

Versetzungsstrukturen in tordierten Goldmikrodrähten mit einer Bambusstruktur

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation

von

Dipl.-Phys. Michael Ziemann

Tag der mündlichen Prüfung:	16. Juni 2020
Referent:	Prof. Dr. Oliver Kraft
Korreferent:	Prof. Dr. Peter Gumbsch

Kurzfassung

Im Mikro- und Nanometerbereich unterscheidet sich das Verformungsverhalten von Proben aus einem gleichen Material unter einer identischen Belastung in Abhängigkeit von der Abmessung der jeweiligen Probe. Bei Belastungsfällen mit einem Dehnungsgradienten wie der Biegung oder der Torsion, wird die experimentell beobachtete Größenabhängigkeit des plastischen Verformungsverhaltens, genauer gesagt des Verfestigungsverhaltens, in mehreren Theorien auf die Anwesenheit dieses Dehnungsgradienten zurückgeführt. In Abhängigkeit von dem Dehnungsgradient bewegen sich die Versetzungen in unterschiedlichem Ausmaß.

Die Untersuchung des Verfestigungsverhaltens unter Anwesenheit eines Dehnungsgradienten erfolgt nach gegenwärtigem Stand der Technik häufig mittels Torsionsuntersuchungen an Drähten mit Durchmessern im Mikrometerbereich. Hierbei wird der Verlauf eines an dem Draht erfassten Torsionsmoments gegen einen Verdrehwinkel aufgetragen, um die Verfestigung anhand der Kurvenverläufe zu untersuchen. Die verwendeten Drähte bestehen dabei aus Metallen und weisen ein polykristallines Gefüge auf. Hierdurch wird das Verfestigungsverhalten durch die Korngrößen beispielsweise aufgrund des Hall-Petch-Effekts und Kornorientierungsverteilungen in der Textur innerhalb des jeweiligen Gefüges beeinflusst. Eine Untersuchung des Verhaltens der Versetzungen unter Ausschluss solcher intrinsischer Einflussgrößen würde die Durchführung der Torsionsuntersuchungen an Ein-

kristallen erfordern. Derzeitig sind jedoch keine Verfahren bekannt, die eine Herstellung eines Einkristalls mit der notwendigen Größe und Länge für Torsionsuntersuchungen und anschließende kristallographische Auswertungen ermöglichen. Aus diesem Grund wurden in dieser Arbeit Goldmikrodrähte mit einer sogenannten Bambusstruktur untersucht. Dabei handelt es sich um Drähte, welche aus einer Aneinanderreihung von einkristallinen Abschnitten unterschiedlicher Kristallorientierung bestehen. Dieser strukturelle Aufbau erlaubt es, ausgewählte Körner mittels eines Ga^+ -Ionenstrahls für Quer- und Längsschnittuntersuchungen zu präparieren. Die selektierten Körner wiesen dabei entweder eine $\langle 111 \rangle$ - oder eine $\langle 100 \rangle$ -Orientierung bezogen auf die Drahtachse auf.

Das Ziel dieser Arbeit war es, die Verteilung und die Struktur der Versetzungen in tordierten Mikrodrähten in Abhängigkeit sowohl des Verformungsgrads, als auch der Kristallorientierung in Quer- und Längsschnitten zu bestimmen. Die Erfassung der Kristallorientierung erfolgte mittels Beugungsuntersuchungen. Dabei wurden mit der hochauflösenden Elektronenrückstreubeugung (HREBSD) und dem Laueverfahren unter Verwendung von Synchrotronröntgenstrahlung zwei Methoden mit der größten Winkelauflösung zur Orientierungsbestimmung angewandt. Es wurden sowohl die globalen Orientierungsunterschiede über eine Schnittfläche, als auch die lokalen Orientierungsunterschiede zwischen benachbarten Messpunkten bestimmt. Für eine genauere Charakterisierung der Orientierungsänderungen wurde ein Verfahren entwickelt, das Anteile der lokalen Rotationen zwischen benachbarten Messpunkten einzelnen Drehachsen in kristallographischen Richtungen zuordnet.

Die Auswertung lokaler Orientierungsabweichungen ergab, dass sich unter Torsionsbelastung Drehkorn Grenzen in beiden Kornorientierungen auf

den $\{111\}$ -Ebenen bilden. In Querschnitten von $\langle 100 \rangle$ -Körnern sind dabei charakteristische Bänder höherer Orientierungsänderungen zu beobachten, die sich entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen über das Innere des Querschnitts ziehen und ein Schachbrettmuster bilden. Die Bänder konnten als Schnittlinien durch Drehkorn Grenzen auf allen vier voneinander unabhängigen $\{111\}$ -Ebenen identifiziert werden und wurden auch in Längsschnitten beobachtet. Beide Ergebnisse korrelieren mit elektronenmikroskopischen Oberflächenaufnahmen von getesteten Proben. Hier sind eine Vielzahl von unterschiedlich ausgerichteten elliptisch umlaufenden Stufen zu sehen, die klar den vier Gleitebenen zugeordnet werden können. In Querschnitten von $\langle 111 \rangle$ -Körnern konnten keine signifikanten lokalen Orientierungsänderungen und somit auch keine Verformungsstrukturen beobachtet werden. In Längsschnitten hingegen, konnten eindeutig senkrecht zur Torsionsachse verlaufende Drehkorn Grenzen detektiert werden. Diese korrelieren ebenfalls mit elektronenmikroskopischen Oberflächenaufnahmen, welche wiederum eine Vielzahl von umlaufenden Stufen offenlegen. Im Gegensatz zu $\langle 100 \rangle$ -Körnern verlaufen diese fast ausschließlich senkrecht zur Torsionsachse um die Körner. Die Verformung erfolgt somit in der Hauptsache nur durch Versetzungsaktivitäten in einer der vier $\{111\}$ -Ebenen.

Abstract

In the micrometer and nanometer scale, the deformation behaviour of specimens made of the same material differs depending on the dimension of the respective specimen under an identical load. In load cases with a strain gradient such as bending or torsion, the experimentally observed size dependence of the plastic deformation behavior, or more precisely of the strain hardening behavior, is attributed to the presence of this strain gradient in several theories. The amount of dislocation motion varies depending on the strain gradient.

By the current state of the art, the investigation of the strain hardening behaviour in the presence of a strain gradient is often carried out by means of torsion experiments on wires with diameters in the micrometer range. Here, the course of a torsional moment recorded on the wire is plotted against an angle of twist to investigate the hardening on the basis of the curves. These wires consist of metals and exhibit a polycrystalline microstructure. Hence the hardening behaviour is influenced by the grain sizes e.g. due to Hall-Petch behaviour and the grain orientation distribution in the texture within the respective microstructure. An investigation of the behaviour of the dislocations under exclusion such intrinsic characteristics would require the performance of torsion experiments on single crystals. At present, however, no methods are known which would allow the production of a single crystal with the required size and length for torsion experiments and subse-

quent crystallographic evaluation. For this reason, gold micro wires with a so-called bamboo structure were investigated in this thesis. Bamboo structured wires consist of a sequence of single-crystal sections of different crystal orientations. This structure allows to prepare selected grains by means of a Ga^+ ion beam for cross-sectional and longitudinal investigations. The chosen grains revealed either an orientation of $\langle 111 \rangle$ or $\langle 100 \rangle$ related to the wire axis.

The aim of this thesis was to determine the distribution and the structure of dislocations in twisted micro wires as a function of both the degree of deformation and the crystal orientation in cross sections and longitudinal sections. The crystal orientation was determined by diffraction investigations. This was realized by using high-resolution electron backscatter diffraction (HREBSD) and the Laue method, using synchrotron X-ray radiation. These two methods allow to determine the crystal orientation with highest angular resolutions. Both the global orientation differences over an intersection and the local orientation deviations between adjacent measuring spots were determined. For a more detailed characterization of the orientation changes, a method was developed that assigns parts of the local rotations between adjacent measuring spots to specific rotational axes aligned, in crystallographic directions.

The evaluation of local orientation deviations showed that twist boundaries form on the $\{111\}$ -planes under torsional load in both grain orientations. In cross sections of $\langle 100 \rangle$ -oriented grains, characteristic bands of higher orientation changes can be observed, aligned along the $\langle 110 \rangle$ -directions, generating a checkerboard pattern. The bands could be identified as intersection lines through twist boundaries on all four $\{111\}$ -planes and were also observed in longitudinal sections. Both results correlate with electron mi-

croscopic surface images of tested specimens. A large number of differently aligned elliptically circumferential steps can be observed in these surface images, which can be assigned to the four slip planes. In cross sections of $\langle 111 \rangle$ -oriented grains no significant local orientation deviations and thus no deformation structures could be observed. However, twist boundaries aligned perpendicular to the torsion axis could be detected in longitudinal sections. They also correlate with electron microscopic surface images, which reveal a large number of circumferential steps. In contrast to $\langle 100 \rangle$ -oriented grains, these steps run almost exclusively perpendicular to the torsion axis around the grains. Accordingly, the deformation is here mainly caused by dislocation activities in one of the four $\{111\}$ -planes.

Danksagung

Die vorliegende Dissertation wurde während meiner Zeit als Doktorand am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) von Oktober 2012 bis März 2016 verfasst.

Die Dissertation entstand im Rahmen des Teilprojekts *Experimentelle Charakterisierung der Mikroplastizität und der Versetzungsmikrostruktur*, welches der Forschergruppe FOR 1650 *Dislocation based plasticity* der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) zugehörig war. Ich danke der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Finanzierung dieser Arbeit aus den Projekten GR3677/2-1 und GR3677/2-2.

Ferner danke ich der Helmholtzgesellschaft für die Finanzierung der Proben und des Versuchsstands über das Projekt FE.5326.0071.0012.

Die Röntgenbeugungsuntersuchungen wurden im März 2015 an der Strahllinie CRG-IF BM32 an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble, Frankreich, durchgeführt. Ich bin Herrn Dr. Jean-Sébastien Micha von der ESRF dankbar für die Unterstützung bei der Benutzung der Strahllinie CRG-IF BM32.

Ich danke folgenden Personen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben:

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. Oliver Kraft, der es mir ermöglicht hat, an seinem Institut zu promovieren und an Tagungen teilzunehmen.

Herrn Prof. Dr. Peter Gumbsch für die Übernahme des Korreferats.

Meinem Betreuer, Herrn Dr. Patric Gruber, für die Betreuung und die Durchsicht der Dissertation mit Schwerpunkt Röntgenbeugung.

Meinem Betreuer, Herrn Dr. Mario Walter, für die Betreuung und die Durchsicht der Dissertation mit dem Augenmerk Torsionsexperimente und der Unterstützung bei der Konstruktion der *in situ* Torsionsmaschine.

Herrn Prof. Dr. Christoph Kirchlechner, damals am Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH (MPIE), für die Durchführung der Messungen an der Synchrotronstrahllinie CRG-IF BM32 der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble, Frankreich. Die anregenden Diskussionen während der Strahlzeit und seine zahlreichen Ideen und Ratschläge bezüglich der Auswertung der Laue-Daten waren für die Erkenntnisse von besonderer Bedeutung.

Herrn Prof. Dr. Thomas Böhlke vom Institut für Technische Mechanik (ITM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) und seinen Doktoranden, Herrn Prof. Dr. Stephan Wulfinghoff, Herrn Dr. Eric Bayerschen und Herrn Andreas Prahs für die Bereitstellung der Ergebnisse ihrer Simulationen zur Kontinuumsmechanik der Torsion und den Diskussionsrunden an seinem Institut, welche einen wertvollen Beitrag zum Verständnis der experimentellen Ergebnisse geleistet haben.

Herrn Dr. Daniel Weygand und Herrn Dr. Markus Stricker vom Institut für Angewandte Materialien - Computational Materials Science (IAM-CMS)

des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) für die Zurverfügungstellung der Daten ihrer Simulationen zur diskreten Versetzungsdynamik und die gemeinsamen Diskussionsrunden, welche für die Interpretation der Ergebnisse aufschlussreich waren.

Vom Institut für Angewandte Materialien - Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) danke ich:

Herrn Dr. Mark Wobrock für die enge Zusammenarbeit bei der Diskussion und Auswertung der Ergebnisse unserer parallel verlaufenden Projekte im Rahmen der Forschergruppe FOR 1650.

Herrn Dr. Rainer Mönig für seine zahlreichen konstruktiven Beiträge zur Durchführung der Elektronenrückstreubeugung und der Interpretation der dabei entstandenen Resultate. Ferner für die Hilfestellung bei der Konstruktion der *in situ* Torsionsmaschine.

Frau Dr. Rui Ping Hoo für die Einführung in die Auswertung der Beugungsdaten mittels des Programms XMAS.

Meiner Vorgängerin, Frau Dr. Ying Chen, für die Weitergabe ihrer Erfahrungen und der Beantwortung meiner Fragen während meiner Einarbeitungszeit.

Herrn Ewald Ernst für die Anfertigung der Probenhalter und seine Hinweise bei der Konstruktion.

Frau Dr. Tabea Schwark und Frau Anke Schachtsiek für ihre Unterstützung bei der Präparation der Längsschnitte.

Frau Daniela Exner für ihre Unterstützung am Elektronenmikroskop, welche die detaillierten Aufnahmen der Gleitstufen an den Mantelflächen ermöglicht hat.

Herrn Ralf Dahm und Herrn Steffen Kohnle für ihre Unterstützung bei der Probenpräparation am Vakuumofen und bei der Durchführung der Torsionsexperimente an der *ex situ*-Torsionsmaschine.

Von der Technische Abteilung (TEC) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) danke ich Herrn Daniel Kuntz für die Anfertigung der *in situ* Torsionsmaschine und seiner Unterstützung bei deren Konstruktion.

Im Übrigen erstreckt sich mein Dank auf die weiteren Mitarbeiter des Instituts für Angewandte Materialien - Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) sowie den verbleibenden Mitgliedern der Forschergruppe FOR 1650 *Dislocation based plasticity* der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) und allen, die zum Gelingen der Dissertation beigetragen haben.

Höhenkirchen-Siegertsbrunn, im Juli 2020

Michael Ziemann

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Torsion	3
2.2	Versetzungen	7
2.3	Beugungstheorie	13
2.4	Stand der Forschung	28
2.5	Ziel der Arbeit	42
3	Experimentelle Untersuchungen	45
3.1	Wärmebehandlung	45
3.2	Torsionsversuche	47
3.3	Probenpräparation	52
3.4	Beugungsuntersuchungen	59
4	Auswertung der Beugungsdaten	67
4.1	Zerlegung des Verschiebungsgradienten	67
4.2	Bestimmung des auszuwertenden Bereiches	74
4.3	Filtern des Scanbereichs	78
4.4	Auswertung der globalen Änderungen	78
4.5	Verlaufsauswertung	80
4.6	Auswertung der lokalen Änderungen	81
4.7	Komponentenspezifische Orientierungsuntersuchung	83

5 Ergebnisse	89
5.1 Beschaffenheit der Bambusstruktur	89
5.2 Torsion entlang der $\langle 111 \rangle$ -Achse	93
5.3 Torsion entlang der $\langle 100 \rangle$ -Achse	106
6 Diskussion	133
6.1 Plastische Verformung von $\langle 111 \rangle$ -Körnern	133
6.2 Plastische Verformung von $\langle 100 \rangle$ -Körnern	147
7 Zusammenfassung und Ausblick	183
7.1 Zusammenfassung	183
7.2 In situ Torsionsversuche	187
A Zusätzliche Ergebnisse	193
A.1 Torsion entlang der $\langle 100 \rangle$ -Achse	193
B Diskussion	199
B.1 Plastische Verformung von $\langle 100 \rangle$ -Körnern	199
C Technische Zeichnungen	203
Literatur	213
Veröffentlichungen	233

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Formelzeichen	Bezeichnung	SI-Einheit
\vec{l}	Linienvektor	–
d_{hkl}	Gitterebenenabstand	m
dz	Zylinderlänge	m
I	Intensität	–
I_0	Anfangsintensität	–
M_z	Torsionsmoment	Nm
$\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$	Winkelkomponente	°
$\alpha_{max}(r)$	Maximaler Winkel für Abstand r	°
$\alpha_{min}(r)$	Minimaler Winkel für Abstand r	°
$\bar{\alpha}_r$	Gemittelter Winkel für Abstand r	°
α	Winkel	°
α_{ci}	Abweichung der Orientierung am Punkt i bezogen auf das Zentrum c	°
$\alpha_{i,KAM8}$	Kernel Average Misorientation zu den 8 nächsten Nachbarn am Punkt i	°
\hat{d}	Abstandsvektor	–

\hat{k}	Kristallrichtung	–
\hat{n}	Normalenvektor	–
\hat{t}	Tangentialenvektor	–
Ω	Starrkörperrotation	–
E	Dehnungstensor	–
E^{dev}	Deviatorischer Dehnungstensor	–
E^{hyd}	Hydrostatischer Dehnungstensor	–
H	Verschiebungsgradient	–
I	Einheitsmatrix	–
R_{ij}	Drehmatrix zwischen Punkt i und j	–
R_i	Drehmatrix am Punkt i	–
\vec{b}	Burgersvektor	–
\vec{k}'	Ausfallender Wellenvektor	–
\vec{K}	Reziproker Gittervektor	–
\vec{k}	Einfallender Wellenvektor	–
\vec{R}	Direkter Gittervektor	–
\vec{u}	Verschiebung	–
A	Querschnittsfläche	m^2
d	Messpunktabstand	m
G	Schubmodul	Pa
R	Außenradius	m
r	Radialer Abstand zum Drahtzentrum	m

V	Referenzvolumen	m^3
x	Längsrichtung im kartesischen Koordinatensystem, quer zur Drahtachse	m
y	Querrichtung im kartesischen Koordinatensystem, quer zur Drahtachse	m
z	Hochachse im kartesischen Koordinatensystem, parallel zur Drahtachse	m
$d\phi$	Verdrehwinkel	°
λ	Wellenlänge	nm
μ	Absorptionskoeffizient	m^{-1}
ρ_{start}	Anfangsversetzungsdichte	m^{-2}
$\tau_{\phi r}$	Scherspannung	MPa
ξ	Winkel zwischen Integrationspfad und [100]-Richtung des Kristalls	°
γ	Scherdehnung	–
τ	Scherspannung	Pa
$\tau_{\phi r, el}$	elastische Scherspannung	MPa
θ_{hkl}	Beugungswinkel zu d_{hkl}	°
κ	Verwindung	Grad/m
r_x	Komponente in x-Richtung	
r_y	Komponente in y-Richtung	

r_z	Komponente in z-Richtung
\perp	Allgemeine Versetzung
\perp^+	Positive Versetzung
\perp^-	Negative Versetzung
S	Schraubenversetzung

Abkürzungen

BSE	Backscattered Electrons
CAD	Computer Assisted Design
CDT	Continuum Dislocation Theory
DDD	Discrete Dislocation Dynamics
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
FIB	Focussed Ion Beam
GNB	Geometrically Necessary Boundary
GND	Geometrically Necessary Dislocations
HREBSD	High Resolution Electron Backscatter Diffraction
KAM	Kernel Average Misorientation
kfz	Kubisch flächenzentriert
REM	Rasterelektronenmikroskop
SE	Secondary electrons
SSD	Statistically Stored Dislocations

Bezeichnungsgrundsätze

\hat{x}	normierter Vektor
M	Matrix
$M_{\mathcal{A}}$	Matrix in Basis \mathcal{A}
x	Quaternion
\mathcal{A}	Basis
\vec{x}	Vektor
x	Skalar
M_{ii}	Matrixkomponente
x_i	Vektorkomponente
(111)	Spezifische Ebene
[111]	Spezifische Richtung
$\langle 111 \rangle$	Gesamtheit kristallografisch äquivalenter Richtungen
{111}	Gesamtheit kristallografisch äquivalenter Ebenen

1 Einleitung

Durch das Vordringen in den Bereich der Mikro- und Nanotechnik ist die Wissenschaft in den letzten Jahrzehnten auf zahlreiche Phänomene gestoßen, welche sich nicht durch die für den makroskopischen Bereich gültigen Gesetzmäßigkeiten herleiten beziehungsweise ableiten lassen. Dadurch ergibt sich die Notwendigkeit Theorien zu entwickeln, auf deren Grundlage es möglich ist, diese Beobachtungen erklären zu können und die bekannten Modelle dementsprechend zu erweitern.

Basierend auf experimentellen Ergebnissen wurden Anfang der neunziger Jahre des letzten Jahrhunderts Theorien entwickelt, welche die im Nano- und Mikrometerbereich bei bestimmten Belastungen, wie der Torsion und der Biegung beobachteten Größeneffekte mit Dehnungsgradienten in Zusammenhang bringen. Im elastoplastischen Bereich führt die Anwesenheit des Dehnungsgradienten zur Aktivierung von geometrisch notwendigen oder auch polaren Versetzungen in dem Material. Dies erfolgt auf Basis notwendiger Anpassungsverformungen zusätzlich zu der Aktivierung von sogenannten statistisch gespeicherten oder auch unpolaren Versetzungen welche grundsätzlich auch unter homogenen Dehnungsbedingungen auftreten. Die Anwesenheit von Dehnungsgradienten führt durch die zusätzlich vorhandenen Versetzungen zu einer ausgeprägteren Materialverfestigung. Eine bedeutende Untersuchung hierzu war der Vergleich des Verfestigungsverhaltens von Kupferdrähten mit unterschiedlichen Durchmessern im Mikrometerbereich in Zug- und Torsionsversuchen (FLECK u. a., 1994). In den

Torsionsversuchen nahm die Verfestigung mit abnehmenden Drahtdurchmesser zu. In den Zugversuchen war diese Größenabhängigkeit jedoch nicht zu beobachten. Die Unterschiede zwischen den beiden Belastungsarten wurden auf die Anwesenheit eines Dehnungsgradienten in der Torsion zurückgeführt, welcher bei einer vorbestimmten maximalen Scherdehnung mit abnehmenden Drahtdurchmesser zunimmt. Im Gegensatz dazu liegt unter Zugbelastung ein homogener Dehnungszustand vor. Diese Beobachtungen wurden nachfolgend von weiteren Gruppen (Y. CHEN u. a., 2015; GAN u. a., 2014; LIU u. a., 2012) bestätigt, wobei es jedoch bei der Interpretation der Ergebnisse zu unterschiedlichen Auslegungen, insbesondere in Hinblick auf Gefügeunterschiede (mittlere Korngröße, Vorzugsrichtungen von Kornorientierungen) bei unterschiedlichen Drahtdurchmessern und deren Einfluß auf das Verfestigungsverhalten kam.

Um die Rolle der geometrisch notwendigen Versetzungen weiter diskutieren zu können, ist es jedoch nötig, Versetzungsstrukturen bei unterschiedlichen Verformungsgraden nachzuweisen. Letzteres gelang bisher allerdings nur in Simulationen. Durch die in den letzten Jahren erfolgten Fortschritte in der Elektronen- und Röntgenbeugungstechnik ist es nun jedoch möglich, Änderungen in der Gitterorientierung mit einer Genauigkeit von bis zu 0,01 Grad (ICE und BARABASH, 2007, S. 505) zu erfassen. Dadurch lassen sich neuerdings auch physikalisch, zumindest indirekt, polare Versetzungsstrukturen auf Basis von elastischen Gitterverzerrungen nachweisen.

Ziel dieser Arbeit ist es entsprechend, Orientierungsabweichungen in Längs- und Querschnitten ausgewählter Körner eines tordierten Goldmikrodrahts mit einer Bambusstruktur zu erfassen, und anhand der Orientierungsabweichungen eine Verteilung der polaren Versetzungen abzuleiten. Die ermittelten Ergebnisse sollen mit Simulationsergebnissen und dem Stand der Literatur verglichen werden.

2 Grundlagen

2.1 Torsion

In dieser Arbeit soll der Einfluss des Dehnungsgradienten auf das Verformungsverhalten von tordierten Mikrodrähten untersucht werden. Im folgenden Kapitel werden die Grundlagen der Torsion dargestellt.

Anhand von Abbildung 2.1 wird die Torsion eines Zylinders bei kleinen Verformungen erläutert. Für diesen Fall wird angenommen, dass die Querschnitte normal zur Torsionsachse erhalten bleiben und keine Verwölbungen auftreten. Sie verhalten sich somit wie starre, ebene Scheiben. Die Schubspannungen verlaufen tangential. Es gilt das Hook'sche Gesetz, wobei der Schubmodul G als isotrop angenommen wird (GROSS u. a., 2012, S. 179; J. DANKERT und H. DANKERT, 2006, S. 343). Der dargestellte Zylinder mit der Länge dz und dem Radius R ist an seiner unteren Grundfläche fixiert. An seiner oberen Grundfläche wird der Zylinder um den Verdrehwinkel $d\phi$ um eine Achse verdreht, welche durch den Mittelpunkt des Querschnitts verläuft. Der Winkel $d\gamma$ bezeichnet den Winkel auf der Mantelfläche, der durch den Verdrehwinkel $d\phi$ hervorgerufen wird. Handelt es sich um kleine Winkel, so gilt $\tan \gamma \approx \gamma$. Durch die Verdrehung des Zylinders wird eine tangentiale Dehnung $\gamma(r)$ in dem Zylinder erzeugt, die gemäß Gleichung 2.1 vom Zentrum des Zylinders zum Drahttrand hin linear zunimmt.

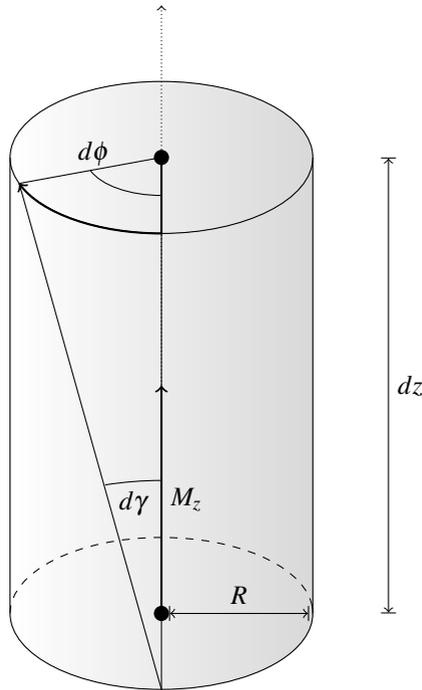


Abbildung 2.1: Drehung eines Zylinders um den Verdrehwinkel $d\phi$ (vgl. J. DANKERT und H. DANKERT, 2006, S. 343).

$$\gamma(r) = r \frac{d\phi}{dz} \quad (2.1)$$

Der Faktor $d\phi/dz$ wird als Verwindung κ bezeichnet und kann auch als Dehnungsgradient interpretiert werden. Mit dem Schubmodul G ergibt sich die Schubspannung τ für die rein elastische Verformung zu :

$$\tau(r) = Gr \frac{d\phi}{dz}. \quad (2.2)$$

Auch die tangentielle Spannung τ zeigt somit einen linearen Anstieg vom Zentrum zum Rand des Zylinders (Abbildung 2.2).

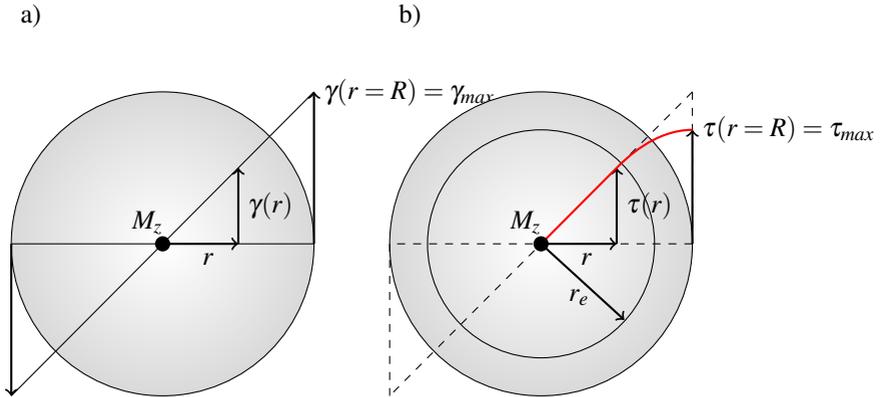


Abbildung 2.2: Verlauf der Scherdehnung und der Scherspannung im a) elastischen und b) elastoplastischen Bereich unter Annahme eines isotropen Materialverhaltens (vgl. GROSS u. a., 2012, S. 179).

Mit dem Überschreiten der Streckgrenze ist der lineare Zusammenhang, unter Annahme eines elastoplastischen Materialverhaltens mit Verfestigung, zwischen $\gamma(r)$ und $\tau(r)$ nicht mehr gegeben. Aufgrund des Einsetzens plastischer Verformung ab einem Grenzradius r_e am Rand nimmt hier die Steigung der Spannung ab. Aufgrund der Schubspannung τ tritt in der Querschnittsfläche A des Zylinders ein Torsionsmoment M_z auf (GROSS u. a., 2012, S. 180):

$$M_z = \int r \frac{d\tau}{dA}. \quad (2.3)$$

Zur Untersuchung der Größeneffekte in der Torsion ist es üblich, das normierte Torsionsmoment M_z/R^3 zu verwenden, das die mittlere Schubspannung angibt, die auf die Querschnittsfläche A wirkt, und dieses gegen die maximale Scherdehnung $\gamma(r=R)$ (FLECK u. a., 1994) aufzutragen. Wird

ein Zylinder mit dem Radius R so tordiert, dass er an der Oberfläche die Scherdehnung $\gamma(r = R)$ aufweist, beträgt der Dehnungsgradient κ in dem Zylinder:

$$\kappa = \frac{\gamma(r = R)}{R}. \quad (2.4)$$

Dies hat zur Folge, dass ein Zylinder mit einem kleineren Radius R bei einer gleichen Scherdehnung an der Oberfläche $\gamma(r = R)$ einen größeren Dehnungsgradienten κ aufweist.

2.2 Versetzungen

Versetzungen sind Liniendefekte in einem Kristallgitter. Die Bewegung und Bildung von Versetzungen verursacht eine plastische Verformung. Eine Versetzung bewirkt auch ein elastisches Dehnungsfeld in dem Kristallgitter (HULL und BACON, 2001, S. 62), welches wiederum Krümmungen im Kristallgitter hervor ruft (NYE, 1953). Es ist somit bis zu einem gewissen Grad möglich, die in einem Kristallgitter gemessenen Krümmungen zu verwenden, um daraus sowohl die Anzahl als auch die Art der in einem Kristall vorhandenen Versetzungen zu bestimmen. Dabei ist jedoch zu beachten, dass verschiedene Kombinationen von Versetzungen unterschiedlicher Art zu einer gleichen Krümmung des Gitters führen können. Die Verzerrungen der Kristallgitter der tordieren Proben werden in dieser Arbeit mittels Elektronen- und Röntgenbeugungsuntersuchungen bestimmt, um daraus Rückschlüsse auf vorhandene Versetzungsstrukturen ziehen zu können. Um die beobachteten Änderungen des Gitters in den untersuchten Proben in Bezug auf die Anwesenheit von Versetzungsstrukturen diskutieren zu können, werden die wichtigsten geometrischen Eigenschaften von Versetzungen im folgenden Kapitel wiedergegeben.

Bei Versetzungen handelt es sich um Gitterfehler, welche durch den Linienvektor \vec{l} und den Burgersvektor \vec{b} beschrieben werden. Idealisierterweise lassen sich Versetzungen in Schrauben- und Stufenversetzungen unterteilen (HULL und BACON, 2001, S. 15 ff.). Bei Schraubenversetzungen ist der Burgersvektor \vec{b} parallel zum Linienvektor \vec{l} ausgerichtet. Bei Stufenversetzungen steht der Burgersvektor \vec{b} senkrecht zum Linienvektor \vec{l} . Versetzungen können Vorzeichen zugeordnet werden. Das Vorzeichen einer Versetzung hängt dabei von der Richtung des Burgersvektors \vec{b} ab. Eine Stufenversetzung mit einem negativen Vorzeichen \perp^- weist gegenüber einer Stufenversetzung mit einem positiven Vorzeichen \perp^+ einen entgegengesetzten Burgersvektor $-\vec{b}$ und einen identischen Linienvektor \vec{l} auf. Schraubenver-

setzungen unterschiedlicher Vorzeichen unterscheiden sich ebenfalls in der Richtung ihrer Burgersvektoren \vec{b} . Versetzungen gleicher Vorzeichen stoßen sich gegenseitig ab, und Versetzungen unterschiedlicher Vorzeichen ziehen sich an (HULL und BACON, 2001, S. 62 ff. READ, 1953, S. 113 ff.). Im Allgemeinen lässt sich eine Versetzung nicht in diese binäre Unterteilung einordnen, weil es sich in der Regel um gemischte Versetzungen handelt, die entlang der Versetzungslinie sowohl Schrauben- als auch Liniencharakter aufweisen. Versetzungen kann ein Vorzeichen zugewiesen sein, negative Stufenversetzungen unterscheiden sich von positiven durch ihren Burgersvektor \vec{b} . Der Burgersvektor \vec{b} einer negativen Versetzung ist entgegengesetzt zum Burgersvektor \vec{b} einer positiven Stufenversetzung ausgerichtet. Positive Schraubenversetzungen weisen einen Burgersvektor \vec{b} parallel zum Linienvektor \vec{l} auf, negative Schraubenversetzungen einen Burgersvektor \vec{b} antiparallel zum Linienvektor \vec{l} .

2.2.1 Polare und unpolare Versetzungen

Die Verzerrungsfelder mehrerer Versetzungen überlagern sich. Bei Verzerrungsfeldern gleichartiger Versetzungen erfolgt dies auf konstruktive Weise. Bei Verzerrungsfeldern von Versetzungen unterschiedlicher Vorzeichen kommt es zu einer destruktiven Überlagerung und somit zu einer gegenseitigen Auslöschung (KRÖNER und RIEDER, 1956). Entsprechend dem Zusammenwirken ihrer Verzerrungsfelder werden Versetzungen in einem Referenzvolumen V in zwei Kategorien eingeteilt (BREWER u. a., 2009, S. 251; BARABASH und ICE, 2014, S. 16; ARSENLIS und PARKS, 1999).

Befinden sich im Referenzvolumen V die gleiche Anzahl einer Versetzungsart eines positiven Vorzeichens \perp^+ und eines negativen Vorzeichens \perp^- , so ergibt die Summe der Burgersvektoren den Wert 0. Dadurch heben sich die weitreichenden Krümmungen des Gitters, welche durch die im Referenz-

volumen V vorhandenen Versetzungen hervorgerufen werden auf. In diesem Fall werden die in dem Referenzvolumen V vorhandenen, sich in ihren Wirkungen gegenseitig aufhebenden Versetzungen \perp^+ und \perp^- , als unpolare oder statistisch verteilte Versetzungen (engl.: statistically stored dislocations, SSDs) bezeichnet (Abbildung 2.3a). Dabei ist zu beachten, dass sich diese Einteilung nicht auf eine einzige Versetzung bezieht (IDIART und FLECK, 2010). Unpolare Versetzungen dominieren in Bereichen mit homogener uniaxialer plastischer Belastung (FLECK u. a., 1994). Aufgrund der Tatsache, dass sich die weitreichenden Auswirkungen der beiden Versetzungsarten gegenseitig aufheben, können unpolare Versetzungen durch Beugungsuntersuchungen nicht über die Messung einer Orientierungsänderung des Kristallgitters erfasst werden. Da sie die Periodizität des Gitters durch lokale Gitterverzerrungen mindern, führen sie jedoch zu einer richtungsunabhängigen Verbreiterung der Beugungspunkte im Lauemuster (BARABASH u. a., 2001) sowie zu einer Minderung der Qualität des bei Elektronenrückstreubeugung entstehendem Kikuchimuster (WRIGHT u. a., 2011).

Befinden sich in dem Referenzvolumen V Versetzungen, wobei die Summe der Burgersvektoren \vec{b} der anwesenden Versetzungen ungleich 0 ist, so resultiert daraus eine Krümmung des Referenzvolumens V . Die Krümmung des Gitters wird den polaren Versetzungen bzw. den Überschussversetzungen zugeschrieben. Die weitreichenden Krümmungen dieser polaren Versetzungen werden nicht durch andere Versetzungen abgeschirmt. Somit ändert sich die Kristallgeometrie über einen weitreichenden Raum (Abbildung 2.3b). Aufgrund der Tatsache, dass polare Versetzungen erforderlich sind, um Anpassungsverformungen zu erzeugen, werden sie auch als geometrisch notwendige Versetzungen (eng.: geometrically necessary dislocations, GNDs) bezeichnet. Polare Versetzungen dominieren in Bereichen plastischer Verformung mit einem gerichteten Dehnungsgradienten. Aufgrund ihrer weitreichenden Auswirkungen auf das Gitter können gemessene Än-

derungen der Kristallgeometrie auf die Anwesenheit polarer Versetzungen hindeuten. Kritisch an dieser üblichen Einteilung ist die Tatsache, dass die Zuteilung der Versetzungen von der Wahl des Referenzvolumens V abhängt (BARABASH und ICE, 2014, S. 19; LEFF u. a., 2015). Als weitere Problematik ist zu sehen, dass eine einzelne Versetzung nicht als polar oder unpolar einstuftbar ist. Die Einteilung ist vielmehr im Rahmen von Untersuchungen der Orientierungsänderungen von Gittern sinnvoll, weil daraus nicht die Gesamtzahl der Versetzungen, sondern nur die Zahl der polaren Versetzungen abgeschätzt werden kann.

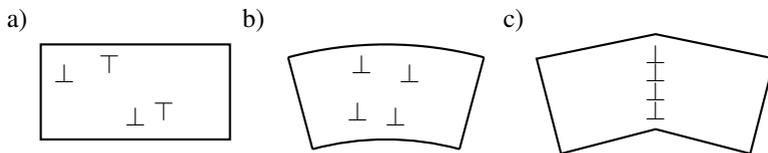


Abbildung 2.3: a) Unpolare Versetzungen in einem Volumen V führen zu keiner weitreichenden Krümmung des Volumens. b) Polare Versetzungen, in diesem Fall Stufenversetzungen, bewirken eine Krümmung des Volumens V . c) Ansammlung von Stufenversetzungen in einer Kippkorngrenze (vgl. HULL und BACON, 2001, S. 160).

2.2.2 Versetzungsstrukturen

Bei der Verzerrung eines Gitters durch eine Versetzung wird Verzerrungsenergie gespeichert (KRATOCHVÍL, 2014). Ein energetisch günstiger Zustand kann erreicht werden, indem sich Versetzungen so anordnen, dass die Verzerrungsenergie in dem Gesamtdehnungsfeld der Versetzungen reduziert wird (BERDICHEVSKY, 2010; BOLLMANN, 1970; READ und SHOCKLEY, 1950). Konzentrieren sich Versetzungen auf enge Bereiche, so werden diese als Versetzungsgrenzen bezeichnet. Erfolgt dies durch die Ansammlung von polaren Versetzungen in Versetzungsstrukturen, so kann sich eine Kleinwinkelkorngrenze (BARABASH und ICE, 2014, S. 26) bilden, welche

zwei Bereiche unterschiedlicher Orientierungen voneinander trennt (Abbildung 2.3c). Diese, primär aus polaren Versetzungen bestehenden Grenzen, werden auch als geometrisch notwendige Grenzen (engl.: geometrically necessary boundaries, GNBs) bezeichnet. In Kleinwinkelkorngrenzen treten spezifische Versetzungsanordnungen auf, welche die weitreichenden Dehnungsfelder reduzieren. Neben dem Betrag der Orientierungsänderung α werden Korngrenzen auch durch die Lage der Rotationsachse \hat{r} , bezogen auf die Normale der Grenze \hat{n} , charakterisiert (HULL und BACON, 2001, S. 161 ff.). Die beiden Extremfälle bilden hierbei die Drehkorn- und die Kippkorngrenze. Im Fall der idealen Drehkorngrenze ist die Rotationsachse \hat{r} parallel zur Korngrenzennormalen. Im Fall der idealen Kippkorngrenze ist die Rotationsachse \hat{r} senkrecht zur Korngrenzennormalen \hat{n} ausgerichtet (READ, 1953, S. 175 ff.).

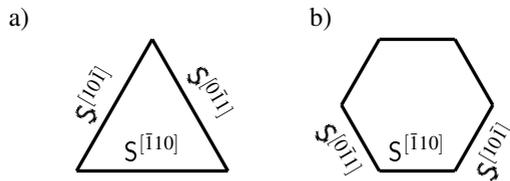


Abbildung 2.4: Versetzungsstruktur einer Drehkorngrenze in der (111)-Ebene. a) Dreiecksmuster b) Hexagonmuster

Als reine Drehkorngrenzen bezeichnet man solche mit mindestens zwei linear unabhängigen Schraubenversetzungsarten (Abbildung 2.4a), die eine jeweilige Ausrichtung aufweisen (BOLLMANN, 1962, 1964). Diese liegen in kfz-Kristallen in den $\{111\}$ -Ebenen. Für den Fall einer (111)-Ebene erfolgt die Rotation normal zur Grenzzebene um $\hat{n} = [111]$ durch die drei Schraubenversetzungen $S^{[\bar{1}10]}$, $S^{[10\bar{1}]}$, $S^{[0\bar{1}1]}$ (HULL und BACON, 2001, S. 166). Aus energetischen Gründen bilden sich aus den Dreiecken hexagonale Strukturen, welche eine regelmäßige Anordnung aufweisen (Abbildung 2.4b). Die Knoten können auch in Partialversetzungen zerfallen. Um die Gren-

ze in eine andere Ebene zu verlegen, ist die Einlagerung von mindestens zwei Arten von Fremdversetzungen, d.h. Versetzungen, bei denen es sich nicht um Schraubenversetzungen handelt notwendig, um die Grenze in eine allgemeine Drehkorngrenze zu wandeln (BOLLMANN, 1962). Ideale Kippkorngrenzen in kfz-Kristallen bestehen aus mindestens einer Art von Stufenversetzungen. Im Allgemeinen verfügen Korngrenzen nicht über einen eindeutigen Charakter, sondern enthalten Anteile beider Grenzarten (HULL und BACON, 2001, S. 164). Die Anteile lassen sich wie in Abbildung 2.5 zu sehen durch eine Zerlegung des Winkelvektors $\vec{\alpha}$ in einen Dreh- $\vec{\alpha}_{Dreh}$ und einen Kippwinkel $\vec{\alpha}_{Kipp}$ bestimmen:

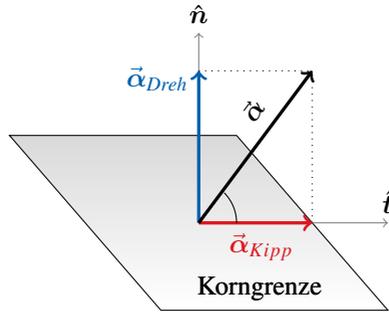


Abbildung 2.5: Zerlegung des Winkelvektors einer Korngrenze $\vec{\alpha}$ in den Dreh- $\vec{\alpha}_{Dreh}$ und Kippanteil $\vec{\alpha}_{Kipp}$.

$$\alpha_{Dreh} = \vec{\alpha} \parallel \hat{\mathbf{n}} = \vec{\alpha} \cdot \hat{\mathbf{n}} = |\vec{\alpha}| |\hat{\mathbf{n}}| \cos \angle(\vec{\alpha}, \hat{\mathbf{n}}), \quad (2.5)$$

$$\alpha_{Kipp} = \vec{\alpha} \perp \hat{\mathbf{n}} = \vec{\alpha} \times \hat{\mathbf{n}} = |\vec{\alpha}| |\hat{\mathbf{n}}| \sin \angle(\vec{\alpha}, \hat{\mathbf{n}}). \quad (2.6)$$

2.3 Beugungstheorie

Beugung tritt unter konstruktiver Interferenz auf, welche durch die Bragg-Gleichung (2.7) erklärt wird:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) \quad n \in \mathbb{N} \quad (2.7)$$

Die Bragg-Gleichung beschreibt, unter welcher Bedingung ein Reflex der Gitterebene mit den Laue-Indizes hkl auftritt. Der Abstand zwischen den Ebenen wird dabei mit d_{hkl} bezeichnet. θ_{hkl} ist der Winkel zwischen dem Strahl und der Gitterebene hkl . λ beschreibt die Wellenlänge des Röntgenstrahls, unter der Gleichung 2.7 erfüllt wird. Ist der Sinus des Braggwinkels θ_{hkl} , multipliziert mit dem doppelten Gitterebenenabstand d_{hkl} ein ganzzahliges Vielfaches n der Wellenlänge λ , kommt es zu konstruktiver Interferenz der gebeugten Strahlen, die durch Interferenzmaxima der Strahlenintensität zu erkennen ist. Dies kann jedoch nur auftreten bei Wellenlängen λ für welche gilt: $\lambda \leq 2d_{hkl}$ (W. H. BRAGG und W. L. BRAGG, 1913). Zum Nachweis von Gitterkrümmungen und Versetzungsstrukturen wurden in dieser Arbeit zwei Beugungsmethoden benutzt, die im folgenden erläutert werden.

2.3.1 Untersuchungen nach dem Laue-Verfahren

Beim Laue-Verfahren handelt es sich um die älteste Art der Röntgenbeugungsmethoden (FRIEDRICH u. a., 1913; LAUE und TANK, 1913). Charakteristisch für dieses Verfahren ist die Verwendung eines polychromatischen Röntgenstrahls (in englischsprachiger Literatur auch "white beam" genannt). Dieser trifft auf einen Kristall und wird an den Atomen des Gitters gemäß Gleichung 2.7 gebeugt. Das Gitter eines Kristalls wird in der Beugung

auch als direktes Gitter bezeichnet. Da der Röntgenstrahl ein kontinuierliches Spektrum aufweist, kommt es bei jeder Erfüllung der Bragg-Gleichung durch eine Wellenlänge des Spektrums zu einem Interferenzmaximum. Die Maxima werden als Beugungspunkte auf einem Flächendetektor erfasst (Abbildung 2.6).

In vektorieller Schreibweise bedeutet das Auftreten eines Interferenzmaximums, dass zwischen dem Wellenvektor des einfallenden Strahls \vec{k} und dem Wellenvektor des gebeugten Strahls \vec{k}' eine Differenz $\Delta\vec{k}$ besteht, welche einem Vektor des reziproken Gitters \vec{K} entspricht:

$$\Delta\vec{k} = \vec{k} - \vec{k}' \quad (2.8)$$

$$2\vec{k}\vec{K} = K^2 \quad (2.9)$$

$$\Delta\vec{k} = \vec{K} \quad (2.10)$$

Der Vektor des reziproken Gitters \vec{K} lässt sich mittels der Laue-Indizes $v_1, v_2, v_3 \in \mathbb{Z}$ (auch als h, k, l bezeichnet) in seine Komponenten \hat{b}_i zerlegen:

$$\vec{K} = v_1\hat{b}_1 + v_2\hat{b}_2 + v_3\hat{b}_3 \quad (2.11)$$

Die Beziehung zwischen den reziproken Gittervektoren \vec{K} und den direkten Gittervektoren \vec{R} wird durch die Laue-Gleichungen 2.13, 2.14, 2.15 beschrieben:

$$\vec{R} = n_1 \hat{a}_1 + n_2 \hat{a}_2 + n_3 \hat{a}_3 \quad (2.12)$$

$$\vec{a}_1 \vec{K} = 2\pi v_1 \quad (2.13)$$

$$\vec{a}_2 \vec{K} = 2\pi v_2 \quad (2.14)$$

$$\vec{a}_3 \vec{K} = 2\pi v_3 \quad (2.15)$$

Die Durchführung der Beugungsuntersuchungen kann unter zwei verschiedenen Anordnungen erfolgen: Transmissions- oder Reflexionsanordnung. In dieser Arbeit wurden Beugungsuntersuchungen in Reflexionsanordnung durchgeführt. Nach dem derzeitigen Stand der Technik kann eine Winkelgenauigkeit von ca. 0,01 Grad erreicht werden (ICE und BARABASH, 2007, S. 505). Die laterale Auflösung ist abhängig von der Breite des eintreffenden Strahls auf der Oberfläche. An Strahllinien von Synchrotronsstrahlungsquellen werden Strahlen mit einer Halbwertsbreite bis zu unter einem Mikrometer bereitgestellt, weshalb Laue-Untersuchungen unter Verwendung dieser Strahlen in der Literatur auch als Mikrolaueuntersuchungen bezeichnet werden.

Aus den reziproken Gittervektoren lassen sich die Gittervektoren des direkten Gitters bestimmen (KITTEL, 2005, S. 33):

$$\vec{b}_1 = 2\pi \frac{\vec{a}_2 \times \vec{a}_3}{\vec{a}_1 \cdot \vec{a}_2 \times \vec{a}_3} \quad (2.16)$$



Abbildung 2.6: Ein im Rahmen dieser Arbeit an der ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, Frankreich) aufgenommenes Beugungsmuster eines Goldkristalls.

$$\vec{b}_2 = 2\pi \frac{\vec{a}_3 \times \vec{a}_1}{\vec{a}_1 \vec{a}_2 \times \vec{a}_3} \quad (2.17)$$

$$\vec{b}_3 = 2\pi \frac{\vec{a}_1 \times \vec{a}_2}{\vec{a}_1 \vec{a}_2 \times \vec{a}_3} \quad (2.18)$$

$$\vec{g} = v_1 \vec{b}_1 + v_2 \vec{b}_2 + v_3 \vec{b}_3 \quad v_1, v_2, v_3 \in \mathbb{Z} \quad (2.19)$$

Aufgrund der Verwendung eines polychromatischen Strahls ist die Bragg-Bedingung immer durch Wellenlängen des polychromatischen Röntgenstrahls erfüllt, und es erscheinen die erlaubten Beugungspunkte zu verschiedenen Abständen d_{hkl} und Wellenlängen λ in einem Beugungsmuster, wie es in Abbildung 2.6 gezeigt ist. Mittels der Zuordnung der einzelnen Beugungspunkte eines Beugungsmusters zu den jeweiligen kristallografischen Richtungen, beschrieben durch die Laue-Indizes v_1, v_2, v_3 (auch mit h, k, l gekennzeichnet), kann die Orientierung des reziproken Gitters bestimmt werden. Bedingt durch die erwähnte Unkenntnis der zugehörigen Wellenlänge λ eines Beugungspunktes, ist es nicht möglich, den Betrag des Wellenvektors zu bestimmen. Im Laue-Verfahren kann somit nur der normierte Wellenvektor $\Delta \hat{\mathbf{k}}$ ermittelt werden.

$$\Delta \hat{\mathbf{k}} = \frac{\vec{\mathbf{k}} - \vec{\mathbf{k}'}}{\|\vec{\mathbf{k}} - \vec{\mathbf{k}'}\|} \quad (2.20)$$

Aufgrund der im Allgemeinen auftretenden deviatorischen Dehnungen, weichen die Winkel eines untersuchten Kristalls von einem idealen Gitter ab. Dadurch ergibt sich eine Differenz zwischen den experimentell bestimmten Vektoren und den theoretisch berechneten. Dies äußert sich in Abweichungen der Beugungspunkte auf dem Schirm von der idealen Position. Die Indizierung eines Beugungsmusters erfolgt deshalb in zwei Schritten (TAMURA, 2014, S. 127). Im ersten Schritt wird die ungefähre Orientierung des Kristalls unter der Annahme eines unverformten Kristalls bestimmt. Dabei wird ein Toleranzwinkel verwendet, welcher die maximale Abweichung zwischen der experimentellen und der theoretisch errechneten Position eines Punktes eines unverformten Kristalls vorgibt. In einem zweiten Schritt wird die Positionsbestimmung der einzelnen Beugungspunkte in einer Dehnungsverfeinerung konkretisiert. Aus den Abweichungen der Lage der Beugungspunkte wird die durch Dehnungen verformte Kristallgeome-

trie berechnet, welche von einem unverformten Kristall abweicht. Somit ist es möglich, die deviatorische Dehnung und die Orientierung des Kristalls zu bestimmen.

Dringt ein Röntgenstrahl in eine Probe ein, so verringert sich seine Intensität I ausgehend von der Anfangsintensität I_0 aufgrund von Absorption. Zudem wird immer nur ein bestimmter Anteil des Strahls gestreut. Dies führt dazu, dass das vom Detektor aufgenommene Signal in verschiedenen Tiefen x_i seinen Ursprung hat. Die Intensität I_i eines in der Tiefe x_i gestreuten Signals nimmt jedoch mit zunehmender Strecke aufgrund mehrerer Effekte ab. Dies wird durch den Absorptionskoeffizienten μ (Gleichung 2.21) beschrieben, der sowohl von der Wellenlänge als auch von der Art des Elements abhängt (BENNETT, 2010, S. 388):

$$\mu = \Delta I / I \quad (2.21)$$

Ein Strahl der Anfangsintensität I_0 weist somit nach der Strecke l die Intensität I gemäß Gleichung 2.22 auf:

$$I = I_0 e^{-\mu l} \quad (2.22)$$

Trifft ein Röntgenstrahl der Intensität I_0 unter dem Winkel θ auf eine Probe, so durchläuft ein an dem Streuvolumen dV_i in der Tiefe x_i unter dem Winkel 2θ gestreuter Strahl den Weg l_i , welcher sich aus dem einlaufenden Weg und dem auslaufendem Weg zusammensetzt:

$$I_i = I_0 e^{-\mu l_i} = I_0 e^{-\mu \frac{2x_i}{\cos\theta}} \quad (2.23)$$

Mittels der Wahl des Eintrittswinkels θ lässt sich die Eindringtiefe regulieren. Im Allgemeinen wird als maximale Eindringtiefe, aus welcher Informationen kommen, die Tiefe gewählt, aus der ein reflektierter Strahl der Intensität $I(2x_c) = I_0 e^{-1}$ den Kristall verlässt. Die Länge nach der die Intensität auf $I = I_0/e$ abgefallen ist, wird in Abbildung 2.7 für Gold für den an den Strahllinien genutztem Spektrum 5-30 keV bei einem Eintrittswinkel θ von 45 Grad dargestellt.

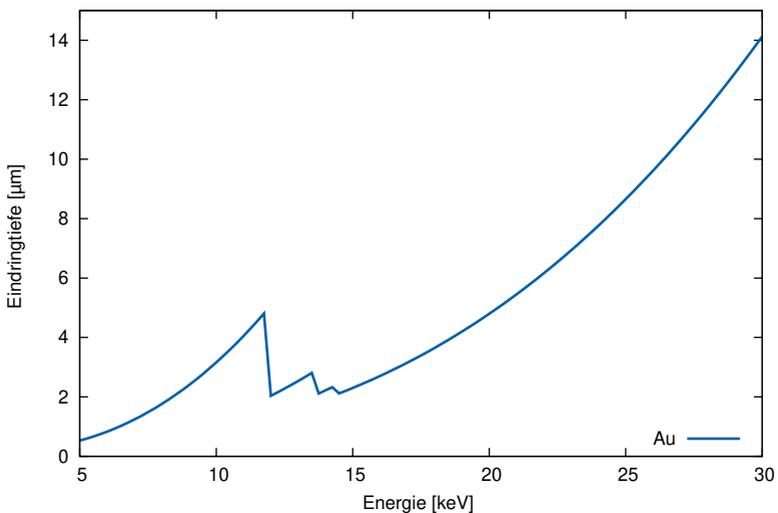


Abbildung 2.7: Energieabhängige Eindringtiefe für Gold unter einem Eintrittswinkel von 45° (Daten von GULLIKSON, 2015).

Die große Eindringtiefe von hochenergetischen Röntgenstrahlen führt zu einer Überlagerung von Beugungsmustern unterschiedlichen Ursprungs. Somit lässt sich die Informationstiefe nicht lokalisieren, und die Beugungsmuster sind anfälliger gegenüber tiefenabhängigen Dehnungsgradienten. Andererseits lassen sich durch die Überlagerungen von Mustern verschiedener Ursprungstiefen auch tiefenabhängige Veränderungen beobachten (MICHA und ROBACH, 2015). Vorteilhaft gegenüber z.B. Elektronenbeugungs-

untersuchungen ist die Tatsache, dass aufgrund der größeren Eindringtiefe, Röntgenbeugungsuntersuchungen weniger abhängig von Oberflächenfehlern sind.

2.3.2 Elektronenrückstreubeugung

Zusätzlich zu den Röntgenbeugungsuntersuchungen nach dem Laue-Verfahren wurden Strukturuntersuchungen mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD von engl.: Elektron Back Scatter Diffraction) durchgeführt, was eine höhere laterale Auflösung ermöglicht als Röntgenbeugungsuntersuchungen.

Mittels Elektronenrückstreubeugung ist es möglich, einen Kristall hinsichtlich seiner Orientierung und Kristallstruktur zu untersuchen. Dies erfolgt durch die Indizierung des sogenannten Kikuchi-Musters (Abbildung 2.8), wobei es sich um das Elektronenrückstreubeugungsmuster (KIKUCHI, 1928; NISHIKAWA und KIKUCHI, 1928) handelt. Das Elektronenrückstreubeugungsmuster entsteht durch inelastisch in einem Kristallgitter gestreute Elektronen eines eindringenden Elektronenstrahls, welche, ausgehend von einem Rückstreuungszentrum mit dem Kristallgitter, interferieren (Abbildung 2.9). Rückgestreute Elektronen, die unter Erfüllung der Bragg-Bedingung an einer Netzebene des Kristalls gestreut werden, führen zu Interferenzmaxima, welche sich ausgehend von dem Streuzentrum kegelförmig ausbreiten und als Kosselkegel bezeichnet werden.

Zur Detektion des Elektronenrückstreubeugungsmusters wird nahe des Eintrittsortes des Elektronenstrahls ein Phosphorschirm angeordnet. Die Mäntel der Kosselkegel schneiden den Phosphorschirm und erscheinen auf der Detektorfläche als Fluoreszenzlinien, den so genannten Kikuchi-Bändern.

Die Erfassung einer ausreichenden Zahl von Kikuchi-Bändern erlaubt es, den einzelnen Kikuchi-Bändern die jeweiligen Miller'schen Indizes zuzuordnen und die Kristallorientierung zu bestimmen. Um eine hohe Anzahl von Kikuchi-Bändern mit hoher Intensität detektieren zu können, wird die Probenoberfläche dabei in einem Winkel um 70 Grad in Bezug auf den Eintrittsstrahl gekippt. Die Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls beträgt dabei in

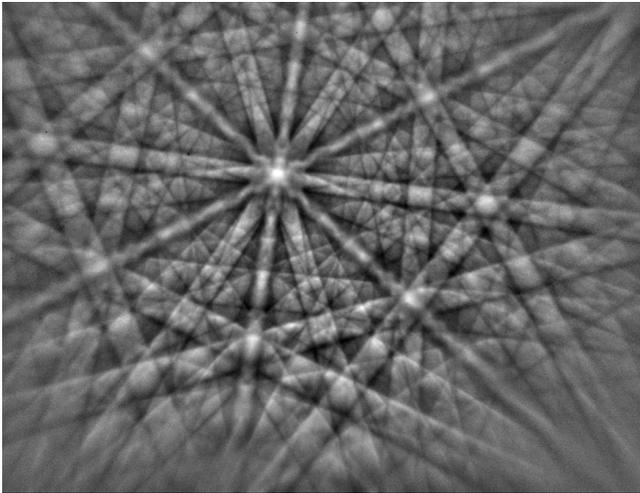


Abbildung 2.8: Kikuchi-Muster eines im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Goldkristalls. Die Oberfläche ist entlang der (001)-Ebene ausgerichtet. Zu erkennen sind die einzelnen Kikuchi-Bänder des Kikuchi-Musters.

der Regel über $20kV$, wobei dieser Wert von der gewünschten Informationstiefe und dem Material abhängt. Im Allgemeinen liegt die Informationstiefe bei einer Beschleunigungsspannung von $20kV$ bei ca. $10 - 50nm$ (ENGLER und RANDLE, 2009, S. 214). Eine höhere Spannung führt zu einer tieferliegenden Informationstiefe, einem größeren Streuvolumen sowie zu einer geringeren lateralen Auflösung. Die allgemein üblichen Analysemethoden der Kikuchi-Muster basieren auf einer Erkennung der Verläufe der einzelnen Kikuchi-Bänder des Kikuchi-Musters. Da eine direkte Erfassung der Kikuchi-Bänder einen höheren Aufwand erfordert, wird das Kikuchi-Muster mittels einer Houghtransformation (HOUGH, 1962) in einen Parameterraum überführt. In diesem Parameterraum erscheinen die einzelnen Kikuchi-Bänder als jeweilige Maxima. Die einzelnen Maxima lassen sich erfassen, wodurch die Parameter des zugeordneten Kikuchi-Musters bestimmt werden (ADAMS u. a., 1993; KRIEGER LASSEN, 1998, 2008; KUNZE u. a., 1993).

