

# **Der Spröd-duktil-Übergang in ultrafeinkörnigem Wolfram**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN

(Dr.-Ing.)

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

angenommene

DISSERTATION

von

Carsten Bonnekoh, M.Sc.

Tag der mündlichen Prüfung: 13. September 2021

Hauptreferent: Herr Prof. Dr. Anton Möslang

Korreferent: Herr Prof. Dr. Christoph Kirchlechner



# Danksagungen

Die vorgelegte Arbeit entstand am Institut für Angewandte Materialien, Angewandte Werkstoffphysik, Abteilung Metallische Werkstoffe, Gruppe Hochtemperaturwerkstoffe des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT). Herrn Prof. Dr. H. J. Seifert und Herrn Prof. Dr. A. Möslang danke ich für die Aufnahme an ihr Institut. Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. A. Möslang für die Annahme des Hauptreferats und die Unterstützung sowie das anhaltende Interesse an meiner Arbeit. Herrn Prof. Dr. C. Kirchlechner, KIT, Institut für Angewandte Materialien, Werkstoff- und Biomechanik, sei an dieser Stelle für die Übernahme des Korreferates gedankt.

Ich möchte Herrn Dr. M. Rieth meinen tiefen Dank für die Betreuung dieser Arbeit aussprechen. Nicht weniger danke ich ihm für die fachliche und persönliche Förderung meiner Person. Herrn Dr. J. Reiser sei für die Initiierung dieser Arbeit gedankt. Weiterhin wird für mich die stets sehr engagierte Betreuung und die Begeisterung für den Werkstoff Wolfram allzeit in guter Erinnerung bleiben. Es ist mir ein besonderes Bedürfnis mich bei Herrn P. Lied, M.Sc. für die Übernahme meiner Verpflichtungen in Entwicklungsprojekten im Rahmen des Konsortiums EUROfusion für die Dauer der Anfertigung dieser Dissertation zu bedanken. Weiterhin sei an die vielen, stets produktiven Diskussionen hinsichtlich Lösungen von Problemstellungen der Mikrostrukturcharakterisierung und Datenanalyse erinnert. Den Herren Dipl.-Ing. S. Baumgärtner und R. Ziegler ist sowohl für ihre Unterstützung bei der Entwicklung, Konstruktion und Einrichtung des experimentellen Aufbaus für die bruchmechanischen Versuche als auch die für die kritische Begleitung dieser Experimente gedankt. Allen Mitgliedern der Gruppe Hochtemperaturwerkstoffe sei an dieser Stelle mein Dank für ihren vorzüglichen Teamgeist und ihrer Hilfsbereitschaft ausdrücken.

Ohne die Produktion von Wolfram-Materialien mit zugeschnittener Herstellhistorie wäre diese Arbeit nicht zu realisieren gewesen. Hierfür sei allen involvierten Mitarbeitern des Unternehmens Plansee im Metallwerk Plansee, Reute, gedankt. Meine Dankbarkeit gilt hier im Speziellen Herrn Dr. A. Hoffmann und Herrn Dr. W. Knabel.

Als ein Highlight meiner Tätigkeit als Doktorand ist die Zeit als Gast des Max-Planck-Instituts für Eisenforschung zu nennen. Ich möchte mich bei Herrn PD Dr. S. Zaeferrer für die Aufnahme in der Arbeitsgruppe Mikroskopie und Beugung, die für meine Förderung aufgewendete Zeit, sowie die Überlassung der Software T.O.C.A. bedanken. Allen Mitgliedern sei für den freundlichen Empfang und ihre vorbildhafte Hilfsbereitschaft bei dem Erlernen der Methode cECCI gedankt. Ferner spreche ich Herrn Prof. Dr. D. Kiener, Österreichische Akademie der Wissenschaften, Erich-Schmid-Institut meinen Dank aus. Ich erinnere mich gerne an die Diskussionen zum Kinkenpaarmechanismus und zu thermodynamischen Gesichtspunkten der thermisch aktivierten plastischen Verformung. Herrn Prof. Dr. W. Pantleon sei für die Unterstützung auf dem Gebiet der Röntgendiffraktometrie und der empirischen Beschreibung in der Entwicklung von Mikrostruktureigenschaften mein Dank ausgesprochen.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) und dem Konsortium EUROfusion sei für die finanzielle Unterstützung gedankt; Förderung unter RE3551/4-1 sowie 2014 – 2018 und 2019 – 2020 Nr. 633053.

Karlsruhe, im Frühling 2021

*Carsten Bonnekoh*



# Kurzfassung

Exzellente mechanische Eigenschaften bei hohen Materialtemperaturen und die höchste Schmelztemperatur aller Metalle erheben Wolfram (W) zum Material der Wahl für Komponenten, die höchste Wärmelasten zu widerstehen haben. Eine hohe Spröd-duktil-Übergangstemperatur und das hierdurch bedingte spröde Materialverhalten bei Raumtemperatur (RT) behindern jedoch die Auslegung, den sicheren Umgang und Betrieb von Komponenten aus W. Aktuelle Studien weisen darauf hin, dass diese Limitierungen durch eine hochgradige plastische Verformung von W überwunden werden können. Solch hochgradig umgeformten Materialien besitzen eine ultrafeinkörnige (UFG) Mikrostruktur und zeigen selbst bei RT eine nennenswerte Brucheinschnürung im Zugversuch bzw. stabiles Risswachstum in Experimenten bruchmechanischer Natur. Die materialphysikalischen Hintergründe der Duktilisierung von W durch die UFG Mikrostruktur konnten bisher nicht abschließend geklärt werden. Im Fokus der Diskussionen stehen aktuell: (i) Was ist der ratenlimitierende Prozess der Rissspitzenplastizität und somit der Mechanismus, der den Spröd-duktil Übergang (BDT) in UFG W kontrolliert? (ii) Welchen Beitrag leistet die UFG Mikrostruktur zu der beobachteten Verschiebung der BDT-Temperatur?

