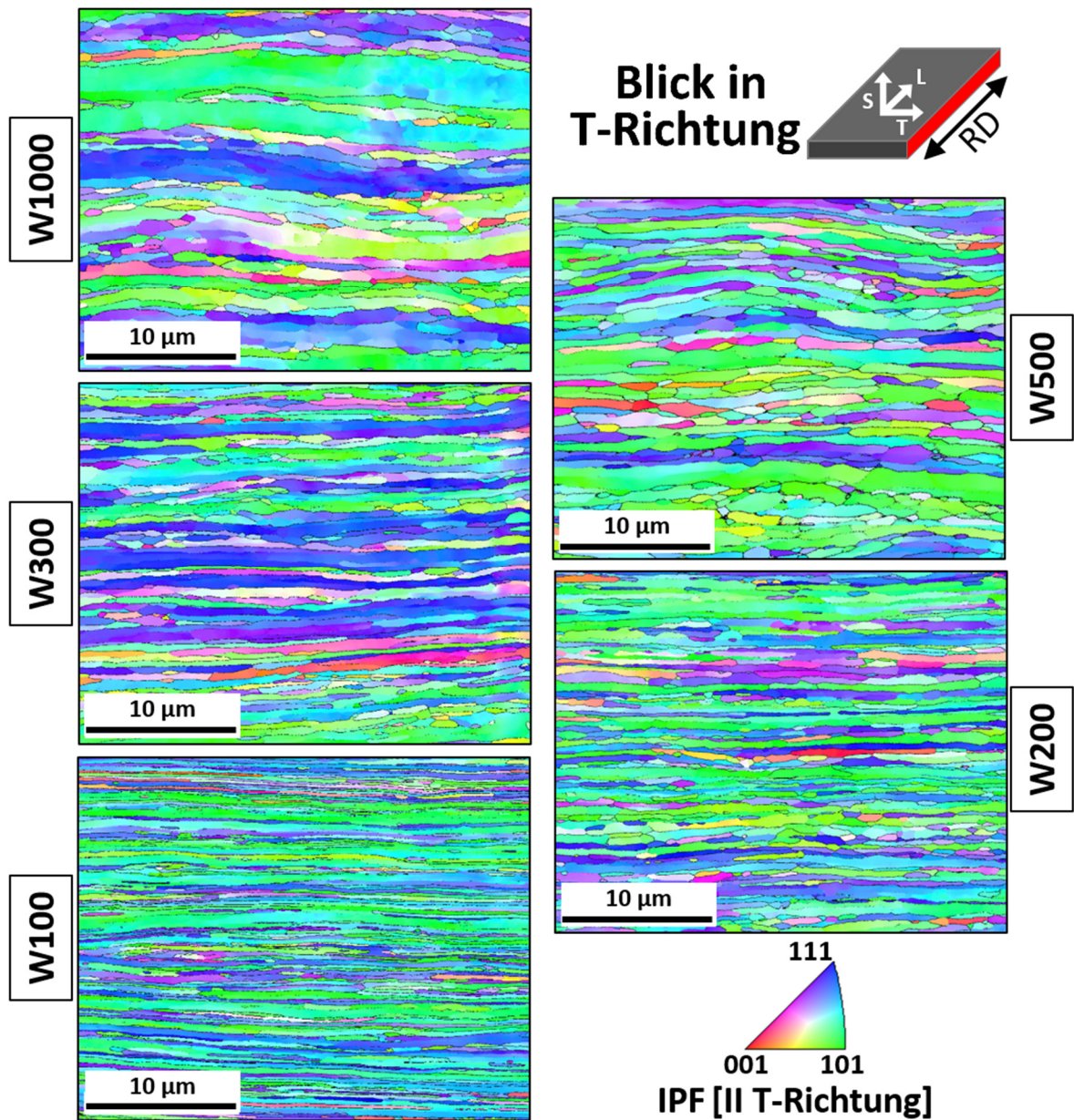


Abbildung A.8: IPF Darstellung der EBSD Messungen mit Blick in T-Richtung der fünf kaltgewalzten Bleche im Ausgangszustand.

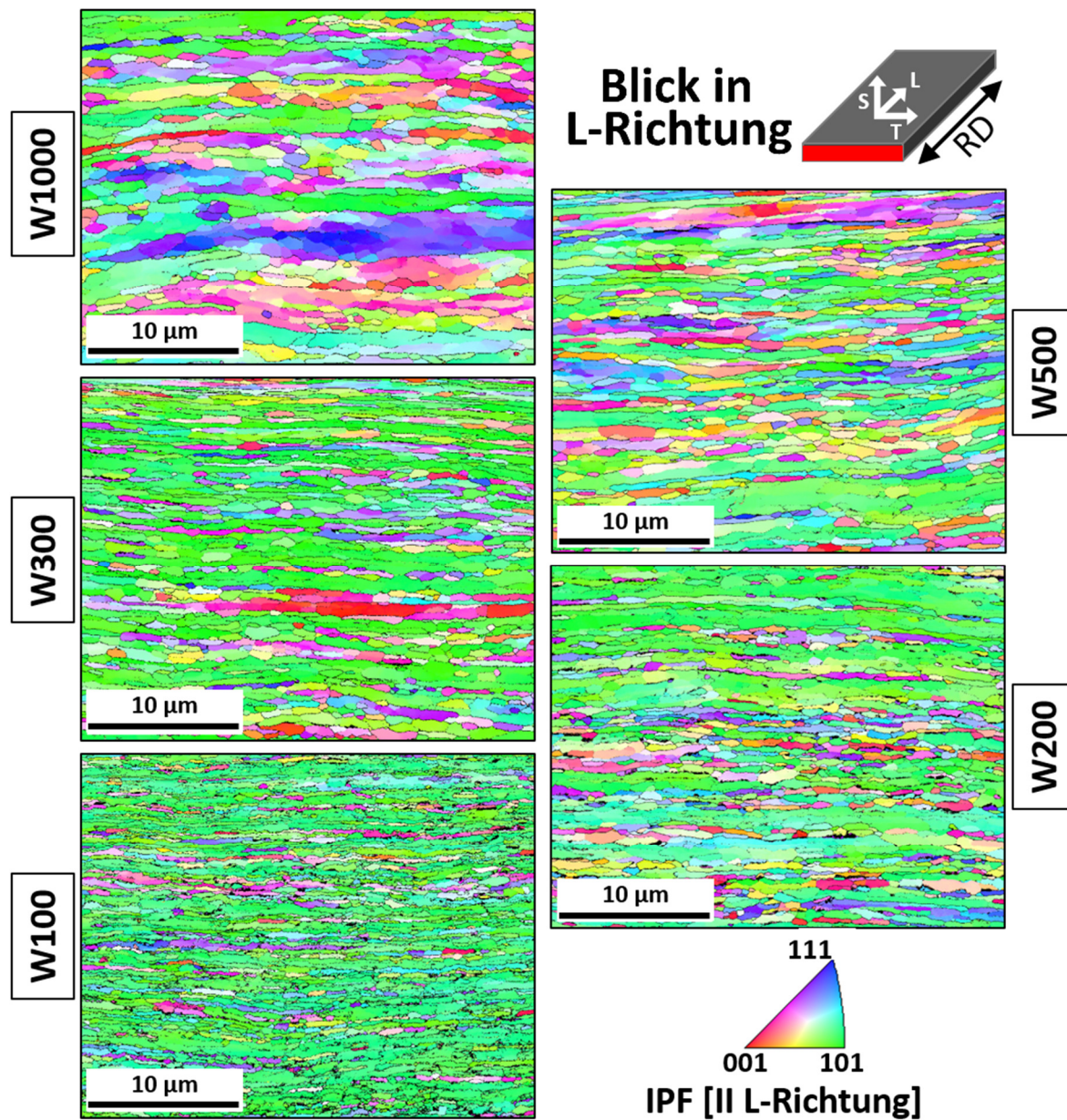


Abbildung A.9: IPF Darstellung der EBSD Messungen mit Blick in L-Richtung der fünf kaltgewalzten Bleche im Ausgangszustand.