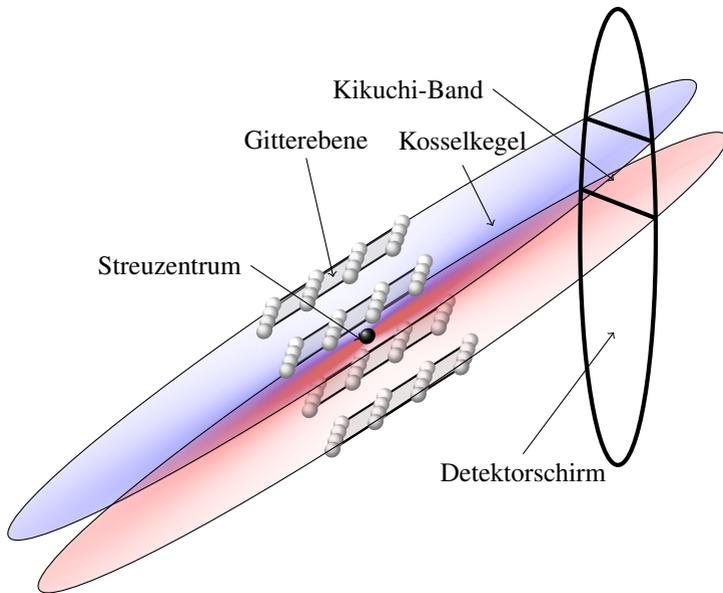


Abbildung 2.9: Entstehung eines Kikuchi-Bandes am Beispiel der (100)-Kristallebene. Die Kosselkegel schneiden den Detektorschirm und erzeugen auf diese Weise ein Kikuchi-Band auf die Detektorfläche. Aufgrund des flachen Winkels der Kosselkegel erscheinen die Kikuchi-Bänder als Geraden statt Hyperbeln.

Ausgehend von den erfassten Linien wird die Orientierung des Kristalls errechnet. Dies erfolgt, indem das erfasste Kikuchi-Muster mit simulierten Kikuchi-Mustern für unterschiedliche Kristallorientierungen verglichen wird.

2.3.3 High Resolution EBSD-Verfahren

Neue Auswertungsmethoden basieren nicht auf der Auswertung des Kikuchi-Musters im Houghraum, sondern auf Bildkorrelationsmethoden (MEADEN und DINGLEY, 2012; WILKINSON u. a., 2006a,b). Der Ansatz des HREBSD-Verfahrens basiert auf einer Verfolgung von Bezugspositionen o

des Kikuchi-Musters auf dem Detektorschirm. Dabei werden in einem Referenzkikuchimuster Bezugspositionen o ausgewählt. Den Bezugspositionen o werden Einheitsvektoren \hat{r} zugewiesen, welche von dem Streuzentrum des Strahls zu der Bezugsposition o auf dem Phosphorschirm verlaufen (Abbildung 2.10). Dem Referenzkikuchimuster wird die Einheitsmatrix $\mathbf{1}$ als Verschiebungsgradient \mathbf{H} des Kristalls zugewiesen. Somit wird davon ausgegangen, dass der Kristall in dem Ort des Referenzkikuchimusters unverzerrt ist. Die während einer Erfassung der Oberfläche aufgezeichneten Kikuchi-Muster werden mit dem Referenzkikuchimuster verglichen. Dabei werden die Bezugspositionen o' in dem jeweiligen Kikuchi-Muster bestimmt. Aus dem Vektor des Referenzmusters \hat{r} und dem Vektor \hat{r}' in dem Kikuchi-Muster wird die Verschiebung \vec{q} berechnet. Die Verschiebung \vec{q} und der Vektor \hat{r} der Bezugsposition sind über den Verschiebungsgradienten \mathbf{H} ineinander überführbar:

$$\vec{q} = \mathbf{H}\hat{r} - (\mathbf{H}\hat{r}\hat{r}')\hat{r}' + (\vec{q}\hat{r}')\hat{r}' \approx \mathbf{H}\hat{r} - (\mathbf{H}\hat{r}\hat{r}')\hat{r}' \quad (2.24)$$

für $q \ll r$ gilt $\hat{r}' \approx \hat{r}$. Damit kann für Gleichung 2.24 angenommen werden (GARDNER u. a., 2010):

$$\vec{q} \approx \mathbf{H}\hat{r} - (\mathbf{H}\hat{r}\hat{r}')\hat{r}' \quad (2.25)$$

Dabei ist der Ausdruck $\mathbf{H}\hat{r}\hat{r}'$ nicht auflösbar, für Komponenten von \vec{q} gelten jedoch die Gleichungen 2.26 und 2.27 (WILKINSON u. a., 2006b):

$$r_3q_1 - r_1q_3 = r_1r_3(H_{11} - H_{33}) + r_1r_3H_{12} + r_3^2H_{13} - r_1^2H_{31} - r_1r_2H_{32} \quad (2.26)$$

$$r_3q_2 - r_2q_3 = r_2r_3(H_{22} - H_{33}) + r_1r_3H_{21} + r_3^2H_{23} - r_2^2H_{32} - r_1r_2H_{31} \quad (2.27)$$

Aus vier Verschiebungen \vec{q} lassen sich die Gleichungen 2.26 und 2.27 auflösen, sodass der Verschiebungsgradient \mathbf{H} bestimmt werden kann.

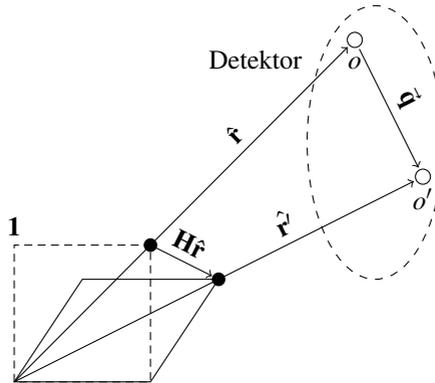


Abbildung 2.10: Bestimmung des Verschiebungsgradienten \mathbf{H} aus Verschiebungen im Kikuchi-Muster. Eine Verzerrung eines Referenzkristalls führt zu einer Verschiebung \vec{r} eines auf die Detektorfläche projizierten Punktes von seiner Ausgangsposition \hat{r} zu einer Endposition \hat{r}' (Bild vgl. GARDNER u. a., 2010).

Umgesetzt wird diese Methode, die unter anderem als HREBSD (High resolution Electron Back Scatter Diffraction) bezeichnet wird, in dem Programm Cross Court 3 (BLG Productions Ltd 2010, Bristol, Vereinigtes Königreich), welches in dieser Arbeit zur Auswertung von Beugungsmustern eingesetzt wurde. Das Verfahren basiert auf einer Verfolgung der Lage o' einzelner Areale in dem Kikuchi-Muster. Als Ausgangspunkt wird dabei deren Lage o in einem Referenzmuster vorgegeben. Hierzu werden mehrere quadratische Areale innerhalb des Kikuchi-Musters für die Bildkorrelation ausgewählt, die sich bevorzugt in Bereichen hoher Kontrastwerte befinden. Die Verschiebung eines dieser Areale zwischen verschiedenen Kikuchi-Mustern wird in

dem Vektor \vec{q} erfasst (FULLWOOD u. a., 2013, S. 418 ff.). Als Referenzmuster kann ein simuliertes Kikuchi-Muster oder ein von dem entsprechenden Kristall aufgenommenes Muster mit hoher Qualität gewählt werden. Insbesondere für die Bestimmung von Dehnungen in der Probe ist es notwendig, einen möglichst dehnungsfreien Oberflächenabschnitt für die Wahl des Referenzmusters zu wählen, weil der Verschiebungsgradient \mathbf{H} am Ort Ref des Referenzmusters als Einheitsmatrix $\mathbf{1}$ festgelegt wird.

Nachteilig an der Untersuchung mittels Elektronenrückstreubeugung ist der hohe Aufwand der Probenpräparation. Dies ist durch die geringe Eindringtiefe begründet. Es ist somit notwendig, die Oberfläche glatt und deformationsfrei zu präparieren. Auch können Verunreinigungen und Kohlenstoffablagerungen sowie Oxidschichten die Signalqualität verschlechtern. Im Fall der in dieser Arbeit angewandten FIB-Präparation liegt das Problem in der gleichmäßigen Schichtpräparation. Unterschiede in der Oberflächenqualität einer Schnittfläche können dabei unter anderem durch eine für die Tiefe der Schnittfläche unzureichende Schärfentiefe begründet sein. In diesem Fall ist die Schärfe des Ionenstrahls außerhalb der fokussierten Tiefe derart reduziert, dass die Schnittfläche mit ungenügender Genauigkeit abgetragen wird. Dies führt zu abgerundeten Schnittkanten der Schnittflächen. Eine weitere Beeinträchtigung der Oberflächenqualität kann durch den sogenannten Wasserfalleffekt (Curtaining) hervorgerufen sein (MUNROE, 2009). Der Wasserfalleffekt beschreibt die Bildung von regelmäßig angeordneten Rillen, die entlang der Strahlrichtung über die Schnittfläche verlaufen. Diese entstehen aufgrund der Tatsache, dass der Ionenstrahl während des Materialabtrags nicht kontinuierlich entlang der Schnittkante bewegt wird. Der Ionenstrahl fährt während des Materialabtrags entlang der Schnittkante lediglich diskrete, voneinander beabstandete Positionen an. In den Zwischenräumen, die sich zwischen den Positionen befinden, wird folglich in einem geringeren Umfang Material abgetragen, als an den Positionen. Somit erfolgt kein gleichmäßiger Materialabtrag entlang der Schnittkante über die

Schnittfläche. Unabhängig von der Qualität des Schnitts führt allein schon die Schaffung einer neuen Oberfläche zu Änderungen in der Probe. So können Versetzungen die freie Oberfläche verlassen, und eine Dehnungsrelaxation kann an der Oberfläche auftreten.

2.4 Stand der Forschung

2.4.1 Mechanische Größeneffekte in der Torsion

Torsionsbelastungen werden in der Forschung, abseits von mechanischen Materialcharakterisierungen, häufig im Zusammenhang mit Größeneffektuntersuchungen genutzt. So beobachtete bereits MORRISON (1939) einen Einfluss des Durchmessers auf die Streckgrenze in der Torsion, welcher jedoch nicht in Zugversuchen zu beobachten war.

Untersuchungen zur Größenabhängigkeit plastischer Verformungen in der Torsion stießen jedoch erst mit dem Aufkommen von Dehnungsgradiententheorien auf ein breites Interesse. Der Grund dafür ist der unter Torsionsbelastung auftretende Dehnungsgradient. Diesem Dehnungsgradienten wird in den Dehnungsgradiententheorien die Größenabhängigkeit plastischer Verformung zugeschrieben, welche nicht aus den bekannten Formeln herleitbar ist.

Von zentraler Bedeutung für die Untersuchung des Einflusses eines Dehnungsgradienten auf das mechanische Verhalten ist hierbei die Arbeit von FLECK u. a. (1994). In den Untersuchungen wurde das mechanische Verhalten polykristalliner Kupferdrähte mit Durchmessern von $12 - 170\mu\text{m}$ in Torsions- und Zugversuchen verglichen. Dabei wurden signifikante Unterschiede in der Verfestigung zwischen Drähten unterschiedlichen Durchmessers in den Torsionsversuchen beobachtet, welche sich unterhalb bestimmter Abmessungen bemerkbar machen. Zudem erhöhte sich die Streckgrenze in der Torsion bei einem abnehmenden Durchmesser des Drahtes. Bei Zugversuchen an den Drähten war dagegen eine geringe Größenabhängigkeit des Verfestigungsverhaltens zu beobachten. Zwischen Durchmessern von 12 bis $30\mu\text{m}$ gab es keinen systematischen Zusammenhang. Bei der geringeren Verfestigung der Drähte eines Durchmessers von $170\mu\text{m}$ wurde die größere

Korngröße in dem Draht als möglicher Grund gesehen. Die Ergebnisse der Zugversuche wurden so interpretiert, dass bei Zugversuchen keine Abhängigkeit von dem Drahtdurchmesser besteht. Im Gegensatz dazu war das normierte Torsionsmoment bei Drähten mit einem Durchmesser von $12\mu\text{m}$ ungefähr dreimal so groß wie bei Drähten mit einem Durchmesser von $170\mu\text{m}$. Die Unterschiede wurden auf den Dehnungsgradienten in der Torsion zurückgeführt, welcher wie bereits erwähnt betragsmäßig von dem Durchmesser des Drahtes abhängt und in Zugversuchen nicht vorhanden ist. In Zugversuchen liegt dagegen idealisierterweise eine gleichmäßige Dehnung vor. Diese unterschiedlichen Dehnungszustände führen zu unterschiedlichen durch Versetzungen gebildete resultierende Dehnungsfelder. Während unter Zugbelastung aufgrund des gleichmäßigen Dehnungszustands Versetzungen multipliziert werden, die zusammen kein weitreichendes Dehnungsfeld hervorrufen und somit unpolar wirken, führt der in der Torsion auftretende Dehnungsgradient zusätzlich zur Multiplikation von Versetzungen, die ein weitreichendes Dehnungsfeld hervorrufen. Wird ein Draht mit einem geringeren Durchmesser zur gleichen Dehnung an der Oberfläche $\gamma(r=R)$ verformt, so ist ein größerer Gradient κ vorhanden. Dieser führt zu einer höheren Dichte von polaren Versetzungen ρ_{pol} gemäß Gleichung 2.28:

$$d\gamma/dr = \kappa = \rho_{pol}/b. \quad (2.28)$$

Durch die höhere Versetzungsdichte tritt in einem Draht mit einem geringeren Radius eine stärkere Verfestigung auf.

Die Gruppe um DUNSTAN u. a. (2009) verfolgte einen dynamischen Versuchsansatz und führte Torsionsexperimente nach einem Verfahren durch, in welchem Drähte dynamisch be- und entlastet wurden. Der Fokus der Untersuchungen lag zu Beginn auf der Untersuchung der Größenabhängigkeit der Streckgrenze (BUSHBY und DUNSTAN, 2011; DUNSTAN u. a., 2009, 2011).

In den Versuchen wurden Kupferdrähte mit Durchmessern von $10 - 50\mu\text{m}$ und unterschiedlichen Korngrößen verwandt, welche mittels eines Rotationstisches schrittweise zu verschiedenen Belastungswinkeln verdreht wurden. Nach jedem Schritt wurde der Rotationstisch soweit zurückgefahren bis der Draht entlastet war, und der zugehörige, bleibende Entlastungswinkel gemessen. Der plastische Anteil wurde über die Differenz des Be- und des Entlastungswinkels bestimmt. An gleichartigen Drähten wurden auch Zugversuche durchgeführt, welche mit den Torsionsergebnissen verglichen wurden. In den Untersuchungen wurde eine Erhöhung der Streckgrenze in tordierten Drähten bei abnehmenden Radien und Korngrößen festgestellt. Zurückgeführt wurden die Ergebnisse auf geometrische Einschränkungen der Versetzungen durch die Korngröße und den Dehnungsgradienten. In weiterführenden Untersuchungen (BUSHBY u. a., 2012; DONG, 2016; DONG u. a., 2015) erfolgten dynamische Be- und Entlastungsversuche an Drähten mit variierenden Durchmessern und Korngrößen. Die Drähte wiesen Durchmesser von 18, 25 und $50\mu\text{m}$ auf und wurden unterschiedlich gegläht, um verschiedene Korngrößen zu erhalten. In den Ergebnissen war der Einfluss der Korngröße auf die Streckgrenze größer als der Einfluss des Drahtdurchmessers (DONG, 2016, S. 114).

In der Gruppe um W.-Y. LU und SONG (2011) wurden Torsionsuntersuchungen an Kupferdrähten mit verschiedenen Durchmessern von 16 bis $180\mu\text{m}$ durchgeführt (W.-Y. LU und SONG, 2011; W.-Y. LU u. a., 2008). Für die Untersuchungen wurde eine Torsionsmaschine, mit einem laserbasierten Messsystem für den Verdrehwinkel konstruiert. In einem ersten Ansatz wurde das Torsionsmoment über den gemessenen Verdrehwinkel bestimmt. Die Ergebnisse im elastischen Bereich entsprachen den theoretischen Vorhersagen. In den Untersuchungen konnten jedoch keine Größeneffekte bei der Streckgrenze in der Torsion erkannt werden. In einer Weiterentwicklung der Torsionsmaschine erfolgte ein Einbau zweier Kraftsensoren, welche an einem Querbalken, der an dem Draht angebracht war,

anlagen. Damit war es möglich, das Torsionsmoment M_t in den Drähten zu bestimmen (SONG und W.-Y. LU, 2014). Mit dieser weiterentwickelten Torsionsmaschine wurden die Torsionsversuche, in denen keine Größenabhängigkeit festgestellt wurden, wiederholt. Dabei wurde das normalisierte Torsionsmoment M_t gegen den Verdrehwinkel θ aufgetragen. Die Scherdehnungsrate wurde dabei über alle Durchmesser konstant gehalten, um einen Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit auszuschließen. In den Untersuchungen an Kupferdrähten mit Durchmessern von 12, 16, 20 und $30\mu\text{m}$ konnte mit dieser Torsionsmaschine ebenfalls kein Einfluss des Durchmessers auf die Verfestigung und die Streckgrenze festgestellt werden.

In der Gruppe um LIU u. a. (2012) erfolgten Torsions- und Zugexperimente an polykristallinen Kupfermikrodrähten mit Durchmessern von 18 – $105\mu\text{m}$. Die Drähte verfügten bei allen Durchmessern über eine vergleichbare Korngröße, weshalb der Einfluss des Hall-Petch Effekts als gering angesehen wurde. In diesem Aufbau erfolgte die Bestimmung des Torsionsmoments ebenfalls wie bei W.-Y. LU und SONG (2011) über die Erfassung eines Verdrehwinkels eines kalibrierten Drahtes. Der Verdrehwinkel wurde dabei mittels einer Beobachtung eines Laserreflexionspunktes auf einem an dem Draht angebrachten Targets bestimmt. Es wurden in der Torsion höhere Fließspannungen bei kleineren Durchmessern gemessen, welche in dem Ausmaß bei Zugversuchen an gleichen Drähten nicht auftraten. Der Vergleich der Ergebnisse der Zugversuche mit den Ergebnissen der Torsionsversuche zeigt, dass die Probenabmessungen, das Gefüge und der Dehnungsgradient in der Torsion einen Einfluss haben. In weiteren Untersuchungen an Kupferdrähten (LIU u. a., 2017; LIU u. a., 2013) mit Durchmessern von 20 – $50\mu\text{m}$ wurde ebenfalls eine Zunahme der Fließspannung und der Fließgrenze bei abnehmenden Radien beobachtet. Eine zunehmende Verfestigung in Drähten wurde ebenfalls festgestellt, jedoch war die Größenabhängigkeit des Verfestigungsverhaltens geringer ausgeprägt als bei FLECK u. a. (1994).

Die Untersuchungen von LIU wurden fortgesetzt von GAN u. a. (2014), welche Torsions- und Zugexperimente an Golddrähten mit Durchmessern von 20 und 50 μm vornahmen, um den Einfluss des Hall-Petch Effektes und des Dehnungsgradienten auf die Streckgrenze zu untersuchen. Die Drähte wurden bei unterschiedlichen Temperaturen wärmebehandelt, um unterschiedliche Korngrößen in den Drähten zu erhalten. Bei den Golddrähten eines Durchmessers von 20 μm wurden sechs Drähte mit Korngrößen von 0,63 bis 8,93 μm Durchmesser untersucht, bei den Golddrähten eines Durchmessers von 50 μm wurden sechs Drähte mit Korngrößen von 0,49 bis 12,74 μm Durchmesser untersucht. In den Untersuchungen stellte sich heraus, dass in Proben mit einer Korngröße unter 2,5 μm der Hall-Petch-Effekt dominiert, wohingegen in quasi-einkristallinen Proben, deren Korngrößen vergleichbar sind mit den Drahtdurchmessern, der Dehnungsgradient ausschlaggebend ist.

Am Institut für angewandte Materialien - Werkstoff- und Biomechanik des Karlsruher Instituts für Technologie wurde ein Torsionsaufbau konstruiert, welcher das Torsionsmoment in einem Draht über Kraftsensoren eines Rasterkraftmikroskops bestimmt (WALTER und KRAFT, 2011). Die Kraftsensoren berührten dabei einen Balken, welcher quer an den Draht geklebt war. Mit dieser Torsionmaschine wurden Torsionsversuche an Gold und Aluminiumdrähten der Durchmesser 12,5 – 60 μm bewerkstelligt (Y. CHEN u. a., 2013). Dabei wurden die Glühparameter zur Präparation der Drähte variiert, sodass Drähte mit verschiedenen Korngrößen vorlagen. In den Ergebnissen zeigte sich, dass Drähte mit unterschiedlichen Durchmessern aber vergleichbaren Korngrößen Unterschiede in ihrem Verfestigungsverhalten zeigten. Als Grund wurde die Tatsache genannt, dass bei unterschiedlichen Drahtdurchmessern bei gleicher Korngröße eine unterschiedliche Versetzungsdichte vorlag, welche auf die unterschiedliche Textur der Drähte bei der Drahtherstellung zurückzuführen war. In einem ersten Schritt zur spezifischen Auswahl der Glühparameter wurde das mechanische Verhalten der

Drähte unter Zugbelastung untersucht. Basierend auf den Ergebnissen der Zugversuche wurden Drähte mit unterschiedlichen Durchmessern so ausgewählt, dass sie unter Zugbelastung ein ähnliches Verhalten aufwiesen, um sie anschließend mit den Ergebnissen von Torsionsversuchen zu vergleichen (Y. CHEN, 2013; Y. CHEN u. a., 2015, 2013). Im Vergleich der Ergebnisse der beiden Belastungsarten wurden Größeneffekte unter Torsionsbelastung, insbesondere in einem ausgeprägteren Verfestigungsverhalten in Drähten geringeren Durchmessers, beobachtet, welche unter Zugbelastung in einem signifikant geringen Umfang auftraten. Als Erklärung der Größenabhängigkeit wurden neben dem Dehnungsgradienten mögliche Unterschiede im Gefüge der Drähte genannt (Y. CHEN u. a., 2015).

HUGHES u. a. (2000) erstellten Transmissionselektronenmikroskopaufnahmen an Proben aus Ni + 60 wt % Co, welche bei Raumtemperatur tordiert wurden. In den Aufnahmen waren Versetzungsgrenzen zu beobachten, die entlang von zwei Richtungen nahezu parallel zu den $\langle 111 \rangle$ -Ebenen angeordnet waren. Durch die Versetzungsgrenzen wurde ein kariertes Muster gebildet, wobei die Versetzungsgrenzen Bereiche unterschiedlicher Orientierungen voneinander abgrenzten.

2.4.2 Simulationsergebnisse

Das größenabhängige Verfestigungsverhalten, welches in mehreren der oben aufgeführten Experimente beobachtet wurde, wird in der Regel zumindest teilweise auf polare Versetzungen zurückgeführt. Um die experimentellen Ergebnisse in Bezug auf das Verformungs- bzw. das Versetzungsverhalten in kfz-Kristallen unter Torsionsbelastung interpretieren zu können, wurden bis dato unterschiedliche Simulationen durchgeführt.

In der Gruppe um Y. CHEN u. a. (2014) wurden Finite-Elemente-Simulationen mittels ABAQUS/STANDARD durchgeführt, in welchen der Dehnungsgradi-

ent und die Kristallplastizität berücksichtigt wurden. Bei der Probe handelte es sich um einen Kupferdraht, welcher entlang der $\langle 100 \rangle$ -Orientierung bezüglich der Drahtachse tordiert wurde. Die Drähte hatten einen Durchmesser von $20\mu\text{m}$ bei einer Länge von $160\mu\text{m}$ bzw. einen Durchmesser von $80\mu\text{m}$ bei einer Länge von $480\mu\text{m}$. Das normierte Torsionsmoment wurde gegen die Scherspannung aufgetragen, um die Ergebnisse mit vorhergehenden experimentellen Ergebnissen (FLECK u. a., 1994; LIU u. a., 2013) vergleichen zu können. In der axialen Verschiebung und der Vergleichsspannung war eine Vierfachsymmetrie in dem Drahtquerschnitt zu erkennen. Eindeutige Rückschlüsse aus den Verteilungen dieser Werte auf die sich ausbildenden Versetzungsstrukturen ließen sich aus den Ergebnissen nicht ziehen.

Simulationen zu oligokristallinen Drähten unter Anwendung einer Einkristall-Dehnungsgradienten-Plastizitätstheorie, die in einem Finite-Elemente-Code implementiert ist, erfolgten durch BAYERSCHEN u. a. (2014). Die Drähte in der Simulation bestanden aus Körnern mit $\langle 100 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung bezüglich der Drahtachse unter Torsionsbelastung. Als Vergleichsgröße dienten experimentelle Daten von Y. CHEN u. a. (2013). In dem Modell wurde der Größeneffekt gegenüber den experimentellen Daten unterschätzt.

KALUZA und LE (2011) berechneten die Versetzungsverteilung in tordierten Einkristallen mittels einer Kontinuumsversetzungstheorie. Der Einkristall weist in ihren Simulationen einen runden Querschnitt auf. In ihrem Ansatz umfasst die freie Energie einer Versetzungsstruktur eine Komponente, deren Energie logarithmisch von der skalaren Versetzungsdichte abhängt. In den Simulationen wird angenommen, dass sich bei einsetzender plastischer Verformung Schraubenversetzungen bilden, deren Burgersvektoren \vec{b} parallel oder antiparallel zur Drahtachse ausgerichtet sind. Unter einer aufgetragenen Scherbelastung bewegen sich Schraubenversetzungen mit ei-

nem positiven Vorzeichen im Querschnitt in Richtung des Drahtzentrums, während sich Schraubenversetzungen mit einem negativen Vorzeichen nach außen bewegen und aus einer freien Oberfläche des Einkristalls austreten. Schraubenversetzungen mit einem positiven Vorzeichen, bewegen sich ausgehend von der freien Oberfläche unter der aufgetragenen Schubspannung in das Zentrum des Drahtes. Es ergaben sich die höchsten Versetzungsdichten im Zentrum der Probe. Am Rand bildete sich ein versetzungsfreier Bereich. Mit einer zunehmenden Verdrehung des Drahtes nahm der versetzungsfreie Bereich des Drahtes ab.

LE und PIAO (2016) führten Simulationen mit einer kontinuierlichen Versetzungstheorie (CDT, engl.: continuum dislocation theory (CDT)) an einkristallinen Rundstäben unter Torsionsbelastung durch. In den Simulationen wurde die Versetzungsverteilung in Abhängigkeit von dem aufgetragenen Drehmoment bestimmt. Für die Versetzungen wurde angenommen, dass es sich hierbei ausschließlich um Schraubenversetzungen handelt. Bei einer Abwesenheit des Drehmoments wurde eine gleichmäßige Versetzungsverteilung festgestellt. Mit dem Aufbringen eines Drehmoments bildeten sich zwei versetzungsfreie Bereiche aus, wobei es sich um einen elastischen Bereich im Zentrum der Probe und einen Bereich am äußeren Rand der Probe handelt. Zwischen den beiden Bereichen bildete sich ein Bereich einer höheren Versetzungsdichte aus. Mit zunehmender Verwindung des Rundstabs nahmen die versetzungsfreien Bereiche im Zentrum und am Rand ab.

Bei der Analyse der plastischen Verformung von Kupferdrähten mittels einer thermodynamischen Versetzungstheorie konnten sie die experimentellen Ergebnisse von LIU u. a. (2012) reproduzieren (LE und PIAO, 2019a; LE und PIAO, 2019b). Den in den Kurvenverläufen zu beobachtenden Größeneffekt in Bezug auf das Verfestigungsverhalten führten sie auf die Ansammlung und die Aufstauung von polaren Versetzungen im Zentrum der Proben zurück, welche zu höheren Rückspannungen in kleineren Drähten führen.

WEINBERGER und CAI (2010b) ermittelten die Ausbildung von Versetzungsstrukturen in einkristallinen Gold- und Aluminiumnanodrähten unter Torsionsbeanspruchung mittels Molekular- und Versetzungsdynamiksimulationen (WEINBERGER und CAI, 2010a,b, 2012; WEINBERGER u. a., 2012). Dabei wurden die Kristalle um die $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ -Achsen verdreht. Je nach Orientierung der Kristalle bildeten sich unterschiedliche Versetzungsstrukturen. In den Drähten, welche um die $\langle 100 \rangle$ -Achse tordiert wurden, waren rechteckige Versetzungsstrukturen im Drahtquerschnitt zu erkennen. Im Fall der $\langle 111 \rangle$ -Achse bildeten sich im Querschnitt hexagonale Strukturen von Schraubenversetzungen aus. In den Drähten mit einer $\langle 110 \rangle$ -Orientierung waren lineare Anordnungen von Versetzungen zu erkennen, welche sich parallel zur Torsionsachse anordneten.

In Torsionssimulationen mittels DDD an kubisch flächenzentrierten Metallen wurden Einkristalle um die $\langle 100 \rangle$ - und die $\langle 234 \rangle$ -Orientierung tordiert (SENGER, 2010). Für die Simulationen wurde ein quaderförmiges Modell des Einkristalls mit einem quadratischem Querschnitt herangezogen. Dabei wurde, hervorgerufen durch den Dehnungsgradienten, eine Bewegung von Schraubenversetzungen vom Rand in die Mitte des Drahtes beobachtet, wodurch es zu einem Versetzungsaufstau im Zentrum des Kristalls kam (SENGER u. a., 2011). Je nachdem, ob die Gleitebenen eher parallel oder senkrecht zur Drehachse standen, bildeten sie sich entsprechend aus. Bei einer Torsion um die $\langle 100 \rangle$ -Orientierung konzentrierte sich der Versetzungsaufstau innerhalb des Drahtquerschnitt entlang der Diagonalen in den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, sodass ein durch die Diagonalen gebildetes Kreuz im Querschnitt erkennbar war. Die Versetzungsstrukturen wurden als mögliche Kleinwinkelkorngrenzen interpretiert. Je größer der Betrag des Torsionswinkels war, desto größer war die Versetzungsdichte. Während der Verformung bewegten sich Versetzungen von Bereichen hoher Schubspannungen in Bereiche niedriger Schubspannung, und verharrten dort (SENGER u. a., 2010).

RYU u. a. (2016) führten diskrete Versetzungsdynamiksimulationen an Nanodrähten unter Torsionsbelastung durch. Die Nanodrähte wiesen ein kubisch-flächenzentriertes Gitter auf und bestanden aus Kupfer. Bei den Nanodrähten handelte es sich jeweils um einkristalline Drähte mit $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 110 \rangle$ -, $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entlang der Drahtachse. Im $\langle 110 \rangle$ -Fall bildeten sich koaxiale Versetzungslinien aus. Im $\langle 111 \rangle$ -Fall formten sich Versetzungsstrukturen auf $\langle 111 \rangle$ -Ebenen senkrecht zur Torsionsachse. Die Linien wiesen Winkel von 60 Grad untereinander auf und wurden durch den Dehnungsgradienten in die Mitte bewegt. Im $\langle 100 \rangle$ - Fall bewegten sich die Versetzungen in das Zentrum und es bildete sich eine rechteckige Versetzungsstruktur im Querschnitt.

JONES u. a. (2016) verglichen Versetzungsdichten in Kristallplastizitäts- und Versetzungsdynamiksimulationen unter Kompressions-, Scher- und Torsionsbelastung durch eine Betrachtung des Versetzungsdichtentensorfeldes. In beiden Simulationsarten wurde eine Probe mit einem quadratischen Querschnitt aus einem kubisch-flächenzentrierten Material verwendet. In den Versetzungsdynamiksimulationen zur Torsion war in Drähten mit einer $\langle 100 \rangle$ -Ausrichtung eine Multiplikation von Versetzungslinien in den Ecken des Querschnitts zu beobachten, wo unter Torsionsbelastung die höchste Spannung auftritt. Ausgehend von diesen Bereichen bewegten sich die Versetzungslinien in Bereiche niedriger Spannungen, welche sich im Inneren des Querschnitts befinden. Dadurch konzentrierten sich die Versetzungslinien entlang der Diagonalen des Querschnitts wie bei SENER u. a. (2010) entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Durch diese Konzentration wurde an den Diagonalen ein Kreuz höherer Dichten von Versetzungen gebildet. Bei den Versetzungen handelte es sich primär um Schraubenversetzungen auf verschiedenen Gleitebenen. In den Kristallplastizitätssimulationen zur Torsion wurden ebenfalls höhere Versetzungsdichten entlang der Diagonalen bestimmt, welche wie in den Versetzungsdynamiksimulationen ein Kreuz im Querschnitt der Probe bildeten, welches jedoch geringer ausgeprägt ist, als

in den Versetzungsdynamiksimulationen. Unterschiede zu den Versetzungsdynamiksimulationen ergaben sich insbesondere im Mittelpunkt des Querschnitts. Hier zeigen die Kristallplastizitätssimulationen deutlich geringere Versetzungsdichten gegenüber den Versetzungsdynamiksimulationen. Der Unterschied wurde in der fehlenden Berücksichtigung von Versetzungsbewegungen in Bereiche niedriger Schubspannungen in den Kristallplastizitätssimulationen begründet.

In Simulationen von BAYERSCHEN u. a. (2016) wurde der Einfluss der Gefügestruktur auf die Größeneffekte unter Torsionsbelastung und unter uniachsialer Belastung untersucht. Dabei wurden Golddrähte unterschiedlicher Durchmesser simuliert. Die Drähte wiesen in den Simulationen vereinfachte oligokristalline Gefügestrukturen auf, die auf den Korngrößen und Kornorientierungsverteilungen der jeweiligen Drähte aus den Untersuchungen von Y. CHEN u. a. (2015) basierten. In den Simulationen wurde festgestellt, dass sich die experimentellen Ergebnisse der Untersuchungen von Y. CHEN u. a. (2015) nur unter Berücksichtigung der Mikrostrukturen der jeweiligen Durchmesser reproduzieren lassen. Insbesondere konnte hier der im Experiment beobachtete gegenläufige Größeneffekt unter Zug- und Torsionsbelastung durch die Berücksichtigung textueller Unterschiede reproduziert werden.

LIU u. a. (2018) führten Berechnungen zu radialen Verläufen der plastischen Scherdehnung, der elastischen Scherdehnung und der polaren Versetzungsdichte in tordierten Drähten für vier unterschiedliche Scherdehnungen durch. Dabei verglichen sie Ergebnisse einer Kontinuumsversetzungstheorie mit denen einer kritischen Dichtetheorie (DUNSTAN und BUSHBY, 2004; DUNSTAN u. a., 2009). Beide Berechnungen ergaben wie bei KALUZA und LE (2011) einen versetzungsfreien Bereich am Rand des Drahtes, welcher mit steigender Scherdehnung abnahm. Die Berechnungen nach der kritischen Dichtetheorie zeigten im radialen Verlauf der plastischen Scher-

dehnung, ausgehend vom Zentrum einen Anstieg, an welchen sich ein Bereich gleich bleibender Dehnung bis zum Rand anschloss. Die Berechnungen nach der Kontinuumsversetzungstheorie zeigten einen Anstieg der plastischen Dehnung von der Mitte des Drahtes bis zu einem Maximalwert und einen Abfall zum Rand des Drahtes. Beide Berechnungen zeigten einen Bereich ohne elastische Scherung im Inneren des Drahtes, welcher sich mit zunehmender Belastung nach außen ausweitete.

ZOLLER und SCHULZ (2019a,b) untersuchten die Ausbildung der Mikrostruktur an Mikrodrähten mit einer kubisch-flächenzentrierten Kristallstruktur unter Torsionsbelastung. Die Drähte hatten eine $\langle 100 \rangle$ -Orientierung. In den Simulationen wurde ein homogenisiertes Kontinuummodell der Kristallplastizität angewandt. Für die Elastizität wurde eine Isotropie angenommen. In ihren Simulationen wurde die Verteilung der Versetzungsdichten und der Dehnungsanteile in den Mikrodrähten bestimmt. Die Versetzungsdichten wurden dabei separat für Schrauben- und für Stufenversetzungen ermittelt. Der Kristall wies zu Beginn der Simulationen keine Versetzungen auf. Unter Torsionsbelastung bildeten sich Versetzungsringe, die den Kristall an der Oberfläche verließen und sich in dem Zentrum des Drahtes aufstauten. Bei den aufgestauten Versetzungen handelte es sich hauptsächlich um polare Versetzungen, bei denen Schraubenversetzungen mit einem Anteil von 78,8% dominierten. Für die Dehnung wurde ein linearer Anstieg vom Zentrum zum Rand des Drahts ermittelt. In der radialen Verteilung der plastischen Dehnung zeigte sich ausgehend vom Zentrum des Drahts bis zu einem Umschlagspunkt ein kontinuierlicher Anstieg. Ab dem Umschlagspunkt blieb die plastische Dehnung nahezu konstant und fiel in der Nähe des Rands leicht ab. In der radialen Verteilung der elastischen Dehnung wurde im Zentrum ein minimaler Wert der elastischen Dehnung bestimmt. Ab dem besagten Umschlagspunkt stieg die elastische Dehnung linear zum Rand hin an. Die Lage des Umschlagspunkts korrelierte in den Simulationen mit der Änderung der Versetzungsdichte.

2.4.3 Auswertung von Orientierungsdaten

Für eine experimentelle Erfassung von Versetzungsstrukturen und Kleinwinkelkorngrenzen wurden Verfahren entwickelt, die auf einer Auswertung von Orientierungsänderungen in einem Kristall basieren.

In einem Verfahren von PANTLEON (2008) werden lokale Orientierungsunterschiede zwischen Messpunkten eines Oberflächenrasters erfasst und so weit ausgewertet, dass sich sechs Komponenten des Gitterkrümmungstensors (KRÖNER, 1955) bestimmen lassen. Die sechs Komponenten ermöglichen es, fünf Komponenten (HE u. a., 2008) des Versetzungsdichtetensors (NYE, 1953) sowie eine Komponentendifferenz zwischen zwei Versetzungsdichtetensoren zu bestimmen. Unter Anwendung einer linearen Optimierung mit einer Minimierung der Versetzungsdichte oder der Verzerrungsenergie an einem Messpunkt, ist es möglich, eine untere Grenze der polaren Versetzungsdichten für alle 36 Versetzungssysteme zu bestimmen. Die 36 Versetzungssysteme umfassen in einem kubisch-flächenzentriertem Kristall 24 Systeme der Stufenversetzungen und 12 Systeme der Schraubenversetzungen (BREWER u. a., 2009, S. 253).

KYSAR u. a. (2007, 2010) wandten ebenfalls einen Ansatz an, welcher auf einem Minimierungsverfahren beruhte. Er belastete die kfz-Kristalle Aluminium und Kupfer durch eine Schneide in $[00\bar{1}]$ -Richtung, wobei die Schnittkante der Schneide in $\langle 110 \rangle$ -Richtung ausgerichtet war. Entlang der (110) -Ebene wurden die Kristalle getrennt und mit EBSD gescannt. Die Anteile der Rotationen ω_1, ω_2 , deren Rotationsachsen tangential zur Schnittebene lagen, hatten einen Betrag von 0 Grad. Nur die Rotationskomponente normal zur Schnittebene ω_3 wies eine Rotation auf. Somit waren zwei der neun Komponenten des Nye-Tensors ungleich 0. Unter Vernachlässigung des Dehnungsanteils und mit Hilfe einer Minimierung der Versetzungsdich-

te der drei effektiven Gleitsysteme konnten die Versetzungsdichten der drei effektiven Gleitsysteme bestimmt werden.

LARSON u. a. (2007, 2008) bestimmten die Rotations- und Dehnungskomponenten einer zylindrisch gebogenen Siliziumprobe unter Anwendung eines 3D-Mikrolaueverfahrens, um den Nye-Tensor zu bestimmen. Das 3D-Mikrolaueverfahren ermöglichte es ihm, auch die Komponente in die Richtung der Normalen zu bestimmen, wodurch es ihm möglich war, im Gegensatz zu KYSAR u. a. (2007, 2010) und PANTLEON (2008), alle Komponenten des Nye-Tensors zu erfassen.

IRASTORZA-LANDA u. a. (2017a, 2016) und IRASTORZA-LANDA u. a. (2017b) untersuchten die Entwicklung von Versetzungsstrukturen in zyklisch scherbelaastetem einkristallinem Kupfer unter Anwendung von Röntgenbeugungsuntersuchungen nach dem Mikrolaueverfahren. Dabei wurden lokale Krümmungen des Kristallgitters um verschiedene Probenachsen kartiert.

PLANCHER (2015) führte *in situ* 4-Punkt-Biegeversuche an Fe-17.0Cr-14.6Ni-2.3Mo in Kombination mit Elektronenrückstreubeugungs- und Lauebeugungsuntersuchungen durch. Die Auswertung erfolgte unter anderem mittels hochauflösender Elektronenrückstreubeugung (HR-EBSD) und einer Bildkorrelationsuntersuchung der Lauemuster (Laue-DIC). Um Gleitebenen identifizieren zu können, projizierte er die Rotationsachse der globalen Rotation ω auf die Normalen n_p der Gleitebenen p (PLANCHER, 2015, S. 130).

2.5 Ziel der Arbeit

Nach dem jetzigen Stand der Forschung liegen kaum relevante Daten über das Verhalten von Versetzungen unter Torsionsbelastung in Einkristallen vor, welche es ermöglichen würden, Simulationsergebnisse und Annahmen über die Bildung von Versetzungsstrukturen zu überprüfen. Im Rahmen dieser Arbeit sollen mittels der Verwendung von Elektronen- und Röntgenbeugungsverfahren Rückschlüsse auf die Anordnung von Versetzungen in tordierten Einkristallen gezogen werden.

Ideal für die Untersuchung der Bildung von Versetzungsstrukturen unter Torsionsbelastung wäre eine Probe aus einem länglichen Einkristall, so dass Einflüsse durch benachbarte Kristalle ausgeschlossen werden können und die Bildung der Versetzungsstruktur somit mit einer definierten äußeren Belastung des Drahtes in Verbindung gesetzt werden kann. Eine einkristalline Drahtstruktur ist in der zur Durchführung der Torsionsversuche erforderlichen Länge nach dem jetzigen Stand der Technik jedoch nicht verfügbar. Aus diesem Grund gilt es, eine Möglichkeit zu finden, die Bildung der Versetzungsstruktur in einem Kristall unter einer minimalen Beeinflussung durch weitere Kristalle zu untersuchen. Eine geeignete Lösung kann in der Untersuchung der Versetzungsstrukturen in Körnern aus einer sogenannten Bambusstruktur gesehen werden. Bei einer Bambusstruktur handelt es sich um eine Abfolge von einkristallinen Körnern entlang einer Drahtachse. Ein einzelnes Korn ist dabei entlang der Drahtachse zwischen zwei benachbarten Körnern angeordnet. Die Mantelfläche eines einzelnen Kornes ist eine freie Oberfläche. Dies hat zur Folge, dass sich in einer Fläche quer zur Drahtachse nur ein einzelnes Korn befindet und in diesem Querschnitt keine Beeinflussungen durch Korngrenzen vorliegen. Hierdurch weist der Dehnungsgradient in genügend großem Abstand zu den begrenzenden Körnern oberhalb und unterhalb, einen identischen Verlauf wie in einem Einkristall

auf, wodurch ein jeweiliges Korn ein mit einem Einkristall vergleichbares Verformungsverhalten aufweist.

Das Ziel dieser Arbeit besteht darin, auf Basis der Untersuchung unterschiedlich stark tordierter bambusstrukturierter Mikrodrähte die Auswertung von Orientierungsdaten aus Beugungsuntersuchungen an ausgewählten Körnern methodisch weiterzuentwickeln, um somit die sich bei der Torsion bildenden Versetzungsstrukturen in Abhängigkeit des Verformungszustands zu bestimmen.

3 Experimentelle Untersuchungen

3.1 Wärmebehandlung

In dieser Arbeit wurden Golddrähte (99,99 at. %) mit $25\mu\text{m}$ Durchmesser des Herstellers Heraeus (Hanau, Deutschland) benutzt. Dabei handelte es sich um gezogene Drähte in einem sehr feinkörnigen Anlieferungszustand. Durch den Fertigungsprozess weisen die Drähte einen plastisch vorbelasteten Zustand auf.

Um eine möglichst defektfreie Probe mit der besagten Bambusstruktur zu erhalten, war es erforderlich, die Drähte in einem Quarzrohrvakuumofen bei vorbestimmten Glühparametern zu glühen. Als Grundlage für die in dieser Arbeit benutzten Glühparameter zur Erzeugung einer Bambusstruktur dienten die Glühparameter, welche im Rahmen vorangegangener Glühstudien am Institut ermittelt wurden (Y. CHEN, 2013; LAIBLE, 2009). Die durchgeführten Glühstudien ergaben, dass die gewünschte Bambusstruktur bei Golddrähten mit einem Durchmesser von $25\mu\text{m}$ bei einer Glühzeit von 144 h bei 800°C gebildet wurde.

Bei dem verwendeten Quarzrohrvakuumofen handelte es sich um ein Modell mit angeschlossener Vakuumpumpe, welche einen Unterdruck von 10^{-6} mbar in einem Quarzrohr (Heraeus 7/75) erzeugen konnte. Der Temperaturverlauf konnte durch ein in der Probenhalterung eingebautes Thermoelement erfasst und in einem angeschlossenen Rechner protokolliert wer-

den. Für das Glühen der Drähte war es erforderlich, sie in einem Rahmen zu fixieren, sodass sie an zwei Enden befestigt waren. Hierfür wurden Rahmen aus Stahldraht benutzt, wobei an den beiden am weitesten auseinanderliegenden Enden eine Erhöhung von ca. $0,5\text{cm}$ aus Zement des Typs Omega-bond 300 Air Set Cement (OMEGA Engineering, Norwalk (Connecticut), USA) aufgetragen war. Auf diesen beiden Erhöhungen wurden die zu glühenden Drähte ebenfalls mit Zement befestigt, sodass der mittlere Bereich der Drähte frei schwebte. Die Drähte waren so angebracht, dass sie leicht durchhingen. Dies war erforderlich, um Längenänderungen der beidseitig fixierten Drähte während des Glühprozesses ausgleichen zu können. Dadurch wurde eine Vorverformung der Drähte während des Abkühlens verhindert.

3.2 Torsionsversuche

Für die Torsion der Drähte wurde eine am IAM-WBM des KIT konstruierte Torsionsvorrichtung benutzt, welche in einer konventionellen Tischprüfmaschine (Z2.5 (Zwick)) eingebaut ist (Abbildung 3.1). Der zu tordierende Draht wurde hierzu in einer zweiteiligen Halterung eingespannt (Abbildung 3.2b). Das obere Element der Halterung war an der verfahrbaren Traverse der Zugmaschine fixiert. Zwischen der Traverse und dem oberen Element der Halterung befand sich eine Kraftmessdose, die die auf den Draht aufgebrachte Zugkraft erfasste. Das untere Element der Halterung war mit einem durch einen Elektromotor angetriebenen Drehtisch (M-038.PD1 (Physik Instrumente)) verbunden. Die zweiteilige Halterung wies rechteckige Vertiefungsflächen auf. Gegenüber einer jeweiligen Vertiefungsfläche ist eine Verschraubung angebracht, wobei sich beim Verschrauben ein Riegel auf die Vertiefung zubewegt. Die Vertiefungsflächen waren derart bemessen, dass ein Papierrahmen der Breite von 1cm in eine jeweilige Vertiefungsfläche gelegt werden konnte (Abbildung 3.2b).

Der besagte Papierrahmen hatte eine Breite von 1cm und eine Länge von 7cm (Abbildung 3.2a). In der Mitte des Papierrahmens befand sich ein Fenster, welches eine Länge von 5cm und eine Breite von ca. $0,8\text{cm}$ aufwies. An den beiden Längsseiten des Papierrahmens hatte der Papierrahmen Endflächen einer Größe von 1cm^2 . Der zu untersuchende Draht wurde derart in den Papierrahmen eingeklebt, dass er entlang der Längsrichtung im Papierrahmen zentriert war. Um eine genaue Ausrichtung des Drahtes zu ermöglichen, erfolgte das Einkleben des Drahtes mit Hilfe einer speziell gefertigten Schablone unter einem Mikroskop. Im Anschluß wurde zur späteren Bestimmung des Torsionsmoments noch ein metallischer Querbalken auf definierter Höhe auf dem Draht befestigt.

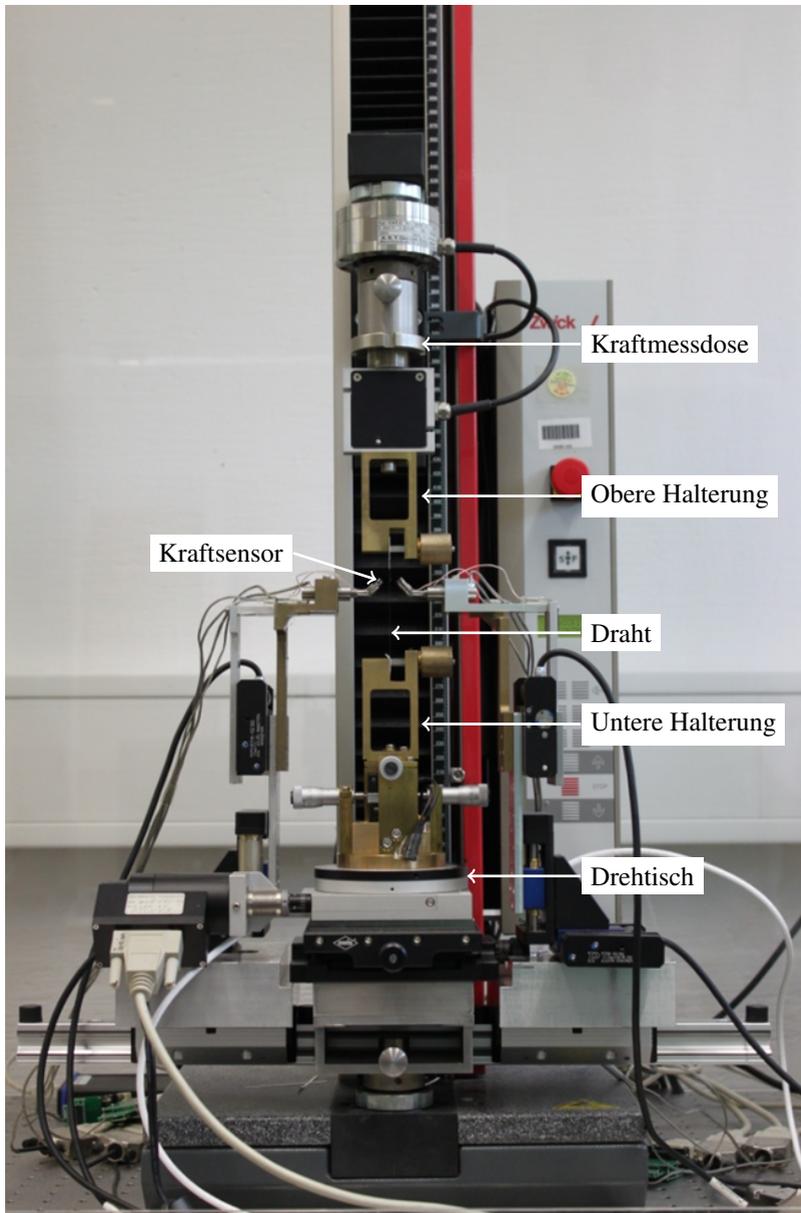


Abbildung 3.1: Ex-situ Torsionsaufbau
(Mit freundlicher Genehmigung von Dr. Mario Walter.)

Zum Einbau des Drahtes in die Prüfvorrichtung wurden die Traversen der Zugmaschine soweit zusammengefahren, dass die Endflächen des Papierrahmens in den dazugehörigen Vertiefungsflächen der Haltevorrichtung lagen. Die Enden des Papierrahmens wurden anschließend mittels der Riegel unter minimaler Drucklast fixiert. Die Haltevorrichtung war so ausgerichtet, dass ein entlang der Quurlänge des Papierrahmens mittig befestigter Draht in der Rotationsachse des Rotationstisches lag. Nach der Befestigung des Papierrahmens in den zugehörigen Vertiefungsflächen wurde der Papierrahmen beidseitig durchtrennt, sodass der Draht frei in der Halterung befestigt war. Um Selbigen sowohl zu Beginn, als auch während der Torsion durch den Drehtisch gerade auszurichten, wurde dann eine geringe konstante axiale Vorlast F_{Vor} angelegt und anschließend der Torsionsversuch gestartet.

Für die Bestimmung des Torsionsmoments wurden je nach Drahtdicke Kraftmessspitzen des Typs FMT 120 bzw. FMT 400 (Kleindiek Nanotechnik) verwendet (Abbildung 3.1). Diese befanden sich auf verfahrbaren Halterungen, die es ermöglichten, die Kraftmessspitzen durch Elektromotoren an einen jeweiligen Anliegepunkt des Querbalken zu fahren, bis sie in einem Abstand a_t zur Drahtachse auf dem Querbalken auflagen. Während der Verdrehung des Drahtes, wurde der Querbalken gegen die Kraftmessspitzen gedrückt, und die Kraft F_t gemessen, die dabei durch den Querbalken auf die jeweiligen Kraftmessspitzen ausgeübt wurde. Aus dem Abstand a_t der Anliegepunkte zur Drahtachse konnte so das Torsionsmoment M_t bestimmt werden:

$$M_t = F_t a_t. \quad (3.1)$$

Für eine weiterführende Beschreibung der Torsionsmaschine und des Messverfahrens wird auf WALTER u. a. (2011) sowie WALTER und KRAFT (2011) verwiesen. Während dieser Arbeit erfolgte keine Aufzeichnung des Torsi-

onsmoments, weil es primär darum ging, Verformungs- bzw. Versetzungsstrukturen bei unterschiedlichen plastischen Deformationsgraden zu ermitteln. Zur Festlegung Selbiger, konnte auf Torsionskurven vorangegangener Versuche zurückgegriffen werden (Bild 3.3 aus Y. CHEN u. a., 2015).

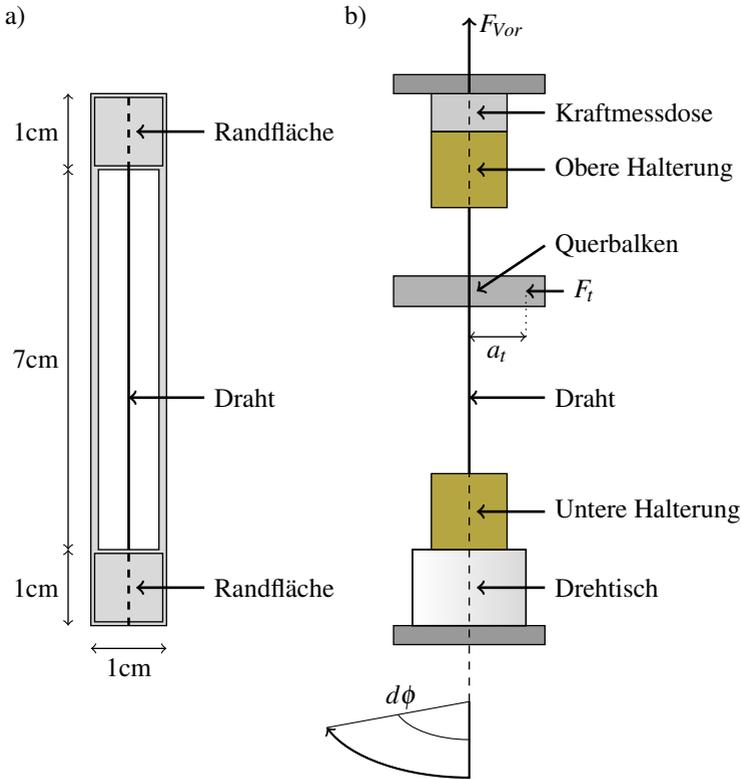


Abbildung 3.2: a) Papprahmen b) Schematische Darstellung der Torsionsmaschine und der Probenhalterung.

Sämtliche Torsionsexperimente wurden mit einer Winkelgeschwindigkeit von 0.086 rad/s durchgeführt. Der für die gewünschte plastische Verformung $\gamma_{R,pl}$ am Rand notwendige Winkel $d\phi$ wurde nach Gleichung 3.2 berechnet:

$$\gamma_R = R \frac{d\phi}{l}. \quad (3.2)$$

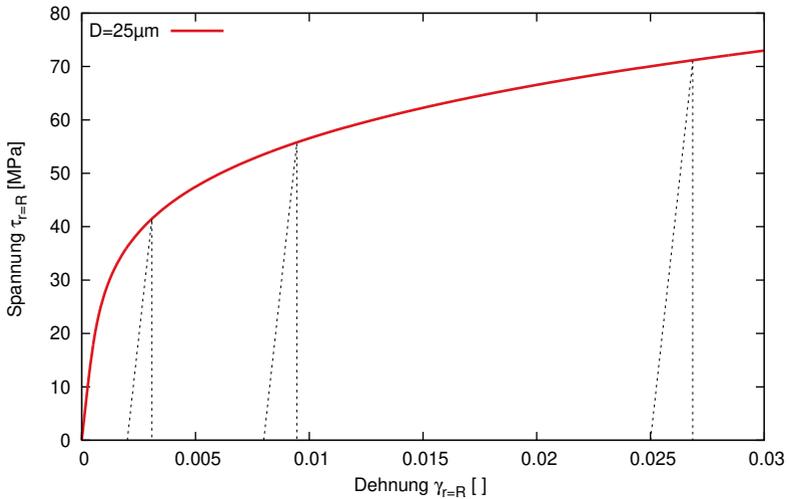


Abbildung 3.3: Torsionskurve eines bambusstrukturierten Golddrahtes mit einem Durchmesser von $25\mu\text{m}$ (Daten aus Y. CHEN u. a., 2015).

Nach Erreichen der gewünschten Schubdehnung wurde der Draht mit Hilfe einer Pinzettenschere durchtrennt und anschließend aus der Torsionsmaschine entnommen.

3.3 Probenpräparation

Die Untersuchung der Mikrostruktur der Proben erfolgte mittels Elektronenmikroskopie und Röntgenbeugung. Die Untersuchungen wurden an Längs- und Querschnitten der Proben durchgeführt. Diese wurden durch Abtragen von Material mit einem fokussierten Ionenstrahl (FIB focussed ion beam) unter Verwendung von Ga^+ -Ionen hergestellt. Hierbei wurden die Ga^+ -Ionen mit einer Spannung von $30kV$ beschleunigt, um durch elastische Stöße Material von der Probe abzutragen. Die Probenpräparation und die Mikrostrukturuntersuchungen erfolgten in einem Nova NanoLab 200 (FEI Company, Hillsboro, Oregon, Vereinigte Staaten) Zweistrahlmikroskop, welches zusätzlich mit einem Detektor für Elektronenrückstreuung (Oxford Instruments, Abingdon, Vereinigtes Königreich) ausgerüstet ist. Bei dem Zweistrahlmikroskop handelt es sich um ein Rasterelektronenmikroskop mit einer zusätzlich integrierten Ga^+ -Ionenstrahlquelle. Als Elektronenquelle dient eine Feldemissionkathode.