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Garnitur aus fünf UFG W-Materialien mittels hochgradigem Warm- und Kaltwalzen produziert. Unter Zuhilfenahme eines sequenziellen Produktionsprozesses konnten, bei unveränderter chemischer Zusammensetzung, die Umformgrade der Materialien gestaffelt realisiert werden. Der Einfluss der plastischen Verformung auf die BDT-Temperaturen wurde anhand von bruchmechanischen Versuchen bestimmt und die Übergangstemperatur von UFG W hinsichtlich einer möglichen Ratenabhängigkeit überprüft.

Diese Arbeit stellt nach besten Wissen die erste experimentelle Untersuchung dar, in welcher eine Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in UFG W nachgewiesen werden konnte. Damit geht einher, dass in dieser Ausarbeitung erstmalig ein Versuch unternommen werden konnte anhand von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien den ratenkontrollierenden Prozess des BDT in UFG W zu identifizieren. Die Ergebnisse belegen, dass die Kinkenpaarbildung, selbst bei einem BDT weit unterhalb von RT, den ratenlimitierenden Prozess der Rissspitzenplastizität darstellt. Unter quasi-statischer Belastung kontrolliert damit die Kinkenpaarbildung in W über viele mikrostrukturelle Größenordnungen hinweg den BDT; beginnend mit Einkristallen, über grob- und feinkörnige Zustände hinunter bis zu UFG Mikrostrukturen. Hinsichtlich der mit einer plastischen Verformung einhergehenden Reduktion der BDT-Temperatur rücken Einflussanalysen die Korngrenzen in den Mittelpunkt des Interesses. Eine in dieser Arbeit entwickelte Formulierung beruhend auf den mittleren Abständen der Groß- und Kleinwinkelgrenzen (i) entlang der Rissfront und (ii) parallel zum Normalenvektor der nominellen Rissebene befähigt zu erfolgreichen Prognosen über die verformungsinduzierte Reduktion der Übergangstemperatur. Im Kontext aktueller Simulationen zum Einfluss der mittleren Distanz von Versetzungsquellen und der freien Weglänge von Versetzungen stützen die Befunde dieser Ausarbeitung die Hypothese einer entlang der Rissfront assistierten Emission von Versetzungen als Quelle der für W beobachteten verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur. Als Quintessenz dieser mehr als 500 bruchmechanischen Versuchen umfassenden Studie zum BDT in UFG W (zuzüglich der mikrostrukturellen Charakterisierung) wird geschlussfolgert, dass der geringe Abstand von Korngrenzen in UFG Materialien mit einer hohen Dichte an Punkten der Versetzungsnukleation entlang der Rissfront korrespondiert und hierdurch eine effektive Abschirmung der Rissspitze erzielt wird.



# Abstract

Superior high-temperature properties and the highest melting temperature of all metals favor tungsten (W) as the material of choice if highest heat loads have to be withstood. On the other hand, the high brittle-to-ductile temperature and, in consequence, extreme brittle behavior at raised and room temperature (RT) has impeded the design, handling, and safe operation of W-based components for decades. In recent studies, it has been demonstrated that a severe deformation as part of the production process might help to overcome these drawbacks. Such severely deformed W materials are equipped with an ultrafine-grained (UFG) microstructure and exhibit to some extent necking in tensile tests and stable crack propagation using pre-cracked specimens, even in tests conducted at RT. This fundamental change in material behavior has raised certain questions, namely, (i) what is the rate-limiting process of crack tip plasticity and as a result the mechanism that controls the brittle-to-ductile transition (BDT) in UFG W and (ii) how should the impact of the UFG microstructure on the dramatically lowered BDT temperatures be rated.

To give answers, a set of five severely deformed W sheets with UFG microstructures was produced. By means of a successive production process, containing warm and cold rolling, it was possible to achieve a state where, on the one hand, all the sheets of this set have a similar chemical composition, but on the other hand, possess an increasing degree of cumulated plastic strain. The impact of plastic deformation on the shift of the BDT temperature and the effect of the applied loading rate on the determined transition temperatures were investigated applying fracture mechanical testing.