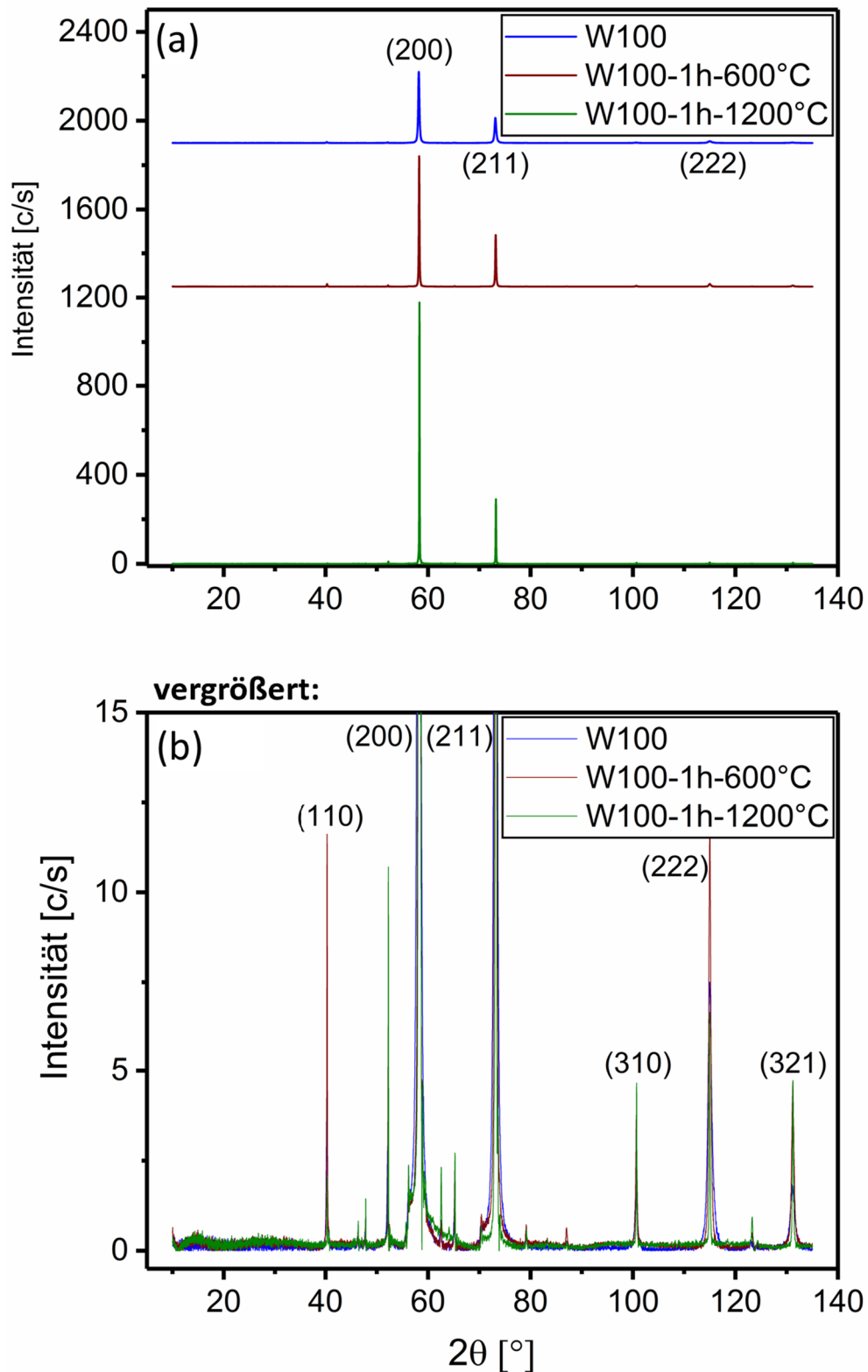


Abbildung A.10: XRD Messungen an 100 μm Wolframblechen im Ausgangszustand und nach Wärmebehandlungen von einer Stunde bei 600 $^{\circ}\text{C}$ und 1200 $^{\circ}\text{C}$. (a) Übersicht Diffraktogramme. (b) Vergrößerte Darstellung zum Vergleich der Peakbreite.