Um die Drähte im Mikroskop präparieren und untersuchen zu können, war es notwendig, die tordierten Drähte unter Verwendung einer Pinzettenschere in ca. 1 cm lange Stücke zu teilen und auf speziell dafür angefertigte Probenhalter unter Einsatz von Leitsilber zu kleben. Für die Präparation und die Untersuchung von Quer- und Längsschnitten wurden zwei unterschiedliche Arten von Probenhaltern verwendet. Bei den Probenhaltern handelte es sich um zurechtgefäßte Stiftprobenteller aus Aluminium (siehe Abbildung 3.4). Für die Querschnittspräparation wurden REM-Stiftprobenteller des Modells G399 (Plano (Wetzlar, Deutschland)) verwendet. Zur Präparation und Untersuchung der Längsschnitte wurden Stiftprobenteller des Modells G301 (Plano (Wetzlar, Deutschland)) eingesetzt. Die Abmessungen wurden derart gewählt, dass es möglich war, die Stiftprobenteller um einen Winkel von 52 Grad zur Horizontalen zu kippen, um eine Ausrichtung der Proben zu der Ga^+ -Ionenquelle zu ermöglichen. Somit konnten durch Materialabtragung

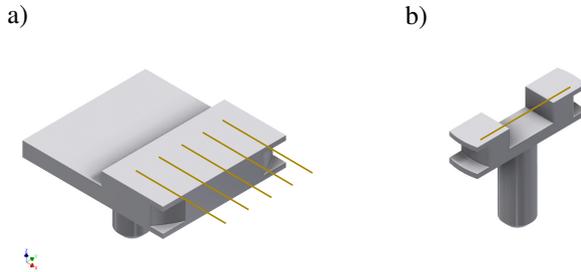


Abbildung 3.4: a) Probenhalter für Querschnittsuntersuchungen. b) Probenhalter für Längsschnittuntersuchungen. Die technischen Zeichnungen C.1, C.2 der Probenhalter befinden sich in Anhang C.

der zu untersuchende Quer- bzw. Längsschnitt freigelegt werden. Ebenso war es möglich, die Probe um einen Winkel von ca. 70 Grad zur Horizontalen zu kippen. Dabei handelt es sich um den Winkel, den die Oberfläche der Probe während der Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen aufweisen muss. Durch die gewählten Abmessungen ist eine Änderung des Kippwinkels ohne eine Abschattungs- oder Kollisionsgefahr bezüglich der in der Vakuumkammer des Elektronenmikroskops befindlichen Detektoren oder Quellen möglich. Dabei wurde darauf geachtet, dass zwischen der Präparation der Proben mit dem Ionenstrahl und den Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen kein Austausch der Tellerhalterung erforderlich war. Neben dem zeitlichen Vorteil befand sich die präparierte Schnittfläche bis zur Erfassung durchgehend im Vakuum, wodurch eine Kontamination der Fläche verhindert wurde. Eine Kontamination an der Luft, welche unter anderem durch eine Anlagerung von Wasser entstehen kann, hat zur Folge, dass die Kontraste der Elektronenrückstreubeugungsmuster reduziert werden, sodass die Genauigkeit der Indizierung verringert wird.

Der Probenhalter für die Querschnittsuntersuchungen (Abbildung 3.4a) wies eine quaderförmige Grundfläche auf. Statt einer mittig angeordneten

Position befand sich der Stift unter der abgesenkten Fläche. Dadurch ergab sich der Vorteil, dass der mit den Proben bestückte Bereich des Halters nach vorne in Richtung der Detektoren verschoben war. Somit ragten auch die Drähte nach vorne, wodurch das Risiko von Abschattungen minimiert wurde.

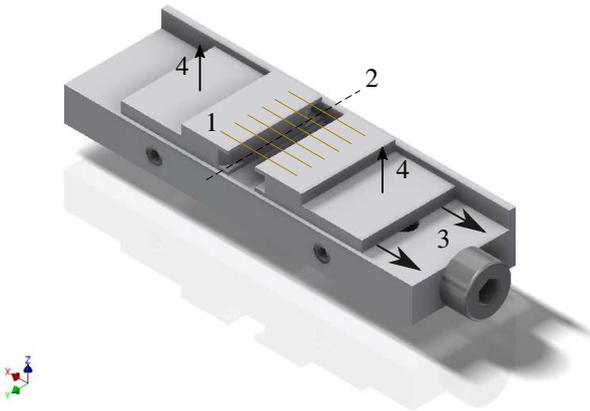


Abbildung 3.5: Zwei Querschnittsprobenhalter auf dem Präparationshalter. Zur Präparation wurden zwei Probenhalter in einem Abstand von 2 mm in den Präparationshalter gesetzt und mit Schrauben arretiert. Anschließend wurden die tordierten Golddrähte auf die Probenhalter geklebt (1). Mit dem Ionenstrahl wurden die Drähte nacheinander im mittleren Bereich getrennt (2). Nach Trennung der Drähte wurden die Schrauben gelockert und der in dem Langloch angebrachte Probenhalter von dem anderen Probenhalter wegbewegt (3). Anschließend wurden beide Probenhalter aus dem Präparationshalter entnommen (4). Die technische Zeichnung C.3 des Präparationshalters befindet sich in Anhang C.

Im Fall der Querschnittsproben ergab sich die Problematik, dass es notwendig war, den Draht zu durchtrennen ohne den Bereich des Schnitts mechanisch zu belasten. Aus diesem Grund wurde hier, die Präparation ebenfalls in zwei Schritten durchgeführt. Der erste Schritt bestand in der Trennung eines Drahtes. Zu diesem Zweck wurde eine Präparationshalterung (Ab-

bildung 3.5) für jeweils zwei gegenüberliegend angeordnete Probenhalterungen konstruiert. Ein Draht wurde dabei mit seinen Enden auf die jeweils erhöht gelegenen Flächen der Probenhalter geklebt, sodass der Rest des Drahtes zwischen beiden Probenhaltern hing. Im mittleren Bereich der Drähte wurde dann jeweils eine Länge von $100\mu\text{m}$ mittels des Ionenstrahls entfernt. Danach wurden die Feststellschrauben der Präparationshalterung gelöst und die Probenhalter konnten entnommen werden. Das Entnehmen erfolgte durch das laterale Verschieben eines der Probenhalter nach hinten. Dazu musste eine Schraube gelockert werden, welche den Stift der Probenhalterung arretierte. Durch das Herausdrehen der Schraube wurde ein Langloch frei, das den Stift der Probenhalterung während der Bewegung führte. Seitlich neben den Probenhaltern befand sich eine Führerhebung, welche eine Rotation eines der Probenhalter verhinderte. Das angeführte Verfahren war notwendig, um Berührungen der Drähte während einer Entnahme zu vermeiden.

Der Probenhalter für Längsschnittproben (Abbildung 3.4b) wies eine Vertiefung auf. Eine zu untersuchende Probe wurde mittels Leitsilber auf den beiden Flächen neben der Vertiefung festgeklebt, sodass der Draht über der Vertiefung hing. Somit war es möglich, den Mantelbereich aus einem größeren Winkelbereich zu beobachten und Abschattungen bei EBSD-Untersuchungen sowie die Erzeugung von Untergrundmustern bei den Röntgenuntersuchungen zu vermeiden. Am Rand wurden die Reste der Tellervertiefungen beibehalten, wodurch der Probenhalter weiterhin mit einer Tellerpinzette gehalten werden konnte.

Zur Auswahl eines zu untersuchenden Kornes erfolgte in einem ersten Schritt ein EBSD-Scan entlang des Drahtes (Abbildung 3.6), um die Orientierung der einzelnen Körner bezogen auf die Hauptdrahtachse zu bestimmen. Bei Längsschnitten wurde ungefähr die Hälfte des Drahtes mit Hilfe des Ionenstrahls abgetragen (Abbildung 3.6b). Um spätere Abschattungen der rück-

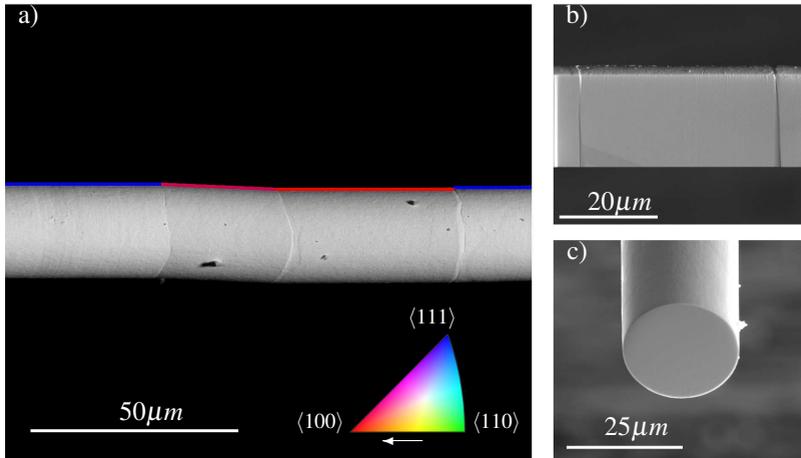


Abbildung 3.6: Präparation der Proben im Zweistrahlmikroskop: a) Bestimmung der Kornorientierung mittels Elektronenrückstreubeugung (schematisch). b) Längsschnitt entlang eines Kornes und angrenzender Nachbarkörner. c) Querschnitt durch ein Korn.

gestreuten Elektronen zu vermeiden, war es notwendig, zusätzlich Bereiche der Nachbarkörner mit abzutragen. Dabei ergab sich des Öfteren die Problematik, dass sich aufgrund der unterschiedlichen Kornorientierungen verschiedene Abtragungsraten ergaben (VOLKERT und MINOR, 2007). Dies hatte zur Folge, dass in Körnern mit geringer Abtragungsrate das Material bis zur Mitte noch nicht vollständig abgetragen war, wohingegen es bei Körnern mit hoher Abtragungsrate zu einer Abrundung der oberen Kante kommen konnte.

Aus diesem Grund lief der Schnitt in zwei Schritten ab, wobei der erste Abtrag mit einer hohen Stromstärke von 20nA bei 30kV Beschleunigungsspannung bis zum Ende des ersten Drittels des Drahtdurchmessers erfolgte. Im zweiten Schritt wurde die Stromstärke reduziert, was eine bessere Fokussierung ermöglichte. Dadurch wurde die Abrundung der oberen Kante minimiert. Als Schnitttiefe wurden Werte gewählt, die ca. dem 1,5-fachen

Durchmesser der Probe entsprachen. Somit wurde sichergestellt, dass auch in einem Korn mit geringer Abtragungsrate die notwendige Abtragungstiefe erreicht werden konnte. Die Problematik der unterschiedlichen Abtragungsraten stellte sich nicht nur in Schnitten über mehrere Körner hinweg dar, sondern auch in Körnern, deren Orientierung sich entlang der Drahtachse auf Basis der Verdrillung in einem höheren Ausmaß änderte. Dies betraf hauptsächlich torsionsweiche Körner mit einer $\langle 111 \rangle$ -Orientierung.

Bei Querschnitten bestand die Aufgabe darin, eine geeigneten Stelle für einen Schnitt zu finden. Dazu wurde der Draht seitlich mit rückgestreuten Elektronen (BSE) oder Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen analysiert. Durch die Kontraste zwischen verschiedenen Körnern welche in Abhängigkeit der Orientierung der Körner aufgrund des Gitterführungseffekts (engl.: Channeling) auftraten, ließen sich die einzelnen Körner, sowie Zwillinge erkennen, sodass es möglich war, schadensfreie Körner mit einer ausreichenden Länge von mindestens $30\mu\text{m}$ zu identifizieren (Abbildung 3.6b).

Bei geeigneten Körnern wurde dann Material des Drahtes vom freistehenden Ende ausgehend unter Anwendung des Ionenstrahls in mehreren Schritten abgetragen. In einem ersten Schritt wurde der Draht bis auf einen Abstand von ca. $10\mu\text{m}$ zu dem Bereich des vorgesehenen Querschnitts mit einer höheren Stromstärke von 20nA bei 30kV Beschleunigungsspannung abgetragen. Das Abtragen erfolgte in einem Feinschnittmodus (Cleaning Cross Section Modus). Dabei wurde eine Schnittfläche am Drahtende ausgewählt und der Ionenstrahl so lange auf eine Schnittkante am freistehenden Ende des Drahtes gerichtet, bis das Material abgetragen war. Im folgenden Schritt verschob sich die Schnittkante in Richtung des Drahtes, um weiteres Material abzutragen. Die Schnittkante verschob sich sequentiell, bis sie das Ende der Schnittfläche erreichte.

Nach Erreichen des gewünschten Abstands zum Querschnitt erfolgte der Materialabtrag im regulärem Schnittverfahren (Regular Cross Section Modus), in welchem das Material nicht sequentiell wie im Feinschnittmodus entlang der Schnittkante, sondern gleichmäßig über den ganzen Schnittbereich abgetragen wurde. Der Ionenstrahl wies hier eine Stromstärke von ca. 1nA bei 30kV auf. Somit konnte eine schärfere Kante als im vorherigen Schnitt erzeugt werden. Die Schrittgröße des Abtrags wurde derart eingestellt, dass sich benachbarte Punkte in ihrer Fläche zu 80% überlappten, um eine Rillenbildung aufgrund des in Unterabschnitt 2.3.3 beschriebenen Wasserfalleffekts zu vermeiden. Nach dem Polieren wurden die Querschnittsflächen mit der Bildaufnahmefunktion mittels sekundärer Elektronen untersucht. Waren doch Rillen zu beobachten, erfolgte ein erneutes Polieren.

3.4 Beugungsuntersuchungen

Im Rahmen dieser Arbeit erfolgten zur Bestimmung der Gitterorientierung Beugungsuntersuchungen mittels Laue- und Röntgenuntersuchungen, deren Durchführung in diesem Kapitel eingehend erläutert wird.

Um Röntgenstrahlung einer hohen Brillianz und einer Halbwertsbreite im Submikrometerbereich zu erhalten, wurden die Röntgenbeugungsuntersuchungen an Synchrotronstrahllinien durchgeführt. Die Probe und der Detektor sind für die Laue-Untersuchungen in Reflexionsgeometrie angeordnet. Dies bedeutet, dass der einfallende Strahl in einem Winkel von $\theta = 45^\circ$ auf die Probe trifft wie in Abbildung 3.7 zu sehen.

3.4.1 Laue-Untersuchung an der Synchrotronstrahllinie CRG-IF BM32 der ESRF

Zwecks Positionierung ist die Probe auf einem xyz-Verfahrtisch relativ zum Strahl angebracht, wodurch die Position der Probe verändert werden kann. Während der Messung befindet sich das Streuzentrum der Probe in einem Abstand d_d zum Detektor. Um die Probe abrastern zu können, wird die Probe mittels des Verfahrtischs schrittweise bewegt, so dass der einfallende Strahl den zu untersuchenden Bereich abtastet. Der Winkel zwischen dem einfallenden Strahl und dem Normalenvektor der Detektorfläche beträgt $2\theta = 90^\circ$. Die gebeugten Strahlen treffen auf einen Flächendetektor und werden von diesem als Beugungspunkte detektiert.

Für die Bestimmung der Streuvektoren $\Delta\hat{\mathbf{k}}$ ist die genaue Kenntnis der geometrischen Parameter notwendig. Die Richtung des einfallenden Wellenvektors $\hat{\mathbf{k}}$ ist bekannt. Für die Bestimmung der Richtungen der Wellenvektoren der gebeugten Strahlen $\hat{\mathbf{k}}'$ aus den Positionen der Beugungspunkte auf der

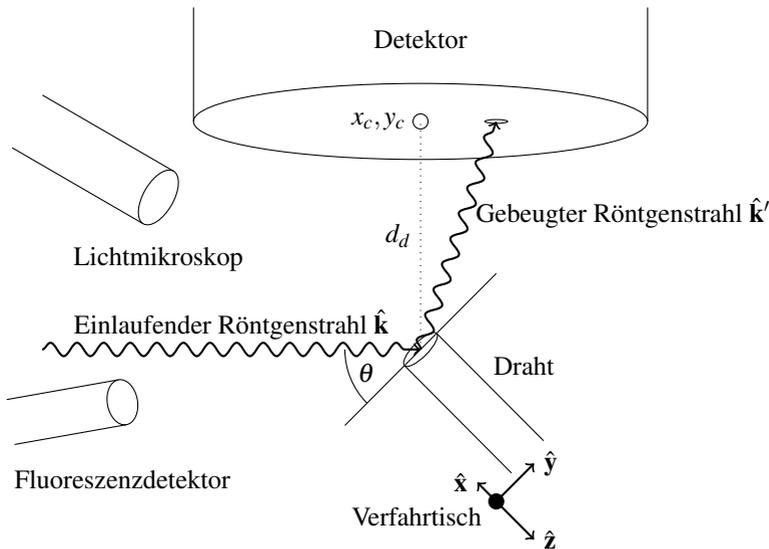


Abbildung 3.7: Schematischer Aufbau für Laue-Untersuchungen mit Reflektionsgeometrie (vgl. TAMURA, 2014, S. 134).

Detektorfläche, war die Kenntnis des Abstands d_d zwischen dem Detektor und dem Streuzentrum sowie die Lage des Zentrums der Detektorfläche bezogen auf das Streuzentrum erforderlich. Diese Werte wurden mittels eines Kalibrationsverfahrens ermittelt. Im Rahmen des Verfahrens wurden die groben Maße des Aufbaus als erste Näherungswerte verwendet. Die genaue Bestimmung der Werte erfolgte in einem iterativen Verfahren mit Hilfe sogenannter Eichkristalle (TAMURA u. a., 2003). Idealerweise handelt es sich bei einem Eichkristall um einen eigenspannungsfreien Kristall mit einer möglichst großen Gitterkonstante und einer hohen Streuzahl. Üblicherweise werden hierfür Halbleiterkristalle wie Silizium oder Germanium verwendet.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Kalibrationen mit einem Germaniumkristall durchgeführt. Die Auswertung der Daten erfolgte mit dem Pro-

gramm XMAS (X-ray Microdiffraction Analysis Software) Version 5 (TAMURA, 2014, 2013; TAMURA u. a., 2003).

Nach der Aufnahme der Beugungsmuster der Eichkristalle erfolgte der Einbau der Proben. Für den Scan der Flächen war es notwendig, die Oberfläche der zu untersuchenden Probe mittels des Verfahrtes genau in den Strahlfokus zu positionieren. Hierfür wurden im ersten Schritt Lichtmikroskope benutzt. Danach erfolgte die Feineinstellung der Randkoordinaten des zu scannenden Bereichs. Hierfür rasterete der Röntgenstrahl den Bereich der Probe ab, wobei das materialspezifische Fluoreszenzsignal mit einem Fluoreszenzdetektor für jeden Messpunkt aufgezeichnet wurde. Anhand der Kartierung der Intensität des Fluoreszenzsignals war es möglich, die Umrisse des Drahtes zu erkennen und somit die Koordinaten des zu scannenden Bereichs zu ermitteln. Die Koordinaten wurden dann zur Durchführung der Untersuchung eingegeben und die Laue-Untersuchung gestartet.

3.4.2 Messaufbau

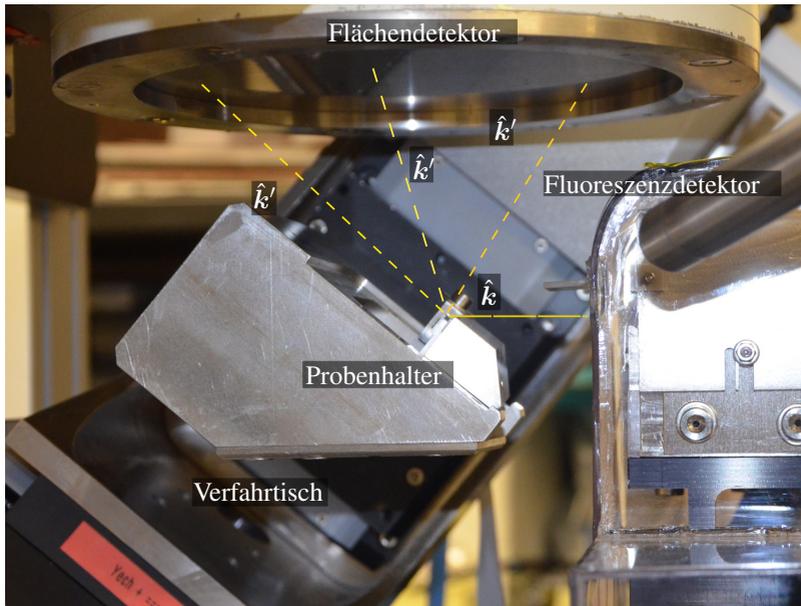


Abbildung 3.8: Aufbau an der Beamline BM32 der ESRF
(Mit freundlicher Genehmigung von Nataliya Malyar (MPIE)).

Die Untersuchungen erfolgten im März 2015 an der Beamline CRG-IF BM32 der European Synchrotron Radiation Facility in Grenoble (Frankreich) während der Versuchszeit MA-2266 und wurden unter der Leitung von Herrn Dr. Christoph Kirchlechner durchgeführt. Der Strahl umfasste ein Spektrum von $5 - 25\text{keV}$. Bei dem verwendeten Flächendetektor handelte es sich um einen MarCCD 165 (Mar USA, Inc., (Evanston, Illinois, Vereinigte Staaten)). Dieser verfügte über einen Durchmesser von 165mm und befand sich in einem Arbeitsabstand d_d von ca. 70mm über der Probe. Der Verfahrtisch umfasste einzelne Translationspositionierer des Typs M-511-DD (Physik Instrumente, Karlsruhe, Deutschland), die aneinander gekoppelt eine exakte Positionierung der Probe in alle drei Richtungen er-

möglichten. Der Gesamtverfahrweg eines Lineartisches betrug 25mm bei einer Anfahrngenauigkeit von $0,1\mu\text{m}$. Zur Aufnahme von Fluoreszenzsignalen wurde ein Fluoreszenzdetektor des Typs Röntec SDD (Röntec AG, Berlin, Deutschland) verwendet. Die Halbwertsbreite des Strahls lag bei $0,5\mu\text{m} \cdot 0,5\mu\text{m}$. Die Kalibrierung zur Bestimmung der Probenanordnung bezüglich des Detektors erfolgte im März 2015 mittels eines Germaniumkristalls (vgl. Tabelle 3.1). Das Lichtmikroskop umfasste ein 50-fach Objektiv des Typs 378-805-2 (Mitutoyo, Kawasaki, Japan) mit einer mororisierten Linse des Typs 12× Ultra Zoom (NAVITAR, Rochester, New York, Vereinigte Staaten) auf einer HR50 Kamera (SONY, Tokio, Japan). Das Lichtmikroskop deckte einen kontinuierlichen Aufnahmebereich von $20\mu\text{m} \cdot 30\mu\text{m}$ bis $200\mu\text{m} \cdot 300\mu\text{m}$ ab.

Details zum Versuchsaufbau: KIRCHLECHNER u. a. (2011); ULRICH u. a. (2011) und ROBACH u. a. (2014, S. 159).

d_d [mm]	71,58482
x_c	1038,04468
y_c	943,23401
dpsx	165,00000
dpsy	165,00000
Pixel	2048 x 2048
pitch π	0,76522
yaw ρ	1,28000
roll ν	0,00000

Tabelle 3.1: Kalibrationsdaten der Laue-Untersuchung im März 2015 an der BM32 des ESRF

3.4.3 Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen

Die Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen erfolgten in dem Zweistrahlmikroskop Nova NanoLab 200 (FEI Company, Hillsboro, Oregon, Vereinigte Staaten), in dem auch die Probenpräparation mittels Ga^+ -Ionen stattfand. Der Elektronenstrahl wurde auf eine Stromstärke von $3nA$ und eine Beschleunigungsspannung von $20kV$ eingestellt. Der Scan erfolgte bei Querschnittsuntersuchungen mit einer 8000-fachen Vergrößerung. Bei Längsschnittuntersuchungen richtete sich die Vergrößerung an der Länge der Körner aus. Der Detektorabstand zur Probe wurde auf ca. 0,48191 pattern units (Breite des Phosphorschirms) eingestellt. Die Probe wurde nach einem karierten Muster gerastert, wobei die Schrittgröße zwischen den einzelnen Messpunkten eines Rasters $0,3\mu m$ betrug.

Für die Erfassung der jeweiligen Kikuchi-Muster wurde der in das Zweistrahlmikroskop integrierte EBSD-Detektor des Typs Nordlys Detektors (Oxford Instruments, Abingdon, England) verwendet, welcher mittels der Software HKL Channel 5 (Oxford Instruments, Abingdon, England) (DAY und TRIMBY, 2004) gesteuert wurde. Die durch die Anregungen des Phosphorschirms auftretenden Kikuchi-Muster wurden durch eine hintergeschaltete CCD-Kamera mit einer Auflösung von 1344×1024 Bildpunkten aufgezeichnet.

Der Detektor kann in zwei Empfindlichkeitsmodi betrieben werden. Für die Untersuchungen wurde der Detektor auf den Modus mit der geringeren Empfindlichkeit eingestellt. Dieser Modus erhöht zwar die erforderliche Belichtungsdauer an einem Messpunkt, führt aber zu einem geringeren Bildrauschen in den Aufnahmen. Um den Einfluss des Aufnahmenhintergrunds zu verringern, wurde sowohl die statische als auch die dynamische Hintergrundkorrektur in der Bildauswertung aktiviert. Die Belichtungsminimalzeit einer einzelnen Aufnahme betrug $80ms$ pro Aufnahme. Das jeweilige Kiku-

chi-Muster an einem Messpunkt wurde durch eine Überlagerung von drei Aufnahmen gebildet, um das Bildrauschen nochmals zu reduzieren.

Während eines Abrasterns einer Probe wurden die Kikuchi-Muster ohne eine Indizierung gespeichert. Die Indizierung der Beugungsmuster erfolgte nachträglich mittels HKL Channel 5 (DAY und TRIMBY, 2004), sodass die Aufnahme und die Indizierung der Kikuchi-Muster getrennt voneinander durchgeführt werden konnten. Dies führte zu einer Reduzierung der Aufnahmedauer, weil die Aufnahme der Kikuchi-Muster nicht durch die rechenintensive Indizierung verzögert wurde. Durch die Indizierung der Kikuchi-Muster mit Hilfe von HKL Channel 5 wurde die Kristallorientierung an jedem Messpunkt nach dem Standard-EBSD-Verfahren bestimmt. Die hochauflösende Beugungsmusteruntersuchung nach dem HREBSD-Verfahren erfolgte anhand des Programms Cross Court 3 (BLG Productions Ltd 2010, Bristol, Vereinigtes Königreich). Neben den gespeicherten Kikuchi-Mustern benötigt Cross Court die Ergebnisse der durch HKL Channel 5 erfolgten Indizierung. Diese wurden durch HKL Channel 5 in dem erforderlichen Format exportiert. Cross Court 3 exportierte die Ergebnisse des HREBSD-Verfahrens nach Abschluss der Auswertungen als MATLAB-Datei für nachfolgende Datenverarbeitungen mittels selbstentwickelter MATLAB-Auswertprogramme, auf welche in den folgenden Kapiteln ausführlich eingegangen wird.

4 Auswertung der Beugungsdaten

4.1 Zerlegung des Verschiebungsgradienten

Für die weitere Auswertung der Röntgen- und der Elektronenbeugungsdaten wurde ein selbstentwickeltes Programm in MATLAB (Version 2015b) verwendet, in welches die Daten aus den Auswertprogrammen XMAS und Crosscourt importiert werden konnten. Dies war möglich, weil sowohl das Auswertprogramm XMAS für die Laue-Daten als auch das Auswertprogramm Cross Court für die HREBSD-Daten den Verschiebungsgradienten \mathbf{H} eines jeweiligen Messpunktes i bestimmen können. Als Referenz zur Bestimmung des jeweiligen Verschiebungsgradienten \mathbf{H} dient in XMAS die gespeicherte ideale Kristallstruktur des zu untersuchenden Kristalls, während in Crosscourt das Beugungsmuster eines bestimmten Messpunktes verwendet wird. Diesem wird die Einheitsmatrix $\mathbf{1}$ per Definition zugewiesen (siehe Unterabschnitt 2.3.3). Aus dem Verschiebungsgradienten \mathbf{H} des jeweiligen Messpunktes \mathbf{H}_i ist die jeweilige Rotationsmatrix \mathbf{R}_i des Kristalls herleitbar. Dies erfolgt unter Anwendung der Kleinwinkelnäherung für kleine Rotationen. Zum Verständnis der Herleitung der Rotationsmatrix \mathbf{R} werden die einzelnen Schritte der Auswertung in diesem Kapitel beschrieben.

Ausgangspunkt der Auswertung ist der Verschiebungsgradient \mathbf{H} , welcher für jeden Messpunkt i vorliegt. Betrachtet wird ein Punkt P in einem Volumen V eines elastischen Körpers in seiner Ausgangssituation am Ort \vec{r} . Erfolgt eine Einwirkung auf diesen Körper, bewegt sich der Punkt P an eine

neue Position P' am Ort \vec{r}' . Die Änderung seiner Position ist gegeben durch die Verschiebung \vec{u} (KIENZLER und SCHRÖDER, 2009, S. 82 ff.).

$$\vec{u} = \vec{r}' - \vec{r} \quad (4.1)$$

Durch eine Ableitung der Verschiebung \vec{u} nach den Koordinaten des Punktes P kann der Verschiebungsgradient \mathbf{H} bestimmt werden, wobei nicht-lineare Anteile bei kleinen Änderungen vernachlässigt werden können (ALTENBACH, 2015, S. 113 ff.).

$$\mathbf{H} = \nabla \vec{u} \quad (4.2)$$

Der Verschiebungsgradient \mathbf{H} gibt Aussagen über die Verformung eines Körpers, wozu Rotationen und Dehnungen gehören. Der Verschiebungsgradient \mathbf{H} lässt sich in einen symmetrischen und einen asymmetrischen Teil zerlegen (KIENZLER und SCHRÖDER, 2009, S. 82 ff. TAMURA, 2014, S. 134), wobei der symmetrische Teil der Dehnungstensor

$$\mathbf{E} = \frac{\mathbf{H} + \mathbf{H}^\top}{2} \quad (4.3)$$

ist, welcher sich aus dem hydrostatischen \mathbf{E}^{hyd} und dem deviatorischen Anteil \mathbf{E}^{dev} zusammensetzt:

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^{hyd} + \mathbf{E}^{dev}. \quad (4.4)$$

Der asymmetrische Teil des Verschiebungsgradienten \mathbf{H} gibt die Starrkörperrotation $\mathbf{\Omega}$ an.

$$\boldsymbol{\Omega} = \frac{\mathbf{H} - \mathbf{H}^\top}{2} \quad (4.5)$$

Im infinitesimalen Bereich ergibt sich die Rotationsmatrix \mathbf{R} durch die Addition der Einheitsmatrix $\mathbf{1}$ zu dem asymmetrischen Anteil:

$$\mathbf{R} = \mathbf{1} + \boldsymbol{\Omega} \quad (4.6)$$

oder durch eine Ausführung der Rotationen um die $\hat{x}, \hat{y}, \hat{z}$ -Komponenten hintereinander:

$$\mathbf{R} = \mathbf{R}_x \mathbf{R}_y \mathbf{R}_z. \quad (4.7)$$

Für jeden Messpunkt i im Scanbereich wurde auf diese Weise die jeweilige Rotationsmatrix \mathbf{R}_i bestimmt.

Eine Rotation von einer ersten Rotationsmatrix \mathbf{R}_i als Ausgangsorientierung zu einer zweiten Rotationsmatrix \mathbf{R}_j wird durch die Rotationsmatrix \mathbf{R}_{ij} beschrieben:

$$\mathbf{R}_{ij} \mathbf{R}_i = \mathbf{R}_j. \quad (4.8)$$

Bei zwei bekannten Rotationsmatrizen \mathbf{R}_i und \mathbf{R}_j lässt sich die Rotationsmatrix \mathbf{R}_{ij} , welche die Beziehung zwischen den beiden Matrizen beschreibt, durch

$$\mathbf{R}_{ij} = \mathbf{R}_j \mathbf{R}_i^{-1} \quad (4.9)$$

bestimmen. Mathematisch handelt es sich dabei um eine Darstellung der Rotationsmatrix \mathbf{R}_j im Koordinatensystem der Matrix \mathbf{R}_i (ENGLER und RANDLE, 2009, S. 42). Die Rotationsmatrix \mathbf{R}_{ij} wird benötigt, um die geometrische Beziehung zwischen den Rotationsmatrizen \mathbf{R}_i und \mathbf{R}_j auszuwerten.

Aufgrund der Tatsache, dass Cross Court die Orientierungen an einem Messpunkt i in Bezug auf eine Einheitsmatrix $\mathbf{1}$ am Punkt des Referenzmusters Ref angibt (siehe Unterabschnitt 2.3.3), spiegeln die mit Cross Court bestimmten Rotationsmatrizen \mathbf{R}_i nicht die Orientierung des Kristalls wieder. Für eine Untersuchung der Rotationen in Abhängigkeit von den Kristallrichtungen war es deshalb erforderlich, die Rotationsmatrizen \mathbf{R}_i in das Koordinatensystem des Kristalls zu transformieren, damit sie die Kristallorientierung an einem Messpunkt i beschreiben. Die Änderung des Koordinatensystems erfolgte mittels einer Ähnlichkeitstransformation (GOLDHORN und HEINZ, 2007, S. 169 ff.):

$$\mathbf{M}_{\mathcal{A}} \rightarrow \mathbf{M}_{\mathcal{B}} = \mathbf{T}_{\mathcal{A} \rightarrow \mathcal{B}}^{-1} \mathbf{M}_{\mathcal{A}} \mathbf{T}_{\mathcal{A} \rightarrow \mathcal{B}}. \quad (4.10)$$

Eine Ähnlichkeitstransformation transformiert eine Matrix $\mathbf{M}_{\mathcal{A}}$, die in einer Basis \mathcal{A} angegeben ist, mittels einer Transformationsmatrix $\mathbf{T}_{\mathcal{A} \rightarrow \mathcal{B}}$ in eine ähnliche Matrix $\mathbf{M}_{\mathcal{B}}$ in einer Basis \mathcal{B} . Dabei beschreiben die Matrizen $\mathbf{M}_{\mathcal{A}}$ und $\mathbf{M}_{\mathcal{B}}$ die selbe Abbildung, unterscheiden sich jedoch in ihrer jeweiligen Basis.

Die Ähnlichkeitstransformation wird verwendet, um die Lage des Kristalls aus der Basis der HREBSD-Auswertung \mathcal{E} in das Basissystem der Probe \mathcal{P} zu transformieren. Zur Bestimmung der Transformationsmatrix $\mathbf{T}_{\mathcal{E} \rightarrow \mathcal{P}}$ ist es notwendig, die Orientierung des Kristalls in beiden Basen \mathcal{E} und \mathcal{P} an einem der Messpunkte zu kennen. Dabei wurde der Referenzpunkt Ref gewählt,

dessen Kikuchi-Muster als Referenzmuster für die HREBSD-Auswertung diente. In den HREBSD-Daten wird dem Referenzpunkt Ref als Orientierung die Einheitsmatrix $\mathbf{1}$ als Rotationsmatrix $\mathbf{R}_{Ref,\mathcal{E}}$ zugewiesen. Die Orientierung des Kristalls an dem Referenzpunkt $\mathbf{R}_{Ref,\mathcal{P}}$ ist während des Standard-EBSD-Verfahrens in der Basis der Probenkoordinaten \mathcal{P} bestimmt worden. Bei der Transformationsmatrix $\mathbf{T}_{\mathcal{E} \rightarrow \mathcal{P}}$ handelt es sich somit um die Rotationsmatrix $\mathbf{R}_{Ref,\mathcal{P}}$.

Um eine eventuelle Fehlabweichung ausgleichen zu können, wurde statt der Rotationsmatrix $\mathbf{R}_{Ref,\mathcal{P}}$ die durchschnittliche Orientierung $\bar{\mathbf{R}}_{Ref,\mathcal{P}}$ verwendet, welche aus der Rotationsmatrix $\mathbf{R}_{Ref,\mathcal{P}}$ und den Rotationsmatrizen der acht nächsten Nachbarn des Messpunktes Ref gebildet wurde. Die Mittelung war aufgrund des Rauschens in den EBSD-Daten erforderlich, weil die Orientierungsabweichungen zwischen zwei benachbarten Punkten i.A. kleiner wären als das Rauschen. Dies erfolgte über die Umwandlung der jeweiligen Rotationsmatrix \mathbf{R}_i in ein Quaternion \mathbf{q}_i und anschließender Mittelung (GLEZ und DRIVER, 2001):

$$\mathbf{q}_i = \sum_{j=1}^9 \mathbf{q}_{ij} / \left| \sum_{j=1}^9 \mathbf{q}_{ij} \right| \quad \mathbf{q} \in \mathbb{H}. \quad (4.11)$$

Die Rotationsmatrizen der HREBSD-Daten wurden für die weitere Auswertung in die Basis der Probe \mathcal{P} transformiert:

$$\mathbf{R}_{i,\mathcal{E}} \rightarrow \mathbf{R}_{i,\mathcal{P}} = \mathbf{T}_{\mathcal{E} \rightarrow \mathcal{P}}^{-1} \mathbf{R}_{i,\mathcal{E}} \mathbf{T}_{\mathcal{E} \rightarrow \mathcal{P}}. \quad (4.12)$$

Somit lagen die Rotationsmatrizen der Messpunkte in der Basis der Probe \mathcal{P} vor. Im weiteren Teil der Arbeit wird auf die Angabe der Basis verzichtet und \mathbf{R}_i statt $\mathbf{R}_{i,\mathcal{P}}$ verwendet.

Für kristallografische Auswertungen bietet sich die anschaulichere Winkel-Achse-Darstellung der Rotation (ENGLER und RANDLE, 2009, S. 41) an, welche sich aus einem Winkel α_{ij} und den Komponenten $r_{1,ij}, r_{2,ij}, r_{3,ij}$ einer Drehachse zusammensetzt:

$$\alpha_{ij} = \arccos\left(\frac{1}{2} \text{Spur}(\mathbf{R}_{ij}) - 1\right) \quad (4.13)$$

$$r_{1,ij} = \left(\frac{R_{11,ij} + 1}{2}\right)^{1/2} \quad (4.14)$$

$$r_{2,ij} = \left(\frac{R_{22,ij} + 1}{2}\right)^{1/2} \quad (4.15)$$

$$r_{3,ij} = \left(\frac{R_{33,ij} + 1}{2}\right)^{1/2}. \quad (4.16)$$

Nachteilig an der Vektor-Winkel Darstellung ist das Fehlen einer quantitativen Größe bei der Drehachse, bzw. der Orientierung bei dem Winkel. Deshalb wurde der Winkel zusätzlich in der vektoriellen Form angegeben (MASON und SCHUH, 2009, S. 41):

$$\vec{\mathbf{a}}_{ij} = \alpha_{ij} \hat{\mathbf{r}}_{ij}. \quad (4.17)$$

Diese Form bietet den Vorteil, dass es nun möglich ist, die Rotation zwischen zwei Punkten ij auf einzelne Richtungen $\hat{\mathbf{v}}$ zu projizieren. Dies erfolgt über die Berechnung des Skalarprodukts:

$$v_{ij} = \vec{a}_{ij} \cdot \hat{v}. \quad (4.18)$$

4.2 Bestimmung des auszuwertenden Bereiches

Für die Auswertung der Daten musste in einem ersten Schritt der Bereich der abgetasteten Fläche bestimmt werden, welcher der zu untersuchenden Fläche der Probe zuzurechnen war. Dabei ergab sich zusätzlich die Problematik, dass auch Messpunkte außerhalb dieser Probenfläche indiziert wurden. Bei Elektronenbeugungsuntersuchungen war dies darauf zurückzuführen, dass vereinzelte Bereiche außerhalb der Messfläche den erforderlichen Winkel zur Projektion eines Kikuchi-Musters auf den Detektorschirm aufwiesen. Zu diesen Situationen kam es an der Kante der Schnittfläche, auf der der Ionenstrahl während der Präparation auftraf. Aufgrund der Breite des Ionenstrahls erfolgte eine Abrundung der Kante im Auftrittsbereich. In diesem wies ein größerer Bereich der Fläche den erforderlichen Winkel auf. Dies führte beispielsweise bei den Querschnittsuntersuchungen dazu, dass der Querschnitt statt einer Kreisfläche eine Ellipsenform aufwies. Bei Röntgenbeugungsuntersuchungen führte die größere Strahlbreite zu einer Musterzeugung außerhalb der Probenfläche. Dies lag daran, dass Randbereiche des gaußförmigen Röntgenstrahlquerschnitts noch auf die Probenfläche auftrafen. Der Detektor erfasste sie somit, obwohl das Zentrum des Röntgenstrahls bereits außerhalb der Probenfläche lag.

Die Randeffekte führten immer zu Mustern geringerer Qualität. Folglich kam es zu einer Minderung der Erkennungsgenauigkeit des Musters, wodurch eine Orientierungsbestimmung mit der gewünschten Genauigkeit unmöglich war. Dadurch wiesen die Randbereiche eine signifikant erhöhte Orientierungsabweichung zum Referenzpunkt c auf. Um die Bereiche mit geringerer Messgenauigkeit auszuschließen, wurde nicht die gesamte Probenfläche ausgewertet, sondern nur der Bereich, in dem die Beugungsmuster vorbestimmten Qualitätsparametern genügten. So erstreckte sich die untersuchende Fläche bei den Querschnitten nicht über den kompletten Radius

von $12,5\mu\text{m}$ des Querschnitts, sondern bis zu einem Radius R von $12\mu\text{m}$, in welchem die Qualitätsparameter über einem vorbestimmten Wert lagen.

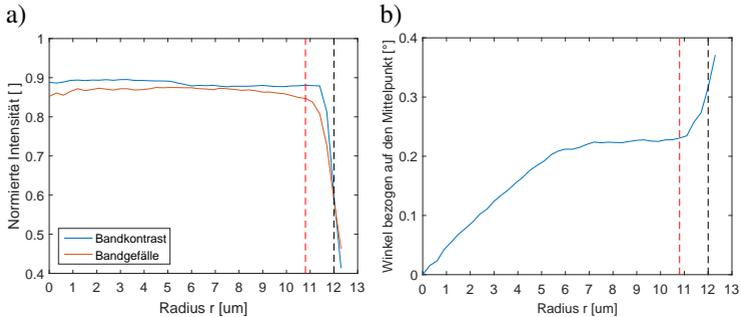


Abbildung 4.1: a) Radialer Verlauf des Bandkontrastes und des Bandgefälles eines Kikuchi-Musters gegen den Abstand zum Mittelpunkt r . b) Radialer Verlauf des Drehwinkels bezogen auf das Kreiszentrum. Die gestrichelte rote Linie gibt den maximal verwertbaren Radius an. Die gestrichelte schwarze Linie zeigt den durch den Kreiserkennungsalgorithmus erkannten Radius an. Zu erkennen ist ein erhöhter Anstieg des Winkels außerhalb des maximal verwertbaren Radius, welcher durch Fehlindizierungen verursacht wird.

Identifizierbar waren die unerwünschten Randbereiche anhand der Beschaffenheit der jeweiligen Beugungsmuster. Kikuchi-Muster weisen, wie in Abbildung 4.1 dargestellt, im Bereich der Abrundung geringere Bandkontraste und Bandgefälle auf, als innerhalb der Probenfläche. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die Fläche, auf welcher der Elektronenstrahl auftrifft, eine andere Ausrichtung aufweist. Laue-Muster haben eine geringere Intensität, weil nur Randbereiche des Röntgenstrahls gebeugt wurden. Zur Identifikation der Probenfläche wurden aus diesem Grund Qualitätsparameter der erfassten Beugungsmuster verwendet, welche die geschilderten Tatsachen widerspiegeln. Bei den Laue-Daten wurde als Qualitätsparameter die durchschnittliche Beugungspunktintensität (POLVINO u. a., 2006, S. 99) und bei Elektronenbeugungsmustern der Bandkontrast der Kikuchi-Bänder (DAY und TRIMBY, 2004, S. 21.2) genutzt. Beide Qualitätsparameter haben

ihre höchsten Beträge in dem Bereich der ebenen Probenoberfläche (Abbildung 4.1).

Zur Identifikation der Querschnittsfläche wurde ein Kreiserkennungsalgorithmus, basierend auf der Two-Stage-Methode (MathWorks 2015, S. 621 ff.), angewandt. Als Startwert für den zu erkennenden Kreis wurde der Radius des Drahtes R mit einem Toleranzbereich ΔR in beide Richtungen eingestellt. Die Einführung eines Toleranzbereiches war notwendig, weil der Radius R des Bereiches der höchsten Intensität nicht genau mit dem tatsächlichen Drahradius übereinstimmte. So variierten die erfassten Radien der Körner um ca. $1\mu\text{m}$. Zudem kam es bei Elektronenbeugungsuntersuchungen zu den beschriebenen abrundungsbedingten Abweichungen.

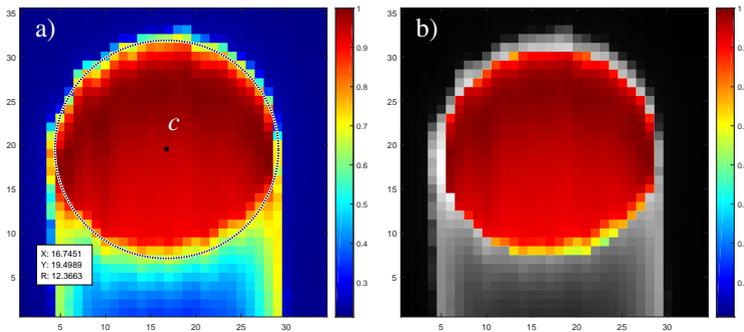


Abbildung 4.2: Identifikation des Querschnittsbereiches über die durchschnittliche Intensität der Laue-Punkte eines Musters (a). Ein Kreis mit dem Radius $R \pm \Delta R$ wurde in der normierten Intensitätskartierung gesucht. Die Koordinaten für das Zentrum X, Y , sowie der ermittelte Radius R werden ausgegeben (b). Die Messpunkte, welche sich innerhalb des Radius R um das ermittelte Kreiszentrum c befinden, bilden das Messfeld für die weiteren Auswertungen (b).

In den Röntgenbeugungsuntersuchungen nahm die Beugungspunktintensität am Drahrand R aufgrund des geringeren Streuvolumens V ab. Die Kanten waren bei Röntgenuntersuchungen aufgrund der gaußförmigen Intensitätsverteilung der Strahlen auch weniger scharf ausgeprägt als bei Elektro-

nenbeugungsuntersuchungen. Dieser Effekt war insbesondere bei Strahlen mit hoher Halbwertsbreite zu erkennen. Zudem hing aufgrund der geringen Schrittgröße des Rasters in Bezug auf die Probenfläche die erfasste Fläche von der Lage des Rasters bezogen auf die Probenfläche ab. Die Verwendung eines vorgegebenen Radius R in dem Kreiserkennungsalgorithmus verhinderte deshalb schon bei kleinen Abweichungen des Radius der Fläche der Intensitätsverteilung von dem vorgegebenen Radius R eine Erkennung des Kreises. Mittels der Anwendung des Kreiserkennungsalgorithmus war es möglich, den Radius R , sowie die Koordinaten x_c, y_c des Kreiscentrums c in der Kartierung der Qualitätsparameter zu bestimmen (Abbildung 4.2).

4.3 Filtern des Scanbereichs

Auch innerhalb der gescannten Flächen befanden sich einzelne Messpunkte mit fehlender bzw. mangelhafter Indizierung. Insbesondere in quantitativen Auswertungen führten diese Messpunkte zu starken Abweichungen. Um dies zu verhindern, wurden diese Messpunkte ausgefiltert. Als Filterkriterium für schlecht indizierte Messpunkte wurde das Überschreiten eines kritischen Wertes der lokalen Orientierungsabweichung zu den acht nächsten Nachbarpunkten $\alpha_{i,KAM8}$ (siehe Abschnitt 4.4 und Abschnitt 4.6) an dem entsprechenden Messpunkt gewählt. Bei einer Überschreitung dieses Wertes galt der Messpunkt als falsch indiziert. Der jeweilige Messpunkt wurde ebenso wie nichtindizierte Messpunkte durch eine Orientierung ersetzt, welche sich aus einer gemittelten Orientierung der vier nächsten Nachbarn ergab.

4.4 Auswertung der globalen Änderungen

$\alpha_{6,13}$	$\alpha_{6,14}$	$\alpha_{6,15}$	$\alpha_{6,16}$
$\alpha_{6,9}$	$\alpha_{6,10}$	$\alpha_{6,11}$	$\alpha_{6,12}$
$\alpha_{6,5}$	$\alpha_{6,6}$	$\alpha_{6,7}$	$\alpha_{6,8}$
$\alpha_{6,1}$	$\alpha_{6,2}$	$\alpha_{6,3}$	$\alpha_{6,4}$

Abbildung 4.3: Berechnung der globalen Abweichung. Die Orientierung an allen Punkten wurde bezüglich der Referenzorientierung R_6 an einem Punkt 6 (schwarzes Feld) ermittelt.

Globale Änderungen, sind weitreichende Änderungen der Orientierung über den gesamten Quer- bzw. Längsschnitt (Abbildung 4.3). Um globale Änderungen sichtbar zu machen ist es im Allgemeinen üblich, die Kristallorientierungen R_i an den jeweiligen Messpunkten i bezüglich einer Referenzorientierung R_c an einem Referenzpunkt c zu bestimmen (BREWER u. a., 2009; WRIGHT u. a., 2011, S. 255). Für die Wahl der Referenzorientierung R_c gibt es kein standardisiertes Kriterium. Als mögliche Referenzorientierung R_c kommt hier u.a. die Durchschnittsorientierung des Korns (PANTLEON u. a., 2008), die Orientierung am Punkt der geringsten lokalen Änderung bzw. der geringsten aufsummierten Abweichungssumme (BREWER u. a., 2006) oder eine Orientierung an Punkten mit physikalischer Bedeutung in Betracht. In dieser Arbeit wurde die Orientierung im Querschnittsmittelpunkt als Referenzorientierung genommen. Diese Wahl bietet sich aus folgenden Gründen an:

Der Mittelpunkt eines Kreises ist gleichzeitig ein Symmetriezentrum. Es lassen sich dadurch symmetrische und asymmetrische Anteile in der Verformung erkennen. Bei der Torsion befindet sich der Mittelpunkt zudem in der Torsionsachse und der neutralen Faser. Die Orientierung im Mittelpunkt ist somit der durchschnittlichen Orientierung ähnlich. Er spielt auch in vielen Formeln zur Torsion eine besondere Rolle. Der Mittelpunkt befindet sich bei allen Proben an der gleichen Stelle. Er ist somit eine geeignete Referenz, um verschiedene Proben miteinander zu vergleichen, beispielsweise in der Form von radialen Verläufen.

$$R_{ci} = R_i R_c^{-1} \quad (4.19)$$

Aufgrund der Tatsache, dass alle Orientierungen bezogen auf den Referenzpunkt Ref bestimmt werden, haben Änderungen in R_{Ref} Auswirkungen auf die gesamte globale Auswertung. Eine ungenaue Orientierungsbestimmung

an diesem Punkt kann die ganze globale Verformungsuntersuchung verfälschen. Um Fehlbestimmungen, verursacht durch lokales Rauschen zu minimieren, wurde die Referenzorientierung R_c nicht aus einem Punkt, sondern aus der Orientierung des Mittelpunktes und der seiner acht nächsten Nachbarn bestimmt.

4.5 Verlaufsauswertung

Um die globalen Änderungen zwischen verschiedenen Proben vergleichen zu können, wurden Diagramme erstellt, die den Verlauf des Winkels α_{ci} bezüglich der Referenzorientierung R_c darstellen. Im Fall der Querschnittsuntersuchungen wurde die durchschnittliche Abweichung jener Messpunkte, die auf einem Kreis mit dem Radius r liegen, berechnet und gegen den Abstand r zum Zentrum als α_r aufgetragen. Im Fall der Längsschnitte erfolgten zwei Arten der Auftragungen. Zur Untersuchung der Änderungen in Längsrichtung wurde der Winkel zum Referenzpunkt c gegen die Längsrichtung des Kornes l als $\alpha_c(l)$ dargestellt. Dabei wurden Verläufe entlang verschiedener Abstände r zum Zentrum c aufgetragen. Zur Untersuchung der Änderungen quer zur Längsrichtung l erfolgte die Auftragung gegen r .

4.6 Auswertung der lokalen Änderungen

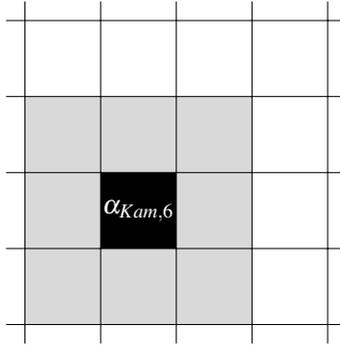


Abbildung 4.4: Berechnung der lokalen Abweichung nach dem KAM8-Verfahren. Die durchschnittliche Orientierungsabweichung des Punktes 6 (schwarzes Feld) wurde bezüglich der acht (graue Felder) nächsten Nachbarn berechnet.

Als lokale Auswertung wird die Untersuchung der Beziehung eines Punktes zu seinen nächsten Nachbarn bezeichnet (Abbildung 4.4). Diese Untersuchungen beschreiben lokale, kurzreichende Änderungen und können Hinweise auf vorhandene Versetzungsstrukturen geben. Als ein Standardmaß für die lokalen Änderungen wurde die Kernel Average Misorientation (KAM) verwendet, welche den durchschnittlichen Winkel $\alpha_{KAM,i}$ der Orientierungsabweichung eines Kristalls an einem Messpunkt i zu seinen N nächsten Nachbarn angibt (BREWER u. a., 2009; WRIGHT u. a., 2011, S. 255). Unter der Annahme, dass lokale Orientierungsänderungen allein durch die Anwesenheit von Versetzungen erzeugt werden, gilt für die Dichte der polaren Versetzungen als Abschätzung $\rho_{\Delta\perp}$ (CALCAGNOTTO u. a., 2010; KUBIN und MORTENSEN, 2003):

$$\rho_{\Delta\perp} = \frac{2\alpha_{KAM,i}}{u|\vec{b}|} \quad (4.20)$$

Durch die Kartierung der KAM-Werte lassen sich oft lokale Versetzungsstrukturen erkennen (CALCAGNOTTO u. a., 2010). Aus diesem Grund wird der KAM-Wert als Standardmaß zur Beschreibung lokaler Änderungen benutzt. Jedoch ergeben sich bei der Verwendung des Wertes einige Nachteile. Ein mögliches Problem ist die Unklarheit des Ursprungs der lokalen Orientierungsschwankungen. Neben der Anwesenheit von lokalen Richtungsänderungen, kann die Abweichung auch durch Rauschen verursacht werden. Gerade bei Proben mit geringen Verformungsgraden können sich Rauschabweichungen und lokale Änderungen in der gleichen Größenordnung ergeben. Dies führt zu Fehlinterpretationen. Zudem hat sich in Studien gezeigt, dass die berechnete Versetzungsdichte von der Schrittweite des Scans beeinflusst wird (J. JIANG u. a., 2013; WRIGHT u. a., 2015).

Ein weiterer Grund für die KAM-Problematik ist der Einfluss der Oberfläche. Die Informationstiefe bei der Elektronenrückstreubeugung beträgt nur wenige 10 Nanometer, d.h., die Qualität der Oberfläche hat einen massiven Einfluss auf das Rauschverhalten. Je schlechter die Oberflächenqualität ist, desto höhere Rauschwerte treten auf. Daneben existiert ein Einfluss der Kristallorientierung, bezogen auf die Austrittsrichtung der gebeugten Elektronen auf die Kontraste des Kikuchi-Musters aufgrund des Gitterführungseffes (WRIGHT u. a., 2011). Durch den FIB-Schnitt wurde in einem Kristall mit Versetzungen eine freie Oberfläche erzeugt. Dadurch können einzelne Versetzungstypen an der neuen Oberfläche entweichen, und es treten Relaxationen auf (HULL und BACON, 2001, S. 80). Aufgrund der Tatsache, dass EBSD-Scans nur oberflächennahe Bereiche erfassen (BREWER u. a., 2009, S. 261), ist dieser Bereich davon besonders betroffen. Dies kann dazu führen, dass die Dichten bei EBSD unterschätzt werden. Beim Laueverfahren hingegen, kommt die Information aus einigen μm Tiefe. Dadurch ist diese Technik wie bereits in Abschnitt 2.3 erwähnt deutlich weniger oberflächen sensitiv.

Abgesehen von den praktischen Problemen gibt der KAM-Wert nur eine skalare Größe $\alpha_{i,KAM8}$ wieder, welche sehr unspezifisch ist und die Rotationsachse nicht beachtet. Es lassen sich daher keine genauen Angaben über die Art der lokalen Änderungen machen. Dies ist jedoch von entscheidender Bedeutung bei der Untersuchung von Prozessen in Einkristallen.

4.7 Komponentenspezifische Orientierungsuntersuchung

Um die in Abschnitt 4.6 genannten Nachteile zu minimieren und insbesondere auf die Richtungsabhängigkeit von Rotationen einzugehen, wurden die in Unterabschnitt 2.2.2 beschriebenen Verfahren entwickelt, die eine detailliertere Auswertung mit Hinweisen auf die Lage von Versetzungen ermöglichen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde von den genannten Verfahren das Minimierungsverfahren nach PANTLEON (2008) sowohl auf die Orientierungsdaten aus den HREBSD-Untersuchungen, als auch auf die Orientierungsdaten aus den Laueuntersuchungen angewandt. Dies erfolgte in einem eigens erstelltem MATLAB-Programm, wobei entweder die Versetzungsdichte oder die Verzerrungsenergie minimiert wurde. Bei HREBSD wurde auch die in Cross Court implementierte Funktion angewandt. Im Allgemeinen ergaben sich bei der Anwendung des Verfahrens auf die Beugungsdaten keine Muster, die Hinweise auf die anwesenden Versetzungen lieferten. Die berechneten Dichtewerte für die 36 Versetzungssysteme unterschieden sich nicht signifikant von dem Rauschen. Lediglich in einzelnen HREBSD-Datensätzen von Querschnitten durch $\langle 111 \rangle$ -Körner mit höheren lokalen Rotationswinkeln α_{ij} konnten bereichsweise Muster erkannt werden. Es kann somit davon ausgegangen werden, dass die erfassten Rotationen zu geringe Werte aufweisen und somit eine numerische Lösung für die Datensätze im Allgemei-

nen nicht erreicht werden konnte. Aufgrund dieses Befundes war es notwendig, ein Verfahren zu entwickeln, welches eine aussagekräftigere Auswertung der Rotationen erlaubt.

4.7.1 Ansatz des Verfahrens

Das entwickelte Verfahren basiert darauf, dass der Rotationsvektor $\vec{\alpha}_{ij}$, bzw. die Rotationsachse \hat{r}_{ij} einer Rotation zwischen zwei gezielt gewählten Messpunkten i, j auf einzelne Kristallrichtungen projiziert wird. Dadurch wird die Rotation auf einzelne Richtungen zerlegt. Die Wahl der Messpunkte i, j und der Kristallrichtungen erfolgte unter Berücksichtigung der kristallografischen Ausrichtungen und der Orientierung von Gleitebenen und Gleitrichtungen. Diese Aufteilung der Rotationen ermöglichte es, im Gegensatz zum KAM-Verfahren, nicht nur die resultierenden Orientierungsänderungen besser zu visualisieren, sondern auch die zugrundeliegenden Teilrotationen innerhalb der Gleitebenen. Das Verfahren umfasste zwei Schritte, wobei in einem ersten Schritt die Wahl eines Nachbarmesspunktes j in einer bestimmten Richtung \hat{d} und in einem zweiten Schritt die Wahl einer Richtung eines Vektors \hat{k} erfolgte, auf welchen der Rotationsvektor $\vec{\alpha}$ am Ende projiziert wurde.