For the first time, the rate-dependence of the BDT temperature in UFG W was successfully addressed on an experimental basis. This implies that the present study is the first that allows an identification of the rate-controlling mechanism of the BDT in UFG W in the background of BDT Arrhenius activation energies. Comparing the trend for Gibbs energy of activation and BDT Arrhenius activation energies demonstrates that kink-pair formation is the rate-limiting process of crack tip plasticity in UFG W around the BDT even at RT well below. Consequently, under quasi-static loading, kink-pair formation controls the BDT in W over a wide range of microstructural length scales, from single crystals, coarse and fine-grained specimens down to UFG materials. Attempts to correlate the reduction in BDT temperature with the deformation-induced microstructural modifications revealed the importance of low and high-angle boundaries intersecting with the crack front. By linking the experimental basis of more than 500 fracture toughness tests and the data gained during the comprehensive microstructural characterization, it is shown that considering (i) the mean spacing between boundaries parallel to the crack front and (ii) the mean boundary spacing along the normal of the crack plane allows an appropriated prediction of the BDT temperature in UFG W. Considering the similarity to the latest simulative-derived results on the impact of the mean spacing of dislocation sources along the crack front and free path of dislocation glide, this supports the hypothesis that the assisted nucleation of dislocations at boundaries is the decisive factor for the reduced BDT temperatures of W after plastic deformation. Hence, room-temperature ductility of UFG W should be traced back to the high density of stimulated dislocation nucleation events along the crack front, which ensures an effective shielding of the crack front.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Stand der Kenntnisse</b> .....	<b>5</b>
2.1 Der Spröd-duktil-Übergang und die Rolle des Kinkenpaarmechanismus bei der plastischen Verformung von kubisch-raumzentrierten Metallen am Beispiel von Wolfram.....	5
2.1.1 Über die nichtplanare Kerngeometrie der Schraubenversetzung als Quelle des Spröd-duktil-Übergangs in Metallen mit krz Gitterstruktur.....	10
2.1.2 Gleiten von Schraubenversetzungen in krz Metallen unterhalb der Knietemperatur unter Zuhilfenahme des Kinkenpaarmechanismus.....	12
2.1.3 Zerlegung der kritischen Schubspannung in einen thermischen und athermischen Anteil und über die zugrundeliegenden Gitterdefekte.....	16
2.1.4 Thermodynamische Betrachtung der thermischen Aktivierung des Gleitens von Versetzungen über kurzreichweitige Hindernisse .....	18
2.2 Die Mechanik der rissbehafteten Körper im Kontinuum unter Annahme von dominierendem elastischen Materialverhalten .....	25
2.3 Das Modell der Rissspitzenplastizität unter Berücksichtigung von globalen und lokalen Spannungsintensitätsfaktoren .....	29
2.4 Übersicht der experimentellen Untersuchungen zum BDT in Wolfram mit Fokus auf die Arrhenius-Aktivierungsenergie .....	32
<b>3 Motivation und Zielsetzung</b> .....	<b>35</b>
<b>4 Experimentelle Methoden sowie Identifikation von Fehlern und Fehlereinflussanalyse</b> .....	<b>39</b>
4.1 Werkstoffproduktion: Vom Pulver zum gewalzten Blech.....	39
4.2 Elementanalyse: Quantifizierung der Kontamination der Werkstoffe durch den Walzprozess.....	42
4.3 Textur- und Mikrostrukturanalyse: Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktionen und Beschreibung der Verteilung von verformungsinduzierten Gitterdefekten.....	43
4.3.1 Rückstreuungselektronenbeugung .....	43
4.3.2 Röntgendiffraktometrie.....	52
4.3.3 Electron Channeling Contrast Imaging unter Berücksichtigung der kristallographischen Orientierung der untersuchten Kristallregion .....	59
4.4 Metallphysikalische Charakterisierung: Identifizierung des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität .....	66
4.4.1 Bruchmechanikversuche.....	66

4.4.2	Berechnung der Erwartungswerte für die Gibbs-Energie der Aktivierung der Kinkenpaarbildung in hochreinem Wolfram .....	74
<b>5</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion .....</b>	<b>79</b>
5.1	Quantifizierung der Kontamination durch den Walzprozess und Bewertung der chemischen Zusammensetzung in Hinblick auf den Wechsel im Sprödbruchverhalten .....	79
5.2	Auswertung der Walztextur und Abgleich der ermittelten Mikrostrukturen mit Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie .....	83
5.3	Beschreibung der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur in Hinblick auf mit Korngrenzen oder Versetzungen verknüpften Eigenschaften .....	90
5.3.1	Korngröße, Korngrenzendichte und -charakter .....	90
5.3.2	Versetzungsdichte und -struktur .....	101
5.4	Charakterisierung des Spröd-duktil-Übergangs hinsichtlich des ratenkontrollierenden Prozesses der Plastizität am BDT durch Betrachtung der Arrhenius-Aktivierungsenergien .....	107
5.4.1	Verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur und Betrachtung des Einflusses der Wahl der experimentellen Methodik .....	107
5.4.2	Der Einfluss des ebenen Spannungszustands in Hinblick auf die Positionen der experimentell bestimmten Übergangstemperaturen .....	117
5.4.3	Entwicklung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Identifikation des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität .....	119
5.5	Identifikation von Korrelationen zwischen der Reduktion der BDT-Temperatur und der Entwicklung der Textur sowie verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur .....	134
5.5.1	Prüfung eines Zusammenhanges mit der Walztextur .....	134
5.5.2	Korrelationen mit der Korngröße und Korngrenzendichte sowie Diskussion des Charakters der Korngrenzen .....	137
5.5.3	Diskussion des Einflusses der Versetzungsdichte und -struktur .....	148
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>151</b>
	<b>Quellenverzeichnis .....</b>	<b>155</b>
	<b>Anhang A: Methodik (i) .....</b>	<b>179</b>
	<b>Anhang B: Methodik (ii) .....</b>	<b>185</b>
	<b>Anhang C: Ergebnisse .....</b>	<b>187</b>
	<b>Anhang D: Abkürzungen .....</b>	<b>189</b>

<b>Angaben zur Datenverfügbarkeit.....</b>	<b>191</b>
<b>Publikationsliste .....</b>	<b>193</b>



# 1

## Einleitung

Wolfram ist ein Material der Extreme. Mit der höchsten Schmelztemperatur aller Metalle [1] und im Vergleich zu anderen Strukturwerkstoffen überlegenen Hochtemperatureigenschaften [2–6] ist W unter materialphysikalischen Gesichtspunkten das Material der Wahl, wenn höchste thermische Lasten zu widerstehen sind [1]. Im Hinblick auf die ausfallsichere Auslegung und den zuverlässigen Betrieb von Anlagen muss W als Strukturwerkstoff jedoch kritisch betrachtet werden. Als Metall mit krz Kristallstruktur besitzt W einen Spröd-duktil-Übergang (BDT), der nach dem Unterschreiten einer kritischen Temperatur mit einem fundamentalen Wechsel der plastischen Verformbarkeit verbunden ist. Während W oberhalb der BDT-Temperatur gut plastisch verformbar ist und stabiles Risswachstum zeigt, dominiert bei tieferen Temperaturen extrem sprödes Materialverhalten. Mit dem Zweck der Erhaltung der Anlagenintegrität sind somit Zugspannungen unterhalb der BDT-Temperatur möglichst zu vermeiden. Dies verdeutlicht der in Abb. 1 vorgenommene Vergleich ausgewählter Materialkenngrößen. Es ist auf W mit technischer Reinheit nach dem Heißwalzen (HR) und der Al-Legierung 7075 im Zustand T6 referenziert. Obwohl Al-Legierungen in der Gruppe der Strukturmaterialien nur vergleichsweise mäßige Eigenschaften aufweisen [7], sind Al-Legierungen bei Raumtemperatur (RT) in den für die Betriebssicherheit maßgeblichen Eigenschaften Bruchdehnung und Bruchzähigkeit mit weitem Abstand kommerziell hergestelltem W überlegen. Durch die hohen Übergangstemperaturen von W-Materialien ist sprödes Materialverhalten jedoch nicht auf RT begrenzt, sondern herrscht auch bei weitaus höheren Temperaturen vor.