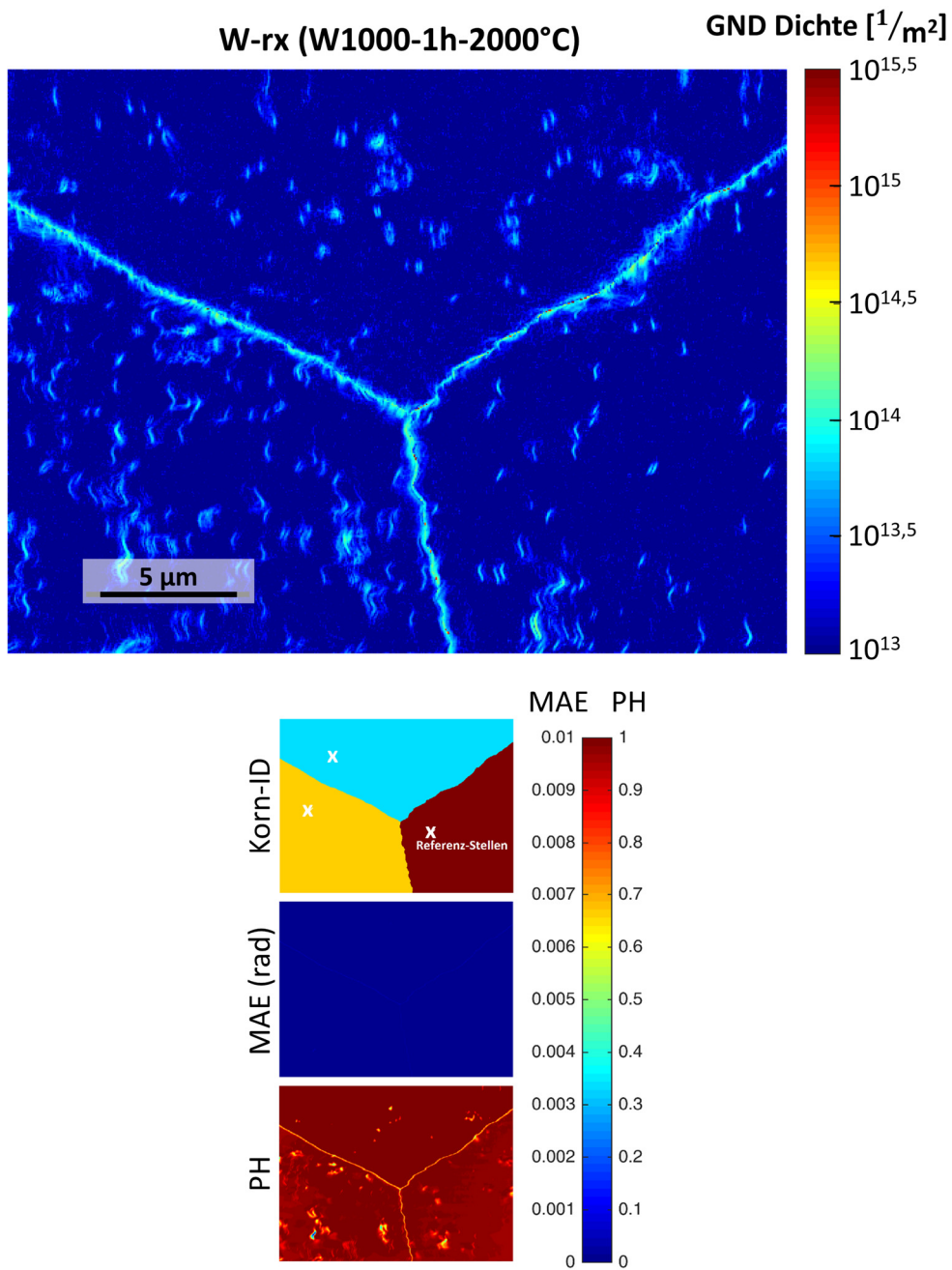


Abbildung A.11: HR-EBSD Messung an einem Tripelpunkt in rekristallisiertem Wolfram (Referenzmaterial). Dargestellt ist die GND Dichte Verteilung (oben) und eine Übersicht bezüglich der vorhandenen Körnern sowie Messwerte (MAE und PH) zur Beurteilung der Qualität der Analyse (unten).

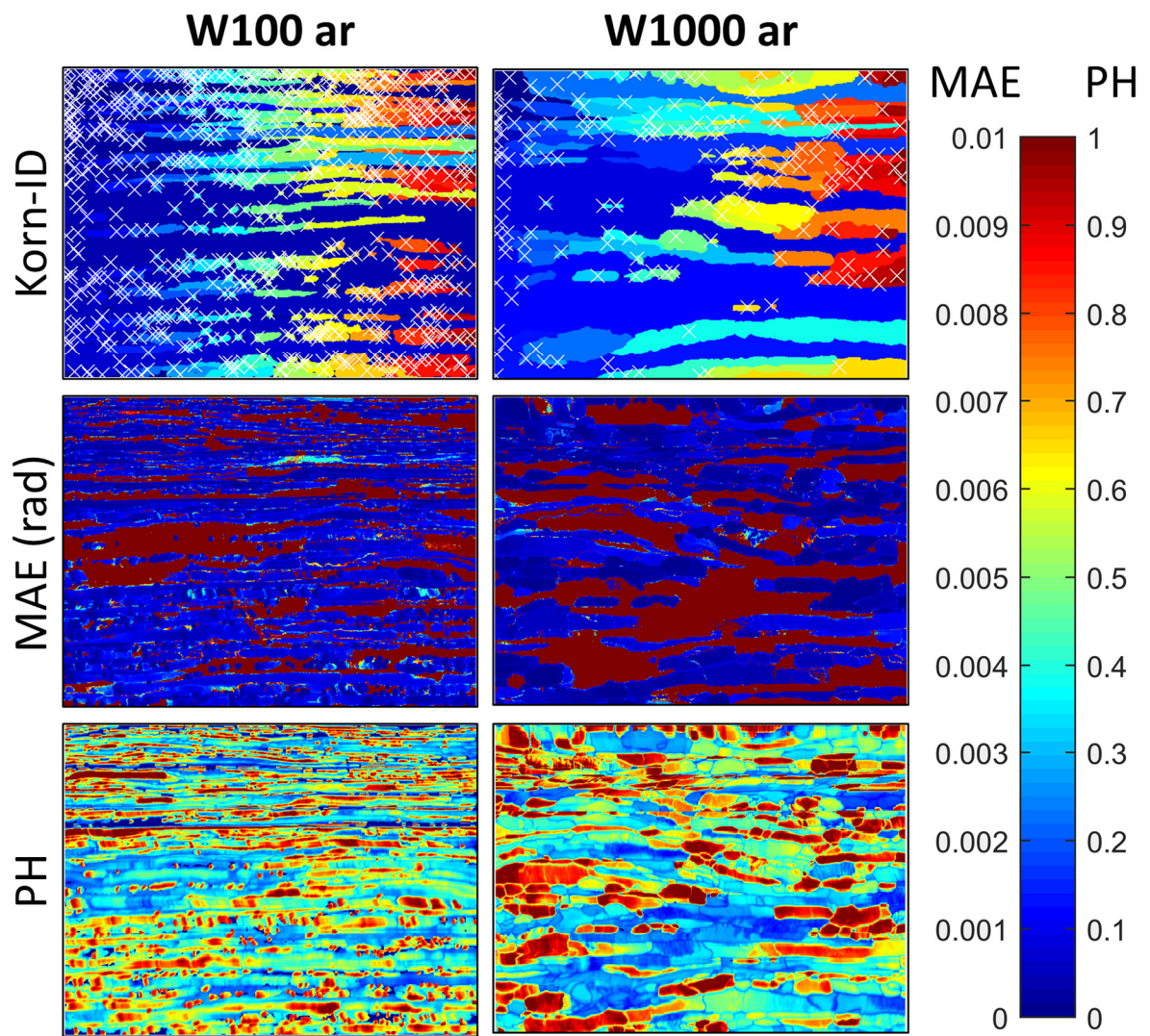


Abbildung A.12: Identifikation der Körnern und Messwerte (MAE und PH) zur Beurteilung der Qualität der HR-EBSD Messung an W100 und W1000 im Ausgangszustand (siehe Abbildung 4.15)