4.7.2 Laterale Zerlegung

Die durch Versetzungen erzeugte plastische Verformung findet auf bestimmten Gleitebenen eines Kristalls statt. Ebenso weisen bestimmte Kleinwinkelkorngrenzen bevorzugte Kristallebenen auf (siehe Kapitel 2.2.2). Um die in einer Ebene erfolgten Rotationen identifizieren zu können, ist es notwendig, zwei Messpunkte auf gegenüberliegenden Seiten der Ebene auszuwählen und zu vergleichen. In einem optimalen Fall befinden sich beide Punkte

entlang der Normalen \hat{n} der zu untersuchenden Ebene. Zur Wahl der geeigneten Messpunkte i, j wird das Koordinatensystem des Messrasters in das Kristallkoordinatensystem eines Referenzmesspunktes des Rasters transformiert. Somit ist es möglich, die jeweiligen Nachbarpunkte j in Abhängigkeit einer Kristallrichtung zu wählen. Da die Proben nur in einem geringen Umfang verformt wurden und dementsprechend die globale Änderung der Orientierung über das Raster gering ist, kann für die Wahl der Referenzpunkte angenommen werden, dass die Kristallorientierung über das gesamte Raster identisch ist. Im Gegensatz zu KAM-Verfahren werden die lokalen Änderungen dann jeweils nur zwischen zwei Messpunkten i, j berechnet. Dadurch ergibt sich der Vorteil, dass nur Änderungen in eine Richtung berücksichtigt werden, wodurch im Gegensatz zum KAM-Verfahren keine Informationen bezüglich der Richtungsabhängigkeit verloren gehen. Zudem erfolgt keine Verringerung der lateralen Auflösung. Zur Untersuchung der Orientierungsänderung auf einer Kristallebene, welche die Oberfläche entlang einer Schnittlinie in $\langle 110 \rangle$ -Richtung schneidet, sind bevorzugt Messpunkte i, j zu wählen, welche sich auf den entgegengesetzten Seiten der Schnittlinie auf einer Linie in $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung befinden. Im Allgemeinen sind die Achsen des Probenkoordinatensystems nicht parallel zu den Achsen des Kristallkoordinatensystems ausgerichtet (siehe Abbildung 4.5). Ein Abweichungswinkel λ zwischen den beiden Koordinatensystemen lässt sich nach Gleichung 4.21 aus der Rotationsmatrix \mathbf{R}_c des Referenzpunktes c berechnen:

$$\lambda = \frac{1}{3} \text{Spur}(\mathbf{R}_c). \quad (4.21)$$

Aus diesem Grund wird der Nachbarpunkt j gewählt, welcher der gewünschten Kristallrichtung am nächsten ist. Dabei ist jedoch insbesondere bei einem Vergleich der Proben zu beachten, dass die Werte der lokalen Abweichungen von den verschiedenen Abweichungswinkeln λ der Pro-

ben beeinflusst sein können. Aufgrund der Beschaffenheit der Verfahrtsche und der erforderlichen Ausrichtungen der Proben war es nicht möglich, die Ausrichtung der jeweiligen Probe vor der Durchführung der Beugungsuntersuchungen zu verändern, um den Abweichungswinkel λ zu reduzieren.

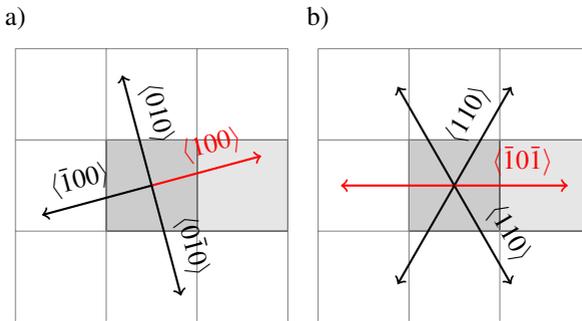


Abbildung 4.5: a) Im Allgemeinen liegt zwischen Proben- und Kristallkoordinatensystem eine Abweichung vor. b) Dadurch besteht keine Übereinstimmung von Probenachsen mit Kristallachsen. Somit ergibt sich im Raster eine Abweichung zwischen den Achsen der Koordinatensysteme. Bei der Wahl des Messpunktes wird der Messpunkt verwendet, welcher der gewünschten Kristallrichtung am nächsten ist. Im konkreten Beispiel, bei dem die lokale Änderung in $\langle 100 \rangle$ untersucht werden soll, wäre der Messpunkt, welcher sich in x-Richtung zum ersten Messpunkt befindet, der geeignete Messpunkt zur Berechnung der lokalen Abweichung, weil er der $\langle 100 \rangle$ -Richtung am nächsten ist.

4.7.3 Orientierungzerlegung

Nach der Berechnung der Rotationsmatrix R_{ij} zwischen der Kristallorientierung am ersten Messpunkt i und der Kristallorientierung am zweiten Messpunkt j in einer vorbestimmten lateralen Richtung wird diese weiter analysiert. Ziel ist es, die lokale Rotation zwischen beiden Messpunkten in Teilrotationen um vorbestimmte Teilrotationsachsen \hat{k} zu zerlegen, welche insbesondere in die Kristallrichtungen $\hat{k} = \langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ orientiert sind. Dies erfolgt durch eine Transformation der Rotationsmatrix R_{ij} in ei-

nen Winkelvektor $\vec{\alpha}_{ij}$ und einer anschließenden Skalarmultiplikation der Richtung \hat{k} mit dem Winkelvektor $\vec{\alpha}_{ij}$:

$$\alpha_{ij,\hat{k}} = \vec{\alpha}_{ij} \cdot \hat{k}. \quad (4.22)$$

Um die der Rotationsachse \hat{r}_{ij} am nächsten liegende Teilrotationsachse \hat{k} zu bestimmen, kann die Rotationsachse \hat{r}_{ij} mit den einzelnen Teilrotationsachsen \hat{k} multipliziert werden, woraus sich der Cosinus des Winkels $\iota_{ij,\hat{k}}$ zwischen der Rotationsachse \hat{r}_{ij} und der Teilrotationsachse \hat{k} ergibt:

$$\cos(\iota_{ij,\hat{k}}) = \vec{r}_{ij} \cdot \hat{k}. \quad (4.23)$$

Die Achse mit dem kleinsten Winkel $\iota_{ij,\hat{k}}$ wird dann als Rotationsachse gewählt.

5 Ergebnisse

Einleitung

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Untersuchungen der Bambusdrähte vorgestellt. In Abschnitt 5.1 wird die allgemeine Beschaffenheit der Bambusstruktur anhand von Aufnahmen beschrieben, die unter dem Rasterelektronenmikroskops erstellt wurden.

In den weiteren Abschnitten 5.2, 5.3 werden die Beobachtungen gezeigt, welche an Körnern der jeweiligen Kornorientierung gemacht wurden. Diese umfassen neben Aufnahmen des Rasterelektronenmikroskops auch Orientierungskartierungen, welche mittels der beschriebenen Beugungsuntersuchungen erstellt wurden.

5.1 Beschaffenheit der Bambusstruktur

Die Drähte zeigen die in Abschnitt 3.1 beschriebene Bambusstruktur. Die Körner erstrecken sich entlang der Drahtachse über eine Länge von bis zu $100\mu\text{m}$. Orientierungsbestimmungen entlang der Drahtachsen mittels EBSD zeigen, dass entlang der Drahtachse nur zwei Kornorientierungen auftreten. Dabei handelt es sich um Körner, die entlang der Drahtachse im Rahmen einer geringeren Winkelabweichung eine $\langle 100 \rangle$ -, oder eine $\langle 111 \rangle$ -Orientierung aufweisen. Körner mit einer $\langle 110 \rangle$ -Orientierung entlang der

Drahtachse sind nicht zu beobachten. Benachbarte Körner sind, wie auf Abbildung 5.1b zu erkennen, um Winkel von bis zu 8 Grad zueinander verkippt. Die Längsachsen der Körner sind somit im Allgemeinen nicht parallel zu der Drahtachse ausgerichtet. Dies kann zur Folge haben, dass bezogen auf den Kornquerschnitt während der Torsion des Drahtes unterschiedliche Torsionsachsen in jeweiligen Körnern bestehen. Dies kann zu unterschiedlichen Aufteilungen der Schubspannungen in jeweiligen Körnern führen. Dadurch ist davon auszugehen, dass die Verformung eines Kornes neben der erfolgten Belastung in einem signifikanten Umfang von dessen Orientierung bezüglich seiner Nachbarkörner und der Drahtachse abhängt. Aus der Aufteilung der Orientierungen ergibt sich, dass die Torsionskurve signifikant von der Aufteilung der Kornorientierungen abhängt. Somit setzt sich die Steifigkeit aus Anteilen der $\langle 100 \rangle$ - und der $\langle 111 \rangle$ -Körner zusammen, wobei das Verfestigungsverhalten im Allgemeinen maßgeblich von den $\langle 111 \rangle$ -Körnern bestimmt wird, welche eine geringere Torsionssteifigkeit als die $\langle 100 \rangle$ -Körner aufweisen.

Abbildung 5.1a zeigt exemplarisch einen unverformten Draht mit einer Bambusstruktur. Der Draht weist längliche, zylinderförmige Körner mit einer Länge bis $40\mu\text{m}$ auf. Anhand der Unebenheiten an der Oberfläche sind die Verläufe der Korngrenzen zwischen benachbarten Körnern zu erkennen. Die Korngrenzen liegen im Allgemeinen nicht durchgehend in einer Ebene, sodass zu folgern ist, dass diese nicht in einer einzigen Kristallebene orientiert sind.

Mittels FIB-Aufnahmen des Drahtes ist es möglich, einzelne Körner und Zwillingkörner des Drahtes über den Gitterführungseffekts zu identifizieren, die nicht über die Oberflächenmorphologie identifizierbar sind. Nach dem Abtragen einer äußeren Schicht des Drahtes bei einem Strom von 5nA mittels Ga^+ -Ionen sind aufgrund des Gitterführungseffekts die unterschiedlichen Orientierungen der Körner sichtbar (Abbildung 5.1c). Die FIB-

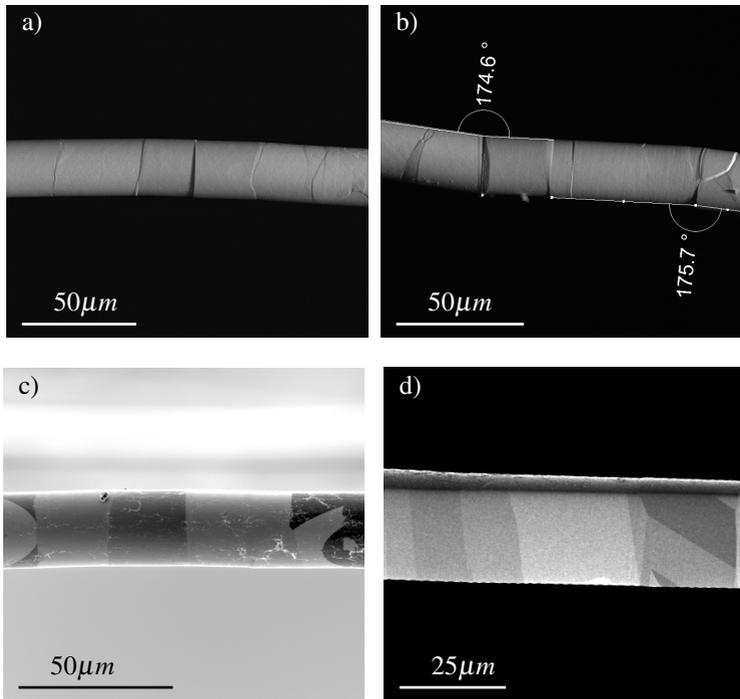


Abbildung 5.1: Aufnahmen einer Bambusstruktur. a) BSE-Aufnahme eines Drahtes. b) Beobachtete Verkippung zwischen Körnern in einer BSE-Aufnahme. c) FIB Aufnahme einer Bambusstruktur mit sichtbaren Orientierungsunterschieden der einzelnen Körner. d) SE-Aufnahme von Körnern in einem Längsschnitt einer Bambusstruktur.

Aufnahme zeigt die verschiedenen Körner, die sich in ihren Intensitätswerten voneinander unterscheiden. Zu erkennen sind unter anderem Zwillingkörner, die in einzelnen $\langle 100 \rangle$ -Körnern eingelagert sind. Diese erscheinen in den FIB-Aufnahmen des Drahtes zum Teil als sichelförmige Bereiche in einzelnen Körnern (Abbildung 5.1c).

In Schnittflächen durch Drähte sind aufgrund des Gitterführungseffekts einzelne Körner auch über sekundäre Elektronen sichtbar (Abbildung 5.1d).

Abbildung 5.1d zeigt am linken Rand ein $\langle 111 \rangle$ -Korn mit einem eingelagerten Korn, das durch seine dunklere Schattierung zu erkennen ist. Am rechten Rand des Bildes ist ein $\langle 100 \rangle$ -Korn erkennbar, in dem sich Zwillingkörner befinden, die diagonal über die Längsschnittfläche verlaufen. Bei $\langle 100 \rangle$ -Körnern befinden sich Zwillingkörner hauptsächlich im Randbereich zum Nachbarkorn und nicht im mittleren Bereich eines Korns. Zwillingkörner sind schon in unbelasteten Drähten zu beobachten. Somit haben sich die Zwillingkörner schon während des Glühvorgangs und nicht als Verformungszwillinge während der Torsion gebildet.

5.2 Torsion entlang der $\langle 111 \rangle$ -Achse

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen an Körnern mit einer $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entlang der Torsionsachse präsentiert.

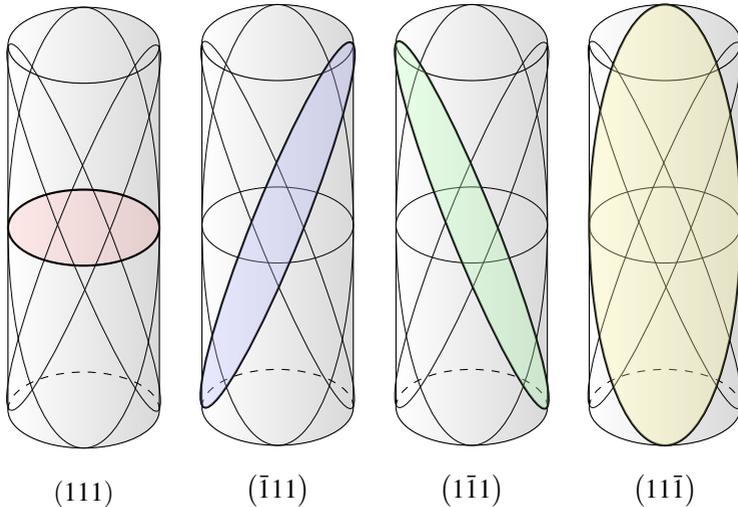


Abbildung 5.2: Lage der $\{111\}$ -Ebenen in einem Korn mit $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entlang der Drehachse.

Abbildung 5.2 zeigt die Lagen der $\{111\}$ -Ebenen und die zugehörigen vier Schnittlinien mit der Mantelfläche in einem Korn mit einer $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entlang der Kornachse.

Das Besondere an Körnern der besagten Orientierung ist, dass in dieser Orientierung eine der Gleitebenen des kubisch-flächenzentrierten Gitters senkrecht zu der Torsionsachse angeordnet ist, während die Normalenvektoren der drei weiteren Gleitebenen einen Winkel von 54,74 Grad mit der Torsionsachse einschließen. Aufgrund der Zylinderform der Körner und der

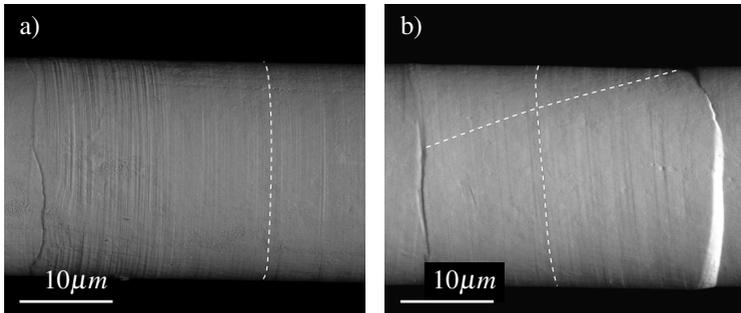


Abbildung 5.3: BSE-REM-Aufnahmen von Körnern mit einer $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entlang der Drahtachse. a) Auf der Mantelfläche eines Kornes aus einem mit $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ belasteten Drahtes sind nur Oberflächenstufen der (111) -Ebenen an der Mantelfläche zu erkennen. b) Auf der Mantelfläche eines Kornes aus einem mit $\gamma_{p,(r=R)} = 2,0\%$ belasteten Drahtes sind neben Oberflächenstufen der (111) -Ebenen vereinzelt Stufen auszumachen, welche auf Versetzungsaktivitäten in einer weiteren Gleitebene hindeuten könnten.

ungefähren Übereinstimmung der Torsionsachse mit der $\langle 111 \rangle$ -Achse des Kornes kann davon ausgegangen werden, dass zumindest zu Beginn der Torsionsbelastung eine verwölbungsfreie Verformung des Kornes erfolgt. Der Spannungszustand dürfte deshalb lediglich Scher- und keine Normalspannungen aufweisen. Hierbei treten in der (111) -Ebene die größten Schubspannungen auf (HOLZMANN u. a., 2012).

Schon bei Proben mit Verformungsgraden von $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ sind unter dem Elektronenmikroskop Oberflächenstufen zu erkennen, welche senkrecht zur $\langle 111 \rangle$ -Kornachse um das jeweilige Korn verlaufen. Die Verläufe der Oberflächenstufen sind Schnittlinien der (111) -Gleitebene mit der Mantelfläche. An den Oberflächenstufen ist eine Verschiebung des Kristalls entlang der (111) -Gleitebene festzustellen. Das Ausmaß der Verschiebung entlang der (111) -Gleitebene steigt mit größeren Verformungsgraden des Drahtes im Allgemeinen an. Es ist hierbei insbesondere bei hohen Verformungsgraden ein deutliches Gleiten des Kristalls über die (111) -Gleitebene

zu erkennen. Die Richtungen der Verschiebungen des Kristalls an den einzelnen (111) -Gleitebenen unterscheiden sich dabei voneinander, was zeigt, dass Abweichungen zwischen dem Ausmaß der Aktivitäten der einzelnen Gleitsysteme auf den Gleitebenen bestehen. Mit zunehmender Belastung des Drahtes erhöht sich im Allgemeinen neben der Höhe auch die Dichte der sichtbaren Oberflächenstufen der (111) -Ebene, wodurch der Abstand zwischen den einzelnen Oberflächenstufen abnimmt.

Vereinzelt sind Oberflächenstufen zu beobachten, die anhand ihres Verlaufs auf dem Mantel eventuell als Gleitstufen der $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ oder $(11\bar{1})$ -Gleitebene gedeutet werden könnten. Diese Beobachtungen sind jedoch nur an einzelnen Körnern zu machen. Die besagten Oberflächenstufen treten nur vereinzelt auf und haben eine, im Vergleich zu den Oberflächenstufen der (111) -Gleitebene, deutlich kleinere Stufenhöhe. Aufgrund des seltenen Auftretens der Oberflächenstufen dieser Orientierungen ist davon auszugehen, dass mögliche Gleitprozesse auf den zugehörigen $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ und $(11\bar{1})$ -Gleitebenen im Vergleich zu den (111) -Gleitebenen wenn, dann nur in einem geringen Ausmaß erfolgen. In jedem Fall handelt es sich bei der (111) -Gleitebene somit um die Dominierende der $\{111\}$ -Gleitebenen. Auch bei Abweichungen der $\langle 111 \rangle$ -Kristallachse von der Drahtachse ist keine Änderung der Unterschiede zwischen den verschiedenen Oberflächenstufenverläufen auszumachen. So dominiert auch hier die Aktivität auf der (111) -Gleitebene.

Entlang eines verformten Kornes ist anhand von Verläufen von Oberflächenmustern auf der Mantelfläche eine Verwindung des Kornes zu erkennen (Abbildung 5.4a, b). Daraus lässt sich folgern, dass sich die Orientierung des Kristalls entlang des Kristalls in einer Drehung entlang der $[111]$ -Kristallachse ändert. Bei höherer Vergrößerung zeigt sich, dass die Verwindung des Kornes nicht kontinuierlich erfolgt, sondern sich die Kristallorientierung stufenweise an den Gleitstufen der dominanten (111) -Gleitebene

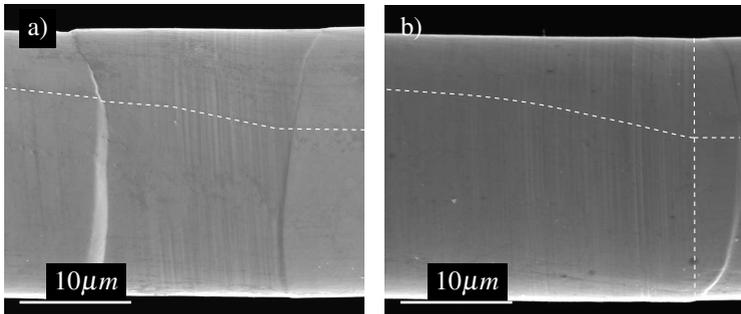


Abbildung 5.4: Verwindung entlang Körnern der $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entlang der Drahtachse. a) Die gestrichelte Linie markiert den Verlauf eines Oberflächenmusters über drei Körner. b) Änderung der Verwindung entlang eines $\langle 111 \rangle$ -Korns. In einem Nahbereich einer Korngrenze rechts von der vertikalen Linie sind keine Oberflächenstufen zu erkennen. In diesem Bereich ist keine Verwindung auszumachen.

ändert (Abbildung 5.5), wobei die Abstände zwischen den einzelnen Stufen variieren. Die Stufen bilden sich aufgrund von lokalen Orientierungsabweichungen der Gleitebenen von der Torsionsachse, sodass eine ungleichmäßige Verteilung der Schubspannungen unterschiedlicher Gleitsysteme in der Ebene vorliegt. Dies führt zu unterschiedlichen Aktivitätsgraden der Gleitsysteme, wodurch ein seitliches Abgleiten an den $\{111\}$ -Gleitebenen erfolgt, wobei sich die jeweiligen Richtungen des Gleitens auf einzelnen Ebenen voneinander unterscheiden. Aufgrund der unterschiedlichen Gleitrichtungen entstehen an den jeweiligen Ebenen Stufen. An den Gleitstufen der anderen $\{111\}$ -Gleitebenen sind dagegen keine Orientierungsänderungen sichtbar.

Größere lokale Abweichungen einzelner Stufen im Vergleich zu denen des restlichen Korns treten vor allem im Nahbereich einer Korngrenze zu einem benachbarten Korn oder einem Zwillingkorn auf. Bei $\langle 111 \rangle$ -Körnern befinden sich in der Nähe der Korngrenze zum Nachbarkorn oft Bereiche ohne eine zu erkennende Stufenstruktur (Abbildung 5.4b). Diese Beobach-

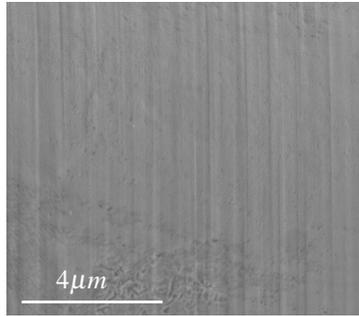


Abbildung 5.5: Nahaufnahme von Gleitstufen der (111) -Gleitebene. Die Stufenhöhen der einzelnen Gleitstufen variieren.

tung ist insbesondere dann zu machen, wenn das benachbarte Korn eine $\langle 100 \rangle$ -Orientierung aufweist und die Korngrenze schräg, das heißt, nicht senkrecht zur Drahtachse, verläuft. Das Ende des Bereichs ist an dem Ort, an dem das benachbarte Korn aufgrund der schrägen Korngrenze am weitesten in das $\langle 111 \rangle$ -Korn hineinragt. Der unverformte Bereich betrifft somit den Längsabschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns, in dem (111) -Gleitebenen durch das Nachbarkorn überlagert werden. Weist das benachbarte Korn ebenfalls eine $\langle 111 \rangle$ -Orientierung auf, so sind in diesem Nahbereich Stufenstrukturen erkennbar, welche Stufen in dem Nachbarkorn gegenüberstehen. Diese Bereiche treten auch auf, wenn sich an einem Ende des Korns ein Zwillingskorn an einer Ecke des $\langle 111 \rangle$ -Korns befindet. In diesem Fall erstreckt sich der Bereich ohne erkennbare Stufenstruktur über die Länge, an welcher sich das Zwillingskorn befindet. An den besagten Bereichen ohne Stufen ist anhand des Verlaufs der Oberflächenstrukturen auszumachen, dass in diesem Bereich auch keine Verwindung des Korns stattfindet. Daraus lässt sich schließen, dass keine signifikante Drehung in (111) -Gleitebenen erfolgt, die durch andere Körner unterbrochen sind.

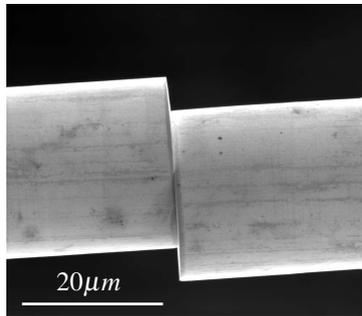


Abbildung 5.6: Aufnahme eines $\langle 111 \rangle$ -Korns mit einer stark verschobenen Stufe.

Einzelne $\langle 111 \rangle$ -Körner zeigen lokal eine sehr große Verschiebung des Korns quer zur Kornachse. Die beiden Teile auf beiden Seiten der Stufe sind dann zueinander versetzt (Abbildung 5.6). Sie weisen an der Stufe jeweils flache Ebenen auf, wobei plastische Verformungen in einem Nahbereich der Stufe oft nicht zu erkennen sind.

5.2.1 Querschnittsuntersuchungen

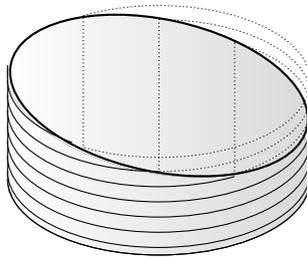


Abbildung 5.7: Schema eines Querschnitts durch ein $\langle 111 \rangle$ -Korn. Der Querschnitt schneidet mehrere der (111) -Ebenen.

Querschnittsuntersuchungen mittels Elektronenrückstreubeugung sind im Fall der $\langle 111 \rangle$ -Körner aufgrund von Beschränkungen in der Probenpräpara-

tion nur eingeschränkt möglich. Dies hat seinen Grund in der Tatsache, dass die Schnittebene nicht präzise genug gesetzt werden kann (Abbildung 5.7). Es ist nicht möglich, die Schnittfläche derart auszurichten, dass ihre Abweichung von der $\langle 111 \rangle$ -Ebene einen Winkel unterschreitet, der eine Vernachlässigung der Verwindung erlauben würde. Dies hat zur Folge, dass in den Querschnitten Orientierungsänderungen zu erkennen sind, die auf die Verwindung des Korns zurückzuführen sind und mit der Schnittfläche korrelieren. Dies gilt ebenfalls für Unebenheiten in der einzelnen Schnittebene, die beispielsweise an abgerundeten Schnittkanten auftreten und in diesen Bereichen zu höheren globalen Abweichungswinkeln α_{ci} führen. Eine radiale Auswertung des Orientierungsverlaufs in den $\langle 111 \rangle$ -Körnern ist aus diesem Grund nicht zielführend.

Abbildung 5.8 zeigt exemplarisch einen Querschnitt eines $\langle 111 \rangle$ -Korns das bis zu $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ belastet wurde. Dargestellt wird die Orientierungsabweichung bezogen auf das Zentrum des Querschnitts mit Winkel α_{ci} und Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} in Probenkoordinaten. Der Winkel der Orientierungsabweichung zum Zentrum des Querschnitts nimmt zum Rand des Querschnitts hin bis zu einem Wert von 1 Grad zu. Die Zunahme erfolgt dabei nicht in allen Richtungen gleichmäßig, was auf die oben beschriebene Problematik der Ausrichtung (Abbildung 5.7) zurückgeführt werden kann. Zwischen dem Ausmaß des Anstiegs und der Kristallorientierung lässt sich im Allgemeinen kein Zusammenhang erkennen. Ansatzweise könnten einzelne Stufenmuster entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen erkennbar sein.

Aufschlussreicher sind dagegen die dargestellten Verteilungen der Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} in Abbildung 5.8a,b,c. An der Verteilung der lateralen Komponenten $r_{ci,x}$ und $r_{ci,y}$ lässt sich über den gesamten Querschnitt eine radiale Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} in Richtung des Zentrums erkennen. Die Komponente $r_{ci,z}$ der Drehachse \hat{r}_{ci} , die senkrecht zu der Querschnittsfläche ausgerichtet ist, zeigt dagegen keine systematische Verteilung

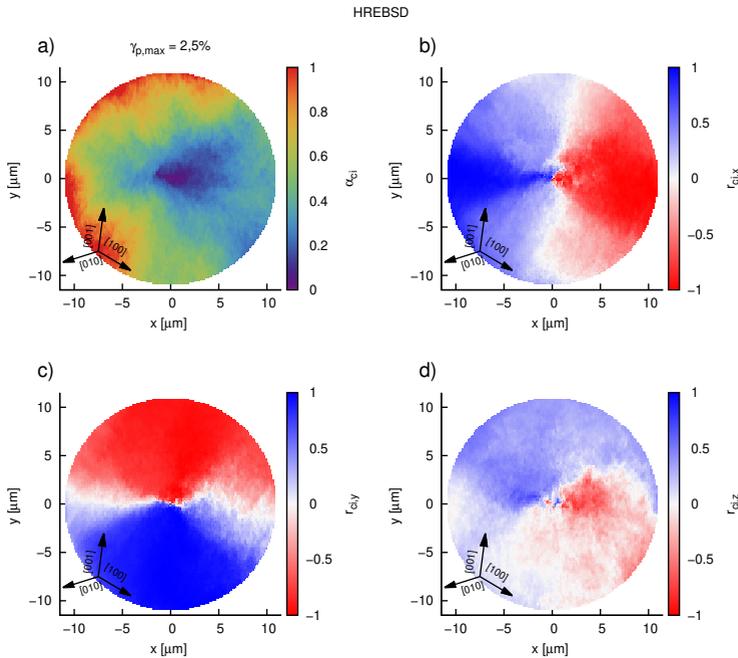


Abbildung 5.8: Winkel α_{ci} , Rotationsachsenkomponenten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ der globalen Rotation in einem Querschnitt durch ein $\langle 111 \rangle$ -Korn aufgenommen mittels HREBSD.

auf. Die Beträge der Komponente $r_{ci,z}$ sind deutlich schwächer ausgeprägt als die der Komponenten $r_{ci,x}$ und $r_{ci,y}$. In dem Querschnitt ist somit der Anteil der Rotation quer zur Drahtachse größer als der Anteil parallel zur Drahtachse.

Die radiale Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} ist deutlicher in der Darstellung der Drehachse als Pfeil in Abbildung 5.9 zu erkennen.

In der lokalen Missorientierung, dargestellt in der Kernel Average Misorientation $\alpha_{KAM,i}$ (Abbildung 5.10), sind keine ausgeprägten Strukturen zu er-

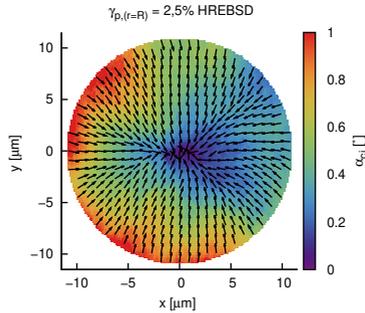


Abbildung 5.9: Globale Missorientierung α_{ci} und Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} in dem Querschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns. Die Orientierungen wurden mittels Elektronenrückstreuunguntersuchungen bestimmt.

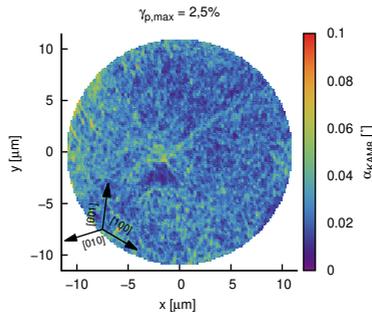


Abbildung 5.10: Darstellung der lokalen Missorientierung in einem $\langle 111 \rangle$ -Korn nach dem KAM-Verfahren, ausgewertet mittels HREBSD.

kennen. Ansatzweise verlaufen Linien höherer lokaler Missorientierungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Die Beträge der Kernel Average Misorientation $\alpha_{KAM,i}$ bewegen sich über den Querschnitt in einer gleichen Größenordnung.

Das Ergebnis lässt sich so interpretieren, dass die Versetzungen relativ gleichmäßig über den Querschnitt verteilt sind und somit keine ausgeprägte

Lokalisierung der Versetzungen erfolgt, welche zu markanten Linien oder Bändern höherer lokaler Missorientierungen führen würden. Diese gleichmäßige Verteilung kann durch die hohe Anzahl an gleichberechtigten Gleitsystemen in der (111)-Ebene erklärt werden. Im Gegensatz zu der (111)-Ebene deuten die in den REM-Aufnahmen erkennbaren deutlich schwächer ausgeprägten Stufenhöhen der $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ oder $(11\bar{1})$ -Gleitebenen auf eine deutlich geringere Versetzungsaktivität auf diesen Gleitebenen hin. Diese Beobachtungen korrelieren mit den, wenn überhaupt, nur ansatzweise erkennbaren Linien entlang der Schnittlinien zwischen den $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ und $(11\bar{1})$ -Gleitebenen mit dem Querschnitt. Fraglich ist, ob es sich bei diesen Linien um Schnittlinien der Querschnittsfläche und der (111)-Gleitebenen handelt.

5.2.2 Längsschnittuntersuchungen

Abbildung 5.11 zeigt die globalen Änderungen in einem Längsschnitt eines bis zu $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ belasteten $\langle 111 \rangle$ -Korns. Die Verteilung der Missorientierung, bezogen auf den Mittelpunkt α_{ci} , zeigt eine ausgeprägte Orientierungsänderung des Kristalls entlang der Längsrichtung des Korns. Der Wert α_{ci} steigt bis Werte von 3 Grad an. In einem Bereich links vom Zentrum c bleibt der Winkel der Missorientierung α_{ci} in einem Abschnitt von $6\mu m$ bis $7\mu m$ der Längsachse z nahezu konstant, was darauf schließen lässt, dass dort keine signifikanten Verformungsvorgänge stattfinden. Im Vergleich dazu ist die Änderung der Orientierung quer zu der Längsachse mit ungefähr 0,5 Grad am Rand deutlich geringer ausgeprägt.

Diese Beobachtungen spiegeln sich in der Kartierung der Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} wieder. Die Komponente der Drehachse entlang der Drahtachse $r_{ci,z}$ ist am deutlichsten ausgeprägt. Der Vorzeichenwechsel erfolgt entlang einer scharfen Kante auf Höhe des Zentrums. Die anderen Kompo-

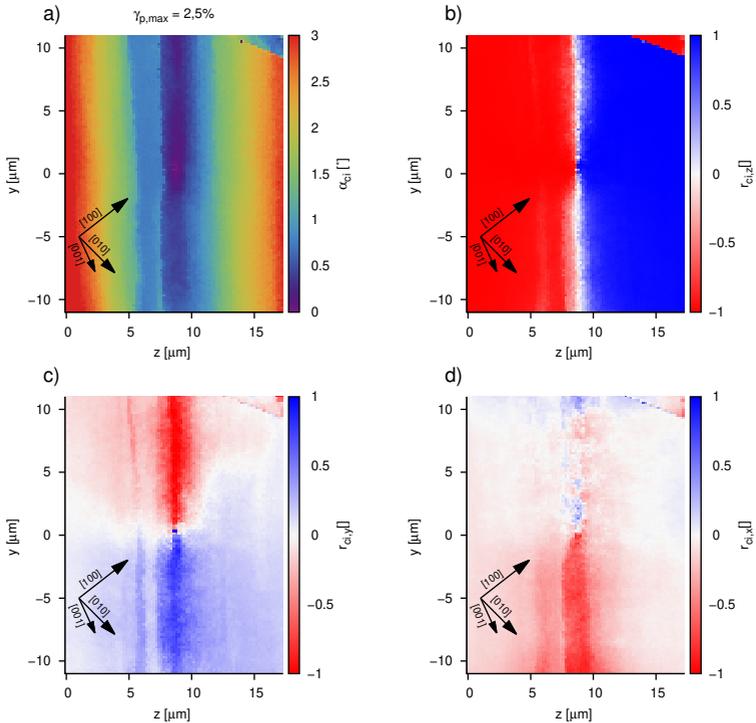


Abbildung 5.11: Winkel α_{ci} und Rotationsachsenkomponenten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ der globalen Rotation in einem Längsschnitt durch ein Korn einer $\langle 100 \rangle$ -Orientierung.

nennten sind in Richtung des Zentrums ausgerichtet und zeigen niedrigere Beträge. Aus den Längsschnitten geht hervor, dass die Rotation entlang der Drahtachse eines $\langle 111 \rangle$ -Korns primär parallel zur Drahtachse erfolgt. Dies trifft sowohl auf einen Nahbereich um das Zentrum c , als auch auf einen Fernbereich zu.

In der Verteilung der lokalen Rotationen $\alpha_{i,KAM8}$ des $\langle 111 \rangle$ -Längsschnitts (Abbildung 5.12) treten quer zur Rotationsachse verlaufende Linien höherer lokaler Missorientierungen hervor. Die Werte der lokalen Missorientierungen sind bis auf den Bereich, der eine konstante globale Missorientierung

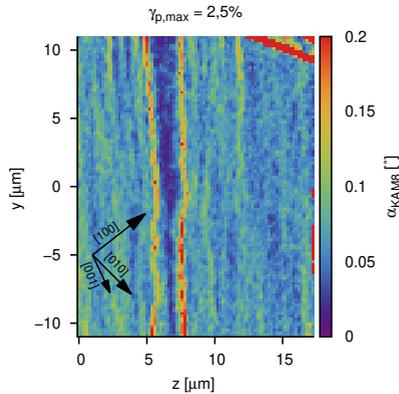


Abbildung 5.12: Lokale Rotationen $\alpha_{i,KAM8}$ in einem Längsschnitt durch ein Korn in $\langle 111 \rangle$ -Richtung.

zeigt, nahezu gleichmäßig. Die Linien stellen die Schnittlinien der (111) -Ebene mit der Schnittfläche dar, und stimmen somit mit den Beobachtungen der REM-Aufnahmen (Abbildung 5.3) überein, die auf eine ausgeprägte Versetzungsaktivität auf den (111) -Ebenen hinweisen. Übereinstimmend zu diesen Beobachtungen sind keine Linien höherer Missorientierungen entlang der Schnittlinien der Schnittfläche mit den anderen Gleitebenen zu erkennen, sodass davon ausgegangen werden kann, dass keine signifikanten Versetzungsaktivitäten auf diesen Gleitebenen erfolgen.

Die komponentenweise Auswertung der lokalen Rotationen des Längsschnitts des $\langle 111 \rangle$ -Korns (Abbildung 5.13) ergibt, dass lediglich ein System dominiert. Dabei handelt es sich um das System, das eine Drehung mit $\hat{d}, \hat{k} = [111]$ beschreibt. Diese Kombination betrifft eine Rotationsbewegung um eine Drehachse, die normal zu der (111) -Ebene ausgerichtet ist und entlang der Längsrichtung des Drahtes orientiert ist. Im Probenkoordinatensystem wird hierbei die Relation zwischen zwei benachbarten Punkten entlang der z -Richtung beschrieben. Die dabei erkennbaren Linien stimmen mit denen der Kernel Average Misorientation $\alpha_{i,KAM8}$ überein.

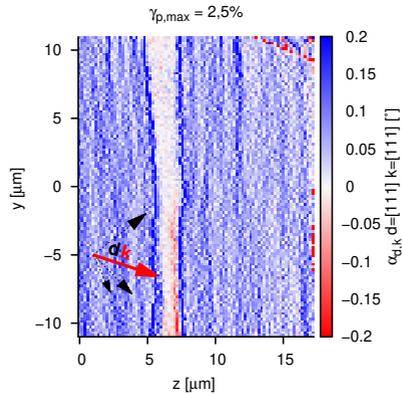


Abbildung 5.13: Darstellung des dominanten Anteils lokaler Rotationen $\alpha_{d,k}$ in dem Längsschnitt eines $\langle 111 \rangle$ -Korns.

Dadurch steht fest, dass es sich bei den (111) -Gleitebenen um Drehkorn-
 grenzen handelt. Kippanteile sind dagegen bei Rotationen auf der (111) -
 Gleitebene nicht vorhanden. Ansatzweise, jedoch in geringerem Ausmaß,
 sind mögliche Drehanteile entlang der Schnittlinien der $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ und
 $(11\bar{1})$ -Gleitebenen mit der Längsschnittfläche identifizierbar. Dies könn-
 te bedeuten, dass diese, wenn auch in einem deutlich geringeren Ausmaß,
 während der Verformung des $\langle 111 \rangle$ -Korns aktiv sind.

5.3 Torsion entlang der $\langle 100 \rangle$ -Achse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen an Körnern mit einer $\langle 100 \rangle$ -Orientierung entlang der Torsionsachse präsentiert. Dabei liegt der Schwerpunkt auf den sich unter der Torsion bildenden Versetzungsstrukturen. Das Besondere an Körnern mit dieser Orientierung ist die Tatsache, dass im Gegensatz zu den Körnern der $\langle 111 \rangle$ -Orientierung keine der $\{111\}$ -Ebenen senkrecht zur Torsionsachse ausgerichtet ist. Dafür weisen die vier $\{111\}$ -Ebenen einen identischen Winkel zur Torsionsachse auf (Abbildung 5.14), sodass, im Gegensatz zu den bereits besprochenen $\langle 111 \rangle$ -Körnern, in allen Gleitebenen gleiche Schubspannungen unter Torsionsbelastung auftreten.

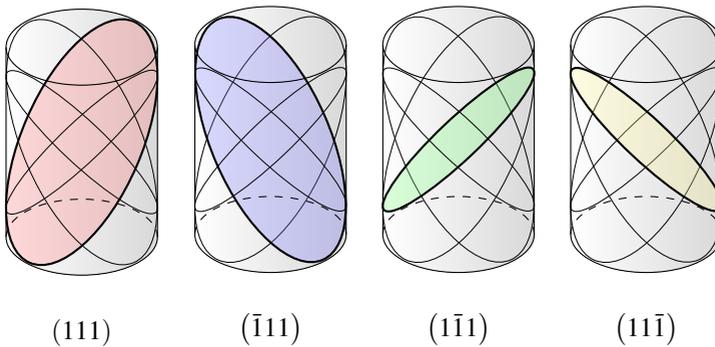


Abbildung 5.14: Lage der $\{111\}$ -Ebenen in einem Korn mit $\langle 100 \rangle$ -Orientierung entlang der Drehachse.

Wie bei den $\langle 111 \rangle$ -Körnern sind unter dem Rasterelektronenmikroskop auch an tordierten $\langle 100 \rangle$ -Körnern Oberflächenstufen zu erkennen. Exemplarisch zeigt Abbildung 5.15a typische Verläufe der Oberflächenstufen. Die Oberflächenstufen des $\langle 100 \rangle$ -Korns verlaufen entlang vier verschiedener Richtungen ellipsenförmig um den Mantel. Die Verläufe der Oberflächenstufen des Korns stimmen mit den Schnittlinien der $\{111\}$ -Ebenen mit der Mantel-

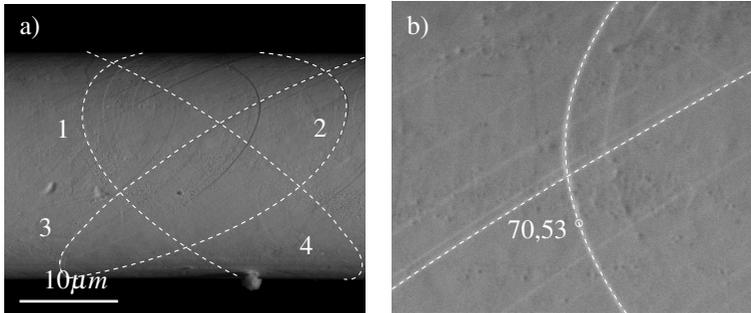


Abbildung 5.15: BSE-REM-Aufnahmen von Körnern mit einer $\langle 100 \rangle$ -Orientierung entlang der Drahtachse. a) Auf der Mantelfläche eines Kornes aus einem mit $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ belasteten Drahtes sind Oberflächenstufen der vier $\{111\}$ -Ebenen an der Mantelfläche zu erkennen. b) Der Winkel von $70,53^\circ$ identifiziert die Bänder als Schnittlinien des Mantels mit den $\{111\}$ -Ebenen des Kornes.

fläche des Kornes überein. Durch die vier verschiedenen Verläufe der Oberflächenstufen wird auf der Mantelfläche ein charakteristisches Rautenmuster gebildet, in dem sich die verschieden orientierten Oberflächenstufen unter einem Winkel von $70,53^\circ$ schneiden (Abbildung 5.15b). Entlang eines belasteten Drahtes sind die Stufenhöhen der Oberflächenstufen bei $\langle 100 \rangle$ -Körnern im Vergleich zu $\langle 111 \rangle$ -Körnern deutlich geringer. Die unter dem Rasterelektronenmikroskop beobachteten Oberflächenstufen lassen darauf schließen, dass Gleitprozesse in einem identischen Umfang auf den vier $\{111\}$ -Ebenen unter Torsionsbelastung ablaufen. Verwindungsmuster in der Oberflächenstruktur entlang der Drahtachse sind nicht auf Mantelflächen der $\langle 100 \rangle$ -Körner zu erkennen. Im Gegensatz zu den $\langle 111 \rangle$ -Körnern waren bei Nahaufnahmen der Oberflächenstufen der $\langle 100 \rangle$ -Körner keine Verschiebungen auszumachen. Daraus kann gefolgert werden, dass bei $\langle 100 \rangle$ -Körnern eine höhere Torsionssteifigkeit vorliegt als bei $\langle 111 \rangle$ -Körnern.

Wenn die $\langle 100 \rangle$ -Achse des Kornes mit der Drahtachse zusammenfällt, zeigen die vier unterschiedlich orientierten Oberflächenstufen des Kornes im

Allgemeinen ähnliche Stufenhöhen und Abstände zueinander auf. Über ein einzelnes Korn kann der Abstand zwischen gleichorientierten Oberflächenstufen entlang der Längsrichtung des Korns variieren. Dies ist insbesondere im Nahbereich zu Nachbarkörnern festzustellen. Oberflächenstufen, die auf eine Korngrenze zu einem Nachbar- oder einem Zwillingkorn treffen, weisen in der Regel eine geringere Stufenhöhe auf als Stufen, welche einen vollständigen Ring entlang der Mantelfläche bilden. Der Unterschied der Stufenhöhen zwischen durchlaufenden und unterbrochenen Oberflächenstufen ist jedoch deutlich schwächer ausgeprägt als bei den $\langle 111 \rangle$ -Körnern.

Weicht die Orientierung der Kristallachse von der Drahtachse ab, treten wie in Abbildung 5.16 zu erkennen, bezogen auf die Stufenhöhe und die Stufenabstände, bei $\langle 100 \rangle$ -Körnern Abweichungen zwischen verschiedenen Oberflächenstufenorientierungen auf. Hierbei sind beispielsweise die Stufenhöhen zweier Oberflächenstufen größer als die der beiden anderen. Diese Unterschiede sind umso ausgeprägter, je größer die Abweichung der Kristallachse von der Drahtachse ist.

Vereinzelt ist bei größeren Abweichungen auch ein seitliches Abgleiten eines Kornabschnitts entlang einer der $\{111\}$ -Ebenen zu erkennen. Ungleichmäßigkeiten zwischen verschiedenen Oberflächenstufen treten auch auf, wenn die Korngrenzen zu benachbarten Körnern mit ihrer Normalen, bezüglich der Drahtachse, geneigt sind oder Zwillingkörner in dem $\langle 100 \rangle$ -Korn angelagert sind.

5.3.1 Querschnittsuntersuchungen

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Beugungsuntersuchungen zur Kartierung der Kristallorientierung exemplarisch an einzelnen Proben erläutert. Bei den Proben handelt es sich um $\langle 100 \rangle$ -Körner, deren Querschnitte sowohl mittels Röntgenbeugungsuntersuchungen als auch mittels

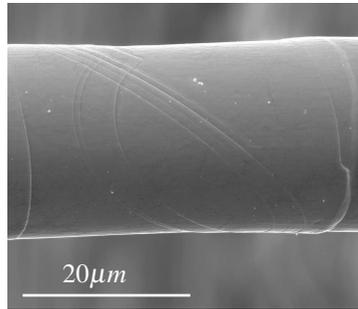


Abbildung 5.16: Aufnahme eines $\langle 100 \rangle$ -Korns mit ungleichmäßigen Stufenhöhen die im Nahbereich der Korngrenze verschwinden.

Elektronenbeugungsuntersuchungen erfasst wurden. Die Beobachtungen werden exemplarisch anhand von drei Proben mit den Bezeichnungen EA1, EA2, EA3 beschrieben, bei denen die zugehörigen bambusstrukturierten Drähte mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$, $0,8\%$ bzw. $2,0\%$ während der Torsion belastet wurden. Ergebnisse zu weiteren Proben dieser Strahlzeit befinden sich in Abschnitt A.1. Die Röntgenuntersuchungen erfolgten an der Strahllinie CRG-IF BM32 der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble (Frankreich) im Februar 2015. Der Strahl wies während der Strahlzeit eine Halbwertsbreite von $0,4 \mu\text{m}$ auf. Die punktförmige Gestalt und die geringe Ausdehnung der Beugungspunkte in den aufgezeichneten Beugungsmustern ermöglichen eine hohe Genauigkeit der Auswertung, sodass davon ausgegangen werden kann, dass die derzeit größtmögliche Genauigkeit der Orientierungsbestimmung bei dem Laue-Verfahren erreicht wird. Somit sollten auch Muster lokaler Orientierungsänderungen in den Proben der kleinsten Verformungsgrade von $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ erfasst werden können. Die Grenzen der Röntgenbeugungsuntersuchungen liegen primär bei dem lateralen Auflösungsvermögen, welches durch die Strahlbreite vorgegeben ist. Aufgrund der Halbwertsbreite des Strahls von $0,4 \mu\text{m}$ kann davon ausgegangen werden, dass die Schrittweite von $1 \mu\text{m}$ mit der wirk-

lichen lateralen Auflösung übereinstimmt. Für eine weitergehende Erfassung der lokal ablaufenden Verformungen und sich eventuell ausbildender Strukturen ist es jedoch erforderlich, Orientierungskartierungen mit einer höheren lateralen Auflösung zu erstellen. Zu diesem Zweck wurden an denselben Querschnitten Untersuchungen mittels Elektronenrückstreubeugung durchgeführt, welche mit einer Schrittbreite von $0.3\mu\text{m}$ eine höhere laterale Auflösung ermöglichen. Dies erlaubt insbesondere, die Beschaffenheit der lokalen Orientierungsänderungen feiner aufzulösen.

Hierfür wurden die Oberflächen der Proben nach den Laueuntersuchungen an der ESRF mittels einer Ionenfeinstrahlanlage nochmals poliert. Dabei wurde eine Schicht mit einer Tiefe von ungefähr $1\mu\text{m}$ abgetragen. Dies war aufgrund der unvermeidbaren Probenverunreinigung während des Transports und der Strahlzeit an der ESRF notwendig, da schon geringe Ablagerungen auf der Oberfläche zu einer Verschlechterung der Messgenauigkeit in den oberflächennahen EBSD-Untersuchungen führen kann. Aufgrund der größeren Informationstiefe bei Röntgenuntersuchungen, welche im Mikrometerbereich liegt, ist davon auszugehen, dass trotz des Materialabtrags vor den Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen ein vergleichbarer Probenbereich durch beide Verfahren erfasst wurde. Es wird in dieser Arbeit angenommen, dass Änderungen, welche durch eine Verlagerung der Oberfläche hervorgerufen werden, wie beispielsweise Relaxationsprozesse und das Austreten von Versetzungen an der Oberfläche, einen vernachlässigbaren Einfluss haben.

Globale Auswertung

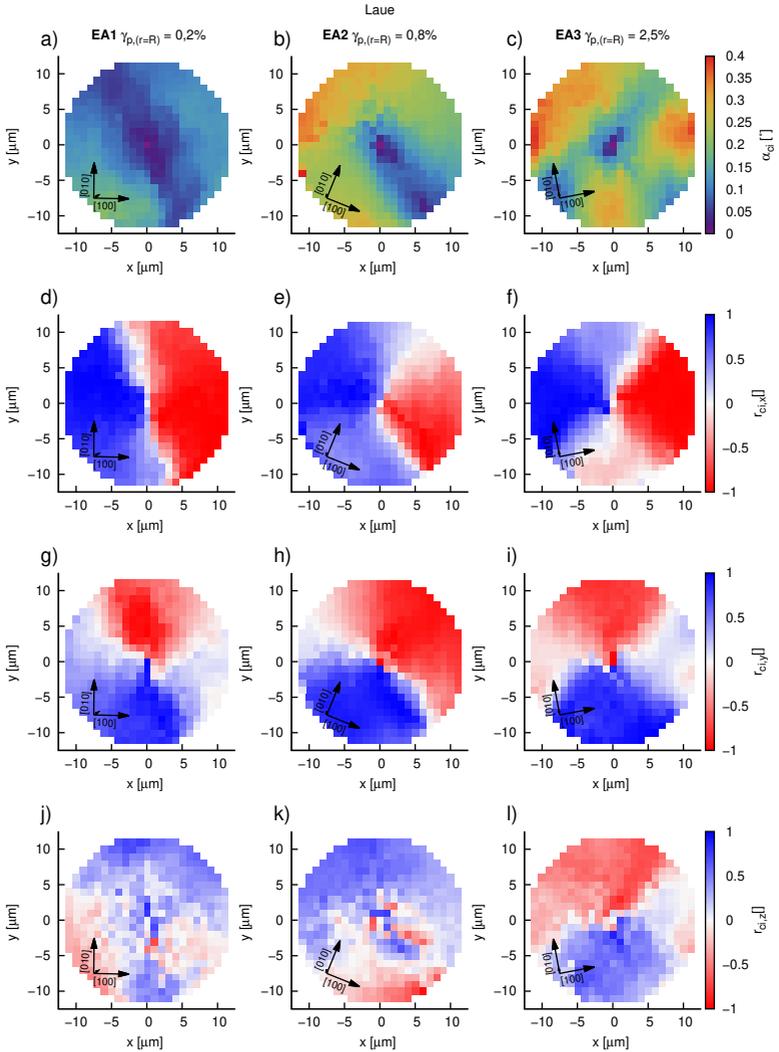


Abbildung 5.17: Globale Missorientierung α_{ci} und Anteile der Drehachse \hat{r}_{ci} in Probenkoordinaten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Lauebeugungsuntersuchungen bestimmt.

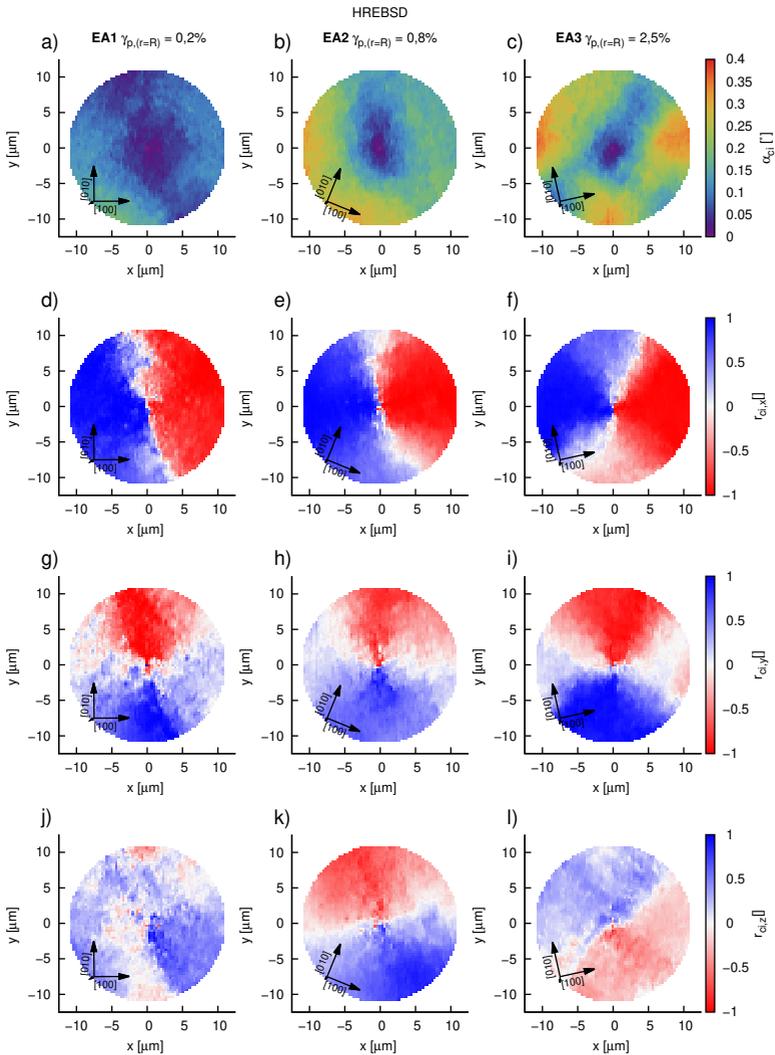


Abbildung 5.18: Globale Missorientierung α_{ci} und Anteile des Drehachse \hat{r}_{ci} in Probenkoordinaten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Elektronenbeugungsuntersuchungen bestimmt.

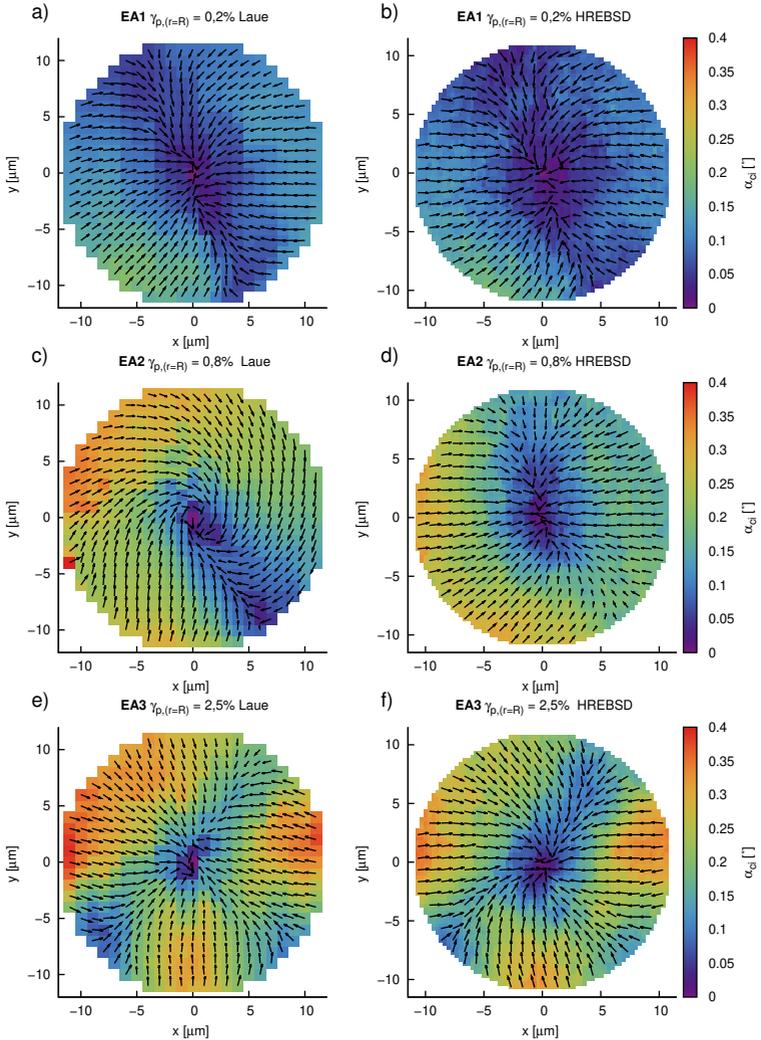


Abbildung 5.19: Globale Missorientierung α_{ci} und Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Laue- oder Elektronenrückstreuung untersucht.