Die Angaben variieren teils erheblich, welche als BDT-Temperatur von W-Materialien ohne gezielte Beigabe von Legierungselementen ausgewiesen werden. Exemplarisch soll dies anhand von BDT-Temperaturen nachvollzogen werden, die aus experimentellen Versuchsserien mit angerissenen bzw. angekerbten Proben abgeleitet<sup>1</sup> wurden. In der Regel werden die höchsten Übergangstemperaturen für Materialien aus pulvermetallurgischer (PM) Herstellungsrouten beobachtet, die lediglich urgeformt wurden. Für gesintertes W ohne nachträglichen Umformprozess sind BDT-Temperaturen im Bereich 900 – 1100 K [8–11] dokumentiert, wobei in dem angegebenen Temperaturfenster nur Experimente berücksichtigt sind, in denen die Last in einem quasi-statischen<sup>2</sup> Modus aufgebracht wurde. Unter dynamischer Beanspruchung können nochmals deutlich höhere BDT-Temperaturen erwartet werden [13]. *Umgeformte W-Materialien weisen reduzierte BDT-Temperaturen auf.* Unter konstanten experimentellen Randbedingungen ist die Übergangstemperatur von nicht-legiertem W

<sup>1</sup> Die in den einzelnen Veröffentlichungen genutzten Kriterien für die Ermittlung der BDT-Temperatur variieren, der experimentelle Aufbau und die gewählten Lastraten naturgemäß ebenfalls.

<sup>2</sup> Nach Meyers [12] [Tab. 12.2] findet quasi-statische Belastung bei Dehnraten  $10^{-5} - 10^0 \text{ s}^{-1}$  statt. In diesem Bereich kann das Material, obwohl faktisch dynamisch belastet, als in seinem statischen Gleichgewichtszustand befindlich angenommen werden; vgl. Ref. [12] [Abb. 2.1ff]. Als obere Grenze der quasi-statischen Belastung weisen Krüger *et al.* [13] [Tab. 1.4] die Belastungsraten  $0,1 \text{ s}^{-1}$  für Zugversuche und  $10^4 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  bei der Verwendung von angerissenen Proben aus.

## 1 Einleitung

im Wesentlichen eine Funktion des Umformgrades [14, 15]. Nach einer moderaten Dickenreduktion liegen die BDT-Temperaturen in einem Streubereich 500 – 850 K [10, 16–24] bzw. 700 – 1000 K [25–28]; abhängig von der Lastrate. In der Auflistung der moderat umgeformten Materialien sind auch spannungsfrei geglühte Zustände inkludiert. Diese sind klar von den rekristallisierten Materialien abzugrenzen. Nach dem Rekristallisationsglühen ist die BDT-Temperatur zu höheren Temperaturen verschoben [23, 26, 29–32] und die Bruchzähigkeit bei RT ist herabgesetzt. Daher ist die Rekristallisation in W mit einer versprödhenden Wirkung assoziiert. Für rekristallisierte Zustände, geprüft mit quasi-statischen Lastraten, sind Übergangstemperaturen in dem Bereich 550 – 750 K [23, 29, 33, 34] dokumentiert. Die mittels Kerbschlagbiegeversuch ermittelten BDT-Temperaturen liegen in der Region um 1000 K [28, 35].

Eine Sonderstellung nehmen einkristalline (SX) W-Materialien ein. Die Elimination von Korngrenzen und wahrscheinlich auch die, im Vergleich zu polykristallinen (PC) Materialien, häufig beobachtete höhere Reinheit von SX Materialien begünstigt die plastische Verformbarkeit [36]. In Zugversuchen an SX W wird im Unterschied zu den oben erwähnten Zuständen bei RT sowie tieferen Prüftemperaturen nennenswerte plastische Verformung beobachtet [6, 37–41]. Dies ist jedoch nicht auf experimentelle Untersuchungen an Proben mit scharfem Anriss übertragbar [42]. Für den quasi-statischen Fall liegt der BDT in dem Temperaturfenster 400 – 500 K [43–45]. Es wird auch ein deutlicher Einfluss des geprüften Rissystems auf die Übergangstemperatur festgestellt [42, 45]. Die Verschiedenheit der BDT-Temperaturen von SX, gesinterten, umgeformten und rekristallisierten Materialien zeigt auf, dass die Duktilität von W maßgeblich von der Produktionshistorie vorgeben ist.