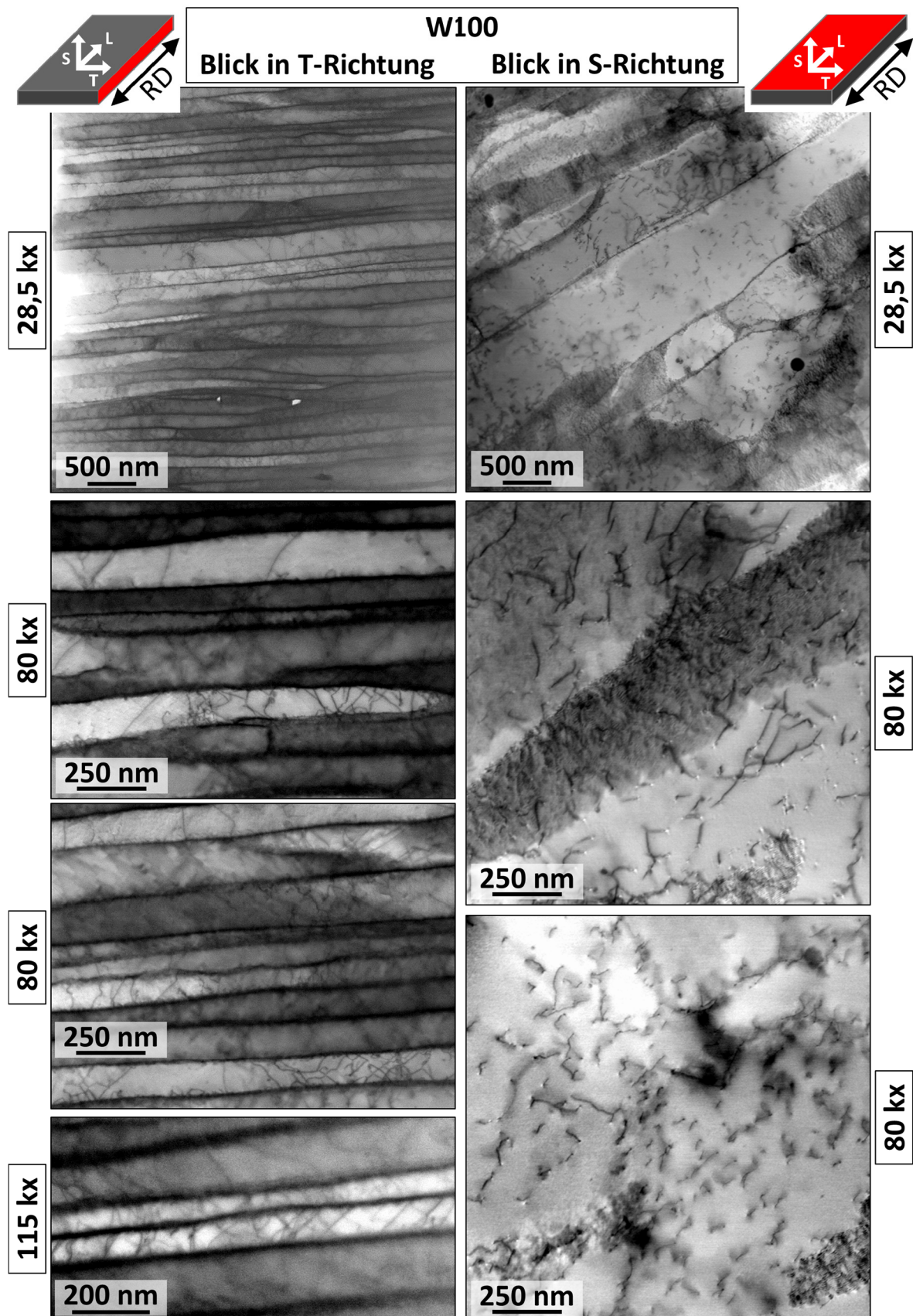


Abbildung A.13: Repräsentative STEM Abbildungen der Versetzungsstrukturen in 100 μm dickem, kaltgewalzten Wolframblech (W100) im Ausgangszustand.

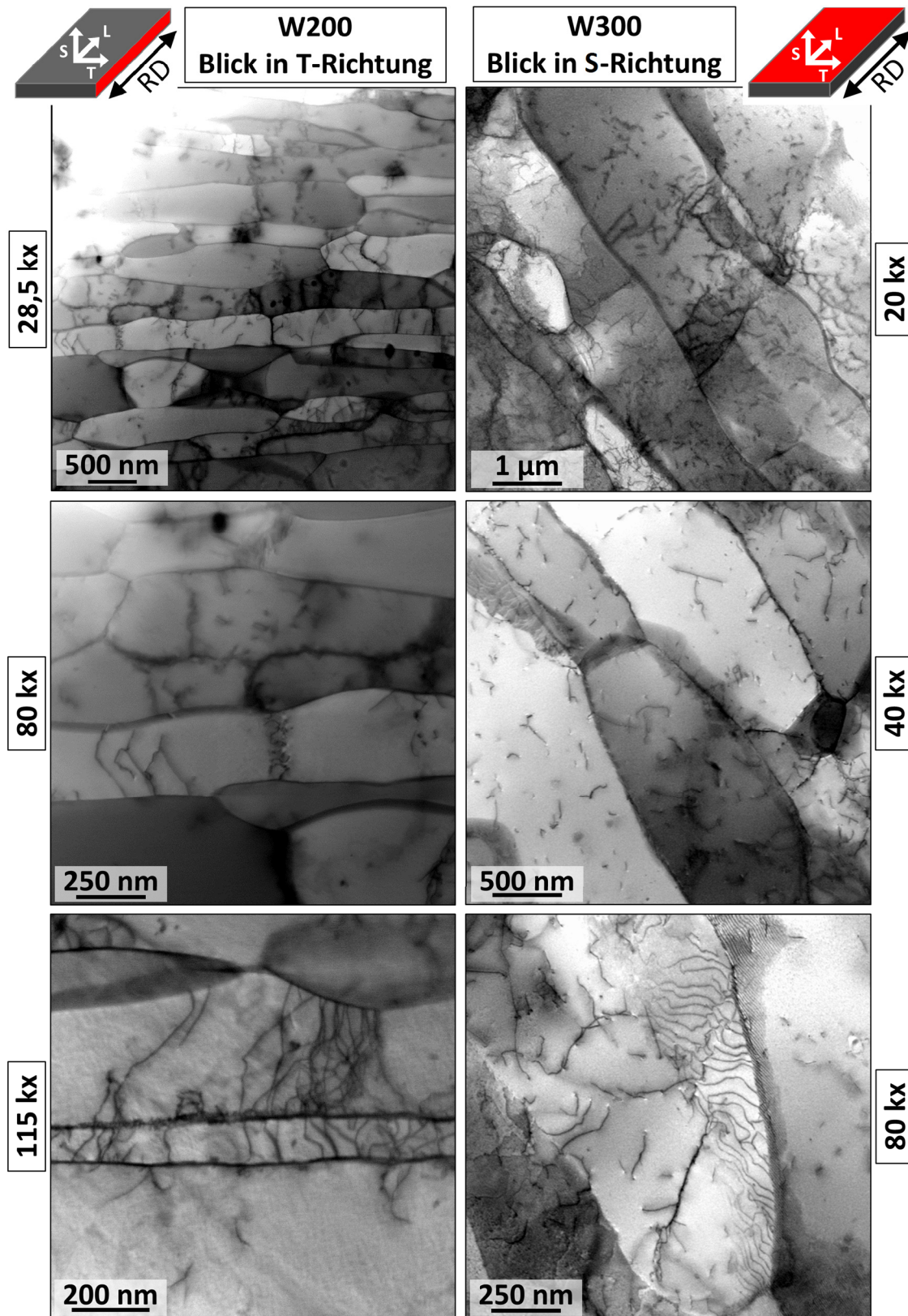


Abbildung A.14: Repräsentative STEM Abbildungen der Versetzungsstrukturen in kaltgewalzten Wolframblechen mit Dicken von 200 μm und 300 μm in zwei Blickrichtungen.