In Abbildung 5.17, Abbildung 5.18 und Abbildung 5.19 sind die Querschnitte der drei als EA1, EA2, EA3 bezeichneten $\langle 100 \rangle$ -Körner dargestellt, die nach dem in Kapitel 4.4 beschriebenen Verfahren zur Bestimmung der globalen Orientierungsänderung ausgewertet wurden. Abbildung 5.17 und Abbildung 5.18 zeigen den Winkel α_{ci} an jedem Punkt i in Bezug auf den Querschnittsmittelpunkt c und die Komponenten der Rotationsachse \hat{r}_{ci} . In Abbildung 5.19 werden der Winkel α_{ci} und die Rotationsachse \hat{r}_{ci} in Bezug auf den Querschnittsmittelpunkt c gezeigt. Zwei Besonderheiten lassen sich aus den Kartierungen der globalen Verformung sofort erkennen.

Die erste Beobachtung ist, dass die maximalen Winkel der Abweichung zum Zentrum der Probe mit zunehmender Verformung der Probe ansteigen. Der Winkel α_{ci} steigt in allen Querschnitten im Allgemeinen mit zunehmendem Abstand r zum Mittelpunkt c an. Bei stärkeren Verformungsgraden sinkt der durchschnittliche Winkel der Orientierungsabweichung gegenüber der Mitte in der Nähe der Drahtoberfläche teilweise wieder etwas ab. Dies ist insbesondere entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der Probe EA3 zu erkennen (Abbildung 5.20).

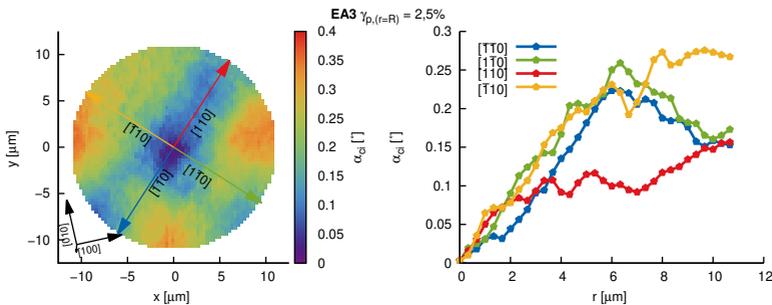


Abbildung 5.20: Verlauf der globalen Missorientierung α_{ci} entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der Probe EA3. Entlang der Richtungen $[1\bar{1}0]$ und $[1\bar{1}0]$ ist eine Abnahme der globalen Missorientierung α_{ci} am Rand zu erkennen.

Die zweite Beobachtung besteht darin, dass die Verteilung der globalen Abweichung α_{ci} zum Rand R hin bei höheren Verformungsgraden nicht radialsymmetrisch ist. Diese ungleichmäßige Verteilung besteht in einer Richtungsabhängigkeit des Winkels bezogen auf den Querschnittsmittelpunkt. Beispielsweise zeigt der Vergleich zwischen der Probe EA1 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ und der Probe EA3 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$, dass die richtungsabhängige Abweichung bei der Probe EA3 deutlich ausgeprägter ist, als bei der Probe EA1, die eine relativ gleichmäßige Verteilung zeigt. In den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen ist überwiegend eine höhere Orientierungsabweichung in Bezug auf den Probenmittelpunkt zu erkennen, als in den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. In Probe EA3 ist diese ungleichmäßige Verteilung am deutlichsten ausgeprägt.

Um die Drehachse der Rotation an den einzelnen Messpunkten i , bezogen auf den Mittelpunkt c bestimmen zu können, sind die Verteilungen der drei Komponenten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ der Rotationsachse \hat{r}_{ci} in Probenkoordinaten an jedem Messpunkt i dargestellt. Die tangential in der Querschnittsfläche liegenden Komponenten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ zeigen wie in dem Querschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns in allen Proben eine charakteristische Verteilung im Querschnitt. Die höchsten Beträge sind dabei in den jeweiligen Achsenrichtungen $[100]$ und $[010]$ zu erkennen, während die niedrigsten Beträge jeweils quer zu den Achsenrichtungen $[100]$ und $[010]$ auftreten. Die in Abbildung 5.18 gezeigten globalen Rotationen, die auf den Elektronenbeugungsuntersuchungen basieren, stimmen im Wesentlichen mit den in Abbildung 5.17 dargestellten Ergebnissen der Röntgenbeugungsuntersuchungen überein. Die Orientierungen der Proben bezüglich des Detektors unterscheidet sich nur minimal von den Orientierungen der Proben bei den Röntgenbeugungsuntersuchungen, was an der Ausrichtung der $\langle 001 \rangle$ -Kristallachsen zu erkennen ist. Anhand der gemessenen Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} zeigt sich auch hier die radiale Ausrichtung der Rotationsachsen $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$.

Dies bedeutet, dass die Rotationsachse \hat{r}_{ci} an den Messpunkten i radial in Richtung des Zentrums c ausgerichtet ist. Die Rotationsachsenkomponente $r_{ci,z}$, die in Richtung der Querschnittsnormalen \hat{n} aus der Querschnittsfläche heraussteht, weist unter den drei Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} die niedrigsten Werte auf und zeigt kein allgemein erkennbares Muster. Die Drehungen des Kristalls, bezogen auf den Mittelpunkt c , verlaufen somit primär um einen radial ausgerichteten Drehvektor \hat{r}_{ci} in der Querschnittsebene.

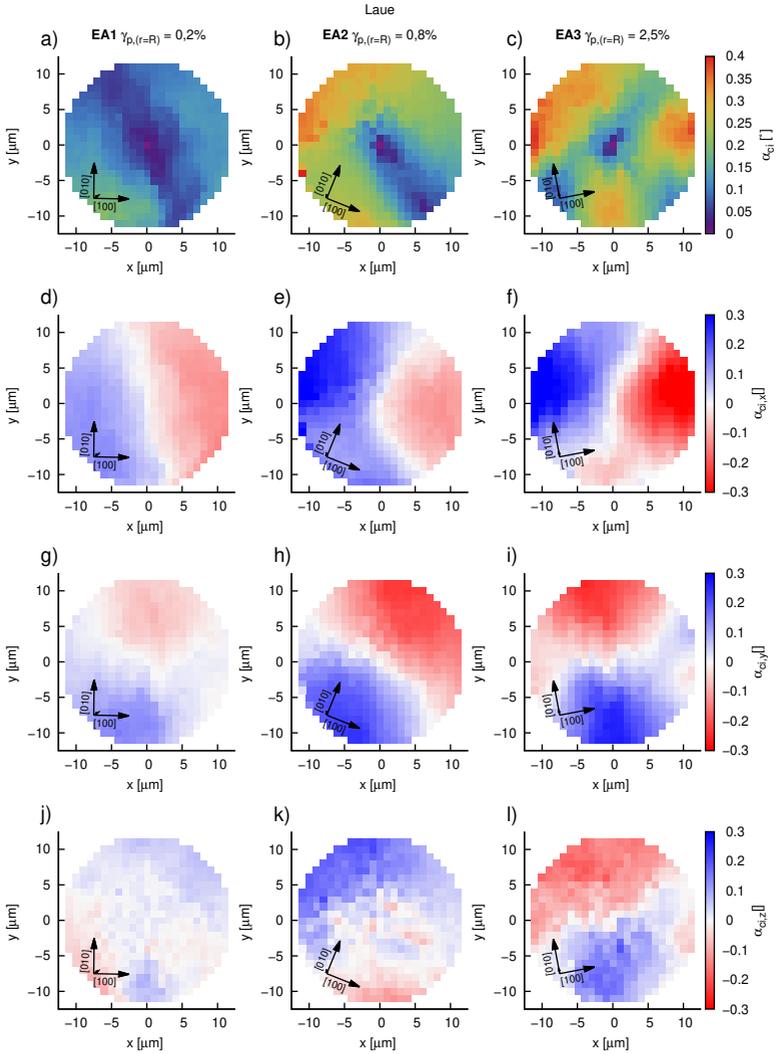


Abbildung 5.21: Globale Missorientierung α_{ci} und Anteile der Winkelvektors $\hat{\alpha}_{ci}$ in Probenkoordinaten $\alpha_{ci,x}$, $\alpha_{ci,y}$ und $\alpha_{ci,z}$ in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Lauebeugungsuntersuchungen bestimmt.

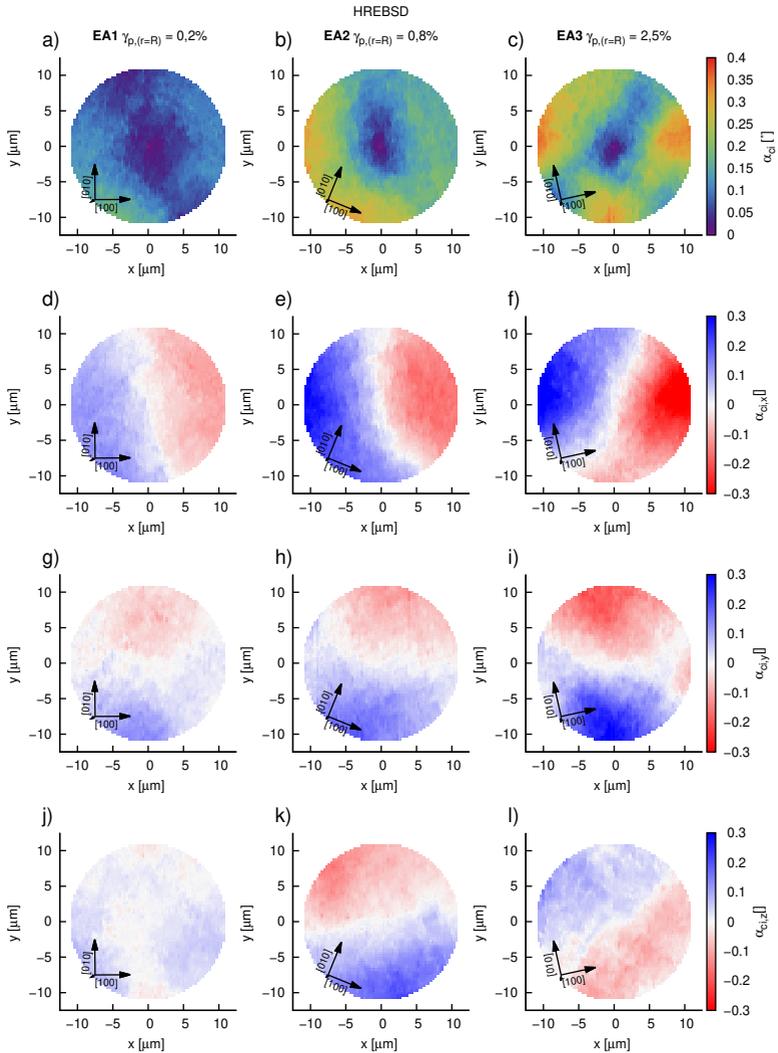


Abbildung 5.22: Globale Missorientierung α_{ci} und Anteile des Winkelvektors $\hat{\alpha}_{ci}$ in Probenkoordinaten $\alpha_{ci,x}$, $\alpha_{ci,y}$ und $\alpha_{ci,z}$ in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körnern. Die Orientierungen wurden mittels Elektronenbeugungsuntersuchungen bestimmt.

In der vektoriellen Darstellung des Winkels $\vec{\alpha}_{ci}$, welche die einzelnen Rotationsanteile in dem Querschnitt zeigt, ist sowohl in den Kartierungen der Laue-Daten (Abbildung 5.21), als auch in denen der Elektronenrückstreubeugungsdaten (Abbildung 5.22) eine veränderte Verteilung der ebenen Komponenten zu beobachten. Die Verteilung der ebenen Komponenten des Winkelvektors $\vec{\alpha}_{ci}$, $\alpha_{ci,x}$ und $\alpha_{ci,y}$ ist schwächer ausgeprägt als bei den ebenen Komponenten $r_{ci,x}$ und $r_{ci,z}$ der Drehachse \hat{r}_{ci} . Die Werte der Komponenten sind sowohl von ihrer Richtung als auch ihrem Abstand r bezogen auf den Mittelpunkt c abhängig. Im Allgemeinen ist in den Kartierungen eine Linie mit minimalen Beträgen zu erkennen, welche senkrecht zur Komponentenrichtung durch den Mittelpunkt verläuft, wobei die Beträge der Komponenten mit zunehmendem Abstand zu der Linie ansteigen. Die Komponente $\alpha_{ci,z}$ zeigt keine über alle Proben hinweg einheitliche Verteilung auf.

Stärker als in den Daten der Röntgenbeugungsuntersuchungen, ist die ungleichmäßige Zunahme der Winkelkomponenten $\alpha_{ci,x}$, $\alpha_{ci,y}$, und $\alpha_{ci,z}$ in den Daten der Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen bemerkbar. In der Kartierung des Winkels α_{ci} bezüglich des Probenmittelpunkts sind im Gegensatz zu den Verteilungen in den Daten der Röntgenbeugungsuntersuchungen (Abbildung 5.21) deutliche Kanten auszumachen, an denen es zu Sprüngen des Winkels α_{ci} kommt. Diese Kanten verlaufen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Beispielsweise ist in einem zentralen Bereich der Probe EA1 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ in Abbildung 5.22a in der Winkelabweichung α_{ci} ein quadratischer Bereich auszumachen, der kleinere Werte aufweist als der restliche Bereich des Querschnitts. Eine weitere Kante ist in der Probe mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$ zu erkennen, entlang derer ein Sprung der Winkelabweichung α_{ci} verläuft. Deutliche Unterschiede zwischen den Ergebnissen der Elektronenbeugungsuntersuchungen und der Röntgenbeugungsuntersuchungen in der Verteilung des Winkels α_{ci} bestehen auch in der Probe EA2 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$. In der auf den Röntgenbeugungsuntersuchungen ba-

sierenden Kartierung ist ein Bereich höherer Abweichungen zu erkennen, der in den auf Elektronenbeugungsuntersuchungen basierenden Kartierung nicht auszumachen ist. Dieser Unterschied könnte auf ein dahinterliegendes Zwillingskorn zurückzuführen sein. Es ist zu vermuten, dass dessen Auswirkungen auf die Verformung des Korns einen Bereich umfasst, der durch die größere Eindringtiefe der Röntgenstrahlen erfasst wird, nicht jedoch durch die Elektronenstrahlen.

Lokale Auswertung

Um Hinweise auf die lokalen Versetzungsstrukturen zu bekommen, werden die Änderungen der Orientierungen im Nachbarbereich eines jeden Punktes i untersucht. Dazu wird die Kernel Average Misorientation (KAM) eines jeden Messpunktes bezüglich seiner acht $\alpha_{i,KAM8}$ nächsten Nachbarn berechnet und in Abbildung 5.23 kartiert.

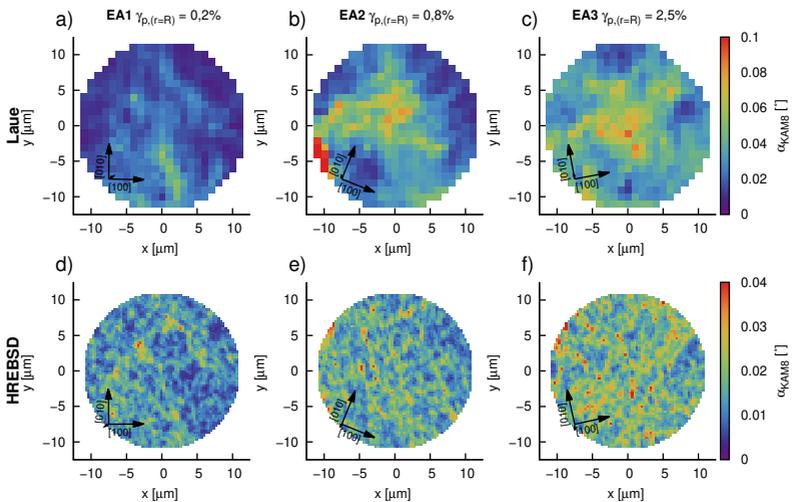


Abbildung 5.23: Lokale Rotationen der Querschnitte der $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die obere Reihe zeigt die lokale Verformung aus den Laubeugungsuntersuchungen, die untere Reihe die Ergebnisse der HREBSD-Untersuchungen. Die $\alpha_{i,KAM8}$ -Werte in den Querschnitten nehmen mit höheren Verformungsgraden zu. Bei $\gamma_{p,(r=R)}=0,8$ und $2,5\%$ lassen sich insbesondere in den HREBSD-Datensätzen ansatzweise Linien mit höheren Abweichungen in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen erkennen.

Die Werte der Kernel Average Misorientation nehmen mit zunehmender Verformung der Probe zu. Jedoch besteht hierbei ebenfalls keine direkte Proportionalität zum Verformungsgrad der Probe. Im Zentrum des Querschnitts treten in allen Querschnitten die höchsten Werte auf. In der Verteilung der $\alpha_{i,KAM8}$ -Werte lassen sich in den meisten Proben keine ausgeprägten Muster erkennen. Ansatzweise sind in Proben mit höheren Verformungsgraden Linien höherer KAM-Werte zu erkennen, die entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen verlaufen (siehe insbesondere Abbildung 5.24f). Hierbei handelt es sich um Schnittlinien der $\{111\}$ -Ebenen mit der Querschnittsfläche. Auffallend ist die ungleichmäßige Verteilung der lokalen Winkelabweichungen innerhalb des Querschnitts. So sind insbesondere bei der Probe mit der stärksten Belastung deutlich geringere Werte der lokalen Winkelabweichungen in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen zu erkennen.

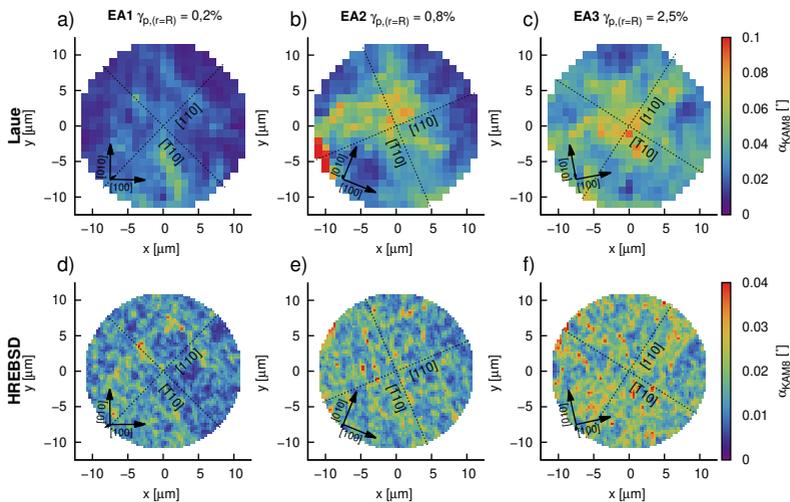


Abbildung 5.24: Linien größerer lokaler Rotationen der Querschnitte der $\langle 100 \rangle$ -Körner entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen.

Zusammenfassend lassen sich aufgrund der geringen lateralen Auflösung sowie der unspezifischen Beschaffenheit des KAM-Wertes bei den Laue-Daten keine Aussagen über anwesende Versetzungsstrukturen treffen. In der Kartierung der lokalen Orientierungsabweichungen (Abbildung 5.23) in Form der Kernel Average Misorientation der mittels EBSD erfassten Daten zeigen sich ausgeprägtere Muster als in den lokalen Orientierungsabweichungen, die auf den Daten der Röntgenbeugungsuntersuchungen basieren. Hierbei spiegeln sich die in der Verteilung der globalen Abweichung erkannten Beobachtungen wieder. An den Orten der Kanten weisen auch die lokalen Abweichungen $\alpha_{i,KAM8}$ Linien höhere Werte auf. Die Schnittlinien der $\{111\}$ -Ebenen mit der Querschnittsfläche sind durch die höhere laterale Auflösung deutlich identifizierbar. Dies deutet darauf hin, dass auf den $\{111\}$ -Ebenen während der Torsion Versetzungen aktiviert werden, die zu Änderungen der Gitterorientierung an den $\{111\}$ -Ebenen führen. In der Probe mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ ist die quadratische Struktur durch Linien entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen begrenzt. In der Probe mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$ ist ein gekreuztes Netz zu erkennen, welches sich quer über den Querschnitt erstreckt, wobei die Linien des Netzes entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen verlaufen. In der Probe $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ sind die Linien höherer lokaler Abweichungen am deutlichsten auszumachen. An der Zunahme der KAM-Werte der Linien und der Dichte der Linien spiegelt sich die bei stärkeren Verformungen zunehmende Versetzungsaktivität und die Anzahl der aktivierten Gleitsysteme wieder. Signifikante Unterschiede in den lokalen Rotationswerten sind zwischen den verschiedenen Linien nicht allzu deutlich zu erkennen, was auf eine gleichmäßige Aktivierung der verschiedenen Gleitsysteme schließen lässt. Ansatzweise lässt sich eine Schachbrettstruktur ausmachen, die insbesondere bei $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$ zu erkennen ist. Bei $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ ist eine ungleichmäßige Verteilung der sichtbaren Linien festzustellen. So zeigen die lokalen Rotationen im Inneren des Querschnitts die größten Werte. Insgesamt bilden die Linien eine Kreuzstruktur in dem Querschnitt, wobei

entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen höhere lokale KAM-Werte $\alpha_{i,KAM8}$ erkennbar sind, als in den zwischenliegenden Abschnitten.

Um ein genaueres Bild zur Struktur der Versetzungen zu erhalten, wird in einem weiteren Schritt der komponentenspezifische Ansatz der lokalen Rotationsauswertung bezüglich der Richtungen $\langle 100 \rangle, \langle 110 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ angewandt, um eine präzisere Auswertung der Änderungen im Kristall zu ermöglichen. In der komponentenspezifischen Auswertung zeigen sich die parameterspezifischen, lokalen Winkel in den Querschnitten. Die Parameter bestehen jeweils aus einer Bezugsrichtung \hat{d} und einer Rotationsachse \hat{k} . Für jeweilige Kombinationen sind Muster unterschiedlicher Intensität zu erkennen. Bei Kombinationen in denen sich die Bezugsrichtung \hat{d} von der Ausrichtung der Rotationsachse \hat{k} unterscheiden, weisen die Winkel $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ im Gegensatz zu Kombinationen, in denen die beiden Richtungen \hat{d} und \hat{k} parallel zueinander sind, signifikant geringere Werte auf. Letztere beschreiben Rotationen wie sie beispielsweise an Drehkorn Grenzen auftreten. Kipprotationen, bei denen \hat{d} und \hat{k} zueinander senkrecht ausgerichtet sind, zeigen im Vergleich zu anderen Kombinationen vernachlässigbare Werte. Die größten Werte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ der lokalen Rotationen sind in Kombinationen zu erkennen, deren Rotationsachse \hat{k} in $[110]$ - bzw. $[\bar{1}10]$ -Richtung zeigt. Somit dominieren Verdrehungen gegenüber Verkippungen. Bei den Systemen mit den höchsten Werten $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ handelt es sich um die mit $\hat{d},\hat{k} = [110]$ und $\hat{d},\hat{k} = [\bar{1}10]$. Für diese Kombinationen sind die Rotationswerte in den Querschnitten in Abbildung 5.25 aus den Laue-Datensätzen dargestellt.

In der Verteilung der Rotationswerte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ der angegebenen Kombinationen der Laue-Daten sind in den gezeigten Proben Bänder zu erkennen, welche senkrecht zu den Richtungen der kennzeichnenden Vektoren \hat{d} in $[110]$ - bzw. $[\bar{1}10]$ -Richtungen über den Querschnitt verlaufen. Die Kombination der \hat{d},\hat{k} -Werte beschreibt jeweilige Verdrehungen. Die Linien höherer lokaler Rotationen lassen sich somit als Schnittlinien von Drehgrenzen mit

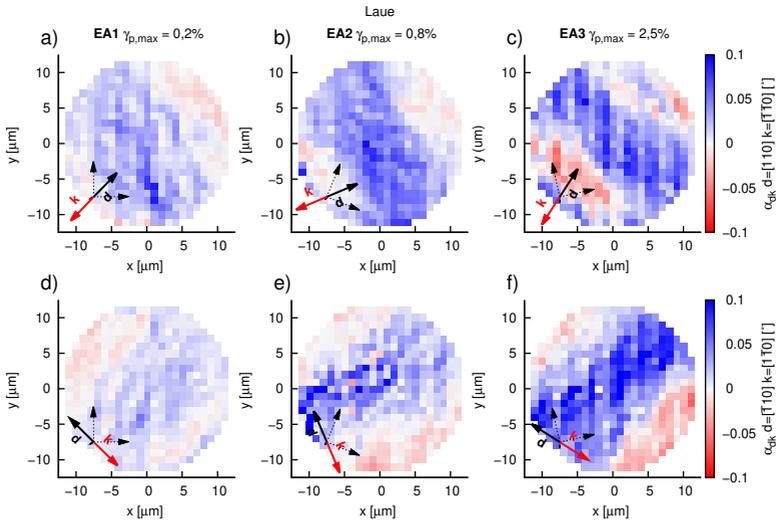


Abbildung 5.25: Aufbereitete Laue-Datensätze. Die dominierenden Rotationssysteme bilden grobe Bänder, welche sich entlang der $[110]$ - bzw. der $[\bar{1}10]$ -Richtung über die Querschnitte erstrecken. Mit zunehmenden Verformungsgraden nehmen die Werte der Bänder zu und eine Konzentration in der Mitte tritt auf. Zum Rand hin nehmen die Werte ab und zeigen in die andere Richtung.

der Querschnittsfläche identifizieren. Innerhalb der Bänder weisen die Rotationswerte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ die größten Beträge auf. Außerhalb der Bänder haben die Rotationswerte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ Beträge nahe 0 oder ein anderes Vorzeichen als innerhalb der Bänder. Dies bedeutet, dass innerhalb eines Bandes die größten Drehungen erfolgen, während außerhalb des Bandes vergleichsweise geringe Drehungen oder sogar entgegengesetzte Drehungen vorliegen. Sowohl die positiven Werte der lokalen Drehungen $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ innerhalb des Bandes als auch die negativen Werte der lokalen Drehungen $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ außerhalb eines Bandes steigen mit den Verformungsgraden $\gamma_{p,(r=R)}$ des zugehörigen Drahtes. Die möglichen Gründe für den Vorzeichenwechsel werden in Abschnitt 6.2 erörtert.

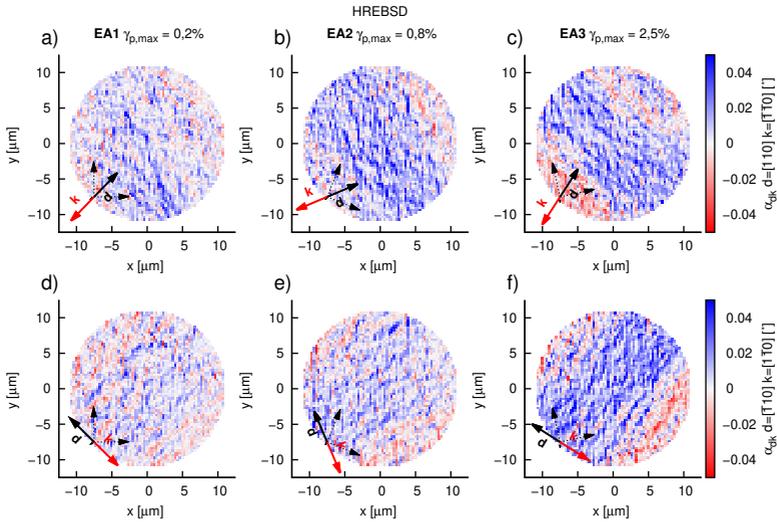


Abbildung 5.26: Aufbereitete EBSD-Datensätze. Die dominierenden Rotationssysteme bilden Bänder aus deutlich voneinander unterscheidbaren Linien, welche sich entlang der $[110]$ bzw. der $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung über die Querschnitte erstrecken. Mit zunehmenden Verformungsgraden nehmen die Werte der Bänder zu und eine Konzentration in der Mitte tritt auf. Zum Rand hin nehmen die Werte ab und zeigen in die andere Richtung.

Die komponentenweise lokale Auswertung der EBSD-Daten führt zu vergleichbaren Ergebnissen wie in den vorherigen Zerlegungen der Röntgen-daten. Die größten Werte der lokalen Abweichungen $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ treten ebenfalls bei den Bezugsrichtungen $\hat{d} = [\bar{1}\bar{1}0]$ bzw. $[110]$ auf. In diesen Bezugsrichtungen sind die lokalen Abweichungen $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ am größten, wenn die Rotationsachse \hat{k} in $[1\bar{1}0]$, $[1\bar{1}1]$, $[1\bar{1}\bar{1}]$ - beziehungsweise $[\bar{1}\bar{1}0]$, $[\bar{1}\bar{1}1]$, $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung liegt.

In Abbildung 5.26 werden die Rotationswerte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ für die Kombinationen $\hat{d} = [110]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$ und $\hat{d} = [\bar{1}\bar{1}0]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$ dargestellt. Im Inneren der Querschnitte sind die bereits beobachteten Bänder mit höheren Rotationswerten $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen identifizierbar. Im Gegensatz zu den vor-

angehenden Kartierungen der Röntgendaten erscheinen die Bänder nicht als nahezu homogene Flächen, sondern als Bereiche, die eine Ansammlung von parallel zur jeweiligen Bandrichtung verlaufenden Linien aufweisen. Diese sind ansatzweise in der Probe EA1 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ (Abbildung 5.26a,d) bemerkbar, wobei sowohl Bereiche mit minimalen Drehungen als auch mit negativen Drehungen im inneren Bereich zu erkennen sind. In der Probe EA2 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$ (Abbildung 5.26b,e) ist insbesondere bei der Komponente mit $\vec{d} = [110]$, $\vec{k} = [\bar{1}\bar{1}0]$ aber eine Konzentration der Linien im zentralen Bereich des Querschnitts auszumachen. Bei Probe EA3 mit $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ (Abbildung 5.26c, f) verlaufen mehrere Linien höherer Verformung in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, welche sich in dem Band befinden, das schon in den Laueuntersuchungen festzustellen war. Ebenso ist in dieser Probe, deutlicher als in den anderen Proben, eine Aufteilung in einen inneren Bereich mit einer positiven Rotation und einen äußeren Bereich mit einer negativen Drehung anzutreffen. Außerhalb des Bandes sind keine Bänder signifikanter Intensität zu erkennen. Die Linien höherer Rotationen befinden sich im Allgemeinen in Bereichen niedriger globaler Verformung α_{ci} (Abbildung 5.22a,b,c) und korrelieren mit Sprüngen der globalen Verformung.

Die Ergebnisse der Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen an den Querschnitten offenbaren wie die Laueuntersuchungen, dass keine gleichmäßige Änderung der Orientierung über den Querschnitt erfolgt, sondern Sprünge an Kanten entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen auftreten. In Richtung der Kanten verlaufen in den lokalen Untersuchungen Linien mit höheren lokalen Abweichungen $\alpha_{i,KAM8}$. Die Verformungsbänder im Zentrum des Querschnitts weisen eine höhere Dichte dieser Linien auf als die Randbereiche. Aus den Rotationswerten $\alpha_{\vec{d},\vec{k}}$ geht hervor, dass die Sprünge entlang der Linien Eigenschaften von Drehkorn Grenzen haben. Auffällig ist, dass die Rotationen um die $\langle 110 \rangle$ - und die $\langle 111 \rangle$ -Richtungen entlang der die höchsten Rotationswerte zeigen. Vereinzelt sind auch im inneren Bereich eines Bandes Linien mit umgekehrtem Vorzeichen auszumachen. Der Wechsel

des Vorzeichens könnte durch den Schnitt des Querschnitts durch gegenüberliegende Gleitebenen verursacht sein. Der erkennbare Anteil der Linien mit umgekehrtem Vorzeichen im Bandbereich nimmt mit zunehmender Belastung ab.

Erwartet wären höhere Werte in den $\langle 111 \rangle$ -Richtungen. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass sich entlang der Linien zwei Gleitebenen mit ihren Rotationen überlagern. Bei der Überlagerung der jeweiligen Rotationen der Gleitebenen um die $\langle 111 \rangle$ -Achsen können sich die Rotationskomponenten in $[001]$ -Richtung gegenseitig aufheben. Daraus kann gefolgert werden, dass bei einer Überlagerung der $[111]$ mit der $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ eine resultierende Rotation um die $[110]$ -Achse hervorgeht. Die Ergebnisse der Orientierungsmittelungen stimmen im Allgemeinen mit denen der Röntgenuntersuchungen überein. Dies zeigt sowohl, dass die beiden Methoden eine vergleichbare Winkelgenauigkeit aufweisen als auch dass die Ergebnisse der Röntgenbeugungsuntersuchungen durch das größere Streuvolumen beeinflusst werden.

5.3.2 Längsschnittuntersuchungen

Globale Auswertung

Für eine Interpretation der in den Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körnern zu beobachtenden Orientierungsänderungen ist zusätzlich eine Erfassung der Orientierungsänderungen entlang des Längsschnitts erforderlich. Bezogen auf die $\langle 111 \rangle$ -Körner stellen die Längsschnitte die einzige relevante Informationsquelle dar. Die Ergebnisse der Längsschnittuntersuchungen werden exemplarisch an einem Längsschnitt erläutert, der aus dem selben Draht gefertigt ist, wie Probe EA3 ($\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$). Die Längsschnitte sind mit einer Schrittweite von $0,3\mu\text{m}$ mittels Elektronenrückstreubeugung erfasst. Längsschnittuntersuchungen, die sich über mehrere benachbarte Körner ei-

nes Drahts erstrecken, wurden nicht durchgeführt, da eine gleichmäßige Oberflächenqualität über Körner unterschiedlicher Orientierungen wie in Abschnitt 3.3 bereits erwähnt nicht erzeugt werden kann.

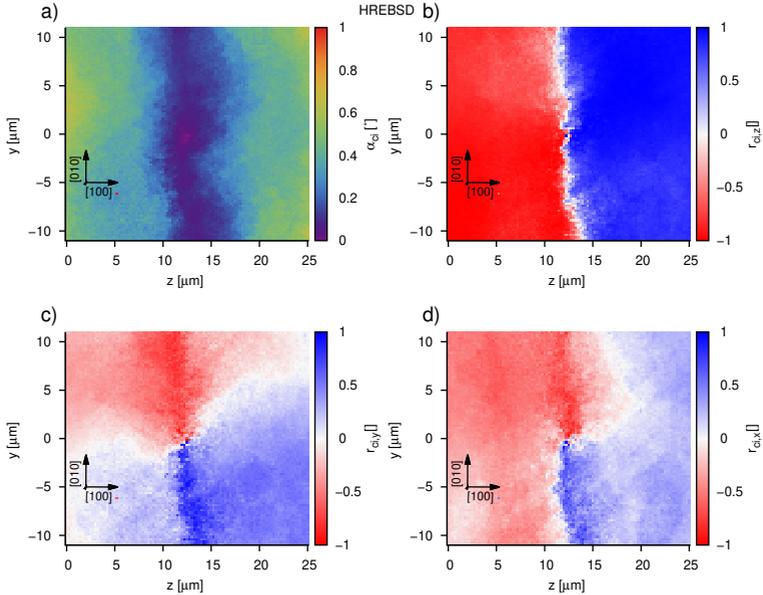


Abbildung 5.27: Winkel α_{ci} und Rotationsachsenkomponenten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ der globalen Rotation in einem Längsschnitt durch ein Korn einer $\langle 100 \rangle$ -Orientierung.

Abbildung 5.27 zeigt die globalen Änderungen in einem Längsschnitt mit dem Referenzpunkt c im Zentrum. Die Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} sind in die Richtungen x, y, z des Koordinatensystems des Elektronenmikroskops ausgerichtet. An den globalen Orientierungsänderungen α_{ci} ist zu erkennen, dass sich, ausgehend vom Bezugspunkt c im Zentrum des Längsschnitts, die Orientierung des Kristalls sowohl längs als auch quer zur Drahtachse ändert. Deutlich zu erkennen ist, dass die Orientierungsänderung entlang der Drahtachse mit bis zu $\alpha_{ci} = 0,6$ Grad in beide Richtungen deutlich stärker ausgeprägt ist, als quer zum Längsschnitt der Probe. Übereinstimmend

mit dieser Beobachtung ist die Komponente $r_{ci,z}$ der Drehachse \hat{r}_{ci} entlang der Längsrichtung des Korns am stärksten ausgebildet. Die Komponenten $r_{ci,x}, r_{ci,y}$ der Drehachse \hat{r}_{ci} entlang der Querrichtung x und der Tiefenrichtung y sind dagegen schwächer ausgeprägt.

Lokale Auswertung

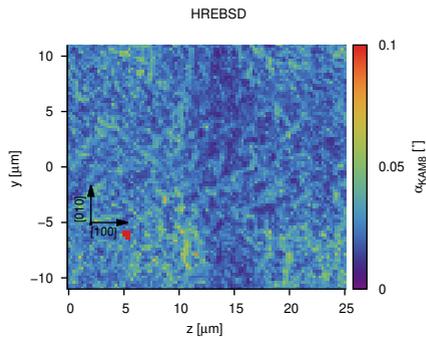


Abbildung 5.28: Lokale Rotationen $\alpha_{i,KAM8}$ in einem Längsschnitt durch ein Korn in $\langle 100 \rangle$ -Richtung.

Bei der Kartierung der lokalen Rotationen in Form der Kernel Average Misorientation $\alpha_{i,KAM8}$ (Abbildung 5.28) lassen sich wie in den Querschnitten entlang der Schnittlinien der $\{111\}$ -Ebenen mit der Längsschnittfläche ansatzweise Strukturen höherer lokaler Abweichungen erkennen. Dies kann durch die Versetzungsaktivitäten auf den $\{111\}$ -Ebenen zurückzuführen sein. Ähnlich wie in den Querschnitten heben sich die $\alpha_{i,KAM8}$ -Werte der Schnittlinien nicht signifikant ab. Intensitätsunterschiede lassen sich zwischen Schnittlinien unterschiedlicher Ausrichtungen nicht erkennen.

In der richtungsabhängigen Auswertung der lokalen Änderungen innerhalb des Längsschnitts des $\langle 100 \rangle$ -Korns in Abbildung 5.29 sind die Winkel $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ der dominanten Kombinationen aus \hat{d} und \hat{k} gezeigt. Dabei handelt es sich

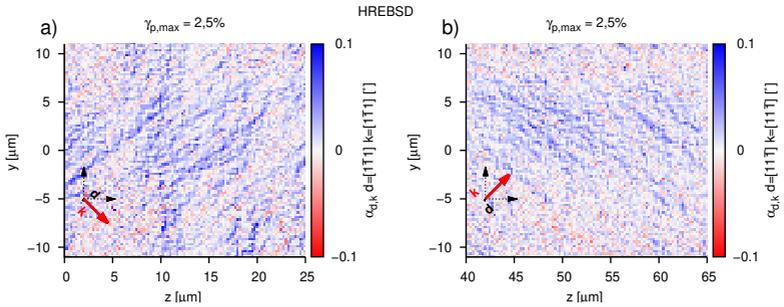


Abbildung 5.29: Darstellung der Rotationswerte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ der beiden dominanten Komponenten $\hat{d} = [1\bar{1}\bar{1}]$ (a), bzw. $[11\bar{1}]$ (b) in dem Längsschnitt des $\langle 100 \rangle$ -Korns. Der Bereich in Abbildung b ist gegenüber dem Bereich der Abbildung a verschoben.

um Kombinationen, die Rotationen mit $\hat{d}, \hat{k} = [011]$ und $[0\bar{1}\bar{1}]$ beschreiben. Somit ist auch in dem Längsschnitt der Drehkorngrenzencharakter der $\{111\}$ -Ebenen erkennbar. Bei der Darstellung der beiden Komponenten $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ sind die Schnittlinien der $\{111\}$ -Ebenen mit der Längsschnittfläche deutlich zu erkennen. Wie in der komponentenweisen Auswertung des Querschnitts sind auch im inneren Bereich des Längsschnitts Vorzeichenwechsel zwischen einzelnen benachbarten Gleitebenen auszumachen. Im inneren Bereich des Längsschnitts bis zu einem Abstand von $5\mu\text{m}$ besteht eine Dominanz der positiv orientierten Rotationsanteile. Die Verläufe der zwei dominanten Komponenten $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ bilden zusammen ein über den Längsschnitt verlaufendes kariertes Muster. Das Verhältnis der beiden Komponenten $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ variiert über den Verlauf. Fraglich ist jedoch, ob dies auf die sich ändernde Kristallorientierung über den Längsschnitt oder qualitative Schwankungen der Oberfläche zurückzuführen ist.

6 Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Untersuchungen des Kapitels 5 für die Körner beider Orientierungen diskutiert, um ein umfassendes Bild der plastischen Verformung und der damit verbundenen Bildung von Versetzungsstrukturen unter Torsionsbelastung entlang der $\langle 111 \rangle$ - und der $\langle 100 \rangle$ -Richtung zu erhalten. Die Folgerungen werden mit Ergebnissen aus Simulationen und dem Stand der Literatur verglichen.

6.1 Plastische Verformung von $\langle 111 \rangle$ -Körnern

Die Ergebnisse des vorhergehenden Kapitels können als Zeugnisse dafür gesehen werden, dass die Versetzungsaktivitäten bei der plastischen Verformung von $\langle 111 \rangle$ -Körnern unter Torsionsbelastung hauptsächlich auf der (111) -Kristallebene erfolgen. Bei der (111) -Ebene handelt es sich um die Gleitebene des Kristalls, in der unter Torsionsbelastung die größte Schubspannung unter allen Gleitebenen auftritt. Ein erstes Indiz hierfür stellen die Aufnahmen unter dem Rasterelektronenmikroskop dar (Abbildung 5.2), in denen nur Stufenlinien der (111) -Ebenen sicher zu erkennen sind. Aufgrund der ausgeprägten Verwindung des Korns lässt sich der Drehgrenzencharakter der Gleitebenen schon unter dem Rasterelektronenmikroskop erkennen.

Wegen der Präparationsschwierigkeiten bei den Querschnittuntersuchungen liegt, verglichen mit den $\langle 100 \rangle$ -Körnern, nur ein eingeschränkter experimen-

teller Datensatz vor. So ist eine Diskussion des Einflusses des Ausmaßes der Torsionsbelastung und des Abweichungswinkels zwischen der $\langle 111 \rangle$ -Achse und der Torsionsachse aufgrund der fehlenden Daten für diese Orientierung nicht möglich.

Über die globale Orientierungsänderung α_{ci} in der (111) -Ebene selbst können durch die genannten Präparationsschwierigkeiten keine Aussagen über einen Einfluss der Belastung und der Abweichung zur Drahtachse auf die globale Orientierungsänderung α_{ci} getroffen werden. Die Präparationsschwierigkeiten führen dazu, dass keine radialen Verläufe der globalen Abweichung α_{ci} für eine quantitative Auswertung erstellt werden können. Qualitativ ist den Querschnitten, wie in Abbildung 5.8 zu entnehmen, dass die Drehachse \hat{r}_{ci} der Orientierungen der einzelnen Messpunkte i in Bezug auf das Zentrum c eine radiale Ausrichtung zeigt. Hierbei ist in dem Anteil der Drehachse \hat{r}_{ci} normal zu der Querschnittsfläche kein eindeutiges Muster auszumachen. Im Gegensatz zu den Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körner sind in den Querschnitten der $\langle 111 \rangle$ -Körner auch keine Bereiche höherer oder niedrigerer globaler Abweichungen α_{ci} zu erkennen, die mit der Kristallstruktur in Verbindung stehen. Es ist lediglich der Verlauf der Schnittebene durch das Korn anhand des Verlaufs der globalen Abweichung α_{ci} auszumachen.

Die radiale Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} im Querschnitt deutet darauf hin, dass in verschiedenen Bereichen der Gleitebene im Querschnitt unterschiedliche Versetzungssysteme in einem unterschiedlichen Maß beteiligt sind. Im Gegensatz zu der in Abbildung 5.12 gezeigten Längsschnittaufnahme lassen sich in dem Querschnitt in Abbildung 5.10 nur ansatzweise Linien lokaler Abweichungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen erkennen, welche als Ansammlungen von Versetzungen gedeutet werden können. Dabei sind Linien in drei $\langle 110 \rangle$ -Richtungen auszumachen, die untereinander Winkel von 60° einschließen. Korrespondierend zu den Linien höherer lokaler Abweichungen sind in der Kartierung der globalen Abweichung α_{ci} (Abbildung 5.8) in

den entsprechenden Bereichen Orientierungsänderungen entlang der Linien festzustellen, welche sich in Änderungen der globalen Missorientierung α_{ci} zeigen. Die Linien entlang der drei $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, die über dem Querschnitt zu erkennen sind, stimmen mit dem in dem entsprechenden Bereich unter der Spannung aktivierten Gleitsystem überein. Eine Bildung von Versetzungen der drei möglichen Burgersvektoren in der Gleitebene ist beispielsweise in den Simulationen von WEINBERGER und CAI (2010b) beobachtet worden.

Eine weitere Auswertung darüber, wie sich die globale Missorientierung α_{ci} in Abhängigkeit von der Scherung verändert, ist aufgrund der fehlenden Verläufe nicht möglich. Dadurch lassen sich die Änderungen quer zur Torsionsachse ersatzweise nur an Verlaufslinien bestimmen, welche an einem Längsschnitt gefertigt wurden (Abbildung 6.2).

Zur Interpretation der globalen Orientierungsabweichungen α_{ci} in den Querschnitten der $\langle 111 \rangle$ -Körner werden die beobachteten Verteilungen mit Simulationsergebnissen verglichen, welche die Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ für Abweichungen der $\langle 111 \rangle$ -Achse von der Torsionsachse um 0° , 4° und 8° zeigen (Abbildung 6.1). Bei den Simulationen handelt es sich um kontinuierliche Kristallplastizitätssimulationen von Dr. Eric Bayerschen und Prof. Dr. Stephan Wulfinghoff der Gruppe um Prof. Dr. Thomas Böhlke, die ebenfalls im Rahmen der DFG Forschungsgruppe 1650 erfolgten. Für die in den Simulationen angewandten Methoden wird auf WULFINGHOFF (2014) und BAYERSCHEN (2017, S. 73 ff.) verwiesen.

Die Ergebnisse der Simulationen zeigen die Verteilung der berechneten plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in Querschnitten von $\langle 111 \rangle$ -Körnern. Bei der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ wird eine Äquivalenz von ein- und mehrachsigen Spannungszuständen angenommen (ALTENBACH, 2015, S. 270), um Aussagen über mehrachsige Spannungszustände, wie sie bei

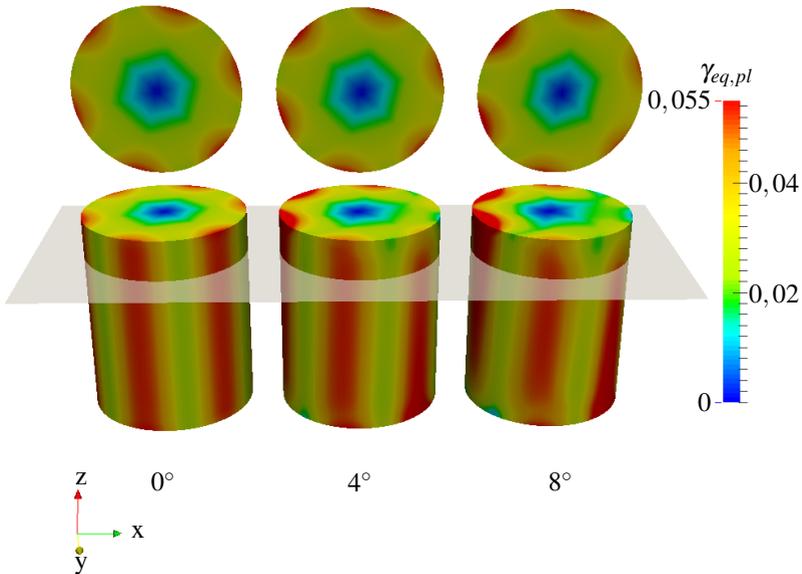


Abbildung 6.1: Kontinuierliche Kristallplastizitätssimulation der Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ für eine vorgegebene Verdrillung in Abhängigkeit des Orientierungsunterschieds zwischen der Torsionsachse und der [111]-Kristallachse bei einer Kippung des Korns um die z-Achse um 0°, 4° und 8°. Die durch die Zylinder verlaufende Schnittebene kennzeichnet die Lage der über den Zylindern gezeigten Querschnitte.

Bilder erstellt und freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Dr. Eric Bayerschen und Prof. Dr. Stephan Wulfinghoff. Informationen zur Generierung: ZIEMANN u. a. (2015); BAYERSCHEN (2017, S. 73 ff.).

der Torsion vorliegen, treffen zu können. In den Simulationen von Bayerchen und Wulfinghoff treten in den Verteilungen der plastischen Vergleichsdehnung im Fall einer Torsion um die $[111]$ -Achse Symmetriemuster auf, welche durch eine richtungsabhängige Verteilung der Werte der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ gekennzeichnet sind. Das Zentrum des Querschnitts hat bei allen Abweichungen einen Minimalwert der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$. Die plastische Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ steigt in Abhängigkeit von der Kristallrichtung zum Rand der Querschnitte an. Dabei hängt der Anstieg der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ von der Kristallrichtung ab, wobei die plastische Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in Richtung der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, ausgehend vom Zentrum, geringer zum Rand hin ansteigt als in den Zwischenräumen. Dadurch weist der Querschnitt eine Sechsfachsymmetrie in der Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ auf.

Die Symmetrie der Verteilung im Endquerschnitt und im Mittelquerschnitt hängt dabei von der Abweichung der Torsionsachse von der $[111]$ -Achse des Kristalls in unterschiedlichen Ausmaßen ab. Der Endquerschnitt zeigt eine ausgeprägtere Abhängigkeit von der Abweichung als der Mittelquerschnitt. Am Endquerschnitt tritt auf den gegenüberliegenden Seiten schon bei einer Abweichung von 4° eine ausgeprägte Ungleichheit zwischen den Maximalbereichen auf. Im Vergleich dazu ist diese Ungleichmäßigkeit im Mittelquerschnitt deutlich geringer ausgeprägt, sodass die Sechsfachsymmetrie weiterhin bestehen bleibt. In den experimentellen Ergebnissen spiegelt sich dies in der geringen Beeinflussung der Stufenstruktur durch die Achsenabweichung wieder. Ein experimenteller Datensatz zur Diskussion des Einflusses der globalen Verteilung durch den Abweichungswinkel und zur Diskussion des Einflusses der Kristallgeometrie ist nicht in erforderlicher Qualität vorhanden.

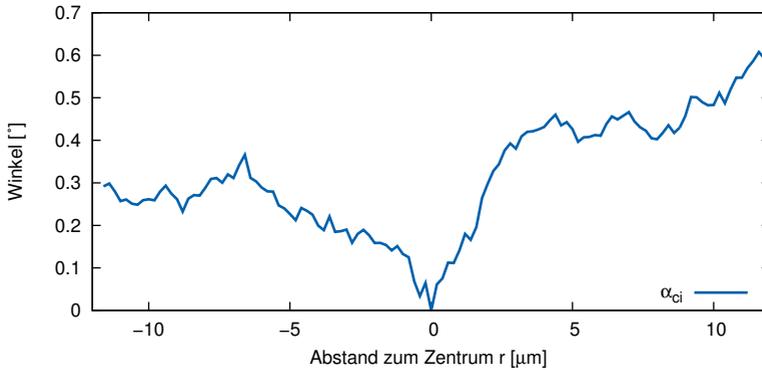


Abbildung 6.2: Verlauf des Winkels α_{ci} entlang der Querrichtung des Kornes aus Abbildung 5.11 mit $\langle 111 \rangle$ -Orientierung durch den Mittelpunkt c . Der Verlauf wurde aus der Linie durch den Mittelpunkt c und den beiden direkt angrenzenden Linien gemittelt.

Der in Abbildung 6.2 gezeigte Querverlauf der Abweichung α_{ci} steigt bis auf 0,4 Grad an. Es besteht somit entlang der Querrichtung des Kornes eine Abweichung der Orientierung zum Zentrum α_{ci} , wobei jedoch auch hier die Problematik bezüglich der Ausrichtung des $\langle 111 \rangle$ -Korns zu beobachten ist, weil die Querlinie nicht exakt entlang der (111) -Ebene verläuft. Dem Verlauf ist jedoch, zusammen mit der globalen Abweichung in dem Querschnitt zu entnehmen, dass auch in dem Querschnitt Orientierungsabweichungen zum Zentrum c bestehen und somit keine gleichmäßige Rotation an den (111) -Ebenen erfolgt. Dies stimmt auch mit der Beobachtung überein, dass die Drehachse \hat{r}_{ci} im Querschnitt radial ausgerichtet ist.

Übereinstimmend mit den Beobachtungen unter dem Rasterelektronenmikroskop weisen die in Abbildung 5.12 gezeigten lokalen Orientierungsänderungen $\alpha_{i,KAM3}$ in dem Längsschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns lediglich Linien höherer lokaler Abweichungen auf, welche mit den Schnittlinien der (111) -Ebenen mit der Längsschnittfläche übereinstimmen. Somit erfolgen lediglich auf den (111) -Ebenen Orientierungsänderungen unter Torsionsbelas-

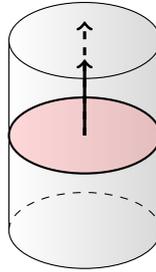


Abbildung 6.3: Drehachse der (111) -Ebene in einem $\langle 111 \rangle$ -Korn.

tung. Im Gegensatz dazu sind entlang der Schnittlinien der anderen $\{111\}$ -Ebenen mit der Längsschnittfläche keine höheren lokalen Abweichungen erkennbar. Versetzungsstrukturen dürften sich folglich nur in der (111) -Ebene gebildet haben. Die in Abbildung 5.13 gezeigte komponentenweise Auswertung der Schnittlinien der (111) -Ebenen ergibt, dass es sich bei den (111) -Ebenen um Grenzen mit ausgeprägtem Drehkorngrenzencharakter handelt, deren Drehung um die $[111]$ -Achse erfolgt. Über den Charakter eventuell weiterer Korngrenzen der anderen $\{111\}$ -Ebenen kann keine Aussage getroffen werden, weil diese nicht in den Längsschnittuntersuchungen ausreichend identifizierbar sind.

Hieraus kann gefolgert werden, dass die um die $[111]$ -Achse erfolgende Drehung entlang der Längsrichtung direkt und unmittelbar aus den Drehungen hervorgeht, die in den (111) -Ebenen erfolgen (Abbildung 6.3).

Der Drehkorngrenzencharakter der (111) -Ebenen und die Passivität der anderen $\{111\}$ -Ebenen dürfte auch das Fehlen signifikanter Anteile der Drehachse \hat{r}_{ci} in radialer Richtung erklären. Daraus lässt sich folgern, dass sich polare Versetzungsstrukturen nur auf der (111) -Ebene bilden, wobei sich in den Versetzungsstrukturen die radialen Rotationsanteile aufheben. Die Konzentration der Versetzungsmuster auf die (111) -Ebene wird durch die in den Untersuchungen ausgemachten Abweichungen der $[111]$ -Achse zu der

Torsionsachse nicht aufgehoben. Dies lässt sich aus den unter dem Rasterelektronenmikroskop gemachten Aufnahmen von Körnern schließen, deren $[111]$ -Achse von der Torsionsachse um bis zu 8° abweicht, ohne dass diese Abweichung zu einer erkennbaren Veränderung der Stufen der verschiedenen $\{111\}$ -Ebenen führt. So sind weiterhin nur Stufen der (111) -Ebene sichtbar. Die beobachteten Abweichungen führen somit zu keiner ausreichenden Änderung der Schubspannungen, um die Versetzungsaktivität in den Gleitsystemen zu verändern. Entlang der Längsachse liegt in weiten Teilen ein nahezu kontinuierlicher Verlauf des globalen Winkels vor (Abbildung 6.4). Zwischen dem Verlauf der Orientierung durch das Zentrum und Verläufen in einem Abstand zu dem Zentrum bestehen keine signifikanten Unterschiede. Aus der Kartierung der lokalen Abweichung ist jedoch ersichtlich, dass die Orientierungsänderungen auf einzelne Gleitebenen lokalisiert sind. Deutlich tritt diese Beobachtung in dem Plateaubereich in dem Abschnitt von $6\mu\text{m}$ bis $7\mu\text{m}$ der Längsachse z Längsschnitts hervor, in welchem fast keine Orientierungsänderung erfolgt (siehe auch Abbildung 5.11a). Die Versetzungsstrukturen sind folglich auf einzelne Ebenen lokalisiert, während in Volumina zwischen diesen Ebenen keine signifikanten Versetzungsstrukturen zu erwarten sind.

Zur Diskussion der gemachten Beobachtungen, werden diese mit Ergebnissen aus Simulationen nach der Methode der diskreten Versetzungsdynamik (DDD) verglichen, welche von Dr. Markus Stricker und Dr. Daniel Weygand am Institut für Angewandte Materialien - Computational Materials Science IAM-CMS des Karlsruher Instituts für Technologie durchgeführt wurden. Die stattfindenden Verschiebungen wurden aus dem FEM-Netz der DDD-Simulation berechnet.

Die folgende Beschreibung der Simulation und der Ergebnisse wurden von Herrn Dr. Markus Stricker und Dr. Daniel Weygand zur Verfügung gestellt. In den Simulationen wurde die Torsion von Einkristallproben einer kfz-

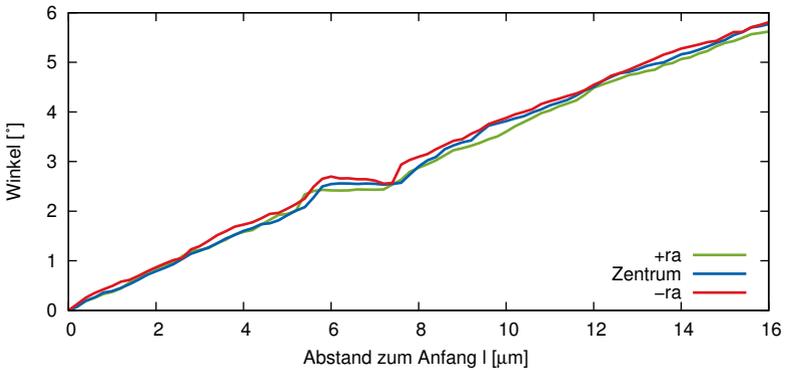


Abbildung 6.4: Verlauf des Winkels α_{c_i} entlang der Längsrichtung des Kornes aus Abbildung 5.11 mit $\langle 111 \rangle$ -Orientierung. Gezeigt wird der Verlauf der Mittellinie durch das Zentrum c und die Verläufe in Abständen von $r_a = \pm 1/6R$ zum Zentrum.