*Damit W seine Stärken als zukünftiges Strukturmaterial ausspielen kann, bedarf es Lösungen, welche die Sprödigkeit bei RT abmindern und gleichzeitig eine wirtschaftliche Produktion in einem industriellen Maßstab erlauben.* Zur Steigerung der Bruchzähigkeit kommen sowohl extrinsische als auch intrinsische Ansätze in Betracht [46]. Extrinsische Lösungen zielen auf eine Energieumverteilung während des Risswachstums in Bereiche hinter der Risspitze ab. Damit wird eine Reduktion der für eine weitere Rissverlängerung zur Verfügung stehenden Triebkraft erzielt. Die Idee hinter dem intrinsischen Ansatz besteht darin einen Anstieg der Energiedissipation durch eine Zunahme der plastischen Verformung vor der Risspitze zu erzielen und damit sogenanntes R-Kurvenverhalten auszulösen [47]. Aktuelle Arbeiten auf dem Gebiet der extrinsischen Lösungen konzentrieren sich auf die Entwicklung von wolframfaserverstärktem W [48], wobei zwischen Materialien mit regellos verteilten Kurzfasern [49], die über eine industrielle PM-Route hergestellt werden können, und einem Ansatz mit Langfasern [50] zu unterscheiden ist. Eine definierte Ausrichtung der Langfasern und ein maßgeschneiderter Lagenaufbau ermöglichen das Einstellen einer komponentenangepassten Anisotropie von Materialeigenschaften, gestalten sich jedoch komplex in der Realisierung. Ebenfalls zu den extrinsischen Ansätzen ist die Produktion von W-Sandwichstrukturen [51–54] zu zählen, bei denen die einzelnen Wolframlagen durch duktile Zwischenschichten verbunden sind. Die erfolgreiche Implementierung extrinsischer Mechanismen führt zu pseudo-duktilen Materialverhalten. An diesem Punkt sei auch auf die Existenz von Cu-infiltrierten W-Sinterwerkstoffen hingewiesen [55]. Diese sind bei RT plastisch verformbar. Die Anwendung erfolgt mit Blick auf die geringe Festigkeit jedoch vorrangig bei der Lösung funktioneller Aufgaben.

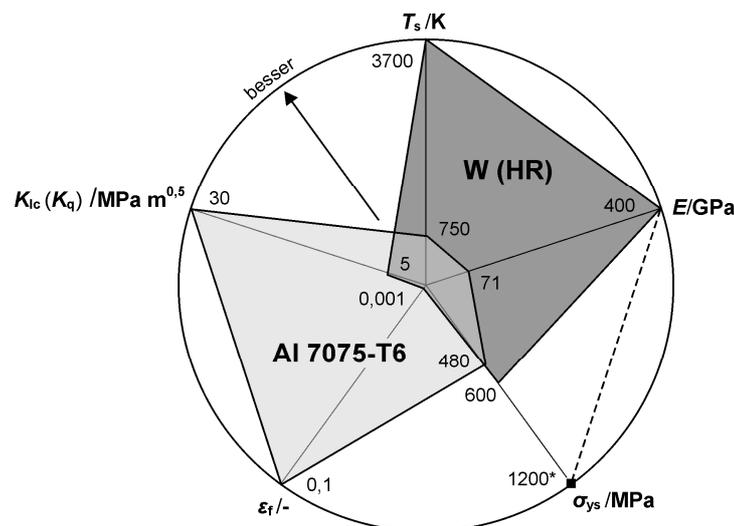
Mit dem Ziel W-Materialien mit Raumtemperaturduktilität<sup>3</sup> zu entwickeln sind vielfältige Legierungssysteme erprobt worden. In erster Linie sind die mechanischen Eigenschaften von binären Experimentallegierungen studiert worden. Eine besondere Aufmerksamkeit kam dabei den Legierungselementen zu, die eine vollständige Mischbarkeit mit W aufweisen. Dies sind V, Nb, Mo und Ta [56–

---

<sup>3</sup> In dieser Arbeit wird der Begriff Raumtemperaturduktilität Materialien zugeordnet, die eine BDT-Temperatur unterhalb von RT besitzen und daher in bruchmechanischen Versuchen bei RT stabiles Risswachstum, R-Kurvenverhalten, zeigen.

59]. Obgleich umfangreiche Studien auf diesem Gebiet erfolgten, wurden keine Belege für eine Reduzierung der Übergangstemperatur von W durch diese Elemente gefunden; vgl. Refs. [60–62] für W-V, Ref. [63] für W-Nb, Refs. [64, 65] für W-Mo und Refs. [6, 60, 62, 63, 66, 67] hinsichtlich der Ergebnisse zu W-Ta Legierungen. Gleiches gilt für die vereinzelt Studien an ternären Legierungssystemen mit diesen Elementen [32, 68].

Weiterhin ist für eine Vielzahl von Fremdelementen die Möglichkeit einer Reduktion der sehr hohen Peierls-Energie der  $\frac{1}{2}(111)$ -Schraubenversetzung in W [69, 70] studiert worden [71, 72]. Mischkristallerweichung ist ein Merkmal von Metallen mit hoher Peierls-Spannung [73] und das Auftreten bei den krz Metallen der Hauptgruppe VIa wird mit der Elektronenkonfiguration der Valenzschale des Legierungselements in Verbindung gebracht [71, 74]. Ein Indiz für Mischkristallerweichung ist die Reduzierung der Härte nach dem Einstellen geringer Fremdelementkonzentrationen. Eine signifikante Reduzierungen der Härte im Vergleich zu technisch reinen W-Referenzmaterialien ist für Elementen der Hauptgruppe VIIa: Tc [75] und Re [32, 68, 76–80], VIIIa: Ru [32] und Os [32], VIIIb: Ir [32, 76], sowie VIIIc: Pt [32] experimentell belegt. Die Zugabe von Fe (VIIIa), Co (VIIIb) oder Ni (VIIIc) ruft lediglich eine mäßige Reduzierung der Härte hervor [32]. Unter den geprüften Systemen, konnte für die Experimentallegierungen mit Mn (VIIa), Rh (VIIIb), oder Pd (VIIIc) keine Mischkristallerweichung festgestellt werden [32]. An dieser Stelle muss darauf hingewiesen werden, dass diese Trends auf Messungen der Härte bei RT referenzieren und keine generell gültigen Tendenzen abgeleitet werden sollten. Hierfür ist das nachfolgende Verhalten anzuführen: (i) Mischkristallerweichung wird für geringe Konzentrationen beobachtet bevor sich bei größeren Gehalten der Effekt umkehrt und Mischkristallhärtung die Folge ist [71]. (ii) Die Konzentrationsgrenze, bis zu der die Erweichung überwiegt, nimmt mit steigender Temperatur ab [81]. Dies kann dazu führen, dass ein Legierungsdesign auf Basis von RT-Ergebnissen faktisch die Peierls-Spannung in dem Temperaturfenster der erdachten Anwendung anhebt und damit sprödes Materialverhalten begünstigt. Für Ergebnisse zum Einfluss der Temperatur auf die Härte von W-Re und W-Ir Legierungen siehe Ref. [82]. In der Retrospektive unterstreichen die hier besprochenen Versuche der Duktilisierung den refraktären Charakter (von lat. *refractarius*: widerspenstig) von W.