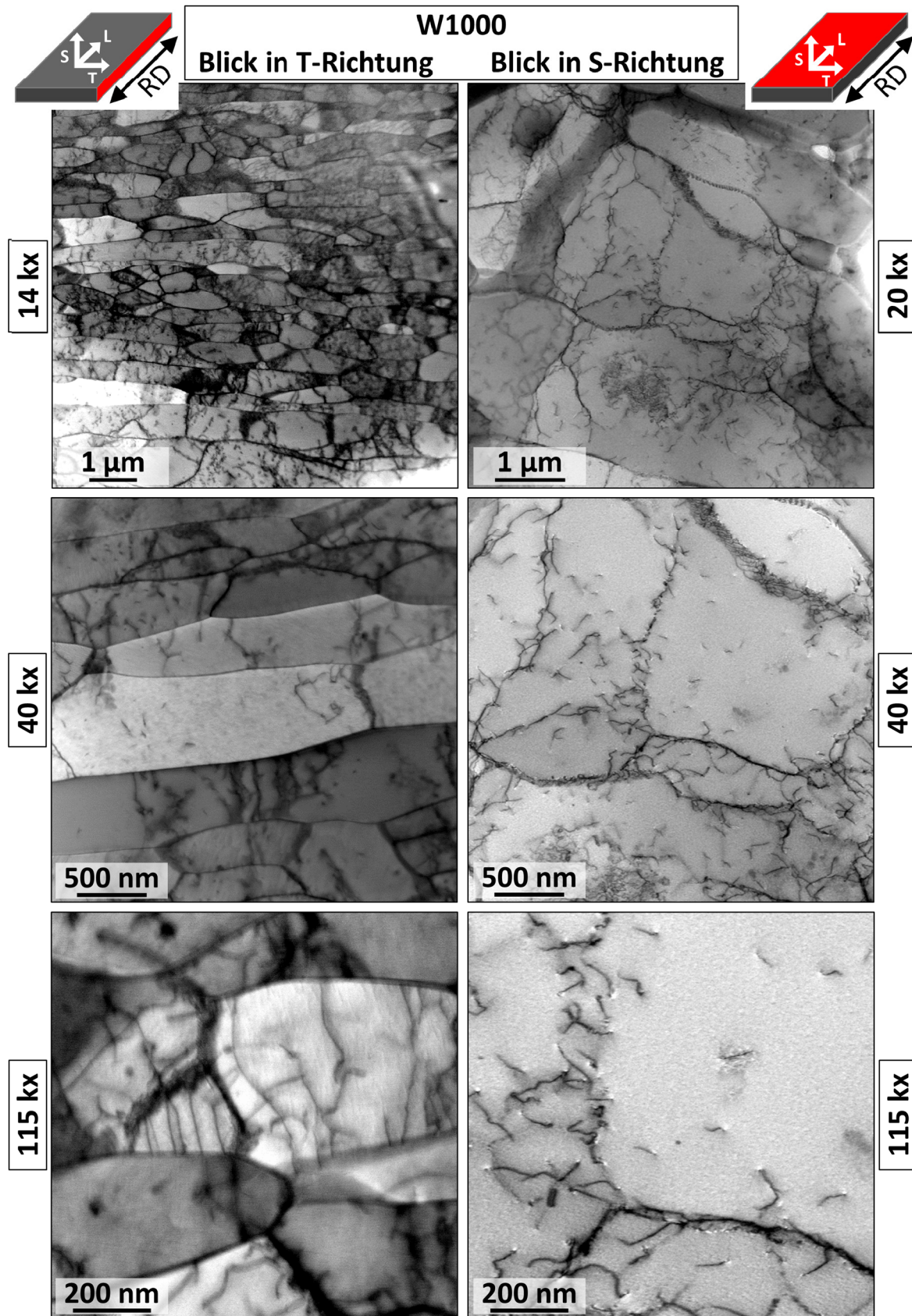


Abbildung A.15: Repräsentative STEM Abbildungen der Versetzungsstrukturen in 1000 μm dickem, kaltgewalzten Wolframblech (W1000) im Ausgangszustand.

W100 nach Zugversuch bei 20 °C

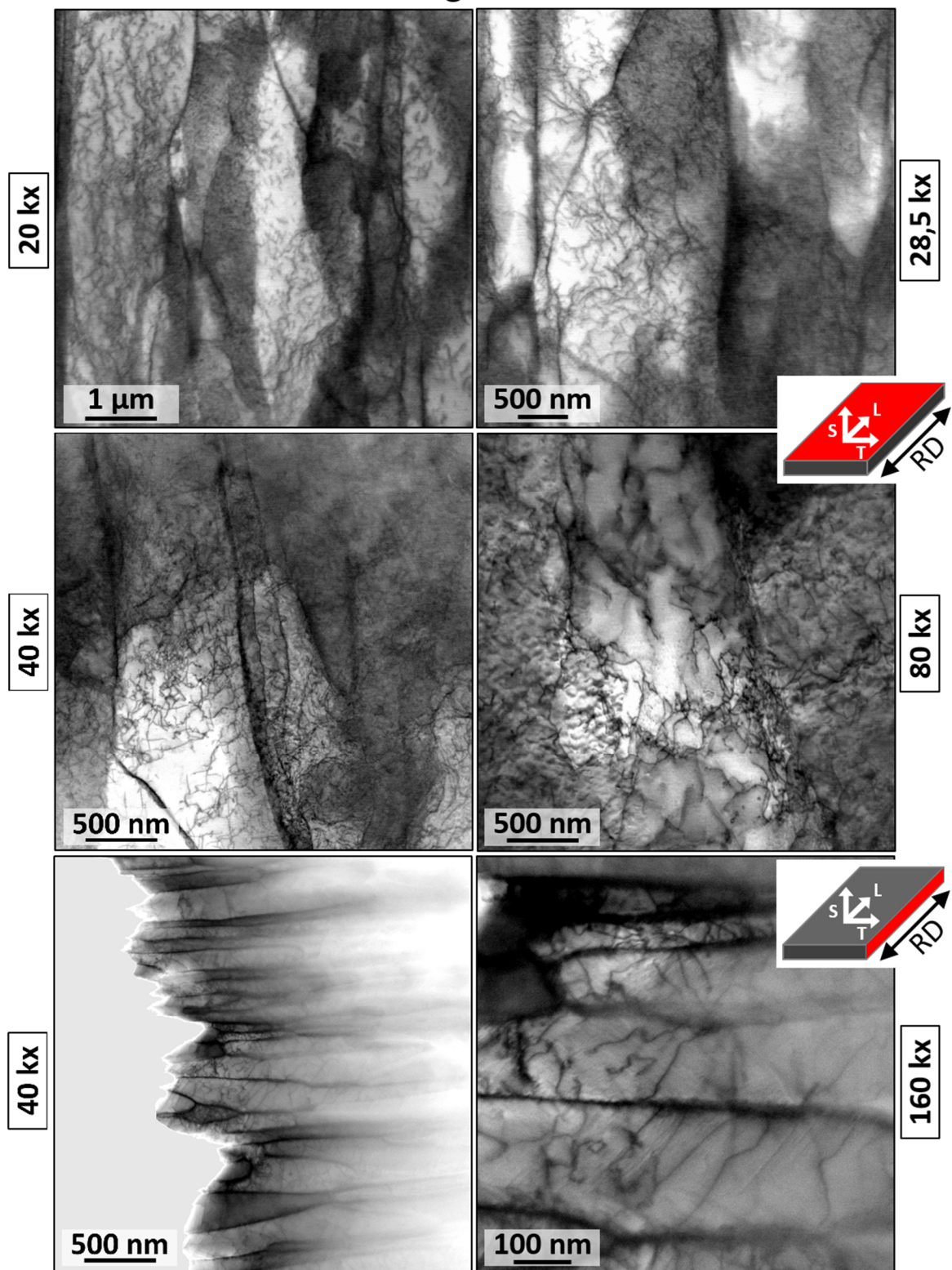


Abbildung A.16: Repräsentative STEM Abbildungen von W100 nach einem Zugversuch bei 20 °C. Die Aufnahmen wurden möglichst nahe zur Bruchfläche erstellt.