Kristallstruktur um die $\langle 111 \rangle$ - bzw. um die $\langle 100 \rangle$ -Kristallachse simuliert. Für die DDD-Simulationen wurden Materialparameter für elastisch isotropes Aluminium verwendet. Das zugehörige Framework für die DDD-Simulationen ist in (MOTZ u. a., 2008; SENGER u. a., 2008, 2011; WEYGAND u. a., 2002) beschrieben. Aufgrund des hohen Rechenaufwandes der DDD-Simulationen (WEYGAND u. a., 2009) erfolgten die Simulationen für Proben mit einer Quaderform und kleineren Abmessungen und Dehnungen als in den Experimenten. Um die kleineren Abmessungen auszugleichen, wurden höhere Versetzungsdichten in den Proben angenommen, als es für geätzte Drähte anzunehmen wäre (ZAISER und SANDFELD, 2014). Für die DDD-Simulationen wurden Materialparameter für elastisch isotropes Aluminium verwendet. Die simulierte Probe weist eine zufällige Verteilung und Ausrichtung von Frank-Read-Quellen auf, die in einem Zylindervolumen innerhalb des Quaders angeordnet sind. Dadurch sind die Versetzungsquellen innerhalb eines runden Querschnitts angeordnet und befinden sich somit nicht im Bereich der Ecken des rechteckigen Querschnitts, in welchem die größten lokalen Dehnungen während der Torsion der Probe auftreten. Die

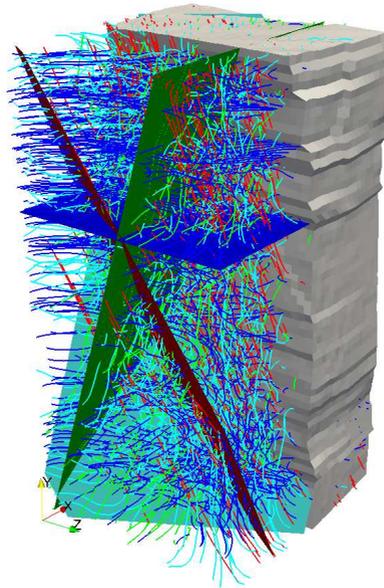


Abbildung 6.5: Ergebnis der DDD-Simulation einer Torsion einer Probe der Länge $4\mu\text{m}$ und der Breite $2\mu\text{m}$ um die $\langle 111 \rangle$ -Achse. Die farbigen Ebenen zeigen die Lagen der verschiedenen Gleitebenen. Die Farben der Versetzungen zeigen die Gleitebenennormale der jeweiligen Versetzung an. Die Graustufen zeigen die aus der Simulation berechneten Verschiebungen.

Bilder erstellt und freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Dr. Markus Stricker und Dr. Daniel Weygand. Informationen zur Generierung: STRICKER (2017, S. 19 ff.).

anfängliche Versetzungsdichte ρ_{start} in jedem Gleitsystem beträgt ungefähr $4.2 \times 10^{11} \text{m}^{-2}$. Dadurch ergibt sich eine gesamte Versetzungsdichte von ungefähr $5 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$. Die Quellengröße beträgt $1.5/\sqrt{\rho_{start}}$. Als Randbedingung ist vorgegeben, dass Knoten des unteren Längsendes der Probe fixiert sind. Knoten des oberen Längsendes werden innerhalb der Querschnittsebene gemäß des vorgegebenen Torsionswinkels innerhalb der Ebene verschoben. Die Seitenflächen sind traktionsfrei gehalten. Die Torsion erfolgte mit

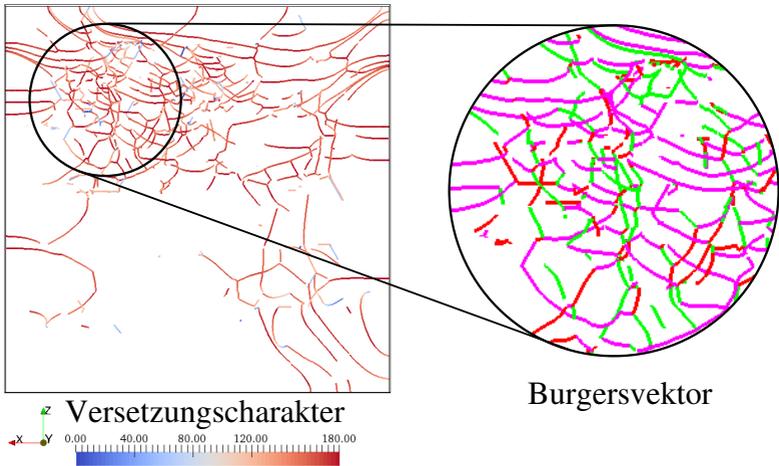


Abbildung 6.6: Exemplarischer Querschnitt entlang der (111) -Ebene (blaue Ebene) des $\langle 111 \rangle$ -Korns aus Abbildung 6.5. Der Querschnitt zeigt nur Versetzungen nahe der blauen Ebene und bildet eine Höhe von circa 66nm ab. Die linke Darstellung zeigt ein Versetzungsmuster, wobei die Farbe den jeweiligen Winkel zwischen dem Linienvektor l und dem jeweiligen Burgersvektor b der Versetzung angibt. Die Versetzungen weisen primär einen Schraubencharakter auf und bilden ein hexagonales Versetzungsmuster. Das Hexagonmuster umfasst die drei Burgersvektoren \vec{b} der (111) -Ebene. Die rechte Darstellung zeigt einen vergrößerten Bereich des Versetzungsmusters, wobei die Farbe die Ausrichtung des jeweiligen Burgersvektor \vec{b} der Versetzung wiedergibt. Bilder erstellt und freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Dr. Markus Stricker und Dr. Daniel Weygand. Informationen zur Generierung: STRICKER (2017, S. 19 ff.).

einer Rate von $\dot{\phi} = 1.7^\circ \mu\text{s}^{-1}$, was einer Dehnungsrate von $7.4 \times 10^3 \text{s}^{-1}$ an der Oberfläche entspricht.

In den DDD-Simulationen werden für ein $\langle 111 \rangle$ -Korn eine Ansammlung von Schraubenversetzungen auf den $\{111\}$ -Ebenen vorhergesagt (Abbildung 6.6). Dabei sind diese primär auf der (111) -Ebene angeordnet. In den DDD-Simulationen besteht die Drehkorngrenze aus einem Hexagonmuster aus Schraubenversetzungen mit drei Burgersvektoren. In Übereinstimmung

mit den REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 5.3) sind in der Längsansicht des $\langle 111 \rangle$ -Korns einzelne lokalisierte seitliche Verschiebungen in einzelnen (111) -Ebenen sichtbar.

Ähnliche Vorhersagen liefern auch Molekulardynamiksimulationen, die OGAWA und NAKATANI (2010) für kfz-Nanodrähte für eine Torsion um die $\langle 111 \rangle$ -Achse durchführten, bei denen die Orientierungsänderungen in Form von Drehungen um die $\langle 111 \rangle$ -Achse auf einzelne Ebenen konzentriert sind.

Die Bildung von Drehkorn Grenzen in den (111) -Ebenen unter Torsionsbelastung, die sowohl unter dem Rasterelektronenmikroskop (Abbildung 5.4) als auch in den Längsschnitten (Abbildung 5.12) zu erkennen sind, sind auch in Simulationen von RYU u. a. (2016) und WEINBERGER und CAI (2010a,b, 2012) beobachtet worden. Die Simulationen zeigen eine Entstehung von Drehkorn Grenzen auf der (111) -Ebene durch Bildung eines Musters aus Schraubenversetzungen. Hierbei zeigen die Simulationen von RYU u. a. (2016) eine Aktivierung von Versetzungen an den Rändern, welche sich unter dem Dehnungsgradienten im Zentrum des Querschnitts ansammeln und in der (111) -Ebene ein planes Versetzungsmuster bilden. Die Muster bestehen dabei aus Schraubenversetzungen, die entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in der Ebene ausgerichtet sind und einen Winkel von 60° zueinander aufweisen. In den Simulationen von WEINBERGER bilden sich auf den (111) -Ebenen ebenfalls Schraubenversetzungen, die in der Ebene ein hexagonales Netzwerk aus drei Schraubenversetzungsarten bilden, wodurch in der Ebene eine Drehkorn Grenze entsteht. Die plastische Verformung ist im Weiteren auf diesen (111) -Ebenen lokalisiert (WEINBERGER und CAI, 2010a,b, 2012). Die in dieser Arbeit gezeigten Erkenntnisse lassen sich mit den Ergebnissen von WEINBERGER in Verbindung bringen. So ist wie bei WEINBERGER und CAI (2010a,b, 2012) die Bildung von Drehkorn Grenzen festzustellen, die senkrecht zur $[111]$ -Achse ausgerichtet sind. Bei der Gesamtverformung der $\langle 111 \rangle$ -Körner ist in dem Längsschnitt die

von WEINBERGER ausgemachte Lokalisierung der Versetzungsmuster auf einzelne Gleitebenen erkennbar. Die genaue Gestalt der Versetzungsmuster ist den Querschnitten nicht entnehmbar, jedoch könnten die ansatzweise festzustellenden Linien höherer lokaler Abweichungen im Querschnitt entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen Ansammlungen der von WEINBERGER und CAI (2010a,b, 2012) und RYU u. a. (2016) bestimmten Schraubenversetzungen sein, welche sich nicht in das Hexagonmuster eingefügt haben.

In den Simulationen der Torsion um die $\langle 111 \rangle$ -Achse entstehen hexagonale Netzwerke von geometrisch notwendigen Versetzungen auf der $\{111\}$ -Ebene, die eine Kleinwinkelkorngrenze bilden. Die Netzwerke sind dabei auf einzelnen Ebenen lokalisiert. In den experimentellen Daten ist eine Lokalisierung der Orientierungsänderung auf einzelnen Ebenen quer zur Torsionsachse in den Längsschnittuntersuchungen erkennbar. In diesen zeigt die Lokalisierung einzelne Linien hoher lokaler Orientierungsänderungen, die parallel zur Torsionsachse erfolgen. Die in den Simulationen beobachteten hexagonalen Strukturen sind nicht eindeutig in den lokalen Orientierungsänderungen im Querschnitt erkennbar (Abbildung 5.10), jedoch könnten die Linien entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ein Indiz für die hexagonale Struktur sein. Indirekt kann die hexagonale Struktur durch die Identifikation der Kleinwinkelkorngrenze als Drehgrenze bestätigt werden, weil reine Drehkorngrenzen in der $\{111\}$ -Ebene durch drei verschiedene Schraubenversetzungsarten gebildet werden (Abbildung 2.3).

Zusammenfassend kann für die Torsion eines $\langle 111 \rangle$ -Korns gefolgert werden, dass sich die Rotation entlang der Torsionsachse des Korns aus lokalisierten Rotationen um die $\langle 111 \rangle$ -Achse in den (111) -Ebenen zusammensetzt. Die experimentellen Ergebnisse bestätigen somit Simulationsergebnisse, welche die Entstehung von Drehkorngrenzen auf den (111) -Ebenen unter Torsionsbelastung, bestehend aus Schraubenmustern, vorhersagen. Es

bilden sich tatsächlich die typischen Drehkorngrenzen, wie sie im Unterabschnitt 2.2.2 beschrieben sind.

6.2 Plastische Verformung von $\langle 100 \rangle$ -Körnern

6.2.1 Globale Verformung

Einfluss der Orientierung

Einen ersten Einblick in die plastische Verformung der $\langle 100 \rangle$ -Körner gewähren die Aufnahmen unter dem Rasterelektronenmikroskop (Abbildungen 5.15), aus denen anhand der Verläufe der Gleitstufen hervorgeht, dass unter Torsionsbelastung Gleitprozesse auf allen vier voneinander unabhängigen Gleitebenen erfolgen. Mit zunehmender Scherung nimmt die Dichte der Gleitstufen zu. Es kann von einem Anstieg der Versetzungsaktivitäten auf den Drehkorngrenzen und der Aktivierung neuer Gleitebenen ausgegangen werden. Die vergleichbaren Stufenhöhen, welche an den Schnittlinien unterschiedlicher Orientierungen zu erkennen sind, lassen darauf schließen, dass die Gleitebenen aller Orientierungen grundsätzlich zu einem vergleichbaren Anteil von Gleitprozessen betroffen sind. Dies erscheint angesichts des gleichen Winkels, welcher von der $\langle 100 \rangle$ -Achse mit den vier $\{111\}$ -Ebenen gebildet wird, bei einer optimalen Orientierung naheliegend.

Die Zunahme der Verformung ist auch in den Querschnitten (Abbildungen 5.17, 5.18) anhand des Anwachsens der globalen Missorientierung α_{ci} zu erkennen. Hierbei ist in den Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körner mit zunehmender Belastung der Drähte ein Ansteigen der Orientierungsabweichung α_{ci} innerhalb des Querschnitts, bezogen auf das Zentrum c des Drahtes, zu beobachten. Dabei bestehen jedoch Unterschiede zwischen Bereichen höherer und geringerer Missorientierung zum Zentrum. Die Bereiche mit geringerer globaler Missorientierung α_{ci} befinden sich hierbei entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen durch den Querschnitt, während die Bereiche höherer globaler Missorientierung zwischen den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen liegen. Keine Unterschiede zwischen den Bereichen höherer und globaler Missorientierung bestehen

in der Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} der Missorientierung gegenüber dem Zentrum c . Die Drehachse \hat{r}_{ci} ist über den gesamten Querschnitt radial in Richtung des Zentrums ausgerichtet. Diese Beobachtung ist in Querschnitten sämtlicher Belastungsgrade zu machen (Abbildungen 5.17, 5.18, A.1).

Die Beobachtungen in Bezug auf die lokalen Änderungen $\alpha_{i,KAM8}$ lassen sich mit den Verteilungen der globalen Änderungen α_{ci} in Verbindung setzen. In der Intensität der lokalen Drehung $\alpha_{i,KAM8}$ treten in den Querschnitten in Abhängigkeit von der Kristallorientierung Unterschiede in der örtlichen Verteilung der Intensitätswerte auf. Sichtbare Linien entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, die durch zentrumsnahe Bereiche verlaufen, weisen größere Werte $\alpha_{i,KAM8}$ auf als Linien, die sich am Rand R der Probe befinden. Zusammen bilden die Linien ein kariertes Muster, das bei höheren Belastungswerten, wie bei Probe EA3 zu erkennen ist, in eine Kreuzstruktur übergeht, die in den Bereichen niedriger globaler Abweichungen angeordnet ist (Abbildung 5.23).

Bei einer Torsion eines kubisch flächenzentrierten Kristalls um die $\langle 100 \rangle$ -Achse wäre eine Vierfachsymmetrie in der Verteilung der lokalen $\alpha_{i,KAM8}$ und der globalen Missorientierung α_{ci} im Querschnitt zu erwarten. Eine oft beobachtete Auffälligkeit in den Querschnitten besteht in der Überlagerung der Vierfachsymmetrie in der Verteilung der globalen Missorientierung α_{ci} im Querschnitt mit einer Zweifachsymmetrie. Dies ist beispielsweise in Querschnitten von Körnern zu beobachten, die einen Zwilling umfassen (Abbildung 6.7). Die Zweifachsymmetrie ist auch bei einem Abstand des Querschnitts von $10\mu\text{m}$ von dem Zwillingskorn festzustellen. Dies legt den Schluss nahe, dass das gesamte Korn durch das Zwillingskorn in seiner Verformung beeinflusst wird. Hierbei korreliert eine schwächer ausgeprägte Vierfachsymmetrie in der lokalen $\alpha_{i,KAM8}$ und der globalen Missorientierung α_{ci} der Querschnitte mit uneinheitlichen Stufenhöhen, was auf lokale Unterschiede zwischen den verschiedenen Gleitebenen zurückgeführt wer-

den kann. Erkennbar ist dies insbesondere in den Kartierungen der globalen Abweichung α_{ci} bezogen auf den Mittelpunkt (Abbildung 6.7). Diese Abweichung von der Vierfachsymmetrie ist auch in Querschnitten von Körnern zu beobachten, deren $\langle 100 \rangle$ -Achse signifikant von der durchschnittlichen Drahtachse abweicht. Solche Abweichungen der $\langle 100 \rangle$ -Achse eines Kornes sind unter dem Elektronenmikroskop bis zu einem Winkel von 8° beobachtet worden. Körner, deren Orientierung signifikant von der Drahtachse abweicht, zeigen unterschiedliche Stufenhöhen und Stufendichten bei Gleitebenen unterschiedlicher Orientierungen auf. Es ist somit davon auszugehen, dass auf Basis der Einlagerung von Zwillingen oder der Orientierungsabweichung keine symmetrische Belastung des Kristalls erfolgt, wodurch sowohl die plastische als auch die elastische Verformung keine Vierfachsymmetrie mehr aufweist. Dadurch können die Gleitprozesse durch die Abweichung der Art beeinflusst werden, dass die kristallbedingte Vierfachsymmetrie durch die abweichungsbedingte Zweifachsymmetrie überlagert wird.

Zur Interpretation der globalen Orientierungsabweichungen in den Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körner in Abhängigkeit von der Abweichung der $\langle 100 \rangle$ -Achse von der Torsionsachse werden die beobachteten Verteilungen ebenfalls mit Simulationsergebnissen verglichen, die die Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ für Abweichungen der $\langle 100 \rangle$ -Achse von der Torsionsachse um 0° bis 10° zeigen. Teile des Abschnitts sind in (ZIEMANN u. a., 2015) veröffentlicht. Die Simulationen wurden ebenfalls von Dr. Eric Bayerschen und Dr. Stephan Wulfinghoff der Gruppe um Prof. Dr.-Ing. Thomas Böhlke durchgeführt.

Die in Abbildung 6.8 dargestellten Ergebnisse der Simulationen zeigen die Verteilung der berechneten plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in einem Querschnitt eines $\langle 100 \rangle$ -Korns in Abhängigkeit des Abweichungswinkels zwischen der $[001]$ -Achse des Kornes und der Torsionsachse auf. Die Tor-

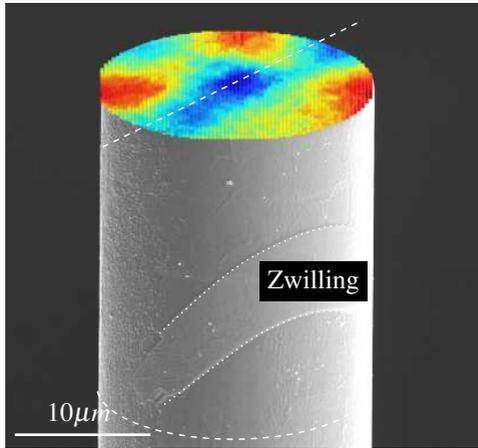


Abbildung 6.7: Überlagerung einer BSE-REM-Aufnahme eines Korns mit einer EBSD-Orientierungsaufnahme des Querschnitts. Der Querschnitt zeigt die Abweichung zum Mittelpunkt. Erkennbar ist die höhere Abweichung in Richtung des Zwillingskorns, welches die Vierfachsymmetrie stört.

sionsachse wird dabei um die $[100]$ -Achse gedreht. Bei einer Abweichung von $\xi = 0^\circ$ ist in dem Querschnitt eine Vierfachsymmetrie in der Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ zu erkennen. Das Minimum der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ befindet sich im Zentrum der Probe. Ausgehend von dem Zentrum steigt die plastische Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in Abhängigkeit von der Kristallrichtung zum Rand der Probe an. Ausgehend vom Zentrum des Querschnitts befinden sich am Querschnittsrand die geringsten Werte der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen, wohingegen die größten Werte in den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen auftreten. Zu ähnlichen Ergebnissen kamen auch die Simulationen von Y. CHEN u. a. (2014). Mit einer Zunahme des Winkels zwischen der $[001]$ -Achse und der Torsionsachse kommt es zu einem Ungleichgewicht zwischen den Bereichen der erhöhten plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$. Die plastische Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ nimmt hierbei mit zunehmendem Abweichungswinkel in den Bereichen ab, welche sich in Kipprichtung befinden. Die ge-

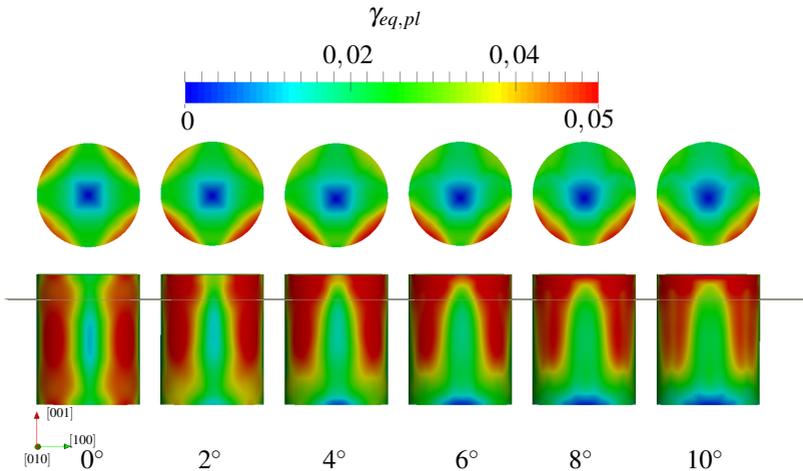


Abbildung 6.8: Kontinuierliche Kristallplastizitätssimulation zur Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ für eine vorgegebene Verdrillung in Abhängigkeit des Orientierungsunterschieds zwischen der Torsionsachse und der $[001]$ -Kristallachse bei einer Kippung des Kornes um die z -Achse um $\xi = 0^\circ$ bis 10° . Die durch die Zylinder verlaufende Schnittebene kennzeichnet die Lage der über den Zylindern gezeigten Querschnitte. Bilder erstellt und freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Dr. Eric Bayerschen und Prof. Dr. Stephan Wulfinghoff. Informationen zur Generierung: ZIEMANN u. a. (2015); BAYERSCHEN (2017, S. 73 ff.).

genüberliegenden Bereiche nehmen dagegen zu. Ab $\xi = 6^\circ$ sind lediglich zwei Bereiche hoher plastischer Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in den Querschnitten auszumachen. Aufgrund dieser Veränderungen tritt die Vierfachsymmetrie mit zunehmendem Abweichungswinkel hinter die Zweifachsymmetrie zurück.

Bei der Bestimmung der elastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,el}$ für den Querschnitt eines $\langle 100 \rangle$ -Korns zeigt die elastische Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen die höchsten Werte auf, wohingegen in den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen die minimalen Werte der elastische Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ auftreten (Abbildung 6.9). Aus den Simulationen lässt sich folgern, dass die Vertei-

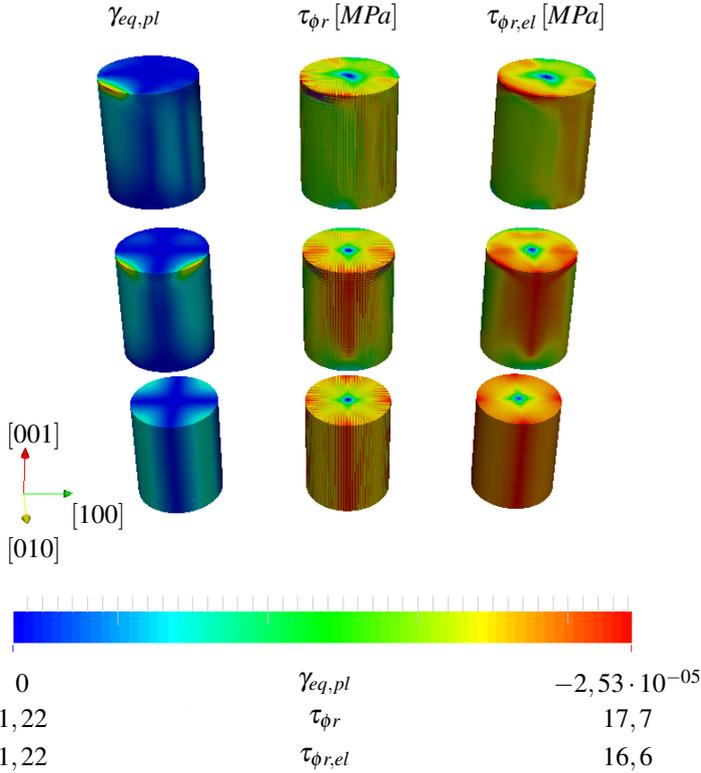


Abbildung 6.9: Kontinuierliche Kristallplastizitätssimulation zur Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$, der Scherspannung $\tau_{\phi r}$ und der elastischen Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ für eine vorgegebene Verdrillung. Die erste Reihe zeigt die Verteilungen bei einer Verkipfung der Torsionsachse um die $[110]$ -Achse, die zweite Reihe die Verteilungen bei einer Verkipfung der Torsionsachse um die $[100]$ -Achse und die dritte Reihe die Verteilungen im unverkipptem Zustand. Bilder erstellt und freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Dr. Eric Bayerschen und Prof. Dr. Stephan Wulfinhoff. Informationen zur Generierung: ZIEMANN u. a. (2015); BAYERSCHEN (2017, S. 73 ff.) .

lung zwischen plastischen $\gamma_{eq,pl}$ und elastischen Anteilen $\tau_{\phi r,el}$ in den Querschnitten richtungsabhängig ist, wobei in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen der elastische Anteil dominiert. Die in den Simulationen erkennbare Veränderung der Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ im Querschnitt von einer Vierfachsymmetrie zu einer Zweifachsymmetrie könnte die unterschiedlichen Symmetrien, die in den Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körner beobachtet werden, erklären.

Die unterschiedliche Verteilung der elastischen Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ in Abhängigkeit von der Verkipfung führt dazu, dass der Kristall in verschiedenen Bereichen unterschiedlich stark verzerrt wird. Durch eine Abweichung der Torsionsachse von der $\langle 100 \rangle$ -Kristallrichtung wird folglich die einheitliche Orientierung der Gleitebenen aufgehoben. Dies führt zu einer uneinheitlichen Belastung der Gleitebenen, wodurch sich das Ausmaß der Versetzungsaktivitäten zwischen den einzelnen Gleitebenen unterscheiden kann.

Im Vergleich mit den experimentellen Beobachtungen fällt auf, dass die Bereiche mit einer hohen globalen Abweichung zum Mittelpunkt α_{ci} in den Abschnitten anzutreffen sind, in denen eine geringe plastische Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ und zugleich eine hohe elastische Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ anzutreffen sind. Fraglich ist, wie weit sich die in diesem Bereich auftretende Dehnung bei der Relaxation der Probe zurückbildet oder durch plastisch verformte Nachbarbereiche auch nach Ende der Belastung konserviert wird. Eine weitergehende Auswertung der aufgezeichneten Beugungsmuster mittels zusätzlicher Auswertemethoden oder eine Aufzeichnung neuer Beugungsmuster mit Messverfahren, die für Dehnungsbestimmungen optimiert sind, könnten diese Fragen beantworten (PETIT u. a., 2012, 2015; ROBACH u. a., 2013, 2011).

Quantitative Auswertung in Abhängigkeit von der Belastung

Aufgrund des Vorliegens mehrerer Datensätze zu Proben, die mit unterschiedlichen Scherungen tordiert wurden, ist es möglich, die unter Torsionsbelastung erfolgende plastische Verformung in $\langle 100 \rangle$ -Körnern in Abhängigkeit von der aufgebrachten integralen Scherung zu verfolgen. In Anhang B befinden sich die entsprechenden Auswertungen der weiteren Proben aus Anhang A.

Bei der Verteilung der lokalen Missorientierung fällt auf, dass die lokalen Missorientierungen in den HREBSD-Aufnahmen als Linien identifizierbar sind, die entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen verlaufen. Im Zentrum der Querschnitte sind dabei deutlich mehr dieser Linien zu erkennen, welche durch den inneren Bereich des jeweiligen Querschnitts verlaufen, als an den Randbereichen. In der komponentenweisen Auswertung der lokalen Rotationen der HREBSD-Aufnahmen (Abbildung 5.26) sind sowohl im inneren als auch im äußeren Bereich zueinander parallel verlaufende Linien zu erkennen, deren Vorzeichen der Rotation um die $\langle 110 \rangle$ -Achse sich voneinander unterscheiden. Auffällig an der Feststellung einer Drehachse um die $\langle 110 \rangle$ -Kristallachse ist die Tatsache, dass die Drehachse einer Drehgrenze in der Gleitebene eine $\langle 111 \rangle$ -Orientierung aufweist. Die bestimmte $\langle 110 \rangle$ -Drehachse dürfte das Resultat der Tatsache sein, dass die Querschnittsfläche entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung durch zwei Gleitebenen geschnitten wird. Übereinstimmend mit den Beobachtungen in dem Querschnitt sind auch in den Längsschnitten lokale Strukturen höherer lokaler Missorientierungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen auszumachen (Abbildung 5.28), welche auch in den Längsschnitten den Drehkorncharakter der Grenzen widerspiegeln. Durch die komponentenweise Auswertung der lokalen Änderungen $\alpha_{\hat{j},\hat{k}}$ entlang der Linien höherer lokaler Rotationen $\alpha_{i,KAM8}$ kann festgestellt werden, dass an diesen Linien Rotationen um die Drehachse in $\langle 110 \rangle$ -Richtung senkrecht zum Verlauf der Linien erfolgen (Abbildung 5.29). In

der Verteilung der lokalen Rotationen in dem Längsschnitt sind auch Linien entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen erkennbar. Für diese wird ebenfalls eine Rotation um die Drehachse in $\langle 110 \rangle$ -Richtung senkrecht zu dem Verlauf der Linien festgestellt. Diese Beobachtung lässt sich so interpretieren, dass die Torsion entlang der $\langle 100 \rangle$ -Achse zu Orientierungsänderungen auf vier $\{111\}$ -Ebenen führt. Die Schnittlinien der $\{111\}$ -Ebenen sind sowohl in den Querschnitten (Abbildung 5.10) als auch in den Längsschnitten (Abbildung 5.12) in der $\alpha_{i,KAM8}$ -Verteilung identifizierbar. In den Schnitten treten die Schnittlinien als Muster mit höheren $\alpha_{i,KAM8}$ -Werten auf.

Um den Verlauf der globalen Abweichung α_{ci} zum Mittelpunkt zwischen den Proben vergleichen und mit der aufgetragenen integralen Verformung in Verbindung setzen zu können, werden radiale Winkelverläufe $\bar{\alpha}_r, \alpha_{min}(r)$ und $\alpha_{max}(r)$ gegen den Abstand r zum Mittelpunkt aufgetragen. Dadurch ist sowohl die allgemeine Zunahme der Missorientierung als auch die Änderung des Kurvenverlaufs in Abhängigkeit von der aufgetragenen Verformung sichtbar.

Die in Abbildung 6.10 und Abbildung 6.11 dargestellten Verläufe zeigen dabei jeweils die Werte des radial gemittelten Winkels $\bar{\alpha}_r$. Zusätzlich zu dem radial gemittelten Winkel $\bar{\alpha}_r$ sind die Verläufe der jeweils minimalen Winkel $\alpha_{min}(r)$ und der jeweils maximalen Winkel $\alpha_{max}(r)$ gegen den Abstand r gezeigt. Dadurch können die Bereiche höherer und niedriger radialer Abweichungen, die in der nicht-radialsymmetrischen Verteilung der globalen Abweichung α_{ci} vorhanden sind, separat diskutiert werden.

Allen in Abbildung 6.10 und Abbildung 6.11 gezeigten Verläufen gemeinsam ist der Anstieg des durchschnittlichen Winkels $\bar{\alpha}_r$ mit zunehmendem Abstand r zum Zentrum c . Die Verläufe der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ zeigen in einem inneren Bereich in der Nähe des Mittelpunkts c einen stärkeren Anstieg als zum Rand R des Querschnitts. Ab einem bestimmten Ab-

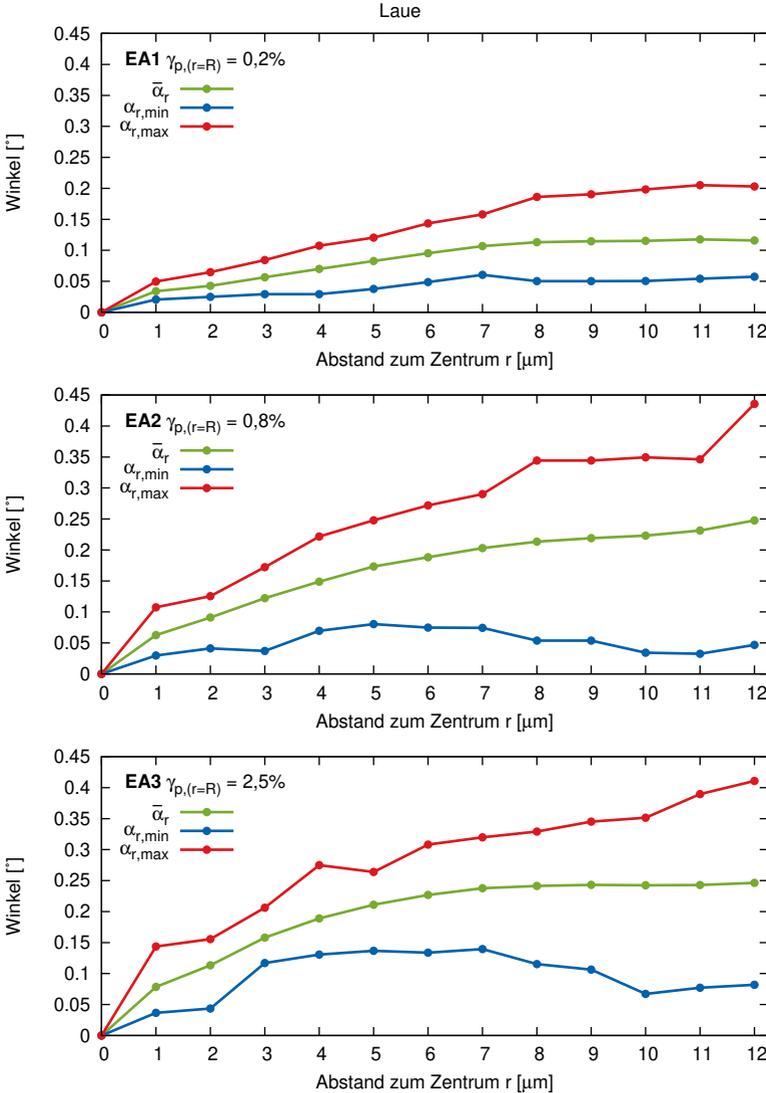


Abbildung 6.10: Radialer Verlauf des durchschnittlichen $\bar{\alpha}_r$, minimalen $\alpha_{min}(r)$ und maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ bezogen auf die Querschnittsmitte c . Dargestellt sind die Verläufe in Proben aus Bambusdrahnen verformt bis $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$, $0,8\%$, $2,5\%$.

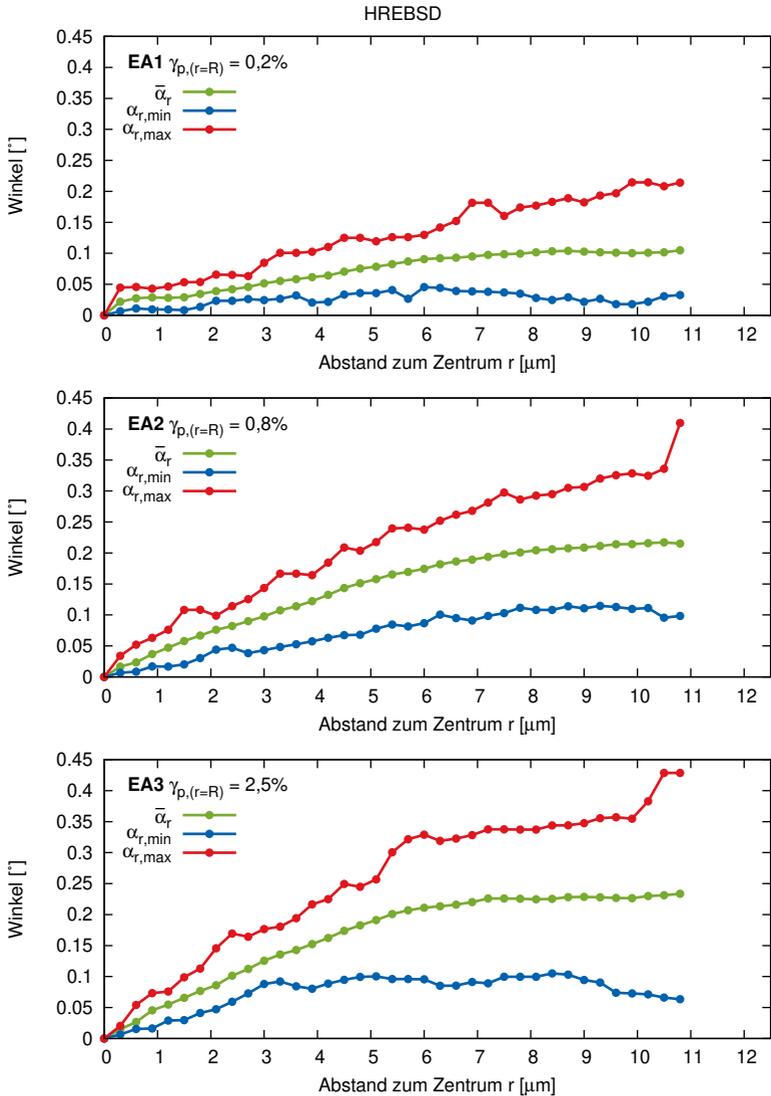


Abbildung 6.11: Radialer Verlauf des durchschnittlichen $\bar{\alpha}_r$, minimalen $\alpha_{min}(r)$ und maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ bezogen auf die Querschnittsmitte c . Dargestellt sind die Verläufe in Proben aus Bambusdrähten verformt bis $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$, $0,8\%$, $2,5\%$.

stand zum Zentrum c nimmt der Anstieg der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ ab und nähert sich in einem äußeren Bereich am Rand des Querschnitts einem Maximalwert der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ an.

Mit größerer Scherung treten zwei Änderungen im Kurvenverlauf auf:

Die erste Änderung besteht in einem Anwachsen des Maximalwerts der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ am Probenrand. Dabei besteht jedoch keine Proportionalität des Maximalwerts der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ zur Größe der aufgetragenen plastischen Dehnung an der Oberfläche $\gamma_{p,(r=R)}$. Hierbei ist zu beachten, dass die integrale Verformung des Drahtes ungleich der Verformung eines einzelnen Kornes ist. Letztere hängt insbesondere von der Orientierung des jeweiligen Kornes in Bezug auf die Torsionsachse ab. Im Vergleich der Kurven der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ fällt in Abbildung 6.12 und Abbildung 6.13 auf, dass Verläufe von Proben unterschiedlichen Verformungsgrades vergleichbare Werte $\bar{\alpha}_r$ am Rand annehmen, jedoch keine direkte Proportionalität zur Scherung am Rand besteht. So beträgt die maximale Abweichung am Rand bei $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ zwischen $0,1^\circ - 0,15^\circ$, bei $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$ zwischen $0,17^\circ - 0,22^\circ$ und bei $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ ungefähr $0,24^\circ$.

Die zweite Änderung tritt in Bezug auf den Kurvenverlauf auf. Mit der Zunahme der Scherung bilden sich die zwei Bereiche des Verlaufs stärker aus. Im inneren Bereich steigt der durchschnittliche Winkel $\bar{\alpha}_r$, ausgehend vom Zentrum, bis zu einem Sättigungspunkt an. Im äußeren Bereich erfolgt ein deutlich geringerer Anstieg des durchschnittlichen Winkels $\bar{\alpha}_r$ zum Rand der Probe. Mit zunehmender Belastung der Drähte verschiebt sich die Lage des Sättigungspunkts, der die beiden Bereiche voneinander trennt, näher zum Zentrum. Gleichzeitig vergrößern sich die Unterschiede in der Steigung des Kurvenverlaufs zwischen den beiden Bereichen. Im inneren Bereich wird der Kurvenverlauf der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ mit zunehmender

Scherung steiler, während der Kurvenverlauf im äußeren Bereich weiterhin nahezu parallel zur Asymptote verläuft. So zeigen die Kurvenverläufe der Proben mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ eine bis zum Rand R der Querschnitte nahezu kontinuierliche Steigung auf, die zum Rand hin leicht abnimmt, sodass die beiden Bereiche nicht eindeutig voneinander zu trennen sind. Eine deutliche Trennung ist in den Kurven der Proben mit $\gamma_{p,(r=R)} = 0,8\%$ erkennbar, in denen der Kurvenverlauf von diesem kontinuierlichen Anstieg abweicht, wobei ab einem Abstand von ungefähr $8\mu\text{m}$ ein nahezu konstanter Wert der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ erreicht wird. Der Kurvenverlauf der mit einer Scherung $\gamma_{p,(r=R)}$ von $2,5\%$ am stärksten verformten Probe zeigt schon ab einem Abstand von $7\mu\text{m}$ eine Sättigung zum Rand. Eine Besonderheit tritt bei dem Verlauf der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ am Rand des Querschnitts auf, wo ein leichter Abfall des Winkels zu erkennen ist. Zur Interpretation des Verlaufs der gemittelten Abweichung $\bar{\alpha}_r$ ist zu beachten, dass die globale Abweichung in dem Querschnitt inhomogen verteilt ist und die gemittelte Abweichung die Bereiche hoher und geringer globaler Abweichung umfasst. Somit sind die Verläufe des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ und des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ zu diskutieren.

Der Verlauf des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ ist dem Verlauf der globalen Abweichung entlang der stärker verformten Bereiche in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen zuzuordnen. Dieser Verlauf zeigt für alle Proben, ausgehend vom Zentrum c zum Rand R , einen Anstieg, der vom Zentrum c zum Rand R hin abnimmt. Die in dem gemittelten Verlauf zu beobachtende Annäherung an eine Asymptote ist im Verlauf des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ nicht auszumachen. Dies stimmt mit der in den Kartierungen der globalen Abweichung α_{ci} gemachten Beobachtung überein, die eine kontinuierliche Zunahme der globalen Abweichung α_{ci} zum Rand in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen zeigt. Mit der Zunahme der Belastung steigen über den gesamten Verlauf auch die Werte des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$. Die Form des Kurvenverlaufs verändert sich nicht signifikant mit der Belastung, sodass dieser für alle unterschiedli-

chen Verformungsgrade ähnlich verläuft. Zur Interpretation dieses Verlaufs ist die in Abbildung 6.8 gezeigte Verteilung der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ und der elastischen Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ heranzuziehen. Hierbei fällt auf, dass in den Bereichen höherer globaler Abweichung α_{ci} sowohl die gesamte Scherspannung $\tau_{\phi r}$ als auch die elastische Scherspannung $\tau_{\phi r,el}$ ein Maximum aufweisen. Dagegen befindet sich ein Minimum der plastischen Vergleichsdehnung $\gamma_{eq,pl}$ in diesen Bereichen. Die hohen globalen Abweichungen α_{ci} in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen können somit sowohl auf plastische als auch auf lokale elastische Verformungen in diesen Bereichen zurückzuführen sein. Es ist somit davon auszugehen, dass diese elastischen Verformungen auch nach der Entlastung der Probe nicht vollständig zurückgehen. Die elastische Dehnung könnte durch benachbarte, plastisch verformte Bereiche aufrechterhalten sein, welche einer vollständigen Relaxation der elastischen Dehnung entgegenstehen. Der Verlauf des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ umfasst somit auch durch elastische Verformungen verursachte Orientierungsänderungen zum Rand der Probe, die sich auch nach der Entlastung der Probe und dem Querschnitt durch das Korn nicht zurückgebildet haben.

Der Verlauf des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ spiegelt den Verlauf der globalen Abweichung entlang der schwächer verformten Bereiche in den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen wieder. Der Verlauf erfolgt somit entlang von Bereichen höherer plastischer Dehnung und geringerer gesamter und elastischer Spannung, wie Abbildung 6.8 zu entnehmen ist. Die Werte des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ steigen über den Verlauf mit zunehmender Belastung im Allgemeinen an. Im Gegensatz zu dem Verlauf des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$ ändert sich jedoch der Verlauf des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ über den Abstand r von einem kontinuierlichen Anstieg zu einem Verlauf, der sich aus drei Bereichen zusammensetzt. Bei den Verläufen der mit einer Scherung $\gamma_{p,(r=R)}$ von 0,2% am geringsten belasteten Proben ist der stetige Anstieg des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ zu erkennen. Bei größeren Verformungsgraden, insbeson-

dere bei der Probe mit $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$, steigt der minimale Winkel $\alpha_{min}(r)$, ausgehend vom Zentrum, bis zu einem Abstand von ungefähr $R/2$ an und fällt danach zum Rand R wieder ab. Es sind somit drei charakteristische Bereiche auszumachen, wobei in einem inneren und einem äußeren Bereich die geringsten und in einem Zwischenbereich die höchsten Werte auftreten. Der Abstand, in dem die höchsten Werte von $\alpha_{min}(r)$ auftreten stimmt ungefähr mit dem Abstand des Bandrandes zum Zentrum der Probe c überein. Zu erkennen ist dies insbesondere in der Verteilung der globalen Missorientierung α_{ci} in den Proben EA2 und EA3 in Abbildung 5.18. In der globalen Missorientierung α_{ci} dieser Querschnitte sind längliche Bereiche zu erkennen, die entlang des Bandrandes verlaufen und die Bereiche hoher globaler Missorientierung α_{ci} miteinander verbinden. Daraus kann gefolgert werden, dass im Bereich der Bänder ein Ansteigen der globalen Missorientierung α_{ci} aufgrund der Drehkorn Grenzen und konservierter elastischer Dehnungen erfolgt, die auch nach Entlastung des Drahtes vorhanden sind. Am Rand eines Bands erreicht die globale Missorientierung ihr Maximum. Der beobachtete Abfall der Werte der Kurve $\alpha_{min}(r)$ zum Rand könnte durch eine Relaxation der Bereiche nach dem Durchtrennen des Drahtes hervorgerufen sein. Aufgrund des Wegfalls der äußeren Einwirkung könnte ein Rückgang elastischer Dehnungsanteile und ein Austritt von Versetzungen aus der Probe erfolgen. Dadurch können im Gegensatz zum inneren Bereich Verformungen auftreten, die der von Außen aufgetragenen Verformung entgegenwirken. Im Gegensatz zu den Bereichen maximaler globaler Missorientierungen α_{ci} erfolgt in den Bereichen minimaler globaler Orientierung entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ein stärkerer Rückgang elastischer Anteile. In den Bereichen maximaler globaler Missorientierungen α_{ci} , in welchen sich die entlang der Banderränder verlaufenden Linien kreuzen, könnten dagegen größere elastische Verformungen durch benachbarte plastisch verformte Bereiche erhalten bleiben. Der randnahe Bereich entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, in welchem die globale Missorientierung α_{ci} abnimmt, bewirkt somit maßgeblich

den im Verlauf des gemittelten Winkels $\bar{\alpha}_r$ erkennbaren konstant bleibenden Wertebereich zum Rand der Probe.

Die in den Kartierungen beobachtete Ausbildung der Vierfachsymmetrie spiegelt sich in den Kurvenverläufen (Abbildung 6.10) in der Zunahme der Differenz zwischen $\alpha_{min}(r)$ und $\alpha_{max}(r)$ wieder. Dabei sind die Kurven der $\alpha_{min}(r)$ den Änderungen in den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen und die Kurven der $\alpha_{max}(r)$ den Änderungen in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen zuzuordnen. Zum Rand R tritt ein Abfall der $\alpha_{min}(r)$ auf. Ein Maß für die nicht-radialsymmetrische Ausprägung der Muster kann in der Differenz zwischen dem maximalen Winkel $\alpha_{max}(R)$ und dem minimalen Winkel $\alpha_{min}(R)$ gesehen werden. Anhand der zunehmenden Differenz in Abhängigkeit von der erfolgten Scherung ist zu erkennen, dass der Anstieg der minimalen Abweichung $\alpha_{min}(r)$ und der maximalen Abweichung $\alpha_{max}(r)$ nicht gleichmäßig ansteigt. Es ist festzustellen, dass am Rand die Differenz der Missorientierung zwischen den beiden Verläufen zunimmt. So beträgt bei $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$ die Differenz $0,15^\circ$ und bei $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ der Unterschied $0,32^\circ$. Diese Beobachtung stimmt mit der Ungleichmäßigkeit der globalen Missorientierung α_{ci} in den Querschnittsabbildungen 5.17 und 5.18 überein.

Die Gesamtverformung eines $\langle 100 \rangle$ -Korns konnte durch die globale Abweichung α_{ci} bestimmt werden. Anhand der Änderung der Orientierung in dem Längsschnitt ist erkennbar, dass sich die Orientierung des Korns sowohl entlang der Längsrichtung des Korns als auch entlang der Querrichtung ändert. Die Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} zeigen, dass sich die Orientierung des Kristalls an den Messpunkten i in Bezug auf den Referenzpunkt c sowohl um Anteile parallel als auch quer zur Längsrichtung unterscheidet. In einem Nahbereich am Referenzpunkt c weisen die Komponenten der Drehachse \hat{r}_{ci} vergleichbare Werte auf. Mit zunehmendem Abstand zum Referenzpunkt c in der Längsrichtung dominiert der Anteil der Drehachse parallel zur Längsrichtung. Dies bedeutet, dass sich die Kristallorientierung des Korns insge-

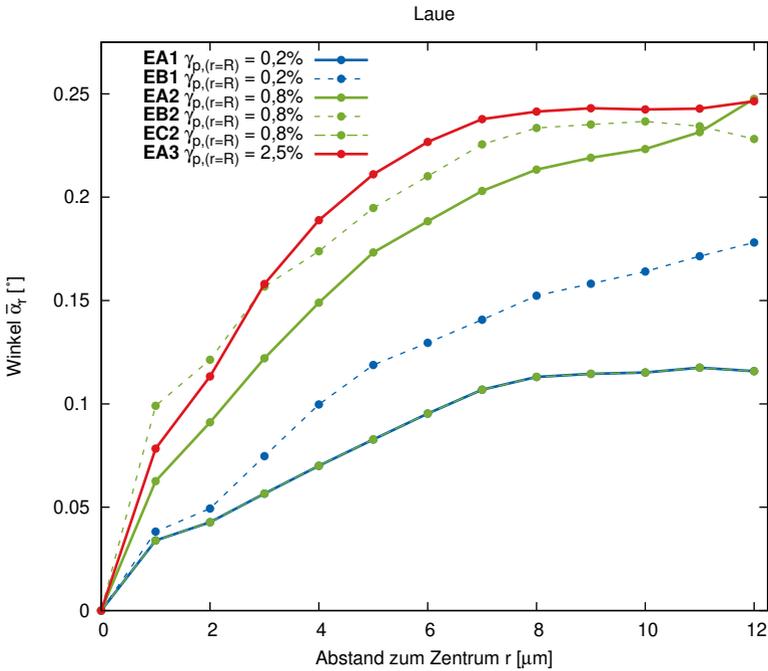


Abbildung 6.12: Vergleich der radialen durchschnittlichen Winkelverläufe $\bar{\alpha}_r$ bezogen auf die Querschnittsmitte c . Dargestellt sind die Verläufe in Proben aus Bambusdrähten verformt bis $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$, $0,8\%$, $2,5\%$.

samt zwar um die $\langle 100 \rangle$ -Achse dreht, im Nahbereich jedoch auch andere Rotationen erfolgen. Diese Beobachtung ist auch in den Querschnitten sichtbar. Hier ist eine Zunahme der globalen Abweichung α_{ci} , bezogen auf das Querschnittszentrum c , erkennbar. Dabei sind die Drehachsen \hat{r}_{ci} der Rotationen, im Hinblick auf das Zentrum c , radial in Richtung des Zentrums c der Probe ausgerichtet. Die in den Querschnitten zu beobachtende Verteilung der Komponenten $r_{ci,x}, r_{ci,y}, r_{ci,z}$ der Drehachse \hat{r}_{ci} in Bezug auf das Zentrum c zeigt, dass die Drehachse \hat{r}_{ci} lateral in der Querschnittsfläche liegende Anteile umfasst. Der Anteil der Drehachse $r_{ci,z}$, der eine Rotation um

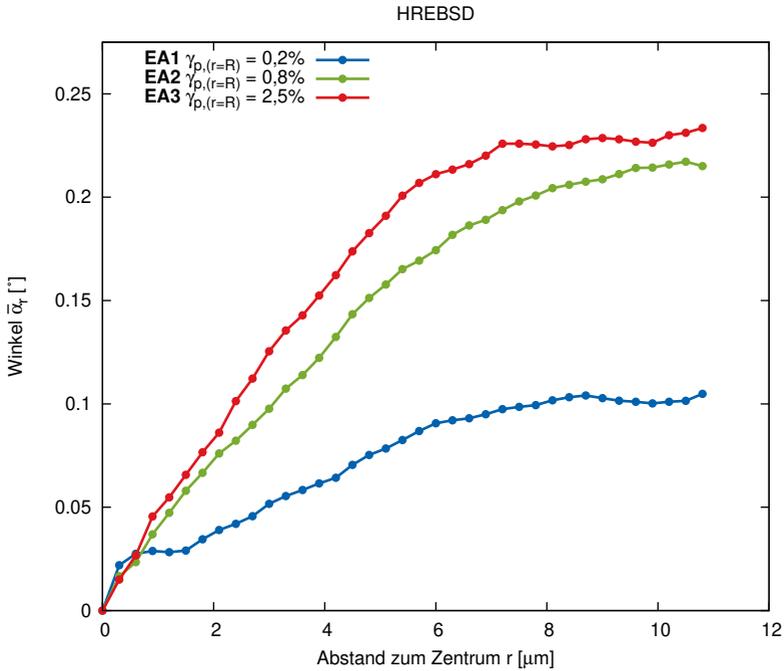


Abbildung 6.13: Vergleich der radialen durchschnittlichen Winkelverläufe $\bar{\alpha}_r$, bezogen auf die Querschnittsmitte c . Dargestellt sind die Verläufe in Proben aus Bambusdrähten verformt bis $\gamma_{p,(r=R)} = 0,2\%$, $0,8\%$, $2,5\%$.

die Torsionsachse beschreibt, stellt dagegen nicht den dominanten Anteil der Drehung dar.

Um die Verwindung $\kappa = d\alpha_{ci}/dl$ des $\langle 100 \rangle$ -Korns (Abbildung 5.27) mit der des $\langle 111 \rangle$ -Korns (Abbildung 5.11) vergleichen zu können, ist der Verlauf des Winkels α_{ci} in Längsrichtung l für verschiedene Abstände r zur Mittellinie dargestellt (Abbildung 6.14). Das $\langle 100 \rangle$ -Korn aus Unterabschnitt 5.3.2 ist aus dem selben Draht wie das korrespondierende Korn aus Kapitel Unterabschnitt 5.2.2 mit $\langle 111 \rangle$ -Orientierung. Beide Körner wurden somit mit einem identischen Moment verformt, welches sich bei einer integralen plas-

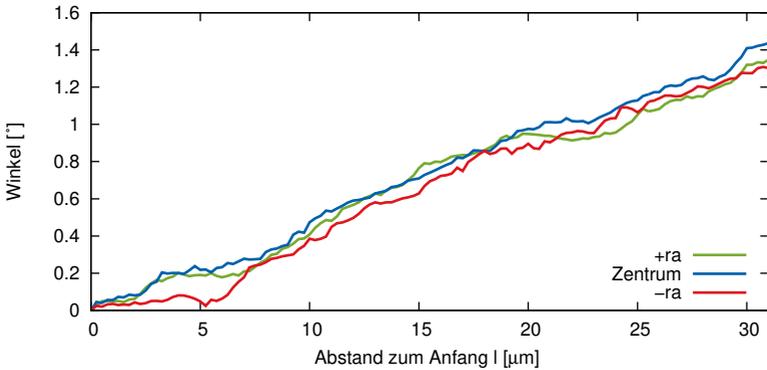


Abbildung 6.14: Verlauf des Winkels α_{ci} entlang der Längsrichtung des Kornes mit $\langle 100 \rangle$ -Orientierung. Gezeigt wird der Verlauf der Mittellinie durch das Zentrum c und die Verläufe in Abständen von $r_a = 1/6R$ zum Zentrum.

tischen Scherdehnung von $\gamma_{p,(r=R)} = 2,5\%$ ergibt. Der maßgebliche Referenzpunkt c eines Verlaufs ist der Messpunkt im Zentrum der jeweiligen Zeile. Dargestellt ist der Verlauf in der Mittellinie des Drahtes und für die Abstände $r_a = 1/6R$ zur Mittellinie. Anhand der drei Linien sollen eventuelle Unterschiede entlang unterschiedlicher Abstände r zur Mittellinie des jeweiligen Kornes aufgezeigt werden. Konstante Unterschiede zwischen den Linien sind nicht auszumachen. Es bestehen Schwankungen, jedoch ist kein Einfluss des Abstands auf den Verlauf festzustellen. Anhand des Vergleichs der in Abbildung 6.4 und Abbildung 6.14 gezeigten Längsverläufe ist zu erkennen, dass das $\langle 111 \rangle$ -Korn mit $0,36^\circ/\mu\text{m}$ eine stärkere Verwindung $\kappa = d\alpha_{ci}/dl$ erfährt als das $\langle 100 \rangle$ -Korn, das eine Verwindung von $0,04^\circ/\mu\text{m}$ aufweist. Das $\langle 100 \rangle$ -Korn hat somit eine höhere Torsionssteifigkeit als das $\langle 111 \rangle$ -Korn. Diese Beobachtung wurde auch in den Simulationen von WEINBERGER und CAI (2010b) und RYU u. a. (2016) gemacht.

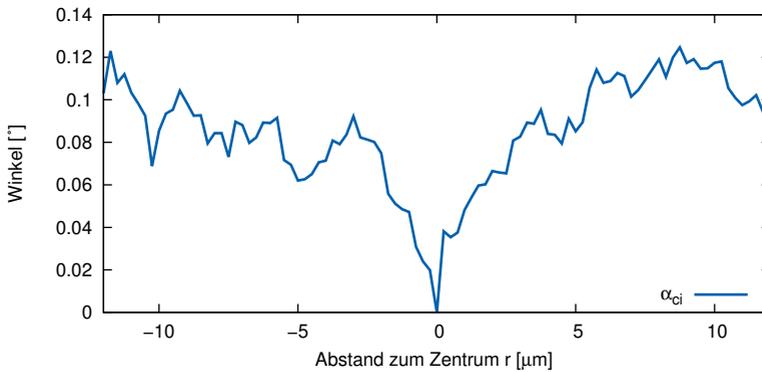


Abbildung 6.15: Verlauf des Winkels α_{ci} entlang der Querrichtung des Kornes mit $\langle 100 \rangle$ -Orientierung durch das Zentrum c .

Abbildung 6.15 zeigt den Verlauf des Winkels α_{ci} senkrecht zur Längsrichtung, bezogen auf das Zentrum c des Längsschnitts. Die Linie verläuft dabei durch das Zentrum c des Längsschnitts. Als Referenzorientierung ist die Orientierung R_c des Zentrums c gewählt. Der Verlauf steigt in der Nähe des Zentrums c an und nähert sich einem Wert von $\alpha_{ci} = 0, 12^\circ$. Im Vergleich zu den radialen Verläufen, welche aus den Daten der Querschnitte erstellt sind, weist der in Abbildung 6.15 gezeigte Verlauf größere Schwankungen auf. Dies dürfte neben der geringeren Menge der gemittelten Daten auf die Tatsache zurückzuführen sein, dass der Verlauf die Änderungen entlang einer einzigen Kristallrichtung zeigt.

6.2.2 Lokale Verformung

Für eine quantitative Auswertung der lokalen Änderungen sind insbesondere die über die Querschnitte verlaufenden Ansammlungen von Linien höherer lokaler Abweichungen relevant, um die Ursache der beobachteten Kurvenverläufe zu ergründen.

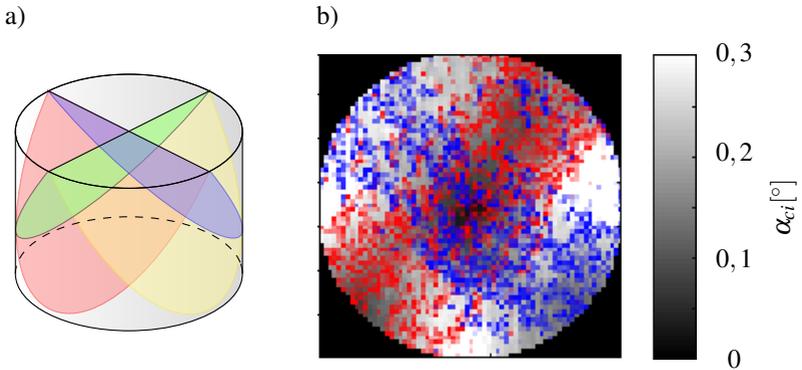


Abbildung 6.16: a) Schnitt der Gleitebenen mit dem Querschnitt. b) Globale Missorientierung α_{ci} im Querschnitt und Lage der erkennbaren Schnittlinien im Querschnitt.