**Abb. 1:** Vergleich ausgewählter Eigenschaften von W und der Al-Legierung 7075 bei Raumtemperatur. Für W ist auf heißgewalzte (HR) Materialien referenziert, für Al auf die Legierung 7075 im Zustand T6. Daten für W aus: Ref. [83] (Schmelztemperatur,  $T_s$ ), Ref. [84] [Tab. 1] (Elastizitätsmodul,  $E$ ), Ref. [85] [Abb. 8] (Streckgrenze und Bruchdehnung,  $\sigma_{ys}$  und  $\epsilon_f$ ) und Ref. [9] [Tab. 3] (scheinbare Bruchzähigkeit,  $K_q$ ). Datenpunkt für die Fließspannung (\*) konstruiert mit thermischem Anteil aus Ref. [77] [Abb. 13] und athermischer Spannungskomponente aus Ref. [85] [Abb. 10]; siehe Kap. 2.1.3. Kennwerte für Al 7075-T6 (gewalzt und wärmebehandelt) aus Ref. [86] [Abb. 6] (Bruchzähigkeit,  $K_{Ic}$ ). Restliche Kenngrößen aus Ref. [87] [Kap.7].

## 1 Einleitung

Dieser Überblick über die getätigten Anstrengungen bei der Entwicklung von W-Materialien mit Raumtemperaturduktilität wäre nicht vollständig, blieben W-Re Legierungen unerwähnt [88]. Das Legieren mit Re besitzt einen positiven Effekt auf die Mobilität der Schraubenversetzung in W [89]. Nach einem Umformprozess kann selbst Raumtemperaturduktilität erzielt werden, sofern eine Re-Konzentration nahe der Löslichkeitsgrenze von Re in W eingestellt wird [9]. Auch nach der Rekristallisation besitzen W-Re Legierungen eine für W herausragende Duktilität [63, 90]. Nach einem Vergleich der kritischen Schubspannung [71] bzw. dem Härteverlauf [72] bei RT mit der Entwicklung der BDT-Temperatur über die Re-Konzentration [91] sollte jedoch die Interpretation gestattet sein, dass Raumtemperaturduktilität von Re-reichen W-Legierungen weniger ein Effekt der Mischkristallerweichung ist, sondern mit einer Änderung der Kerngeometrie der Schraubenversetzung [92–94] in Verbindung zu bringen ist. Der für geringe Re-Konzentrationen beobachteten Mischkristallerweichung folgt bei RT nach der Überschreitung einer Grenzkonzentration von etwa 7 % eine Zunahme des Widerstands gegen plastische Verformung [71, 72]. In erster Näherung spiegelt sich diese Entwicklung in dem Verlauf der BDT-Temperatur im rekristallisierten Zustand wider [91]; vgl. auch Übersicht gegeben in Ref. [95]. Nach einer für kleine Konzentrationen beobachteten Reduktion der BDT-Temperatur und einem lokalen Minimum um 3 %, steigt mit weiter zunehmenden Re-Gehalt die Übergangstemperatur bis etwa 10 % Re an und erreicht dort ein Maximum. Dieses liegt sogar oberhalb der BDT-Temperatur von technisch reinem W. Für Konzentrationen oberhalb von 10 % ist ein gegenläufiger Trend beobachtbar und die BDT-Temperatur erreicht nahe der Löslichkeitsgrenze um 25 % ein absolutes Minimum. Von dem Aspekt der Betriebssicherheit her erfüllen W-Legierungen mit Re-Konzentrationen nahe der Löslichkeitsgrenze die Anforderungen eines Strukturwerkstoffes, doch de facto verhindert der hohe Preis für Re eine Etablierung am Markt.

*Stand 2021 findet kein Produktionsverfahren kommerzielle Verwendung, welches es erlaubt W-Materialien herzustellen, die sowohl unter technischen als auch wirtschaftlich Aspekten, als Strukturmaterial einsetzbar wären.* Um die BDT-Temperatur in einem industriellen Maßstab abzusenken, ist plastische Verformung während der Herstellung weiterhin der einzige Ansatz, der heute angewendet wird. Für die typischerweise moderaten Umformgrade von W-Materialien ist diese Verschiebung jedoch nicht ausreichend, um BDT-Temperaturen unterhalb von RT zu realisieren. In der Praxis liegen die Übergangstemperaturen mehrere 100 K oberhalb von RT und sprödes Materialverhalten dominiert. Eine massive Steigerung des Umformgrades von technisch reinem W im Rahmen einer industriellen Produktion könnte in Zukunft die hier dargelegte Situation maßgeblich ändern.

# 2

## Stand der Kenntnisse

### 2.1 Der Spröd-duktil-Übergang und die Rolle des Kinkenpaarmechanismus bei der plastischen Verformung von kubisch-raumzentrierten Metallen am Beispiel von Wolfram

Sind bei hohen Temperaturen Metalle sowohl mit krz als auch kfz Kristallstruktur gut plastisch verformbar, so treten bei niedrigen homologen Verformungstemperaturen charakteristische Unterschiede zutage [96, 97]. Technologische Relevanz haben hierbei: (i) Die Existenz eines Spröd-duktil-Überganges (BDT) bzw. einer mit dem BDT verknüpften Übergangstemperatur. (ii) Eine Zunahme der kritischen Schubspannung (CRSS) nach dem Unterschreiten einer weiteren kritischen Temperatur. Diese wird als Krietemperatur (KT) bezeichnet und ist nicht mit der zuvor eingeführten BDT-Temperatur identisch.