W100 nach Zugversuch bei 800 °C

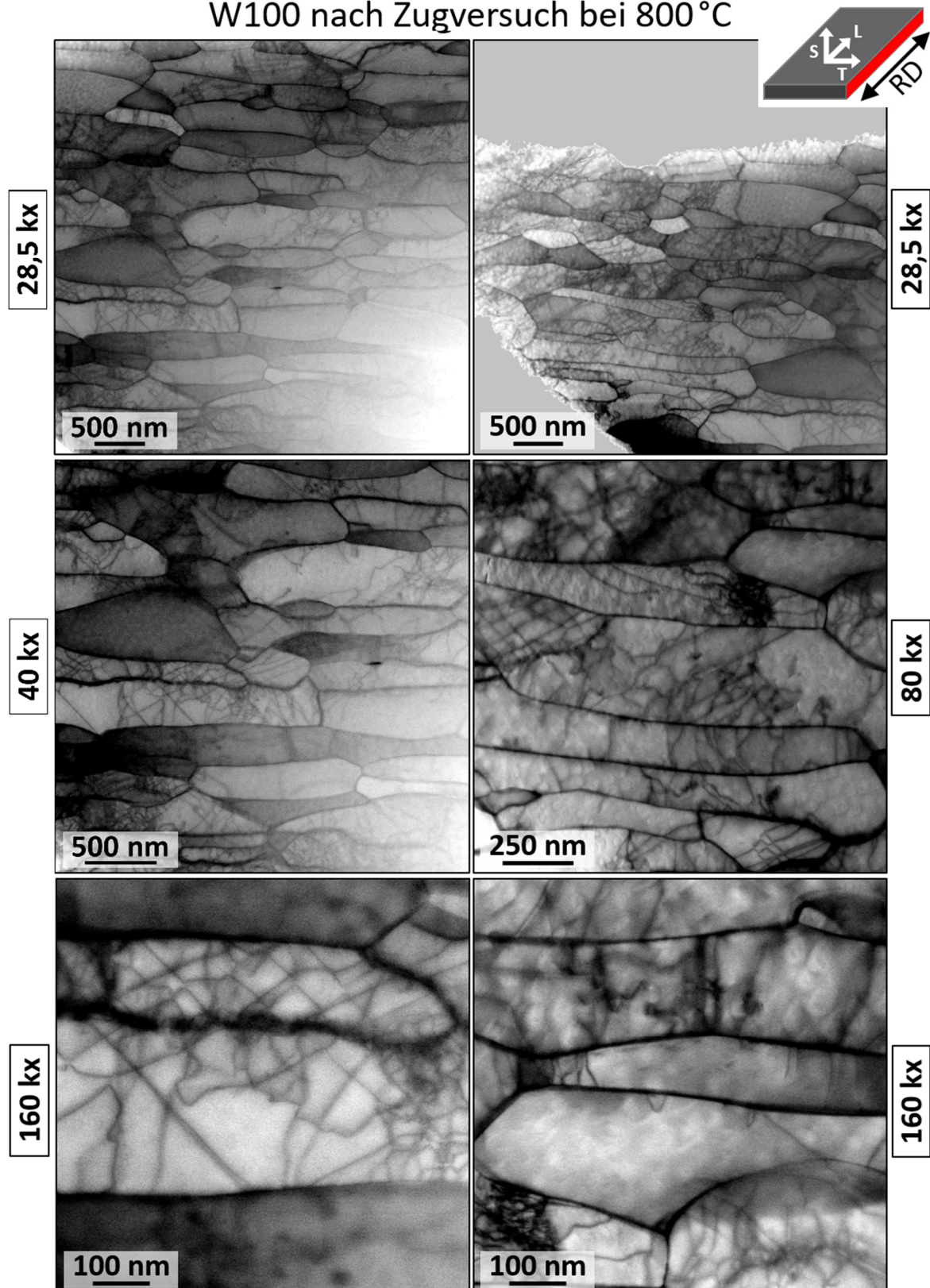


Abbildung A.17: Repräsentative STEM Abbildungen von W100 nach einem Zugversuch bei 800 °C. Die Aufnahmen wurden möglichst nahe zur Bruchfläche erstellt.