Im inneren Bereich der Querschnitte (Abbildung 5.25) erscheinen die Ansammlungen der Linien in den Laue-Daten aufgrund der geringeren lateralen Auflösung als Fläche, die durch den Querschnitt verläuft und durch Bereiche gegensätzlicher Rotation begrenzt ist. Diese bandförmigen Bereiche höherer lokaler Rotationen konzentrieren sich somit genau in den Bereichen, die im Allgemeinen eine minimale globale Missorientierung α_{ci} aufweisen (Abbildung 5.21a,b,c). Dagegen sind am Rand der Querschnitte nur geringe lokale Missorientierungen zu erkennen. Die lokalen Abweichungen sind somit in den Bereichen minimaler globaler Missorientierung α_{ci} am ausgeprägtesten, während in den Bereichen großer globaler Missorientierung minimale lokale Abweichungen auftreten. Diese Beobachtung ist sowohl bei den KAM-Werten $\alpha_{i,KAM8}$ als auch bei der komponentenweisen Auswertung $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ zu beobachten. Die Bereiche hoher globaler Abweichung befinden sich dabei in Bereichen, welche durch keines der Bänder überdeckt werden. Die komponentenweise Auswertung ermöglicht es zudem, die Linien als Drehgrenzen zu identifizieren.

Innerhalb der erkannten Bänder ergibt sich eine resultierende Rotation, so dass die resultierende Rotationskomponente $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ in den Laue-Daten als nahezu homogene Fläche erscheint. Außerhalb der Bänder weist die resultierende Rotationskomponente $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ deutlich geringere Winkel auf, welche bereichsweise entgegengesetzt zur Rotation innerhalb der Bänder erfolgt. In den Daten der HREBSD-Untersuchungen ist jedoch festzustellen, dass auch innerhalb des Bandbereiches Vorzeichenwechsel zu erkennen sind, welche auf gegenüberliegende Gleitebenen zurückzuführen sein dürften. Gleichzeitig sind in den Randbereichen auch Linien mit einem anderen Vorzeichen auszumachen. Die Differenz zwischen der Rotation innerhalb eines Bandes und den Bereichen außerhalb des Bandes nimmt im Allgemeinen mit der Scherung $\gamma_{p,(r=R)}$ der Probe zu. Auffallend ist in diesem Zusammenhang jedoch der Vorzeichenwechsel der Rotationskomponente $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ außerhalb der Bänder. Dies bedeutet, dass die Rotation außerhalb des Bandes in die entgegengesetzte Richtung erfolgt. Folglich nimmt der Winkel α_{ci} zwischen dem Zentrum c und Messpunkten i außerhalb der Bänder in manchen Bereichen wieder ab. Dieses ist beispielsweise in der Verteilung des globalen Winkels α_{ci} in Probe EA3 zu erkennen (Abbildung 5.18c). Neben der Zunahme der Differenz der Komponenten $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ innerhalb eines Bandes und außerhalb eines Bandes wirken die Bänder mit zunehmender aufgetragener Belastung schmaler.

Um eine genauere Quantifizierung dieser Beobachtungen zu ermöglichen und diese mit den in Abschnitt 6.2.1 diskutierten radialen Winkelverläufen in Verbindung setzen zu können, werden die in den Abbildungen 5.25 und 5.26 gezeigten Kartierungen mittels einer Radon-Transformation (RADON, 1917) in einen Parameterraum der Parameter r und ξ überführt (Abbildung 6.17). Durch die Radontransformation erfolgen Linienintegrationen über den Querschnitt der Probe. Die Integrationswege verlaufen dabei senkrecht durch eine Linie, die mit dem Abstand r zum Zentrum und dem Winkel ξ parameterisiert ist. Der Winkel ξ ist der Winkel zwischen der Linie und

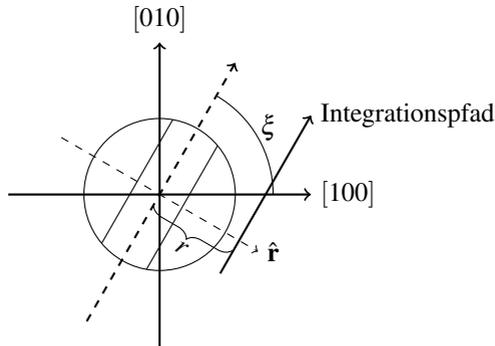


Abbildung 6.17: Skizze der Koordinaten im Radonraum. Der Parameter r bezeichnet den Abstand zum Zentrum und der Parameter ξ den Winkel zwischen dem Integrationspfad und der $[100]$ -Richtung des Kristalls.

der $[100]$ -Richtung des Kristalls. Entlang der Integrationswege wird somit über die Winkel integriert. Um daraus die durchschnittlichen Winkel entlang der Integrationswege zu erhalten, wird der Wert normalisiert. Die Darstellung im Radonraum (Abbildung 6.18) zeigt somit die gemittelten Querschnittsprofile entlang aller Richtungen über den Querschnitt. Hierdurch ist deutlicher zu erkennen, entlang welcher Richtung welche Verteilung der Rotationswerte auftritt. Hierbei zeigt sich, dass die Bänder ungefähr entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen verlaufen, weil der Radonraum entlang dieser Richtung die kleinste Bandbreite im Zentrum und den höchsten Betrag aufweist. Für einen Vergleich der Bänder der einzelnen Proben wird dieser Bereich entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung zur Darstellung der jeweiligen Querschnittsprofile herangezogen. Aufgrund der Integration entlang der Profillinie erfolgte eine Mittelung über mehrere Profillinien, wodurch sich einzelne Schwankungen ausgleichen.

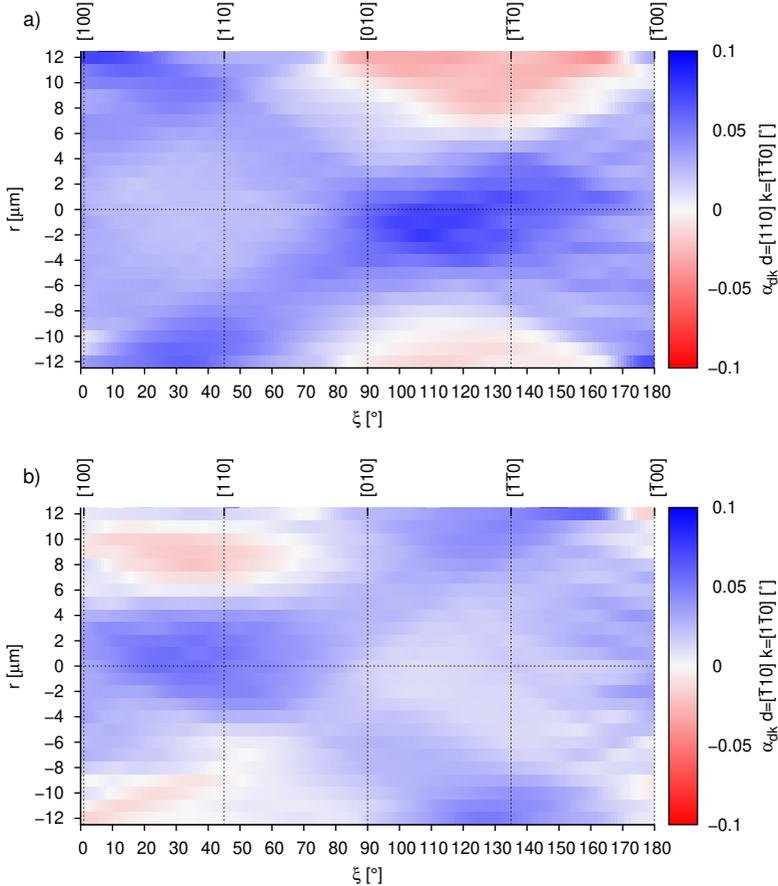


Abbildung 6.18: Darstellung der dominierenden Rotationssysteme im Radonraum.

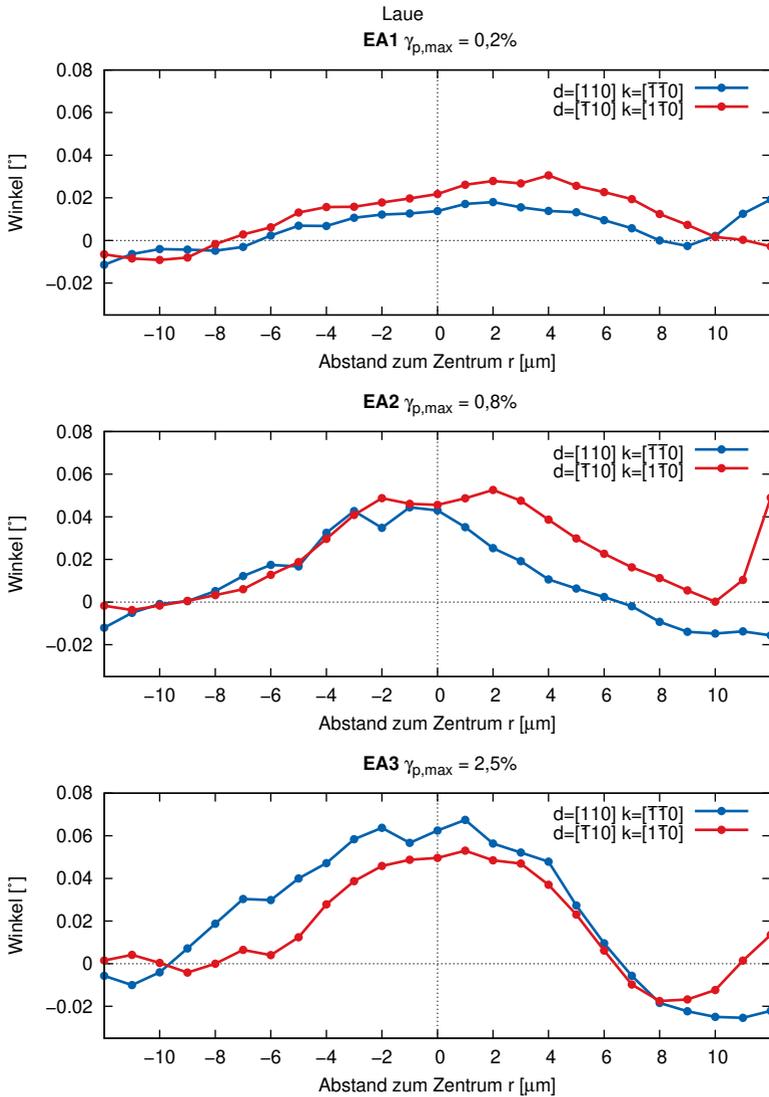


Abbildung 6.19: Profilnien senkrecht durch die Bänder. Die Profile wurden über eine Breite von $12,5\mu\text{m}$ gemittelt. Die Profilnien verlaufen senkrecht zur $[110]$ - bzw. der $[\bar{1}10]$ -Richtung.

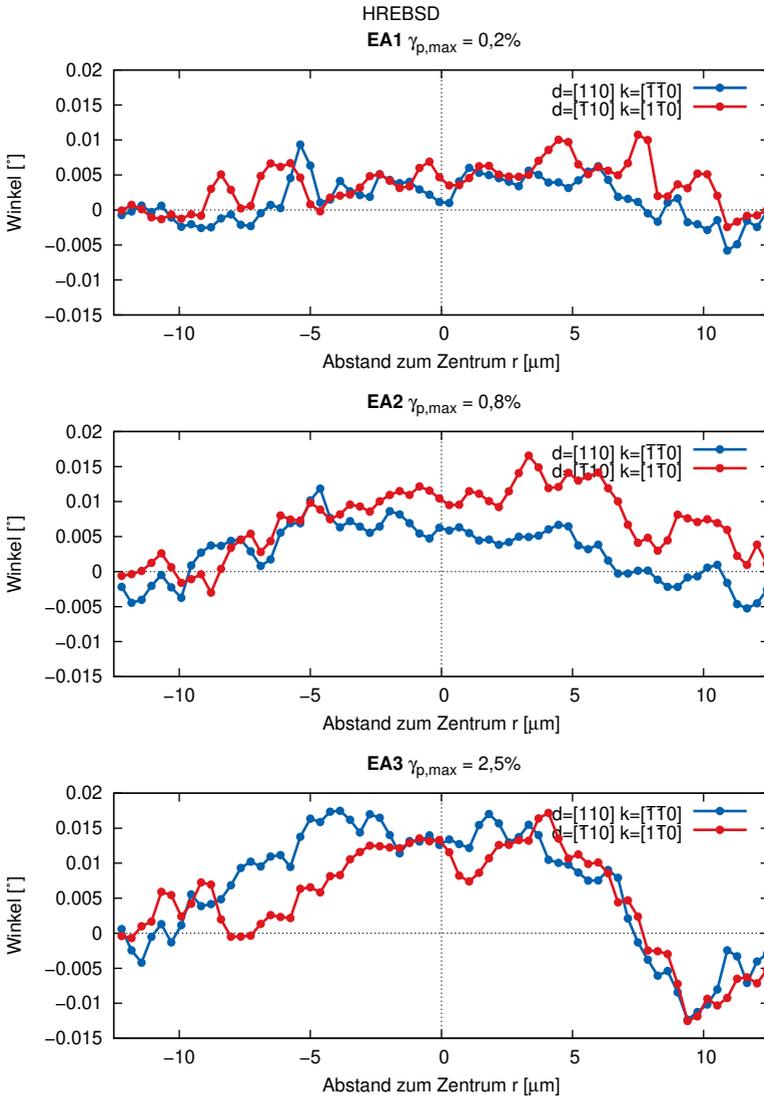


Abbildung 6.20: Profillinien senkrecht durch die Bänder. Die Profile wurden über eine Breite von $12,5\mu\text{m}$ gemittelt. Die Profillinien verlaufen senkrecht zur $[110]$ - bzw. der $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung.

Für jeden Querschnitt werden in Abbildung 6.19 und Abbildung 6.20 jeweils zwei Profillinien gezeigt, welche die Querschnittsprofile der beiden Bänder einer Probe sind. Die beiden Profillinien einer jeweiligen Probe zeigen einen vergleichbaren Wertebereich und Verlauf. Im Probenzentrum haben alle Kurven ihre größten Werte. Zum Rand weisen alle Kurven Rotationswerte $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ auf, welche nahe 0° liegen. Insbesondere mit zunehmender Verformung sinken die Werte am Rand in negative Werte ab. Die Rotationswerte im Zentrum nehmen gleichzeitig mit dem Belastungsgrad zu, sodass die Differenz zwischen dem Zentrum und dem Rand größer wird. Dadurch wird der Anstieg der Kurve zum Zentrum hin mit größeren Verformungsgraden steiler, und die Halbwertsbreite der Kurve nimmt ab. Der steilere Anstieg an den Kanten der Bänder verhält sich dabei vergleichbar zu der Zunahme des steileren Verlaufs der Kurven der minimalen Abweichung $\alpha_{min}(r)$ zum Zentrum (Abbildungen 6.10 und 6.11).

Die Halbwertsbreite der Kurven nimmt mit zunehmendem Verformungsgrad ab. Diese Beobachtung stimmt überein mit der Ausbreitung des Bereichs konstant bleibender oder abnehmender minimaler Abweichung $\alpha_{min}(r)$ zum Zentrum. So ist der Bereich negativer oder minimaler Rotation in seiner Breite vergleichbar mit dem Bereich konstant bleibender oder abnehmender minimaler Abweichung $\alpha_{min}(r)$ zum Zentrum. Letzteres ist naheliegend, weil es sich bei dem Verlauf der minimalen Abweichung $\alpha_{min}(r)$ um die Integration über die lokalen Abweichungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung senkrecht zum Band handelt. Der quantitative Zusammenhang zwischen lokalen Komponenten der Rotation $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ und der globalen Rotation α_{ci} in den Bereichen minimaler globaler Missorientierung entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung ist somit eindeutig erkennbar. In Abbildung 6.20 sind im Gegensatz zu Abbildung 6.19 aufgrund der höheren lateralen Auflösung der HREBSD-Daten Spitzen zu erkennen, die sich einzelnen Gleitebenen zuordnen lassen und in den Laue-Daten nicht zu erkennen sind. Die charakteristische Verlauf der lokalen Komponenten der Rotation $\alpha_{\hat{d},\hat{k}}$ könnte durch anwesende

Dehnungsfelder im Bereich des Bandes verursacht sein, welche sich nach der Durchtrennung der Probe nicht zurückbilden, während Dehnungsfelder am Randbereich nach dem Wegfall der äußeren Belastung relaxieren. Die Relaxation am Rand könnte die durch die Drehkorn Grenzen verursachten lokalen Rotationen überlagern, wodurch diese nicht mehr zu erkennen sind. Andererseits wäre es möglich, dass innerhalb eines Bandes aufgrund eines Versetzungsaufstaus und eines Verlassens des Querschnitts durch Versetzungen eine höhere polare Versetzungsdichte vorliegt, wodurch die in dem Band vorliegenden stärkeren Rotationen mitverursacht werden können.

Die globale Rotation α_{ci} im Querschnitt um radial ausgerichtete Drehachsen \hat{r}_{ci} um das Zentrum c ist ein Resultat von Rotationen um die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Die Verdrehungen sind primär in den beobachteten Bändern zu beobachten, die durch den inneren Bereich der Querschnitte verlaufen. Dies ist auch der Grund für die Anteile der Drehachse \hat{r}_{ci} quer zur Längsachse des Drahtes im Längsschnitt. Der Grund für die Bestimmung einer Drehachse in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung, anstatt der für eine Drehgrenze in der $\{111\}$ -Ebene zu erwartenden $\langle 111 \rangle$ -Richtung, lässt sich anhand der Daten der EBSD-Untersuchungen erklären (Abbildung 5.26). Die dort erkennbare Zusammensetzung eines Bandes aus einzelnen Schnittlinien verdeutlicht, dass einzelne Linien Drehachsen in $\langle 111 \rangle$ -Richtungen aufweisen. Die Bänder zeigen somit die Überlagerung jeweils zweier Gleitebenen, die jeweilige Drehgrenzen um die $\langle 111 \rangle$ -Achse sind. Die Beobachtungen an den $\langle 100 \rangle$ -Körnern unter dem Rasterelektronenmikroskop stehen mit den Beugungsergebnissen in Einklang. So fügen sich die in Abbildung 5.15a beobachteten Rautenmuster auf der Mantelfläche mit denen der Längsschnittuntersuchungen zusammen. Eine Stufenlinie auf der Mantelfläche lässt sich dabei einer Linie mit einer höheren lokalen Abweichung zuordnen. Die Tatsache, dass die globalen Drehvektoren in den Beugungskartierungen der $\langle 100 \rangle$ -Körner auch Anteile quer zur Torsionsachse aufweisen, deutet darauf hin, dass die

resultierende Rotation des Korns durch ein Zusammenspiel der vier Gleitebenen des kubisch flächenzentrierten Kristalls erfolgt.

Zusammenfassend lässt sich aus den Projektionen der lokalen Rotationen auf einzelne Kristallrichtungen $\alpha_{\hat{d}, \hat{k}}$ in den Quer- und Längsschnitten folgern, dass es sich bei den $\{111\}$ -Ebenen um Drehgrenzen handelt. Somit erfolgt an den $\{111\}$ -Ebenen eine Drehung um eine Drehachse \hat{r} , die parallel zu dem Normalenvektor \hat{n} der jeweiligen Ebene in eine $\langle 111 \rangle$ -Richtung ausgerichtet ist (Abbildung 6.16). Es lässt sich somit aus den Beobachtungen schließen, dass in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern keine direkte Drehung um die $[001]$ -Achse erfolgt. Dies ist darauf zurückzuführen, dass keine der Gleitebenen quer zu der Torsionsachse ausgerichtet ist. Die Rotation um die $\langle 100 \rangle$ -Achse entlang des Korns ist somit das Ergebnis der Rotationen an den vier $\{111\}$ -Ebenen. Die auf diesen Ebenen verlaufenden Rotationen um die vier $\langle 111 \rangle$ -Achsen führen in Kombination zu der Gesamtdrehung um die $[001]$ -Achse entlang des $\langle 100 \rangle$ -Korns. Dabei heben sich die Anteile der Drehachse \hat{r} quer zu der Torsionsachse größtenteils auf, sodass letztendlich fast nur die Anteile in Längsrichtung entlang der $\langle 001 \rangle$ -Richtung wirken.

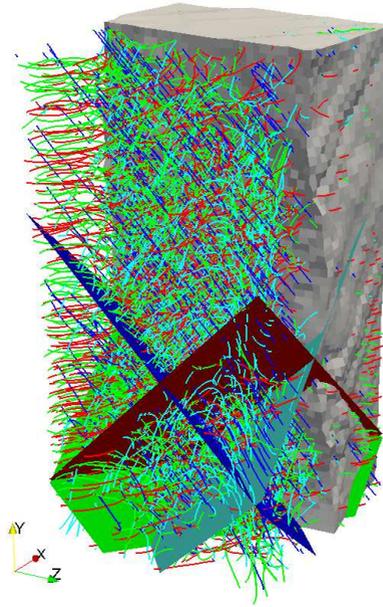


Abbildung 6.21: Ergebnis der DDD- und FEM-Simulation einer Torsion einer Probe der Länge $4\mu\text{m}$ und der Breite $2\mu\text{m}$ um die $\langle 100 \rangle$ -Achse. Die farbigen Ebenen zeigen die Lagen der verschiedenen Gleitebenen. Die Farben der Versetzungen zeigen die Gleitebenennormale der jeweiligen Versetzung an. Bilder erstellt und freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Dr. Markus Stricker und Dr. Daniel Weygand. Informationen zur Generierung: STRICKER (2017, S. 19 ff.).

Die Beobachtungen werden ebenfalls mit Ergebnissen der DDD-Simulation von Dr. Markus Stricker und Dr. Daniel Weygand verglichen.

Die Muster aus Gleitstufen, welche in den Mantelflächen der Körner unter dem REM (siehe Abbildung 5.15) zu erkennen sind, können mit den DDD-Simulationen, wie in Abbildung 6.21 zu erkennen, reproduziert werden. In den DDD-Simulationen bilden sich in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern Versetzungsstrukturen auf den vier Gleitebenen aus, welche primär Schraubencharakter aufweisen. Aufgrund der Konzentration der globalen Verformung auf einzelne

Gleitebenen ergibt sich in Abbildung 6.21 die Stufenstruktur, welche in den Aufnahmen des Rasterelektronenmikroskops (Abbildung 5.15a) zu erkennen ist.

6.2.3 Vergleich mit der Literatur

Zur Einordnung der Ergebnisse der Untersuchungen an $\langle 100 \rangle$ -Körnern werden die gemachten Beobachtungen mit der Diskussion in der Literatur in Verbindung gesetzt. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass die Modelle in Simulationen in der Regel Vereinfachungen aufweisen und Beschränkungen unterliegen. Dies betrifft unter anderem die Netzbildung, welche in vielen Simulationen nur einen quadratischen Querschnitt einer Probe ermöglicht und daher nicht ohne weiteres auf runde Querschnitte übertragbar ist.

Der festgestellte grundsätzliche Ablauf der Torsion um die $\langle 100 \rangle$ -Achse durch eine Bildung von Drehgrenzen auf den vier Gleitebenen bestätigt die Ergebnisse der Simulationen, die von RYU u. a. (2016), WEINBERGER und CAI (2010a,b, 2012) und WEINBERGER u. a. (2012) und JONES u. a. (2016) durchgeführt wurden. Es ist somit davon auszugehen, dass sich auf den Gleitebenen Strukturen von Schraubenversetzungen bilden, welche die Rotation in den Gleitebenen bewirken.

In den Auswertungen der Querschnitte der $\langle 100 \rangle$ -Körner sind entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen Linien höherer lokaler Rotationen als entlang der $\langle 100 \rangle$ -Richtungen zu erkennen. Ob diese auf eine höhere Versetzungsdichte entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zurückzuführen ist, wie sie in den Simulationen von RYU u. a. (2016) und JONES u. a. (2016) vorhergesagt ist, kann ohne eine Auswertung der elastischen Dehnungsanteile an der Orientierungsänderungen noch nicht geklärt werden.

Von Bedeutung für die Interpretation der in den Abbildungen 6.10 und 6.11 gezeigten radialen Verläufe sind Simulationen, welche sich mit der radialen Verteilung der elastischen und der plastischen Anteile und deren Aufteilung in Abhängigkeit der Belastung beschäftigen, erforderlich. Dies ist insbe-

sondere von Interesse, um die in den radialen Kurvenverläufen beobachtete Veränderung der Breite des Plateaubereichs am Rand und die Zunahme der Steigung im Zentrum der Probe diskutieren zu können.

Solche radialen Kurvenverläufe sind in der Veröffentlichung von LIU u. a. (2018) offenbart. LIU u. a. (2018) bestimmte die radiale Verteilung der Versetzungen mittels einer Simulation basierend auf einer critical thickness theory (CTT) und einer continuum dislocation theory (CDT). Beide Simulationsarten ergeben einen Anstieg der plastischen Scherdehnung vom Zentrum aus. In der Simulation gemäß der critical thickness theory (CTT) bleibt die plastische Scherdehnung ab einem bestimmten Abstand konstant. In der Simulation nach der continuum dislocation theory (CDT) erreicht die plastische Dehnung einen Maximalwert und fällt nach diesem zum Rand des Querschnitts ab. In beiden Modellen steigt der Maximalwert der plastischen Dehnung mit der Scherung am Rand an, wobei sich der Abstand des Maximalwerts zum Zentrum vergrößert. Im Randbereich tritt eine elastische Dehnung auf, wohingegen im Zentrum des Querschnitts nur eine minimale elastische Dehnung vorliegt. Die Breite des Bereichs der elastischen Dehnung nimmt mit zunehmender Scherung ab. Nach LIU u. a. (2018) befinden sich in diesem Bereich Versetzungsquellen. Der Anstieg der plastischen Dehnung korreliert mit der Versetzungsdichte, sodass sich im inneren Bereich eine höhere Dichte an Versetzungen befindet als am Rand. Bei steigender Scherung erfolgt ein Anstieg der Versetzungsdichte im Zentrum, wobei sich der innere Bereich, in welchem sich Versetzungen befinden, mit zunehmender Scherung zum Rand hin erweitert. Der von LIU u. a. (2018) simulierte radiale Verlauf kann sowohl mit dem radialen Verlauf der minimalen Winkel $\alpha_{min}(r)$ als auch der maximalen Winkel $\alpha_{max}(r)$ in 6.10 und 6.11 verglichen werden. Der Verlauf des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ weist einen ähnlichen Verlauf auf, wie die gemäß der continuum dislocation theory (CDT) bestimmte plastische Scherdehnung. Diese zeigt, ausgehend vom Zentrum der Probe, einen Anstieg bis zu einem Maximalwert mit einem Abfall zum Rand

des Querschnitts. Im Gegensatz zu den gemäß der critical thickness theory (CTT) und der continuum dislocation theory (CDT) berechneten Verläufen nimmt jedoch der Randbereich in den Verläufen des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ mit zunehmender aufgetragener Belastung zu. Der Verlauf der maximalen Winkel $\alpha_{min}(r)$ zeigt im Gegensatz dazu nicht den geringeren Anstieg zum Rand, was darauf hindeuten könnte, dass die elastische Scherdehnung am Rand nicht vollständig zurückgegangen ist. Somit könnte ein signifikanter elastischer Dehnungsanteil, der in den Simulationen von LIU u. a. (2018) vorhergesagt wird, noch vorhanden sein. Eine zuverlässige Aussage erfordert jedoch, wie bereits erwähnt, eine Auswertung der elastischen Dehnungsverteilung in den Querschnitten, zumal davon ausgegangen werden kann, dass auch im Zentrum der Probe elastische Dehnungen vorliegen.

Einen Kurvenverlauf mit einem inneren und einem äußeren Bereich, die sich in ihrer Steigung signifikant voneinander unterscheiden, haben ZOLLER und SCHULZ (2019a,b) in ihren Simulationen beobachtet, in denen sie den radialen Verlauf der plastischen Dehnung gegen den Abstand zum Zentrum auftrugen. In ihren Simulationen stieg der plastische Dehnungsanteil parallel zu dem Gesamtdehnungsanteil, ausgehend vom Zentrum, bis zu einem Punkt an, ab welchem der plastische Dehnungsanteil konstant blieb und gleichzeitig der elastische Dehnungsanteil anstieg. Darüber hinaus ermittelten sie die Versetzungsdichten und trugen sie gegen den Abstand zum Zentrum auf. Dabei ist im Bereich des Punktes, ab welchem der plastische Dehnungsanteil konstant bleibt, ein Abfallen der Versetzungsdichte zum Rand hin zu erkennen. Die Simulationen ergaben somit einen Versetzungsaufstau zum Zentrum der Probe. Dabei ist jedoch zu beachten, dass Dehnungen, welche ein Abstoßen von Versetzungen hervorrufen nur eingeschränkt in dem Simulationsmodell berücksichtigt werden. Der Verlauf des plastischen Dehnungsanteils ist mit den Verläufen des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ in den Proben vergleichbar. In den Verläufen des minimalen Winkels $\alpha_{min}(r)$ könnten sich die elastischen Dehnungsanteile zurückgebildet haben. Der Verlauf

der Gesamtdehnung ähnelt dem Verlauf des maximalen Winkels $\alpha_{max}(r)$, der sowohl plastische als auch elastische Anteile enthalten kann.

In der Veröffentlichung von KALUZA und LE (2011) wird der radiale Verlauf der plastischen Verzerrung in Abhängigkeit von der Belastung aufge-tragen. Die Kurven zeigen einen Anstieg der plastischen Verzerrung vom Zentrum der Probe bis zu einem Maximalwert. Zum Rand der Probe fällt die plastische Verzerrung wieder ab und steigt mit zunehmender Belastung wieder an. Zudem verschiebt sich die Lage des Maximalwerts in Richtung des Rands der Probe.

Radiale Kurvenverläufe der plastischen Verformung in der Veröffentlichung von LE und PIAO (2016) zeigen einen nahezu gleichmäßigen Anstieg der plastischen Verformung ausgehend vom Zentrum der Probe. An einem Umschlagspunkt erfolgt ein sprunghafter Anstieg der plastischen Verformung, gefolgt von einem Absinken zum Rand der Probe. Dieser Umschlagspunkt verschiebt sich mit zunehmender Belastung zum Rand der Probe. Am Umschlagspunkt sinkt die Scherspannung von geringen positiven Werten im inneren Bereich in das Negative. Anschließend steigt die Scherspannung zum Rand der Probe wieder in positive Werte an und weist am Rand der Probe den Maximalwert auf.

Gründe für die außerhalb der Bänder zu beobachtende Vorzeichenänderung der Drehungen konnten im Rahmen der Untersuchungen nicht eindeutig gefunden werden. Hierbei könnte die Bestimmung der elastischen Dehnung in diesen Bereichen beitragen. Diese könnten die plastischen Anteile überlagern. Zu berücksichtigen ist jedoch auch, dass die hier betrachteten Proben nach der Torsionsbelastung entlastet wurden und somit sicherlich Relaxationen und Versetzungsbewegungen während der Entlastung erfolgten, welche hierfür ursächlich sein könnten (STRICKER u. a., 2017).

Zur weiteren Diskussion der Abbildungen 6.10 und 6.11 ist es von Bedeutung, die radiale Verteilung der elastischen Dehnung zu bestimmen, um die Unterschiede zwischen den inneren Bereichen mit den Bändern und den Randbereichen, welche bei der Rotation ein gegensätzliches Vorzeichen aufweisen, zu identifizieren. Die Bestimmung der elastischen Anteile ist an den Laue-Daten jedoch mittels der angewandten Methoden nicht möglich. Zur Bestimmung der elastischen Anteile mittels HREBSD fehlt ein unverzerrter Bereich der Probe, welcher als Referenz für die Bestimmung der Dehnungsanteile verwendet werden kann. Auch bei der Anwendung einer Methode zur Bestimmung der Dehnungsanteile besteht jedoch weiterhin die Problematik, dass es bei der Entlastung und dem Durchtrennen der Probe am Querschnitt zu einem Rückgang der elastischen Dehnung kommt.

7 Zusammenfassung und Ausblick

7.1 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die plastische Verformung von kleinen einkristallinen Körnern unter Torsionsbelastung entlang der $\langle 100 \rangle$ - und der $\langle 111 \rangle$ -Achse untersucht. Aufgrund fehlender Möglichkeiten zur Herstellung von Einkristalldrähten mit einer ausreichenden Länge für eine Durchführung von Torsionsuntersuchungen, erfolgten die Untersuchungen an Körnern aus einem Draht mit einer Bambusstruktur. Bei dieser Struktur handelt es sich um eine Aneinanderreihung von unterschiedlich orientierten Körnern, die sich über den gesamten Querschnitt eines Drahts erstrecken. Ein einzelnes Korn kann somit zur Untersuchung des Verformungsverhaltens eines Einkristalls verwendet werden.

Um die Bambusstruktur zu erzeugen, wurden polykristalline Golddrähte eines Durchmessers von $25\mu\text{m}$ in einem Vakuumofen für 144 Stunden bei einer Temperatur von 800 Grad gegläht. Mit Hilfe einer Mikrotorsionsmaschine wurden die jeweiligen Drähte in unterschiedlichen Ausmaßen der plastischen Dehnung bis zu 2,5% am Drahttrand hin belastet. Einzelne Abschnitte der Drähte wurden nach der Belastung zur weiteren Präparation und zur Untersuchung auf zurechtgefräste Tellerhalter geklebt. In einem Zweistrahlelektronenmikroskop wurden die Abschnitte mittels rückgestreuter Elektronen und EBSD nach Körnern einer gewünschten Orientierung abgesucht. An ausgewählten Körnern wurden unter Verwendung eines Ga^{+} -

Ionenstrahls Längs- bzw. Querschnitte präpariert. Die jeweiligen Schnittflächen wurden in Elektronenbeugungs- und Röntgenbeugungsuntersuchungen abgerastert, um globale und lokale Kristallorientierungsunterschiede zu bestimmen.

Zur Ermittlung der globalen Orientierungsänderungen innerhalb der Schnittflächen wurde die Kristallorientierung an den jeweiligen Messpunkten in Bezug auf die Kristallorientierung an einem ausgewählten Referenzpunkt kartiert. Bei den Querschnittsuntersuchungen war der Referenzpunkt der jeweilige Mittelpunkt des Querschnitts. Um lokale Versetzungsstrukturen zu erfassen, wurden lokale Orientierungsunterschiede eines jeweiligen Messpunkts zu benachbarten Messpunkten bestimmt. Die Auswertung erfolgte unter Anwendung eines Verfahrens, das auf einer spezifischen Wahl von zu vergleichenden Messpunkten in Abhängigkeit einer vorbestimmten Kristallrichtung und einer Projektion der Rotationen auf einzelne Kristallachsen basiert. Durch dieses Verfahren war es möglich, den Charakter lokaler Rotationen zu bestimmen. Hierbei wurde festgestellt, dass sich während der Torsion um die $\langle 100 \rangle$ - und die $\langle 111 \rangle$ -Achse Kleinwinkelkorngrenzen auf den (111) -Ebenen bilden, die einen Drehgrenzencharakter aufweisen. In $\langle 111 \rangle$ -Körnern erfolgt dies nahezu ausschließlich in der (111) -Ebene senkrecht zur Torsionsachse. In $\langle 100 \rangle$ -Körnern geschieht dies unter Einbeziehung aller vier (111) -Ebenen.

Die Beugungsuntersuchungen ergaben zudem, dass sich die Orientierung in dem Querschnitt des Drahtes bezogen auf den Drahtmittelpunkt im Inneren der $\langle 100 \rangle$ -Körner in einem größeren Ausmaß ändert als zum Rand des Querschnitts. Die Abweichung nähert sich asymptotisch einem Maximalwert an, wobei ein Sättigungsbereich zu erkennen ist, in dem nur geringe Änderungen auftreten. Mit zunehmender Verformung verschiebt sich der Sättigungsbereich weiter in die Mitte des Drahtes. Der Verlauf korrespondiert mit den beobachteten lokalen Orientierungsänderungen in den Quer-

schnitten. Die höchsten lokalen Änderungen befinden sich in Bändern im Inneren des Drahtes, die entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung verlaufen. Entlang dieser Bänder treten die größten lokalen Orientierungsänderungen auf. In den HREBSD-Aufnahmen ist zu erkennen, dass die Bänder aus Schnittlinien entlang der Bänder bestehen und es zwei Bänder gibt, die senkrecht zueinander orientiert sind. Außerhalb der Bänder erfolgt eine geringere lokale Orientierungsänderung oder sogar ein Vorzeichenwechsel, der ausdrückt, dass die Rotationen außerhalb der Bänder entgegengesetzt verlaufen. Für eine weitergehende Untersuchung der Versetzungsstrukturen könnten Untersuchungen mit 3D-HR-EBSD an tordierten Drähten durchgeführt werden (KALÁCSKA u. a., 2020).

Diese Feststellungen wurden mit Simulationen der DFG Forschungsgruppe 1650 verglichen. So konnten im Rasterelektronenmikroskop beobachtete Stufenlinien auf den Mantelflächen der Drähte in diskreten Versetzungssimulationen der Gruppe um Dr. Daniel Weygand reproduziert werden. Die in den Orientierungskartierungen der $\langle 100 \rangle$ -Querschnitte auftretenden Bänder mit höheren lokalen Rotationen konnten dabei Verläufen mit höheren Versetzungsdichten im Zentrum der Probe zugeordnet werden, die unter Torsionsbelastung auftreten. Zur Diskussion der beobachteten Vierfach- und Zweifachsymmetrien in den Kartierungen der globalen Orientierungsabweichungen in den Querschnitten von $\langle 100 \rangle$ -Körnern erfolgten kontinuierliche Kristallplastizitätssimulationen der Gruppe um Prof. Dr.-Ing. Thomas Böhlke. Die dabei bestimmten Verteilungen der plastischen Vergleichsdehnung weisen ebenfalls eine Vierfachsymmetrie auf, die mit einem zunehmenden Abweichungswinkel zwischen der $\langle 100 \rangle$ -Achse des Kornes und der Torsionsachse in eine Zweifachsymmetrie übergeht. Somit bestätigt sich der Einfluss des Abweichungswinkels auf die sich bildende Symmetrie der globalen Orientierungsabweichung (ZIEMANN u. a., 2015).

Die Beobachtungen stimmen mit den Ergebnissen von Simulationen bezüglich der Versetzungsstrukturen nach dem aktuellen Stand der Forschung überein. Für ein genaueres Verständniss der Verformung ist aber eine Ermittlung der elastischen Dehnungsanteile notwendig, wofür die Anwendung anderer Methoden (DAVYDOK u. a., 2016; PETIT u. a., 2012, 2015; ROBACH u. a., 2013, 2011) erforderlich ist. Für die Untersuchung des Größeneffekts sind zusätzliche Untersuchungen an Drähten verschiedener Durchmesser in einem ausreichenden statistischem Umfang für jeden Drahtdurchmesser erforderlich. Eine genauere quantitative Untersuchung der Verformung einzelner Kristalle bestimmter Orientierungen könnte mittels der Verwendung einkristalliner Proben erfolgen, sobald diese in ausreichender Länge gefertigt werden können (KREBS u. a., 2017; VERHEYDEN u. a., 2019). Der genaue Ablauf der Verformung könnte durch eine Durchführung von *in situ* Experimenten in einem Elektronenmikroskop beobachtet werden, beispielsweise anhand der im folgenden Kapitel 7.2 beschriebenen Versuchseinheit. Diese erlaubt generell die Ermittlung lokaler Verformungen von einzelnen Kristalliten, wodurch mittels gezielter Versuchsdurchführungen vergleichbare Verformungen für vergleichbar orientierte Körner für unterschiedliche Drahtdurchmesser erzeugt- und strukturtechnisch untersucht bzw. verglichen werden können.

7.2 In situ Torsionsversuche

Die bislang verwendete *ex situ* Maschine erlaubt nur eine Aufzeichnung von Torsionskurven, die sich bei der Torsion eines gesamten Drahtes ergeben. Dadurch ist eine Untersuchung der individuellen plastischen Verformung einzelner Körner nicht möglich. Dies erscheint jedoch angesichts der Variationen in den radialen Winkelverläufen erforderlich. Wie in Abbildung 6.12 zu erkennen, treten diese Variationen auch auf, wenn die Körner eine gleiche Orientierung aufweisen und dem selben Draht entnommen sind. Zudem treten bei gleichen Belastungsgraden signifikante Unterschiede zwischen Körnern einer $\langle 100 \rangle$ - und einer $\langle 111 \rangle$ -Orientierung auf.

Da die Herstellung einkristalliner Drähte, wie bereits beschrieben, derzeit nicht möglich ist, wurde ein Ansatz gewählt, welcher auf einem *in situ* Verfahren beruht. Die individuelle Verwindung einzelner Körner kann dabei über Bildverarbeitungsalgorithmen verfolgt werden. Zwischenzeitlich haben sich *in situ*-Verfahren in der Torsion von Mikrodrähten etabliert (B. CHEN u. a., 2019; C. JIANG u. a., 2017a,b; H. LU u. a., 2017; WANG u. a., 2019). Um die Verformung einzelner Körner eines Drahtes mittels Rasterelektronenmikroskopie, Elektronenrückstreubeugung und einem fokussiertem Ionenstrahl untersuchen zu können, wurde im Rahmen dieser Dissertation zusammen mit Herrn Dr. Mario Walter, Herrn Dr. Reiner Mönig und Herrn Daniel Kuntz (Technische Abteilung des KIT) eine *in situ* Torsionsmaschine für die Vakuumkammer des Nova NanoLab 200 (FEI Company, Hillsboro, Oregon, Vereinigte Staaten) Zweistrahlmikroskops entwickelt.

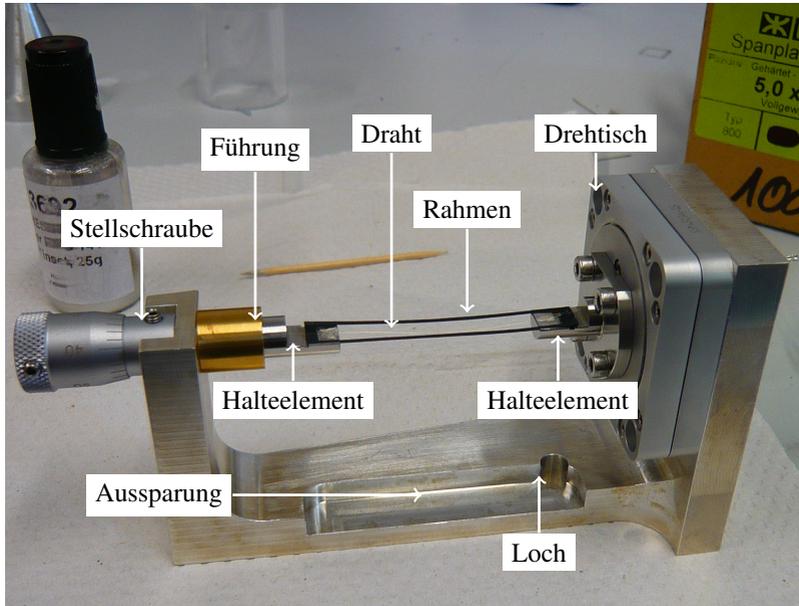


Abbildung 7.1: Anbringung eines Drahtes in die *in situ* Torsionsmaschine mittels eines Pierrahmens aus Fotokarton.

Die Maschine weist einen u-förmigen Rahmen aus einer Aluminiumlegierung mit einem Steg als Grundseite und zwei gegenüberliegenden Flanschen auf (Abbildung 7.1). Auf einer Innenseite eines der Flansche ist ein Drehtisch des Typs SR-4513-s von SmarAct (Oldenburg, Deutschland) mit einem Halteelement zur Befestigung des Drahtes verschraubt. Auf der gegenüberliegenden Innenseite des anderen Flansches befindet sich ein weiteres Halteelement zur Befestigung des Drahtes. Um eine genaue Ausrichtung der gegenüberliegenden Halteelemente sicherzustellen, wurden während der Fertigung durch beide Flansche mit einem Bohrer bei eingespanntem Rahmen Löcher gebohrt. Auf der Seite des Drehtisches wurde anschließend ein Messingbolzen eingefügt, welcher exakt dem Innenradius des zentralen Lochs des Drehtisches entspricht. Somit ist es möglich, den Drehtisch genau zentriert einzusetzen. Das Halteelement auf dem Drehtisch ist auf der Rotati-

onsfläche des Drehtisches geschraubt. An der Oberseite des Halteelements befindet sich eine horizontale Fläche zum Aufkleben des Drahtes. Um eine genaue Ausrichtung des Drahtes mittels eines Papierrahmens, so wie in der ex situ Maschine zu ermöglichen, ist in diese horizontale Fläche eine Vertiefung eingearbeitet, in welche ein Papierrahmen zur Befestigung des Drahtes eingelegt werden kann. Das gegenüberliegende Halteelement weist ebenfalls eine horizontale Fläche mit der besagten Vertiefung auf. Dieses ist an einer Stellschraube mit einem Verfahrweg von $0,1\text{mm}$ befestigt und in einem Hohlzylinder aus Messing als Führung angeordnet. Durch die Stellschraube lässt sich der Abstand zwischen den Halteelementen einstellen. Der Draht verläuft bei eingelegtem Papierrahmen entlang der Drehachse des Drehtisches. Um eine elektrisch leitende Kontaktierung des Drahtes sicherzustellen, ist der Draht auf den horizontalen Flächen der Halteelemente mit Leitsilber zu kleben. Dadurch kann ein Aufladen des Drahtes während der Untersuchungen unter dem Elektronenmikroskop verhindert werden. Nach dem Trocknen des Leitsilbers ist der Papierrahmen zu trennen und aus der Maschine zu entfernen. In einem letzten Schritt ist es erforderlich, den eingeklebten Draht durch eine Drehung der Stellschraube zu straffen.

Nach der Anbringung des Drahtes in der Maschine wird diese in den Verfahrtschicht des Zweistrahlmikroskops geschraubt (Abbildung 7.2). Um die Maschine an dem Verstelltisch des Zweistrahlmikroskops zu befestigen, ist in dem Steg ein Loch für eine Schraube gebohrt. Der Steg umfasst eine Aussparung, um eine Annäherung des EBSD-Detektors für Orientierungsbestimmungen bis zum erforderlichen Arbeitsabstand zu ermöglichen. Die Drehachse ist dabei senkrecht zur Tür auszurichten, sodass der Drehtisch zur Tür hin orientiert ist. In dieser Stellung ist es möglich, den Abstand des Drahtes zum Polschuh des Rasterelektronenmikroskops mittels eines Justierens des Verfahrtschichtes auf einen Arbeitsabstand von 10mm zu reduzieren, wodurch die für die Elektronenrückstreubeugungsuntersuchungen benötigte Position erreicht werden kann. Für die Erzeugung von Aufnahmen mit-

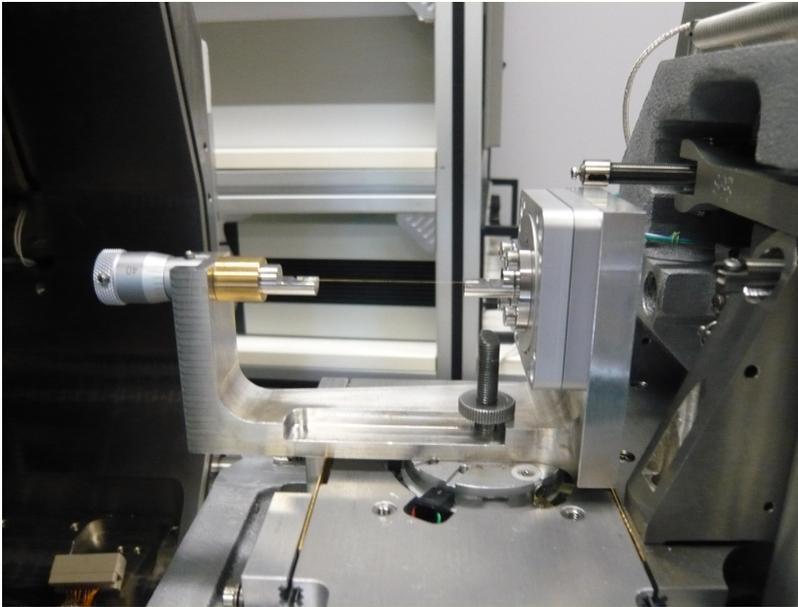


Abbildung 7.2: Die in dem Verfahrenstisch des Zweistrahlmikroskops verschraubte *in situ* Torsionsmaschine.

tels Sekundärelektronen und Rückstreuielektronen kann der Arbeitsabstand auf bis zu 5mm verringert werden. Die Maße der Torsionsmaschine sind so bemessen, dass sie auch parallel zur Tür ausgerichtet werden kann. In dieser Stellung ist es möglich, Untersuchungen und Präparationen mittels der fokussierten Ionenstrahls durchzuführen, wobei auch ein Freiraum für das Einfahren einer Depositionsnadel zur Platinauftragung bereitgestellt ist. Dies erlaubt es, Platinmarkierungen auf Drähte aufzutragen, um die Verwindung des Drahtes nachzuverfolgen. Alternativ kann auch eine axiale Markierungslinie auf der Drahtoberfläche mittels Ionenstrahl erzeugt werden.

Der Drehtisch ist über einen Durchgangsanschluss der Vakuumkammer zur Ansteuerung mittels eines D-SUB 15 Kabels an ein Steuersystem ange-

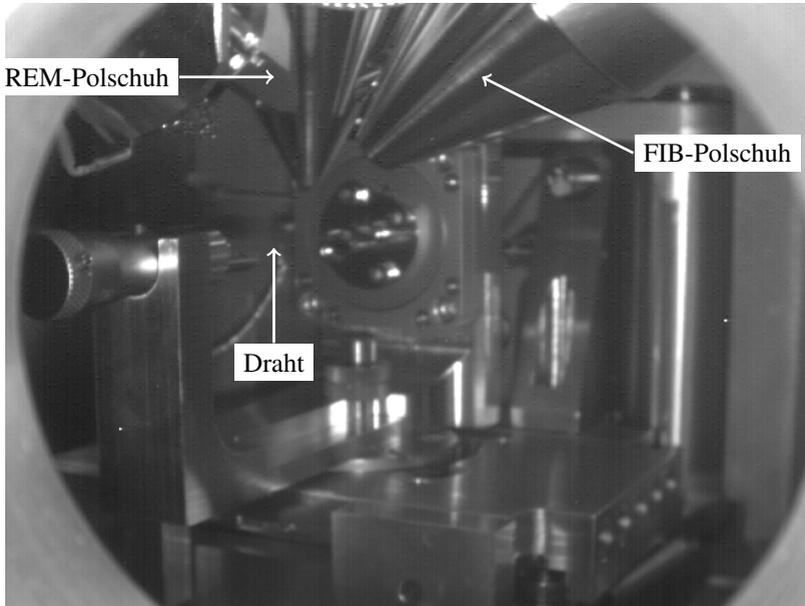


Abbildung 7.3: Die *in situ* Torsionsmaschine in der Vakuumkammer des Zweistrahlmikroskops, aufgenommen mit der Infrarotkamera des Zweistrahlmikroskops.

schlossen. Das Steuersystem umfasst ein Sensormodul des Typs MCS-3S-EP-SDS15-TAB und ein Regelungssystem des Typs MCS-3C-USB-TAB, welche beide vom Hersteller SmarAct (Oldenburg, Deutschland) stammen. Die Torsionsmaschine stellt eine Lösung zur Verfügung, welche es erlaubt, die Verformung eines Drahtes *in situ* zu beobachten. Um die Torsionssteifigkeit verschiedener Körner zu untersuchen, kann ein Verlauf einer entlang des Drahtes aufgetragene Markierung während der Torsion durch ein Programm verfolgt werden. Dies erlaubt es, die Verwindung des Drahtes an unterschiedlichen Körnern schrittweise zu bestimmen. Für genauere quantitative Auswertungen kann der Verlauf der Markierung beispielsweise mit Bildauswertungsverfahren verfolgt werden. Im Idealfall lassen sich so in Kombination mit *ex-situ* Torsionsversuchen zur Ermittlung des Torsions-

moments bei einer vorgegebenen äußeren Gesamtscherdehnung sogar Torsionskurven von Einkristallen erstellen.

A Zusätzliche Ergebnisse

A.1 Torsion entlang der $\langle 100 \rangle$ -Achse

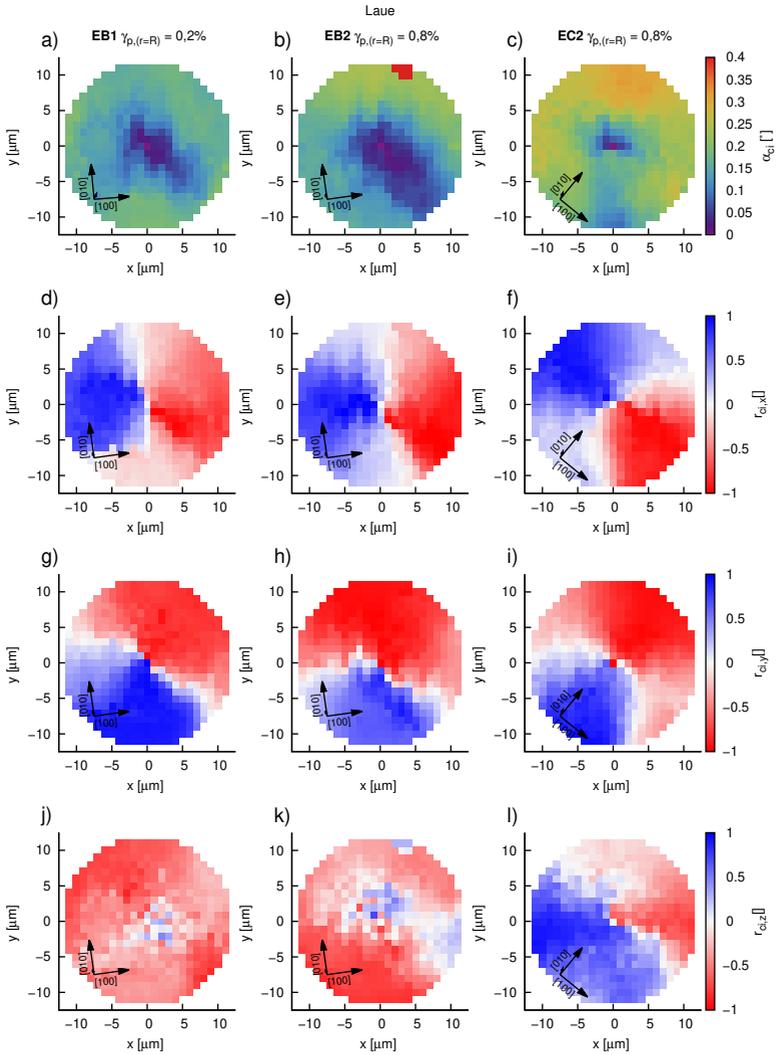


Abbildung A.1: Globale Missorientierung α_{ci} und Anteile der Drehachse \hat{r}_{ci} in Probenkoordinaten $r_{ci,x}$, $r_{ci,y}$ und $r_{ci,z}$ in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Lauebeugungsuntersuchungen bestimmt.

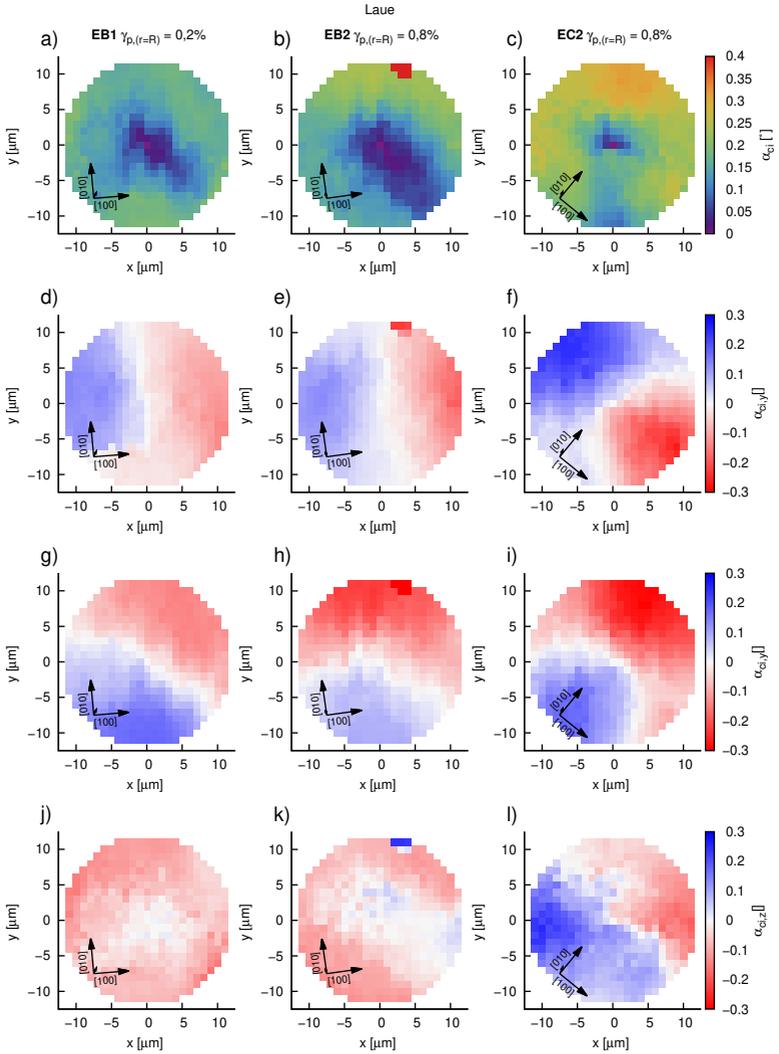


Abbildung A.2: Globale Missorientierung α_{ci} und Anteile der Winkelvektors $\hat{\alpha}_{ci}$ in Probenkoordinaten $\alpha_{ci,x}$, $\alpha_{ci,y}$ und $\alpha_{ci,z}$ in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Lauebeugungsuntersuchungen bestimmt.

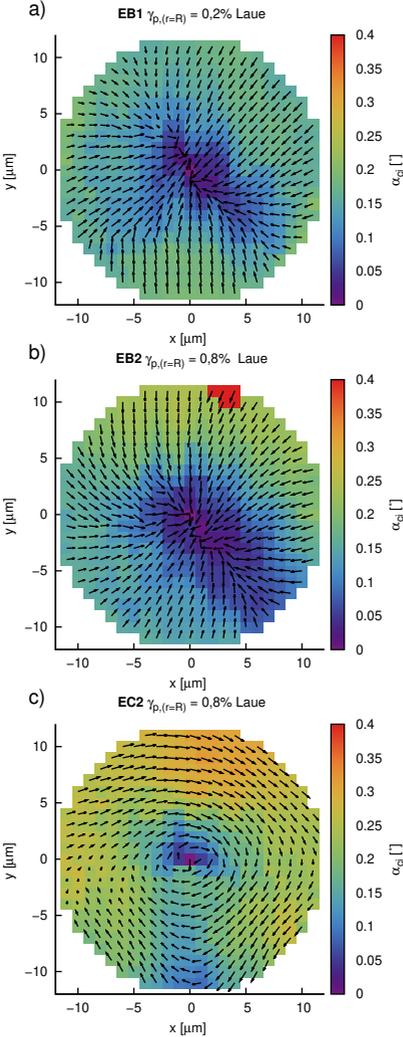


Abbildung A.3: Globale Missorientierung α_{ci} und Ausrichtung der Drehachse \hat{r}_{ci} in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner. Die Orientierungen wurden mittels Lauebeugungsuntersuchungen bestimmt.