Ein hoher Widerstand gegen das Einsetzen von plastischer Verformung ist technologisch durchaus für eine spätere Anwendung der Metalle als Strukturwerkstoff erwünscht. Auf Basis von Werkstoffen mit hoher Streckgrenze können dünnwandige Konstruktionen erdacht und im Zuge dessen, gewichtsoptimierte Produkte realisiert werden [7]. Auf der anderen Seite ist mit der Zunahme der CRSS bei abnehmender Verformungstemperatur auch die eingeschränkte Nutzbarkeit der krz Metalle bei tiefen Temperaturen verknüpft. Das Ansteigen der CRSS mit abnehmender Materialtemperatur ist die Voraussetzung für die Existenz eines BDT [98]. *Der BDT kennzeichnet einen Wechsel fundamentalen Natur in der plastischen Verformbarkeit eines Materials beim Unter- bzw. Überschreiten der Übergangstemperatur* [47]: Oberhalb der BDT-Temperatur zeichnen sich krz Metalle durch ihre gute plastische Verformbarkeit aus. In der Folge ist die Trennung des Materials durch stabiles Risswachstum mit einer hohen Energiedissipation verbunden. Unterhalb der Übergangstemperatur ist die plastische Verformbarkeit eingeschränkt. Es wird sprödes Materialverhalten beobachtet. Das lokale Überschreiten einer kritischen Spannung [46] initiiert instabiles Risswachstum, d. h. der Bruch erfolgt spannungskontrolliert. Bei instabilem Risswachstum erfolgt der Bruch verformungsarm, zeichnet sich also durch einen geringen Umfang der Energiedissipation aus. Begründet durch den Wandel im Verformungsverhalten ist bei der Auslegung von Strukturen aus krz Metallen zusätzlich zu den mechanischen Standardgrößen auch die BDT-Temperatur und seine Ratenabhängigkeit zwingend als eine sicherheitsrelevante Größe zu berücksichtigen.

Der Übergang von einem fehlertoleranten mikroduktilen Materialverhalten zu katastrophalem Strukturversagen infolge von instabilem Risswachstum kann sowohl scharf ausgeprägt sein [99] oder eine graduelle Natur aufweisen. Wolfram im Speziellen [42] und Metalle mit krz Kristallstruktur im Allgemeinen [100] weisen einen eher graduellen Übergang auf. Für diesen ist eine starke Streuung der

## 2 Stand der Kenntnisse

ermittelten Kennwerte in der Umgebung der BDT-Temperatur charakteristisch [101]. Typische Kennwerte zur Bestimmung der BDT-Temperatur sind die Kerbschlagarbeit, die Bruchzähigkeit oder Bruchdehnung bzw. der Anteil der Bruchfläche mit sprödem Bruchbild.

In der einfachsten theoretischen Herangehensweise wird der BDT der Temperatur zugeordnet, bei der die Fließspannung die Spaltfestigkeit überschreitet. Grundlegende Betrachtungen zu diesem Ansatz wurden bereits im Jahr 1909 von *Ludwik* [102] niedergeschrieben. Eine näher an der Metallphysik orientierte Auffassung ist, den BDT als Wettbewerb zweier Raten aufzufassen. Dabei steht die Rate der Spannungserhöhung, unter experimentellen Bedingungen in der Regel durch eine von extern aufgezwungene und kontinuierlich gesteigerte Dehnung hervorgerufen, im Wettbewerb mit der Fähigkeit des Materials den dehnungsinduzierten Spannungsanstieg durch plastische Verformung teilweise oder vollständig zu relaxieren [103–105]. Die Differenz zwischen Spannungsanstieg und Spannungsrelaxation bestimmt den Umfang der plastischen Verformung bevor die Festigkeit überschritten wird und damit das beobachtete makroskopische Materialverhalten bzw. den Grad der Energiedissipation. Oder nach bruchmechanischen Gesichtspunkten ausgedrückt: Die Rate der Relaxation der Spannungsintensität im Verhältnis zur Lastrate bestimmt den Umfang der plastischen Verformung vor der Risspitze bis zum Erreichen der Bruchzähigkeit [106]. In der Konsequenz ist die Lastrate eine entscheidende Einflussgröße hinsichtlich des beobachteten Materialverhaltens von krz Metallen. Kann das Material im Verhältnis zur Lastrate die resultierende Spannungsintensität schnell in plastische Verformung überführen oder erfolgt die Belastung entsprechend langsam, erscheint das Material duktil. Ist hingegen die plastische Verformung und damit die Relaxation der Spannungsintensität eingeschränkt oder erfolgt die Belastung schlagartig, so wird unter Umständen bei gleicher Prüftemperatur eine spröde Materialantwort erhalten. Diesem Phänomen wird im deutschen Sprachraum mit dem Begriff der Geschwindigkeitsversprödung Rechnung getragen [13]. An diesem Punkt soll festgehalten werden, dass die BDT-Temperatur eine komplexe Materialkenngröße ist, welche (i) einerseits durch äußere bzw. mechanische Faktoren, wie z. B. die Lastrate und den Modus der Belastung, sowie der Probenart und Kerb- bzw. Rissgeometrie beeinflusst wird [107]. Sofern Proben ohne Kerbe geprüft werden, ist die Oberflächenqualität der Proben bei der Ermittlung der Übergangstemperatur zu beachten [33]. (ii) Andererseits ist die BDT-Temperatur eine Funktion der Summe innerer bzw. metallurgischer Einflussgrößen, d. h. Korngröße, Korngestalt und Subkornstruktur, Versetzungsdichte, etc. Eine Zusammenstellung und jeweils kurze Diskussion von möglichen Faktoren, welche im Zusammenhang mit der BDT-Temperatur von  $W$  stehen, wird in Tab. 1 dargereicht. In dieser sind die für diese Ausarbeitung relevanten Mikrostruktureigenschaften in den Fokus gerückt. Den Auswirkungen der Beifügung von Partikeln einer zweiten Phase auf die Duktilität von  $W$  ist in verschiedenen Studien [32, 36, 108, 109] nachgegangen worden. Für einen weiterführenden Überblick sei auf vorherige Veröffentlichungen verwiesen [1, 110–113].