W1000 nach Zugversuch bei 20 °C

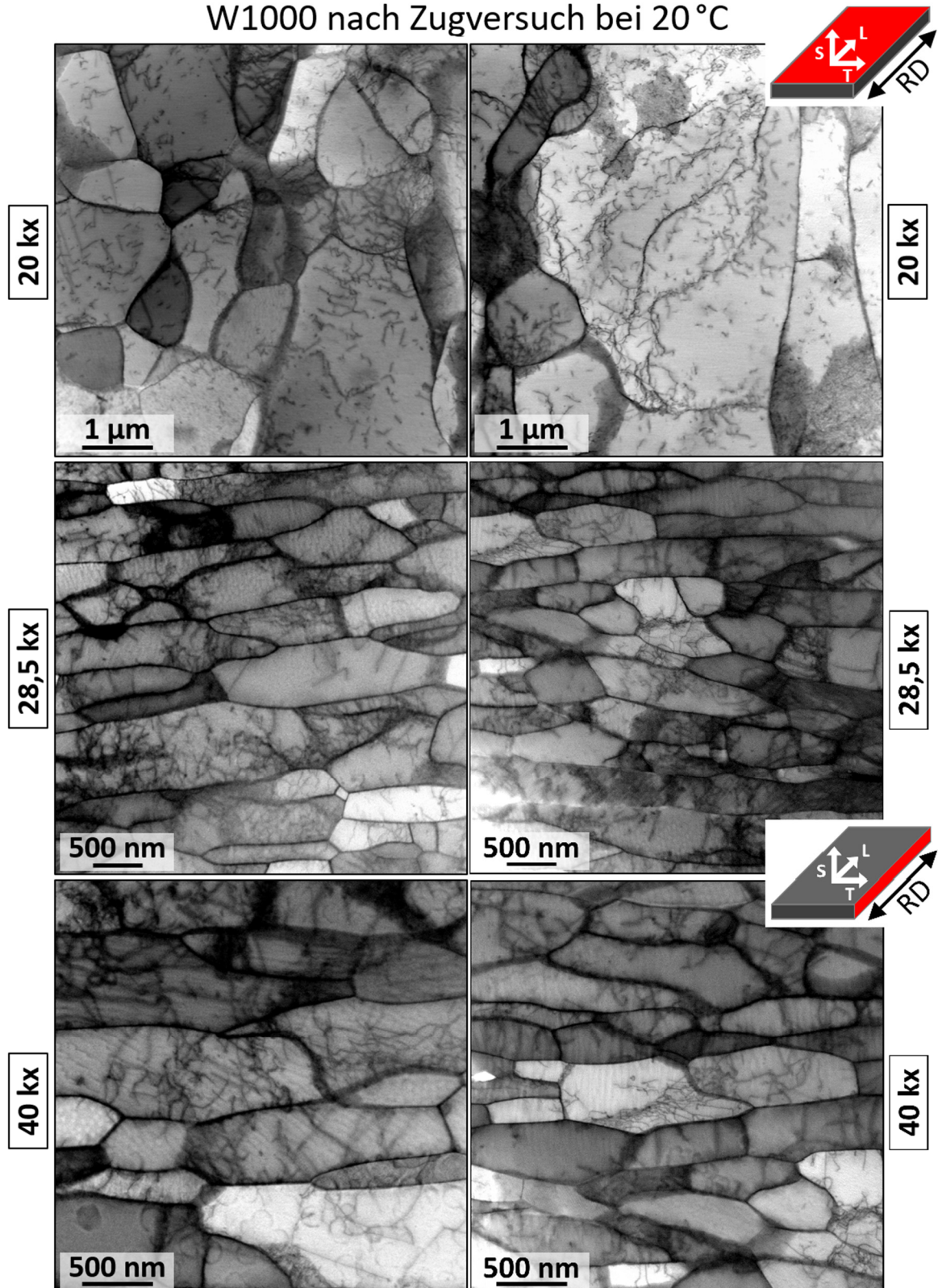


Abbildung A.18: Repräsentative STEM Abbildungen von W1000 nach einem Zugversuch bei 20 °C. Die Aufnahmen wurden möglichst nahe zur Bruchfläche erstellt.

W1000 nach Zugversuch bei 800 °C

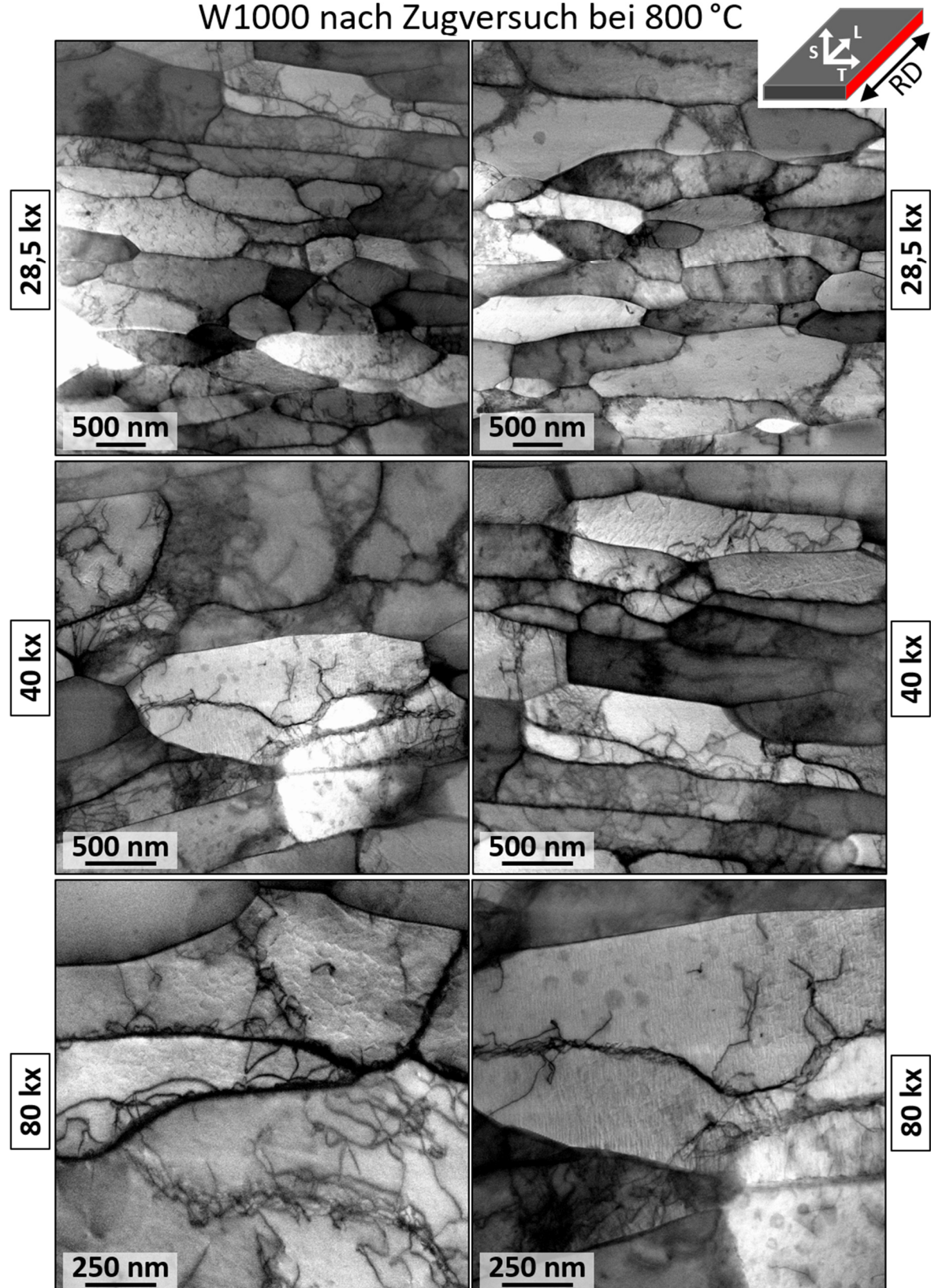


Abbildung A.19: Repräsentative STEM Abbildungen von W1000 nach einem Zugversuch bei 800 °C. Die Aufnahmen wurden möglichst nahe zur Bruchfläche erstellt.