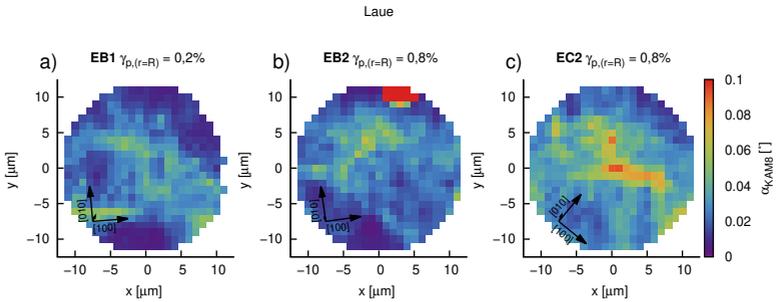


Abbildung A.4: Lokale Rotationen $\alpha_{i,KAMS}$ in Querschnitten von $\langle 100 \rangle$ -Körnern aus Lauebeugungsuntersuchungen.

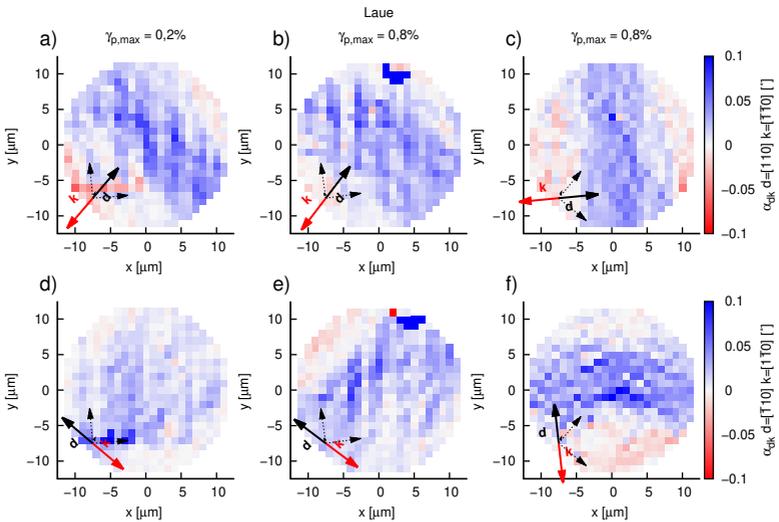


Abbildung A.5: Aufbereitete Lauedatensätze. Die dominierenden Rotationssysteme bilden grobe Bänder, welche sich entlang der $[110]$ - bzw. der $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung über die Querschnitte erstrecken.

B Diskussion

B.1 Plastische Verformung von $\langle 100 \rangle$ -Körnern

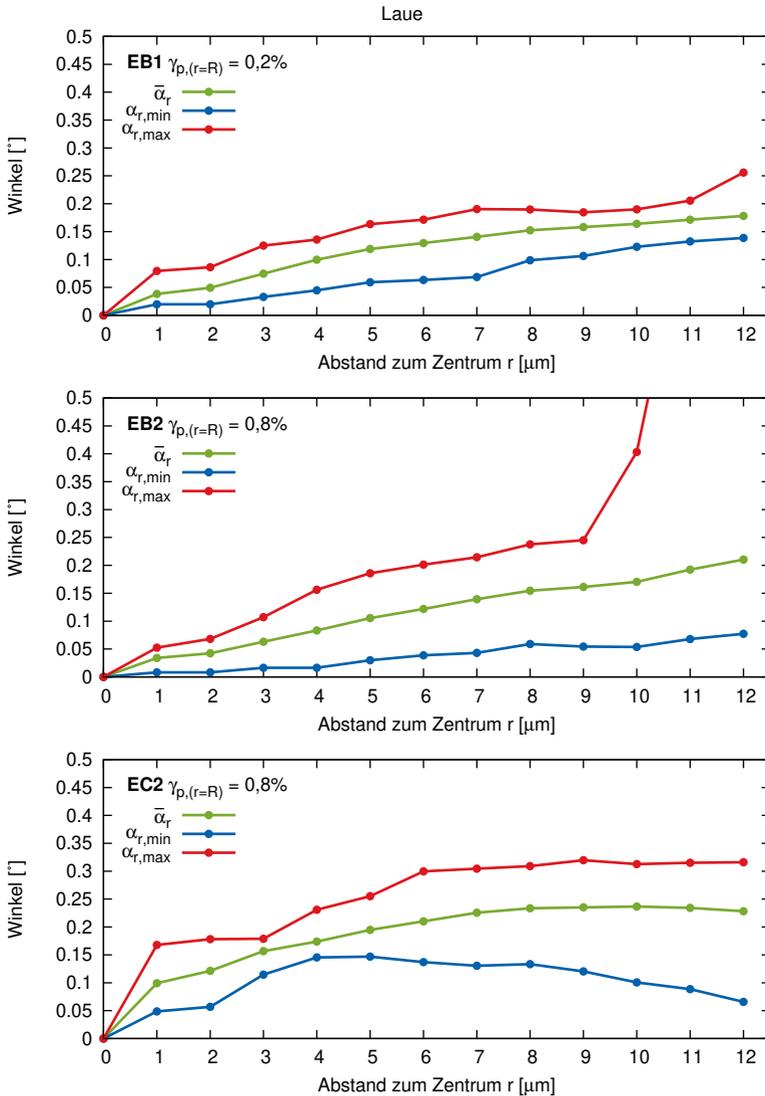


Abbildung B.1: Radiale Winkelverläufe in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern.

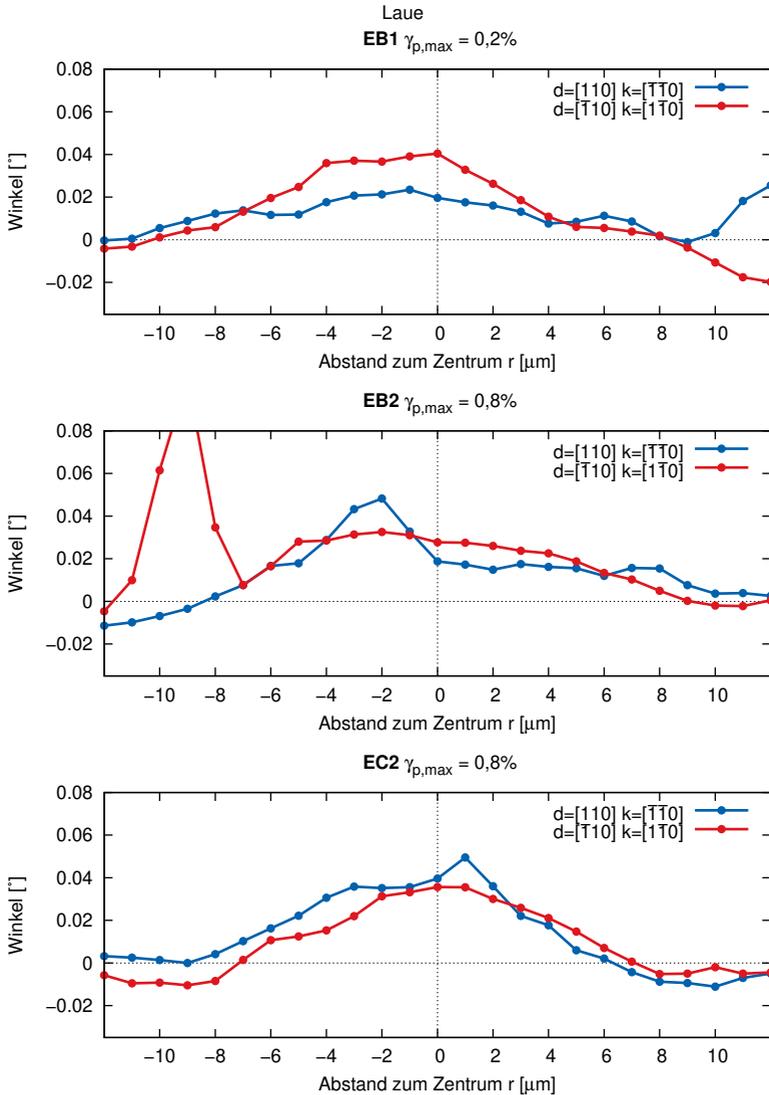


Abbildung B.2: Profilinien senkrecht durch die Bänder.

C Technische Zeichnungen

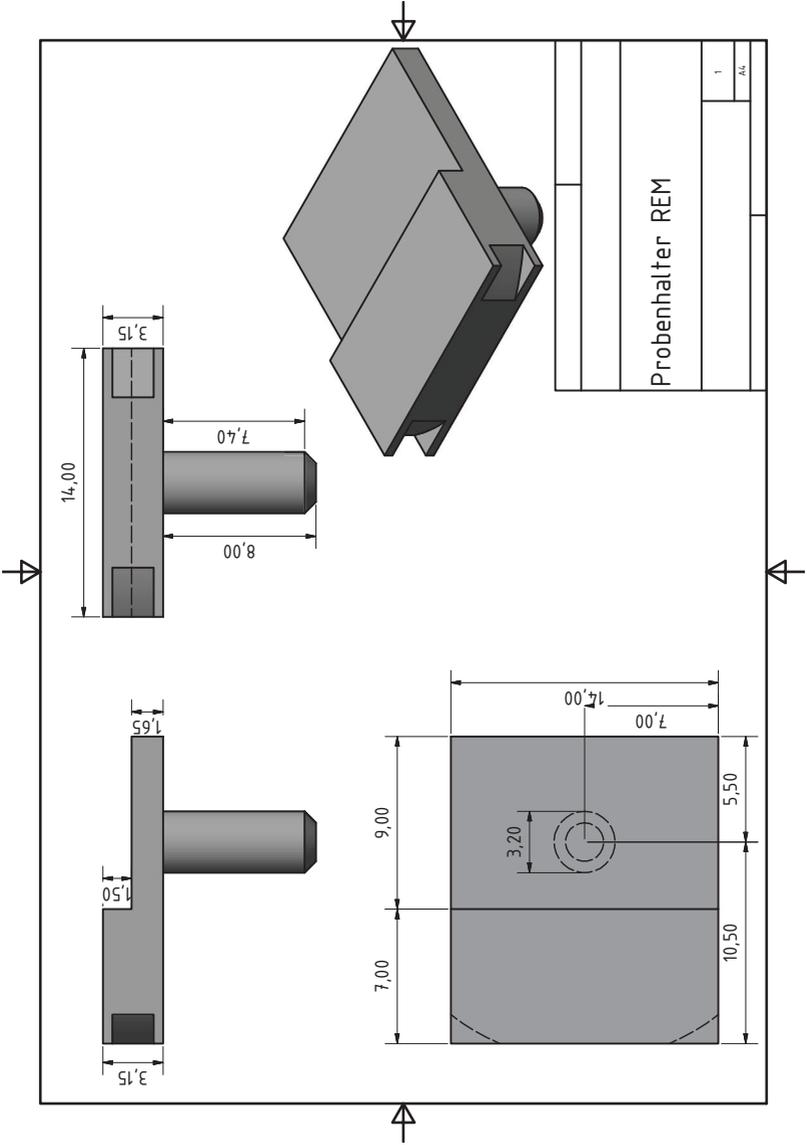


Abbildung C.1: Technische Zeichnung Probenhalter Querschnittuntersuchungen.

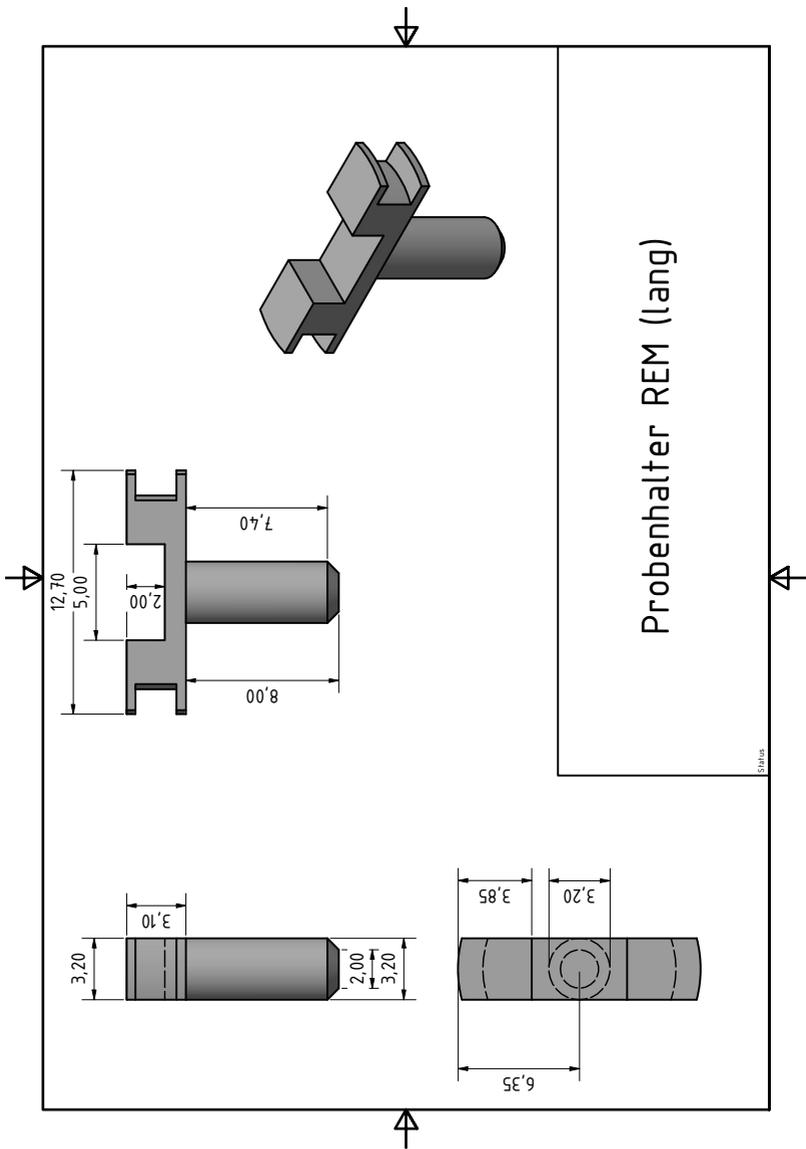


Abbildung C.2: Technische Zeichnung Probenhalter Längsschnittuntersuchungen.

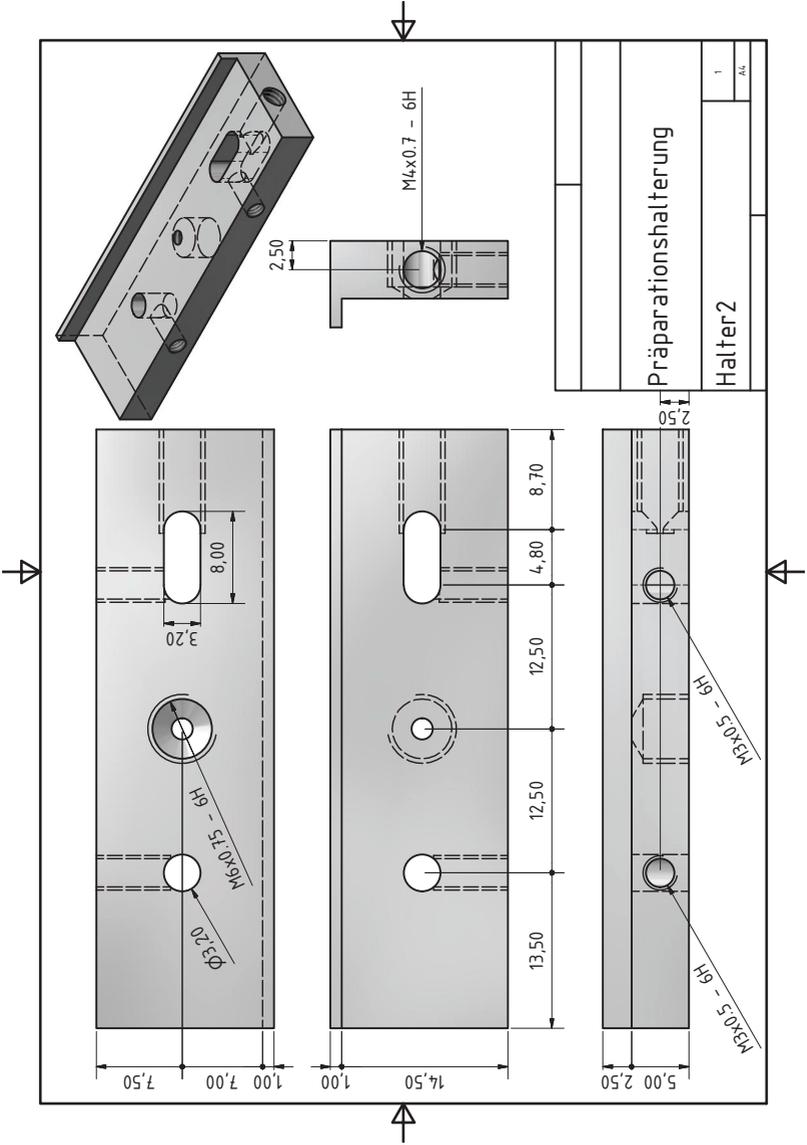


Abbildung C.3: Technische Zeichnung Präparationshalterung.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Drehung eines Zylinders um den Verdrehwinkel	4
2.2	Radialer Dehnungs- und Spannungsverlauf bei der Torsion.	5
2.3	Auswirkungen von Versetzungen auf Volumina	10
2.4	Versetzungsstruktur einer Drehkorngrenze	11
2.5	Dreh- und Kippanteil einer Korngrenze	12
2.6	Beugungsmuster eines Goldkristalls	16
2.7	Energieabhängige Eindringtiefe für Gold	19
2.8	Kikuchi-Muster	22
2.9	Entstehung eines Kikuchi-Bandes	23
2.10	Bestimmung des Verschiebungsgradienten	25
3.1	Bild der Torsionsmaschine	48
3.2	Schematische Darstellung der Torsionsmaschine	50
3.3	Torsionskurve eines bambusstrukturierten Golddrahtes	51
3.4	Probenhalter	53
3.5	Präparationshalter	54
3.6	Präparation der Proben im Zweistrahlmikroskop	56
3.7	Schematischer Aufbau für Laue-Untersuchungen.	60
3.8	Aufbau an der Beamline BM32 der ESRF	62
4.1	Radialer Verlauf des Bandkontrastes und der Bandsteigung	75
4.2	Identifikation des Querschnittbereiches	76
4.3	Berechnung der globalen Abweichungen	78
4.4	Berechnung der lokalen Abweichungen	81

4.5	Abweichung zwischen den Koordinatensystemen	86
5.1	REM-Aufnahmen einer Bambusstruktur	91
5.2	Lage der $\{111\}$ -Ebenen in einem $\langle 111 \rangle$ -Korn	93
5.3	REM-Aufnahmen von Oberflächenstufen an $\langle 111 \rangle$ -Körnern . . .	94
5.4	REM-Aufnahmen von Verwindungen der $\langle 111 \rangle$ -Körner	96
5.5	REM-Nahaufnahme von Gleitstufen der (111) -Gleitebene . . .	97
5.6	REM-Aufnahme eines $\langle 111 \rangle$ -Korns mit verschobener Stufe . . .	98
5.7	Schema eines Querschnitts durch ein $\langle 111 \rangle$ -Korn	98
5.8	Globale Rotationen in einem Querschnitt eines $\langle 111 \rangle$ -Korns . .	100
5.9	Globale Rotationen in einem Querschnitt eines $\langle 111 \rangle$ -Korns . .	101
5.10	Lokale Missorientierungen im Querschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns . . .	101
5.11	Globale Rotation in einem Längsschnitt eines $\langle 111 \rangle$ -Korns . . .	103
5.12	Lokale Rotationen in einem Längsschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns . . .	104
5.13	Dominante lokale Komponente des Längsschnitt des $\langle 111 \rangle$ -Korns	105
5.14	Lage der $\{111\}$ -Ebenen in einem $\langle 100 \rangle$ -Korn	106
5.15	REM-Aufnahmen von Körnern einer $\langle 100 \rangle$ -Orientierung	107
5.16	REM-Aufnahme eines $\langle 100 \rangle$ -Korns mit ungleichmäßigen Stufen	109
5.17	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner .	111
5.18	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner .	112
5.19	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner .	113
5.20	Missorientierung entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der Probe EA3 .	114
5.21	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner .	117
5.22	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner .	118
5.23	Lokale Rotationen der Querschnitte der $\langle 100 \rangle$ -Körner	121
5.24	Linien größerer lokaler Rotationen	122
5.25	Dominierende Komponenten der Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körner	125
5.26	Dominierende Komponenten der Querschnitte der $\langle 100 \rangle$ -Körner	126
5.27	Globale Rotation eines Längsschnitts eines $\langle 100 \rangle$ -Korns	129
5.28	Lokale Rotationen des Längsschnitts des $\langle 100 \rangle$ -Korns	130
5.29	Dominante Komponenten des Längsschnitt des $\langle 100 \rangle$ -Korns . .	131

6.1	Plastische Vergleichsdehnung in $\langle 111 \rangle$ -Körnern	136
6.2	Winkelverlauf quer durch das $\langle 111 \rangle$ -Korn	138
6.3	Drehachse der (111)-Ebene in einem $\langle 111 \rangle$ -Korn	139
6.4	Winkelverlauf längs des $\langle 111 \rangle$ -Korns	141
6.5	Ergebnis der DDD-Simulation um die $\langle 111 \rangle$ -Achse	142
6.6	Versetzungsmuster in der (111)-Ebene des $\langle 111 \rangle$ -Korns	143
6.7	BSE-REM-Aufnahme überlagert mit Orientierungsaufnahme des Querschnitts	150
6.8	Plastische Vergleichsdehnung in $\langle 100 \rangle$ -Körnern	151
6.9	Scherspannungen in $\langle 100 \rangle$ -Körnern	152
6.10	Radiale Winkelverläufe in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern	156
6.11	Radiale Winkelverläufe in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern	157
6.12	Vergleich der radialen Winkelverläufe in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern	163
6.13	Vergleich der radialen Winkelverläufe in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern	164
6.14	Winkelverlauf längs des $\langle 100 \rangle$ -Korns	165
6.15	Winkelverlauf quer durch das $\langle 100 \rangle$ -Korn	166
6.16	Schnitt der Gleitebenen mit dem Querschnitt	167
6.17	Skizze der Koordinaten im Radonraum	169
6.18	Darstellung der dominierenden Rotationssysteme im Radonraum	170
6.19	Profillinien senkrecht durch die Bänder	171
6.20	Profillinien senkrecht durch die Bänder	172
6.21	Ergebnis der DDD-Simulation um die $\langle 100 \rangle$ -Achse	176
7.1	Anbringung eines Drahtes in die <i>in situ</i> Torsionsmaschine	188
7.2	Im Verfahrtschiff verschraubte <i>in situ</i> Torsionsmaschine	190
7.3	<i>in situ</i> Torsionsmaschine im Zweistrahlmikroskop	191
A.1	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner	194
A.2	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner	195
A.3	Globale Missorientierung in Querschnitten durch $\langle 100 \rangle$ -Körner	196
A.4	Lokale Rotationen der Querschnitte der $\langle 100 \rangle$ -Körner	197

A.5	Dominierende Komponenten der Querschnitten der $\langle 100 \rangle$ -Körner	197
B.1	Radiale Winkelverläufe in den $\langle 100 \rangle$ -Körnern	200
B.2	Profillinien senkrecht durch die Bänder	201
C.1	Technische Zeichnung Probenhalter Querschnittuntersuchungen	204
C.2	Technische Zeichnung Probenhalter Längsschnittuntersuchungen	205
C.3	Technische Zeichnung Präparationshalterung	206

Tabellenverzeichnis

3.1	Kalibrationsdaten der Laue-Untersuchung	63
-----	---	----

Literatur

- ADAMS, B. L., WRIGHT, S. I. und KUNZE, K. (1993). "Orientation imaging: The emergence of a new microscopy". In: *Metallurgical Transactions A* **24.4**, S. 819–831.
- ALTENBACH, H. (2015). *Kontinuumsmechanik*. Berlin, Heidelberg: Springer. 340 S.
- ARSENLIS, A. und PARKS, D. M. (1999). "Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density". In: *Acta Materialia* **47.5**, S. 1597–1611.
- BARABASH, R. I. und ICE, G. E. (2014). "Diffraction Analysis of Defects: State of the Art". In: *Strain and Dislocation Gradients from Diffraction*. Hrsg. von R. I. BARABASH und G. E. ICE. London: Imperial College Press, S. 1–52.
- BARABASH, R. I., ICE, G. E., LARSON, B. C., PHARR, G. M., CHUNG, K.-S. und YANG, W. (2001). "White Microbeam Diffraction from Distorted Crystals". In: *Applied Physics Letters* **79.6**, S. 749–751.
- BAYERSCHEN, E., PRAHS, A., WULFINGHOFF, S., ZIEMANN, M., GRUBER, P. A., WALTER, M. und BÖHLKE, T. (2016). "Modeling Contrary Size Effects of Tensile- and Torsion-Loaded Oligocrystalline Gold Microwires". In: *Journal of Materials Science* **51.16**, S. 7451–7470.
- BAYERSCHEN, E. (2017). *Single-Crystal Gradient Plasticity with an Accumulated Plastic Slip: Theory and Applications*. Schriftenreihe Konti-

- nuumsmechanik im Maschinenbau **9**. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing. 250 S.
- BAYERSCHEN, E., WULFINGHOFF, S. und BÖHLKE, T. (2014). “Application of Strain Gradient Plasticity to Micro-Torsion Experiments”. In: *Proceedings in Applied Mathematics and Mechanics* **14.1**, S. 313–314.
- BENNETT, D. W. (2010). *Understanding Single-Crystal x-Ray Crystallography*. Weinheim: Wiley-VCH. 831 S.
- BERDICHEVSKY, V. L. (2010). “On Dislocation Models of Grain Boundaries”. In: *Continuum Mechanics and Thermodynamics* **23.3**, S. 185–209.
- BOLLMANN, W. (1962). “On the Analysis of Dislocation Networks”. In: *Philosophical Magazine* **7.81**, S. 1513–1533.
- BOLLMANN, W. (1964). “Some Basic Problems Concerning Subgrain Boundaries”. In: *Discussions of the Faraday Society* **38**, S. 26–34.
- BOLLMANN, W. (1970). “The meaning of dislocations in crystalline interfaces”. In: *Fundamental aspects of dislocation theory. Conference Proceedings*. Fundamental aspects of dislocation theory (Gaithersburg, MD, 21.–25. Apr. 1969). Hrsg. von J. A. SIMMONS, R. DE WIT und R. BULLOUGH. Bd. 1. National Bureau of Standards Special Publication 317. Institute for Materials Research (U.S.) Washington: U.S. National Bureau of Standards, S. 465–477.
- BRAGG, W. H. und BRAGG, W. L. (1913). “The Reflection of X-Rays by Crystals”. In: *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* **88.605**, S. 428–438.
- BREWER, L. N., FIELD, D. P. und MERRIMAN, C. C. (2009). “Mapping and Assessing Plastic Deformation Using EBSD”. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Hrsg. von A. J. SCHWARTZ, M. KU-

- MAR, B. L. ADAMS und D. P. FIELD. 2. Aufl. Boston: Springer, S. 251–262.
- BREWER, L. N., OTHON, M., YOUNG, L. und ANGELIU, T. (2006). “Misorientation Mapping for Visualization of Plastic Deformation via Electron Back-Scattered Diffraction”. In: *Microscopy and Microanalysis* **12** (1), S. 85–91.
- BUSHBY, A. J. und DUNSTAN, D. J. (2011). “Size Effects in Yield and Plasticity under Uniaxial and Non-Uniform Loading: Experiment and Theory”. In: *Philosophical Magazine* **91** (7-9), S. 1037–1049.
- BUSHBY, A. J., FEUVRIER, J., DONG, D. V. und DUNSTAN, D. J. (2012). “Testing the Limits of Small Scale Plasticity with Thin Wires in Torsion”. In: *MRS Online Proceedings* **1424**, Art. mrsf11-1424-ss07-36.
- CALCAGNOTTO, M., PONGE, D., DEMIR, E. und RAABE, D. (2010). “Orientation Gradients and Geometrically Necessary Dislocations in Ultrafine Grained Dual-Phase Steels Studied by 2D and 3D EBSD”. In: *Materials Science and Engineering: A* **527** (10–11), S. 2738–2746.
- CHEN, B., YANG, R., DONG, J., WANG, S., WANG, J. und HUAN, Y. (2019). “Development of in-situ SEM torsion tester for microscale materials”. In: *Measurement* **139**, S. 421–425.
- CHEN, Y., CAI, Y., NI, Q. und ZHAO, G. (2014). “Simulation of Torsion of Thin FCC Single Crystal Wires by Mechanism-Based Strain Gradient Crystal Plasticity”. In: *Key Engineering Materials* **626**, S. 139–144.
- CHEN, Y. (2013). *Deformation Behavior of Thin Metallic Wires under Tensile and Torsional Loadings*. Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien **26**. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing. 158 S.

- CHEN, Y., KRAFT, O. und WALTER, M. (2015). “Size Effects in Thin Coarse-Grained Gold Microwires under Tensile and Torsional Loading”. In: *Acta Materialia* **87**, S. 78–85.
- CHEN, Y., WALTER, M. und KRAFT, O. (2013). “Hardening Behaviour of Thin Wires Under Loading with Strain Gradients”. In: *MEMS and Nanotechnology, Volume 6*. Hrsg. von G. A. SHAW, B. C. PROROK und L. A. STARMAN. Bd. 6. Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series. New York: Springer, S. 119–124.
- DANKERT, J. und DANKERT, H. (2006). *Technische Mechanik. Statik, Festigkeitslehre, Kinematik/Kinetik*. Wiesbaden: Teubner. 721 S.
- DAVYDOK, A., JAYA, B. N., ROBACH, O., ULRICH, O., MICHA, J.-S. und KIRCHLECHNER, C. (2016). “Analysis of the full stress tensor in a micropillar: Ability of and difficulties arising during synchrotron based Laue diffraction”. In: *Materials Design* **108**, S. 68–75.
- DAY, A. und TRIMBY, P. (2004). *CHANNEL 5*. HKL Technology. 444 S.
- DONG, D. (2016). “Deformation in Small Dimensions Studied by Thin Wires in Torsion”. Dissertation. London: Queen Mary University of London. 123 S.
- DONG, D., DUNSTAN, D. J. und BUSHBY, A. J. (2015). “Plasticity and Thermal Recovery of Thin Copper Wires in Torsion”. In: *Philosophical Magazine* **95** (16-18), S. 1739–1750.
- DUNSTAN, D. J. und BUSHBY, A. J. (2004). “Theory of deformation in small volumes of material”. en. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* **460**.2050, S. 2781–2796.

- DUNSTAN, D. J., EHRLER, B., BOSSIS, R., JOLY, S., P'NG, K. M. Y. und BUSHBY, A. J. (2009). "Elastic Limit and Strain Hardening of Thin Wires in Torsion". In: *Physical Review Letters* **103**.15, Art. 155501.
- DUNSTAN, D. J., GALLÉ, J. U., EHRLER, B., SCHMITT, N. J., ZHU, T. T., HOU, X. D., P'NG, K. M. Y., GANNAWAY, G. und BUSHBY, A. J. (2011). "Micromechanical Testing with Microstrain Resolution". In: *Review of Scientific Instruments* **82**.9, Art. 093906.
- ENGLER, O. und RANDLE, V. (2009). *Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping*. 2. Aufl. Boca Raton: CRC Press. 488 S.
- FLECK, N. A., MULLER, G. M., ASHBY, M. F. und HUTCHINSON, J. W. (1994). "Strain Gradient Plasticity: Theory and Experiment". In: *Acta Metallurgica et Materialia* **42**.2, S. 475–487.
- FRIEDRICH, W., KNIPPING, P. und LAUE, M. (1913). "Interferenzerscheinungen bei Röntgenstrahlen". In: *Annalen der Physik* **346**.10, S. 971–988.
- FULLWOOD, D., ADAMS, B., BASINGER, J., RUGGLES, T., KHOSRAVANI, A., SORENSEN, C. und KACHER, J. (2013). "Microstructure Detail Extraction via EBSD: An Overview". In: *Strain and Dislocation Gradients from Diffraction*. Hrsg. von R. I. BARABASH und G. E. ICE. London: Imperial College Press, S. 405–437.
- GAN, Z., HE, Y., LIU, D., ZHANG, B. und SHEN, L. (2014). "Hall–Petch Effect and Strain Gradient Effect in the Torsion of Thin Gold Wires". In: *Scripta Materialia* **87**, S. 41–44.
- GARDNER, C. J., ADAMS, B. L., BASINGER, J. und FULLWOOD, D. T. (2010). "EBSD-based continuum dislocation microscopy". In: *International Journal of Plasticity*. Special Issue In Honor of Lallit Anand **26**.8, S. 1234–1247.

- GLEZ, J. C. und DRIVER, J. (2001). "Orientation Distribution Analysis in Deformed Grains". In: *Journal of Applied Crystallography* **34.3**, S. 280–288.
- GOLDHORN, K.-H. und HEINZ, H.-P. (2007). *Grundlagen aus Analysis und linearer Algebra*. Mathematik für Physiker 1. Berlin: Springer. 425 S.
- GROSS, D., HAUGER, W., SCHRÖDER, J. und WALL, W. A. (2012). *Technische Mechanik 2*. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer. 310 S.
- GULLIKSON, E. (2015). *CXRO X-Ray Interactions With Matter. The x-ray attenuation length of a solid*. The Center for X-Ray Optics, Lawrence Berkeley National Laboratory. URL: http://henke.lbl.gov/optical_constants/ (besucht am 20.08.2015). Nachdr. von B. L. HENKE, E. M. GULLIKSON und J. C. DAVIS. "X-Ray Interactions: Photoabsorption, Scattering, Transmission, and Reflection at $E = 50\text{-}30,000$ eV, $Z = 1\text{-}92$ ". In: *Atomic Data and Nuclear Data Tables* **54.2**, S. 181–342.
- HE, W., MA, W. und PANTLEON, W. (2008). "Microstructure of Individual Grains in Cold-Rolled Aluminium from Orientation Inhomogeneities Resolved by Electron Backscattering Diffraction". In: *Materials Science and Engineering: A* **494** (1–2), S. 21–27.
- HOLZMANN, G., ALTENBACH, H. und DREYER, H.-J. (2012). "Torsion prismatischer Stäbe". In: *Technische Mechanik Festigkeitslehre*. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, S. 197–234.
- HOUGH, P. V. C. (1962). "Method and means for recognizing complex patterns". US-Pat. 3069654A. U.S. ATOMIC ENERGY COMMISSION.
- HUGHES, D. A., LEBENSOHN, R. A., WENK, H. R. und KUMAR, A. (2000). "Stacking fault energy and microstructure effects on torsion tex-

- ture evolution”. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* **456**, 1996, S. 921–953.
- HULL, D. und BACON, D. J. (2001). *Introduction to Dislocations*. 4. Aufl. Oxford: Butterworth-Heinemann. 257 S.
- ICE, G. E. und BARABASH, R. I. (2007). “White Beam Microdiffraction and Dislocations Gradients”. In: *Dislocations in Solids*. Hrsg. von F. R. N. NABARRO und J. HIRTH. Bd. 13. Amsterdam: Elsevier, S. 499–601.
- IDIART, M. I. und FLECK, N. A. (2010). “Size effects in the torsion of thin metal wires”. In: *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **18**.1, Art. 015009.
- IRASTORZA-LANDA, A., GRILLI, N. und VAN SWYGENHOVEN, H. (2017a). “Laue Micro-Diffraction and Crystal Plasticity Finite Element Simulations to Reveal a Vein Structure in Fatigued Cu”. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **104**, S. 157–171.
- IRASTORZA-LANDA, A., VAN SWYGENHOVEN, H., VAN PETEGEM, S., GRILLI, N., BOLLHALDER, A., BRANDSTETTER, S. und GROLIMUND, D. (2016). “Following Dislocation Patterning during Fatigue”. In: *Acta Materialia* **112**, S. 184–193.
- IRASTORZA-LANDA, A., GRILLI, N. und SWYGENHOVEN, H. V. (2017b). “Effect of Pre-Existing Immobile Dislocations on the Evolution of Geometrically Necessary Dislocations during Fatigue”. In: *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **25**.5, Art. 055010.
- JIANG, C., LU, H., CAO, K., WAN, W., SHEN, Y. und LU, Y. (2017a). “In Situ SEM Torsion Test of Metallic Glass Microwires Based on Micro Robotic Manipulation”. In: *Scanning* **2017**, Art. 6215691.

- JIANG, C., LU, H., ZHANG, H., SHEN, Y. und LU, Y. (2017b). “Recent Advances on In Situ SEM Mechanical and Electrical Characterization of Low-Dimensional Nanomaterials”. In: *Scanning* **2017**, Art. 1985149.
- JIANG, J., BRITTON, T. und WILKINSON, A. (2013). “Measurement of Geometrically Necessary Dislocation Density with High Resolution Electron Backscatter Diffraction: Effects of Detector Binning and Step Size”. In: *Ultramicroscopy* **125**, S. 1–9.
- JONES, R. E., ZIMMERMAN, J. A. und PO, G. (2016). “Comparison of Dislocation Density Tensor Fields Derived from Discrete Dislocation Dynamics and Crystal Plasticity Simulations of Torsion”. In: *Journal of Materials Science Research* **5.4**, S. 44–62.
- KALÁCSKA, S., DANKHÁZI, Z., ZILAHÍ, G., MAEDER, X., MICHLER, J., ISPÁNOVITY, P. D. und GROMA, I. (2020). “Investigation of geometrically necessary dislocation structures in compressed Cu micropillars by 3-dimensional HR-EBSD”. In: *Materials Science and Engineering: A* **770**, Art. 138499.
- KALUZA, M. und LE, K. C. (2011). “On torsion of a single crystal rod”. In: *International Journal of Plasticity* **27.3**, S. 460–469.
- KIENZLER, R. und SCHRÖDER, R. (2009). *Einführung in die höhere Festigkeitslehre*. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer. 268 S.
- KIKUCHI, S. (1928). “Diffraction of Cathode Rays by Mica”. In: *Proceedings of the Imperial Academy* **4.6**, S. 271–274.
- KIRCHLECHNER, C., KECKES, J., MICHA, J.-S. und DEHM, G. (2011). “In Situ Laue: Instrumental Setup for the Deformation of Micron Sized Samples”. In: *Advanced Engineering Materials* **13.8**, S. 837–844.

- KITTEL, C. (2005). *Einführung in die Festkörperphysik*. Hrsg. und übers. von S. HUNKLINGER. 14. Aufl. München und Wien und Oldenbourg: Oldenbourg. 754 S.
- KRATOCHVÍL, J. (2014). “Formation of Deformation Substructures Observed in Ductile Materials”. In: *Plasticity and Beyond*. Hrsg. von J. SCHRÖDER und K. HACKL. CISM International Centre for Mechanical Sciences 550. Wien: Springer, S. 199–304.
- KREBS, J., RAO, S. I., VERHEYDEN, S., MIKO, C., GOODALL, R., CURTIN, W. A. und MORTENSEN, A. (2017). “Cast aluminium single crystals cross the threshold from bulk to size-dependent stochastic plasticity”. In: *Nature Materials* **16.7**, S. 730–736.
- KRIEGER LASSEN, N. C. (1998). “A New Procedure for Automatic High Precision Measurements of the Position and Width of Bands in Backscatter Kikuchi Patterns”. In: *Materials Science Forum* **273-275**, S. 201–208.
- KRIEGER LASSEN, N. C. (2008). “Automatic high-precision measurements of the location and width of Kikuchi bands in electron backscatter diffraction patterns”. In: *Journal of Microscopy* **190.3**, S. 375–391.
- KRÖNER, E. (1955). “Der fundamentale Zusammenhang zwischen Versetzungsdichte und Spannungsfunktionen”. In: *Zeitschrift für Physik* **142.4**, S. 463–475.
- KRÖNER, E. und RIEDER, G. (1956). “Kontinuumstheorie der Versetzungen”. In: *Zeitschrift für Physik* **145.4**, S. 424–429.
- KUBIN, L. und MORTENSEN, A. (2003). “Geometrically Necessary Dislocations and Strain-Gradient Plasticity: A Few Critical Issues”. In: *Scripta Materialia* **48.2**, S. 119–125.

- KUNZE, K., WRIGHT, S. I., ADAMS, B. L. und DINGLEY, D. J. (1993). “Advances in Automatic EBSP Single Orientation Measurements”. In: *Texture, Stress, and Microstructure* **20.1-4**, S. 41–54.
- KYSAR, J., GAN, Y. X., MORSE, T. L., CHEN, X. und JONES, M. E. (2007). “High Strain Gradient Plasticity Associated with Wedge Indentation into Face-Centered Cubic Single Crystals: Geometrically Necessary Dislocation Densities”. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **55.7**, S. 1554–1573.
- KYSAR, J., SAITO, Y., OZTOP, M., LEE, D. und HUH, W. (2010). “Experimental Lower Bounds on Geometrically Necessary Dislocation Density”. In: *International Journal of Plasticity* **26.8**, S. 1097–1123.
- LAIBLE, T. (2009). “Optimierung und Erweiterung einer Versuchseinrichtung zur Messung von Torsionsmomenten an dünnsten Strukturen”. Studienarbeit. Karlsruhe: Institut für Materialforschung II, Forschungszentrum Karlsruhe; Institut für Zuverlässigkeit von Bauteilen und Systemen, Universität Karlsruhe (TH), 62 S.
- LARSON, B. C., EL-AZAB, A., YANG, W., TISCHLER, J. Z., LIU, W. und ICE, G. E. (2007). “Experimental Characterization of the Mesoscale Dislocation Density Tensor”. In: *Philosophical Magazine* **87** (8-9), S. 1327–1347.
- LARSON, B. C., TISCHLER, J. Z., EL-AZAB, A. und LIU, W. (2008). “Dislocation Density Tensor Characterization of Deformation Using 3D X-Ray Microscopy”. In: *Journal of Engineering Materials and Technology* **130.2**, Art. 021024.
- LAUE, M. und TANK, F. (1913). “Die Gestalt der Interferenzpunkte bei den Röntgenstrahlinterferenzen”. In: *Annalen der Physik* **346.10**, S. 1003–1011.

- LE, K. C. und PIAO, Y. (2016). “Distribution of Dislocations in Twisted Bars”. In: *International Journal of Plasticity* **83**, S. 110–125.
- LE, K. C. und PIAO, Y. (2019a). “Thermodynamic dislocation theory: Size effect in torsion”. In: *International Journal of Plasticity* **115**, S. 56–70.
- LE, K. C. und PIAO, Y. (2019b). “Size effect caused by excess dislocations in twisted micro-wires”. In: *Proceedings in Applied Mathematics and Mechanics* **19.1**, Art. e201900012.
- LEFF, A. C., WEINBERGER, C. R. und TAHERI, M. L. (2015). “Estimation of Dislocation Density from Precession Electron Diffraction Data Using the Nye Tensor”. In: *Ultramicroscopy* **153**, S. 9–21.
- LIU, D., HE, Y., HU, P. und DING, H. (2017). “Characterizing Torsional Properties of Microwires Using an Automated Torsion Balance”. In: *Experimental Mechanics* **57.2**, S. 297–311.
- LIU, D., HE, Y., DUNSTAN, D. J., ZHANG, B., GAN, Z., HU, P. und DING, H. (2013). “Toward a Further Understanding of Size Effects in the Torsion of Thin Metal Wires: An Experimental and Theoretical Assessment”. In: *International Journal of Plasticity* **41**, S. 30–52.
- LIU, D., HE, Y., TANG, X., DING, H., HU, P. und CAO, P. (2012). “Size Effects in the Torsion of Microscale Copper Wires: Experiment and Analysis”. In: *Scripta Materialia* **66.6**, S. 406–409.
- LIU, D., ZHANG, X., LI, Y. und DUNSTAN, D. (2018). “Critical thickness phenomenon in single-crystalline wires under torsion”. In: *Acta Materialia* **150**, S. 213–223.
- LU, H., SHANG, W., WEI, X., YANG, Z., FUKUDA, T. und SHEN, Y. (2017). “Nanorobotic System iTRO for Controllable 1D Micro/nano Material Twisting Test”. In: *Scientific Reports* **7.1**, Art. 3077.

- LU, W.-Y. und SONG, B. (2011). “Quasi-Static Torsion Characterization of Micro-Diameter Copper Wires”. In: *Experimental Mechanics* **51.5**, S. 729–737.
- LU, W.-Y., FOULK, J. W., HUESTIS, E. M., CONNELLY, K., SONG, B. und YANG, N. Y. C. (2008). *Size Effect in Continuum Modeling*. Techn. Ber. SAND2008–6024. Livermore, CA: Sandia National Laboratories. 46 S.
- MASON, J. K. und SCHUH, C. A. (2009). “Representations of Texture”. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Hrsg. von A. J. SCHWARTZ, M. KUMAR, B. L. ADAMS und D. P. FIELD. 2. Aufl. Boston: Springer, S. 35–51.
- MathWorks (2015). *MATLAB R2015b Image Processing Toolbox™ Reference*. Revised for Version 9.3 (Release 2015b). Natick, MA: The MathWorks, Inc. 1442 S.
- MEADEN, G. und DINGLEY, D. J. (2012). “Methods, Apparatuses and Computer Programs for Crystallography”. Internat. Anm. 2012/136993A1 (WO). BLG PRODUCTIONS LTD, G. MEADEN und D. J. DINGLEY.
- MICHA, J.-S. und ROBACH, O. (2015). “La Microdiffraction Laue”. In: *Reflats de la physique* **44-45**, S. 68–71.
- MORRISON, J. L. M. (1939). “The Yield of Mild Steel with Particular Reference to the Effect of Size of Specimen”. In: *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* **142.1**, S. 193–223.
- MOTZ, C., WEYGAND, D., SENGER, J. und GUMBSCH, P. (2008). “Micro-bending tests: A comparison between three-dimensional discrete dislocation dynamics simulations and experiments”. In: *Acta Materialia* **56.9**, S. 1942–1955.
- MUNROE, P. (2009). “The application of focused ion beam microscopy in the material sciences”. In: *Materials Characterization* **60.1**, S. 2–13.

- NISHIKAWA, S. und KIKUCHI, S. (1928). “The Diffraction of Cathode Rays by Calcite”. In: *Proceedings of the Imperial Academy* **4.8**, S. 475–477.
- NYE, J. (1953). “Some Geometrical Relations in Dislocated Crystals”. In: *Acta Metallurgica* **1.2**, S. 153–162.
- OGAWA, T. und NAKATANI, A. (2010). “Molecular dynamics analysis of fcc nanowire under torsional loading”. In: *Transactions of JWRI* **39.2**, S. 245–247.
- PANTLEON, W. (2008). “Resolving the Geometrically Necessary Dislocation Content by Conventional Electron Backscattering Diffraction”. In: *Scripta Materialia* **58.11**, S. 994–997.
- PANTLEON, W., HE, W., JOHANSSON, T. P. und GUNDLACH, C. (2008). “Orientation Inhomogeneities within Individual Grains in Cold-Rolled Aluminium Resolved by Electron Backscatter Diffraction”. In: *Materials Science and Engineering: A* **483–484**, S. 668–671.
- PETIT, J., BORNERT, M., HOFMANN, F., ROBACH, O., MICHA, J., ULRICH, O., LE BOURLOT, C., FAURIE, D., KORSUNSKY, A. und CASTELNAU, O. (2012). “Combining Laue Microdiffraction and Digital Image Correlation for Improved Measurements of the Elastic Strain Field with Micrometer Spatial Resolution”. In: *Procedia IUTAM* **4**, S. 133–143.
- PETIT, J., CASTELNAU, O., BORNERT, M., ZHANG, F. G., HOFMANN, F., KORSUNSKY, A. M., FAURIE, D., LE BOURLOT, C., MICHA, J. S., ROBACH, O. und ULRICH, O. (2015). “Laue-DIC: a new method for improved stress field measurements at the micrometer scale”. In: *Journal of Synchrotron Radiation* **22.4**, S. 980–994.
- PLANCHER, E. (2015). “Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins”. Dissertation. Paris: Ecole nationale supérieure d’arts et métiers. 211 S.

- POLVINO, S. M., VALEK, B. C., TAMURA, N. und ROBACH, O. (2006). *Beginner's Guide to using XMAS to analyze data - XMAS Tutorial v.1.* 106 S.
- RADON, J. (1917). "Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten". In: *Berichte über die Verhandlungen der Königlich-Sächsischen Gesellschaft der Wissenschaften zu Leipzig, Mathematisch-Physische Klasse* **69**, S. 262–277. Nachdruck in: A. M. THOMAS, A. K. BANERJEE und U. BUSCH, Hrsg. *Classic Papers in Modern Diagnostic Radiology*. Berlin, Heidelberg: Springer, 2005, S. 6–22.
- READ, W. T. und SHOCKLEY, W. (1950). "Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries". In: *Physical Review* **78.3**, S. 275–289.
- READ, W. T. (1953). *Dislocations in Crystals*. International series in pure and applied physics. New York: McGraw-Hill. 228 S.
- ROBACH, O., KIRCHLECHNER, C., MICHA, J., ULRICH, O., BIQUARD, X., GEAYMOND, O., CASTELNAU, O., BORNERT, M., PETIT, J., BERVEILLER, S., SICARDY, O., VILLANOVA, J. und RIEUTORD, F. (2014). "Laue Microdiffraction at the ESRF". In: *Strain and Dislocation Gradients from Diffraction*. Hrsg. von R. I. BARABASH und G. E. ICE. London: Imperial College Press, S. 156–204.
- ROBACH, O., MICHA, J.-S., ULRICH, O., GEAYMOND, O., SICARDY, O., HÄRTWIG, J. und RIEUTORD, F. (2013). "A tunable multicolour 'rainbow' filter for improved stress and dislocation density field mapping in polycrystals using X-ray Laue microdiffraction". In: *Acta Crystallographica Section A* **69.2**, S. 164–170.
- ROBACH, O., MICHA, J.-S., ULRICH, O. und GERGAUD, P. (2011). "Full local elastic strain tensor from Laue microdiffraction: simultaneous Laue

- pattern and spot energy measurement”. In: *Journal of Applied Crystallography* **44.4**, S. 688–696.
- RYU, I., CAI, W., NIX, W. D. und GAO, H. (2016). “Anisotropic Size-Dependent Plasticity in Face-Centered Cubic Micropillars Under Torsion”. In: *JOM* **68.1**, S. 253–260.
- SENGER, J., WEYGAND, D., GUMBSCH, P. und KRAFT, O. (2008). “Discrete dislocation simulations of the plasticity of micro-pillars under uniaxial loading”. In: *Scripta Materialia* **58.7**, S. 587–590.
- SENGER, J., WEYGAND, D., KRAFT, O. und GUMBSCH, P. (2011). “Dislocation Microstructure Evolution in Cyclically Twisted Micrometer-Sized Metallic Samples: A Discrete Dislocation Dynamics Analysis”. In: *AIP Conference Proceedings* **1389.1**, S. 1535.
- SENGER, J. (2010). *Versetzungsdynamiksimulation der Mechanischen Eigenschaften von Mikrometerproben*. Schriftenreihe Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik **54**. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Aachen: Shaker. 160 S.
- SENGER, J., WEYGAND, D., MOTZ, C., GUMBSCH, P. und KRAFT, O. (2010). “Evolution of Mechanical Response and Dislocation Microstructures in Small-Scale Specimens under Slightly Different Loading Conditions”. In: *Philosophical Magazine* **90.5**, S. 617–628.
- SONG, B. und LU, W.-Y. (2014). “An Improved Experimental Technique to Characterize Micro-Diameter Copper Wires in Torsion”. In: *Experimental Mechanics* **55.5**, S. 999–1004.
- STRICKER, M. (2017). *Die Übertragung von mikrostrukturellen Eigenschaften aus der diskreten Versetzungsdynamik in Kontinuumsbeschreibungen*. Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien **66**. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing. 140 S.

- STRICKER, M., WEYGAND, D. und GUMBSCH, P. (2017). “Irreversibility of Dislocation Motion under Cyclic Loading due to Strain Gradients”. In: *Scripta Materialia* **129**, S. 69–73.
- TAMURA, N. (2014). “XMAS: A Versatile Tool for Analyzing Synchrotron X-Ray Microdiffraction Data”. In: *Strain and Dislocation Gradients from Diffraction*. Hrsg. von R. I. BARABASH und G. E. ICE. London: Imperial College Press, S. 125–155.
- TAMURA, N. (2013). *X-Ray microdiffraction beamline at the Advanced Light Source - BL12.3.2. User Resources*. Advanced Light Source, Lawrence Berkeley National Laboratory. URL: <https://sites.google.com/a/lbl.gov/bl12-3-2/user-resources> (besucht am 11. 02. 2013).
- TAMURA, N., MACDOWELL, A. A., SPOLENAK, R., VALEK, B. C., BRAVMAN, J. C., BROWN, W. L., CELESTRE, R. S., PADMORE, H. A., BATTERMAN, B. W. und PATEL, J. R. (2003). “Scanning X-Ray Microdiffraction with Submicrometer White Beam for Strain/Stress and Orientation Mapping in Thin Films”. In: *Journal of Synchrotron Radiation* **10.2**, S. 137–143.
- ULRICH, O., BIQUARD, X., BLEUET, P., GEAYMOND, O., GERGAUD, P., MICHA, J. S., ROBACH, O. und RIEUTORD, F. (2011). “A New White Beam X-Ray Microdiffraction Setup on the BM32 Beamline at the European Synchrotron Radiation Facility”. In: *Review of Scientific Instruments* **82.3**, Art. 033908.
- VERHEYDEN, S., PIRES DA VEIGA, L., DEILLON, L. und MORTENSEN, A. (2019). “The effect of size on the plastic deformation of annealed cast aluminium microwires”. In: *Scripta Materialia* **161**, S. 58–61.
- VOLKERT, C. A. und MINOR, A. M. (2007). “Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining”. In: *MRS Bulletin* **32.5**, S. 389–399.

- WALTER, M. und KRAFT, O. (2011). “A New Method to Measure Torsion Moments on Small-Scaled Specimens”. In: *Review of Scientific Instruments* **82.3**, Art. 035109.
- WALTER, M., KRAFT, O. und KLOTZ, M. (2011). “Vorrichtung zur Bestimmung von Torsionsmomenten im Submikronewtonmeterbereich”. Europ. Pat. 1903326B1 (EP). KARLSRUHER INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE.
- WANG, S., WANG, H., LIU, W., FENG, Y., CHEN, B., DONG, J., JIA, H. und HUAN, Y. (2019). “Effect of Deformation Induced Microstructure Faults on the Elastic Mechanical Parameters of Micro-Scale Copper”. In: *Experimental Techniques* **43.1**, S. 1–6.
- WEINBERGER, C. R. und CAI, W. (2010a). “Orientation-Dependent Plasticity in Metal Nanowires under Torsion: Twist Boundary Formation and Eshelby Twist”. In: *Nano Letters* **10.1**, S. 139–142.
- WEINBERGER, C. R. und CAI, W. (2010b). “Plasticity of Metal Wires in Torsion: Molecular Dynamics and Dislocation Dynamics Simulations”. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **58.7**, S. 1011–1025.
- WEINBERGER, C. R. und CAI, W. (2012). “Plasticity of Metal Nanowires”. In: *Journal of Materials Chemistry* **22.8**, S. 3277–3292.
- WEINBERGER, C. R., JENNINGS, A. T., KANG, K. und GREER, J. R. (2012). “Atomistic Simulations and Continuum Modeling of Dislocation Nucleation and Strength in Gold Nanowires”. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **60.1**, S. 84–103.
- WEYGAND, D., FRIEDMAN, L. H., GIESSEN, E. V. D. und NEEDLEMAN, A. (2002). “Aspects of boundary-value problem solutions with three-dimensional dislocation dynamics”. In: *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **10.4**, S. 437–468.

- WEYGAND, D., SENGER, J., MOTZ, C., AUGUSTIN, W., HEUVELINE, V. und GUMBSCH, P. (2009). “High Performance Computing and Discrete Dislocation Dynamics: Plasticity of Micrometer Sized Specimens”. In: *High Performance Computing in Science and Engineering '08*. Hrsg. von W. E. NAGEL, D. B. KRÖNER und M. M. RESCH. Berlin, Heidelberg: Springer, S. 507–523.
- WILKINSON, A. J., MEADEN, G. und DINGLEY, D. J. (2006a). “High Resolution Mapping of Strains and Rotations Using Electron Backscatter Diffraction”. In: *Materials Science and Technology* **22.11**, S. 1271–1278.
- WILKINSON, A. J., MEADEN, G. und DINGLEY, D. J. (2006b). “High-Resolution Elastic Strain Measurement from Electron Backscatter Diffraction Patterns: New Levels of Sensitivity”. In: *Ultramicroscopy* **106** (4–5), S. 307–313.
- WRIGHT, S. I., FIELD, D. P. und NOWELL, M. M. (2015). “Post Processing Effects on GND Calculations from EBSD-Based Orientation Measurements”. In: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **89.1**, Art. 012049.
- WRIGHT, S. I., NOWELL, M. M. und FIELD, D. P. (2011). “A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction”. In: *Microscopy and Microanalysis* **17** (03), S. 316–329.
- WULFINGHOFF, S. (2014). *Numerically Efficient Gradient Crystal Plasticity with a Grain Boundary Yield Criterion and Dislocation-based Work-Hardening*. Schriftenreihe Kontinuumsmechanik im Maschinenbau **5**. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing. 260 S.
- ZAISER, M. und SANDFELD, S. (2014). “Scaling properties of dislocation simulations in the similitude regime”. In: *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **22.6**, Art. 065012.

- ZIEMANN, M., CHEN, Y., KRAFT, O., BAYERSCHEN, E., WULFINGHOFF, S., KIRCHLECHNER, C., TAMURA, N., BÖHLKE, T., WALTER, M. und GRUBER, P. A. (2015). “Deformation Patterns in Cross-Sections of Twisted Bamboo-Structured Au Microwires”. In: *Acta Materialia* **97**, S. 216–222.
- ZOLLER, K. und SCHULZ, K. (2019a). “A bottom-up continuum approach of crystal plasticity for the analysis of fcc microwires under torsion”. In: *Proceedings in Applied Mathematics and Mechanics* **19.1**, Art. e201900032.
- ZOLLER, K. und SCHULZ, K. (2019b). “Analysis of microwire torsion using a nonlocal dislocation based plasticity formulation”. In: *Proceedings of the 8th GACM Colloquium on Computational Mechanics for Young Scientists from Academia and Industry August 28–30, 2019 in Kassel, Germany*. Hrsg. von T. GLEIM und S. LANGE. 8th GACM Colloquium on Computational Mechanics 2019, Kassel (Germany), 28 Aug 2019 - 30 Aug 2019. Kassel: kassel university press GmbH, S. 47–49.

Veröffentlichungen

BAYERSCHEN, E., PRAHS, A., WULFINGHOFF, S., ZIEMANN, M., GRUBER, P. A., WALTER, M. und BÖHLKE, T. (2016). “Modeling Contrary Size Effects of Tensile- and Torsion-Loaded Oligocrystalline Gold Microwires”. In: *Journal of Materials Science* **51**.16, S. 7451–7470.

ZIEMANN, M., CHEN, Y., KRAFT, O., BAYERSCHEN, E., WULFINGHOFF, S., KIRCHLECHNER, C., TAMURA, N., BÖHLKE, T., WALTER, M. und GRUBER, P. A. (2015). “Deformation Patterns in Cross-Sections of Twisted Bamboo-Structured Au Microwires”. In: *Acta Materialia* **97**, S. 216–222.