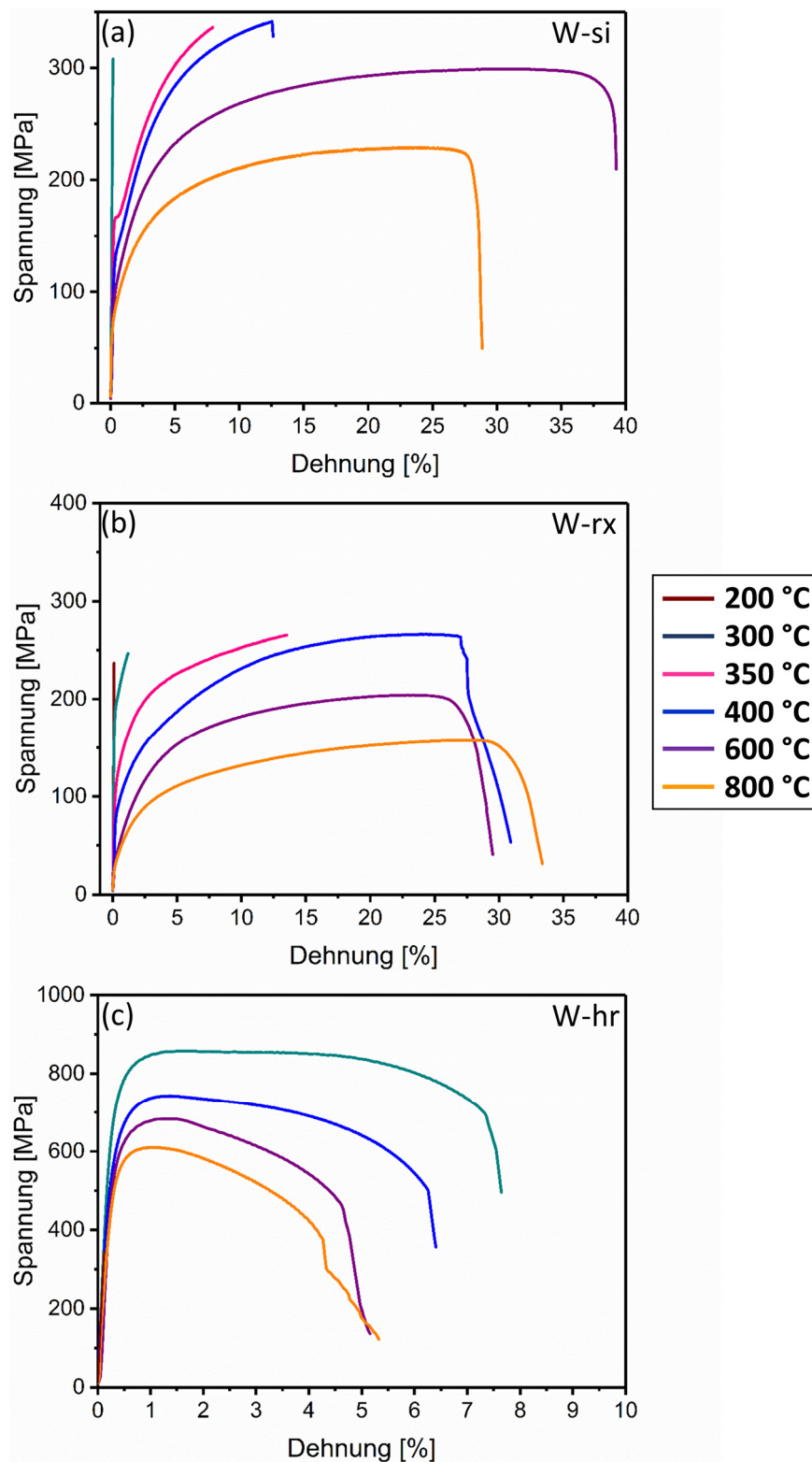


Abbildung A.20: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven aus uniaxialen Zugversuchen der drei Referenzmaterialien gesintertes Wolfram (W-si, (a)), rekristallisiertes Wolfram (W-rx, (b)) und warmgewalztes Wolfram (W-hr, (c)). Die Versuche wurden jeweils bei Prüftemperaturen zwischen 200 °C und 800 °C durchgeführt. Alle Proben wurden lagegeregelt mit 0,9 mm/min geprüft (\approx Dehnrates von 10^{-3} 1/s).

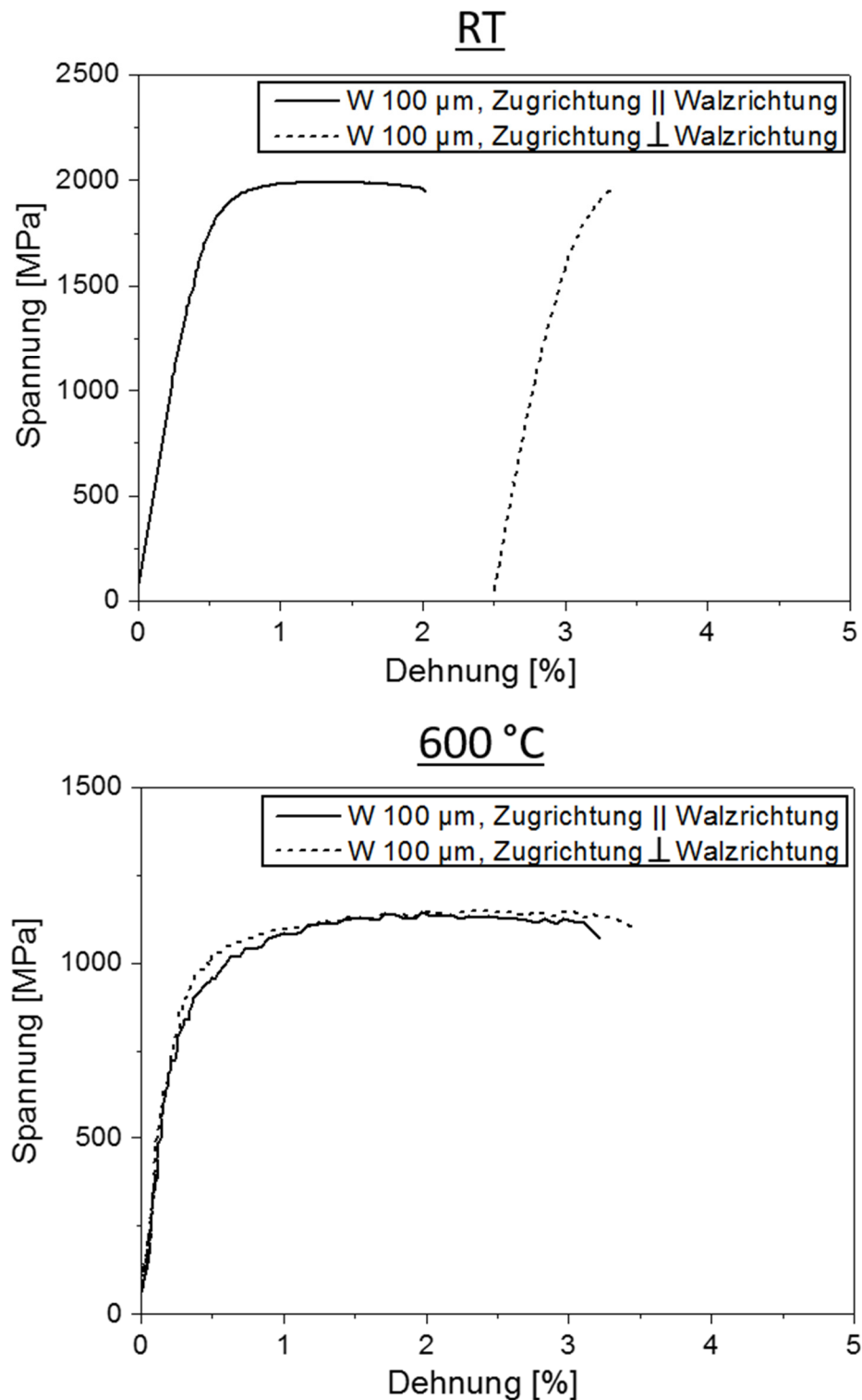


Abbildung A.21: Verschwinden des anisotropen Verhaltens von kaltgewalzten Wolframblechen unter Zugbelastung bei Prüftemperaturen oberhalb der Knie-temperatur [162]. Dazu wurden aus dem Blech Flachzugproben mit der Zugachse in zwei senkrecht zueinander liegenden Richtungen der Blechebene entnommen: Parallel zur Walzrichtung (L-Richtung) und senkrecht zur Walzrichtung (T-Richtung). Die Darstellung der Richtungen befindet sich in Abbildung 4.7.