*Der BDT in krz Metallen ist bei einer makroskopischen Betrachtung mit der Entwicklung der Fließspannung in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur erklärbar.* In Abb. 2 ist für verschiedene SX Metalle die Entwicklung der CRSS gegen die Prüftemperatur dargestellt. Es sind nur Ergebnisse von defektarmen Reinmetallen gezeigt. Dies ist die Begründung für die verhältnismäßig niedrigen CRSSs der kfz Metalle bei RT, die unter diesen Bedingungen teilweise auch für krz Metalle festgestellt werden können. Bei einem Vergleich der wiedergegebenen Verläufe von kfz und krz Metallen sind deutliche Unterschiede in der Entwicklung der CRSS identifizierbar und als Folge für die CRSS bei niedrigen Temperaturen. In Abb. 2c sind die experimentellen Ergebnisse zur CRSS von kfz Metallen eingezeichnet. Es sei auf den lediglich 0 – 3 MPa umfassenden Wertebereich der Abszisse hingewiesen. Unter den oben beschriebenen Randbedingungen wird festgestellt, dass (i) die CRSS bei RT für die Al [114], Cu [115], Ag [116] und Au [116] sehr gering ist und sich ungefähr in dem

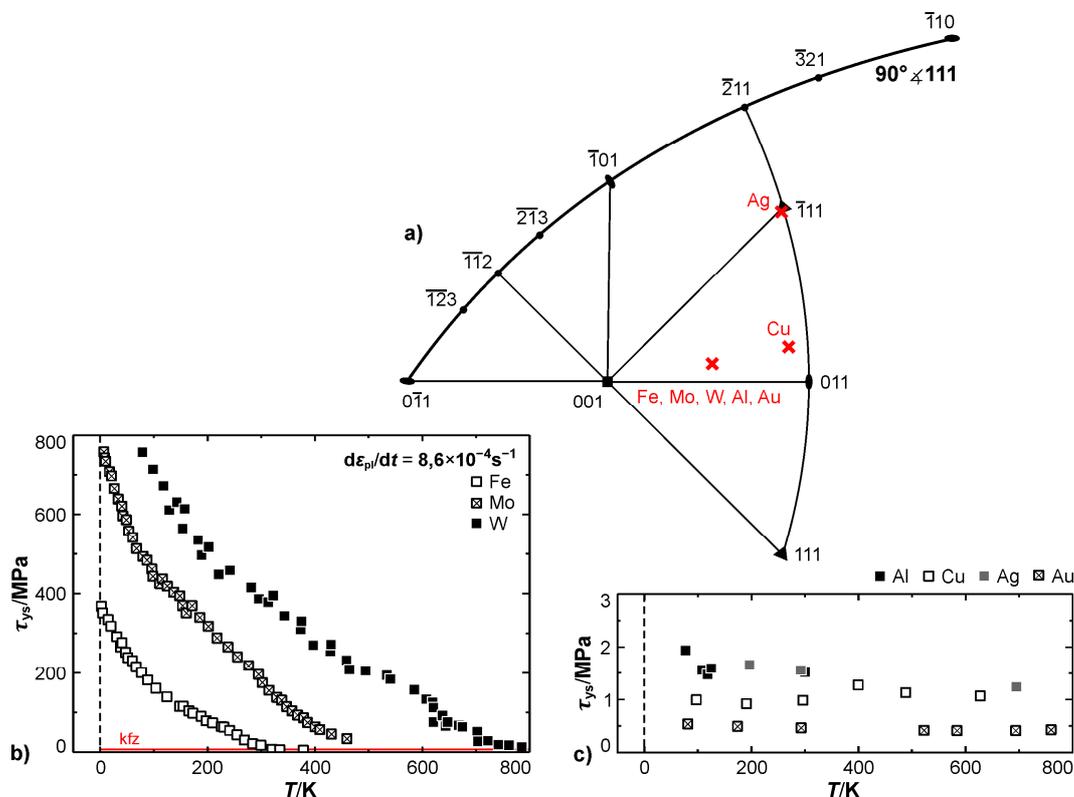
Tab. 1: Auswahl von Einflussgrößen auf die Spröd-duktil-Übergangstemperatur; in Anlehnung an Refs. [1, 110–113].

Einflussgrößen		Verhalten / Wirkung der Einflussgröße	Möglicher Einfluss auf BDT
Textur	Vorzugsorientierung	Arbeiten an W-Einkristallen beschreiben einen erheblichen Unterschied im Verfestigungsverhalten und der Versetzungsmultiplikation in Abhängigkeit von der Orientierung [117, 118]	Die BDT-Temperatur von Einkristallen ist abhängig vom geprüften Rissystem [42, 45] bzw. der Zugrichtung [41]. Der Unterschied in der BDT-Temperatur beträgt etwa 100 K, 150 K für SX W. Informationen über PC W liegen nicht vor.
Mikrostruktur	Korngrenzen	In hochgradig umgeformten W-Bleichen beeinflusst die Ausrichtung der Korngrenzen zum Rissystem den Risspfad, also ob das Risswachstum vornehmlich interkristallin oder transkristallin erfolgt [119, 120].	Ist der Großteil der Korngrenzen senkrecht zur Belastungsrichtung ausgerichtet, erfolgt die Materialtrennung auf interkristallinem Weg [119, 120]. Für interkristallines Risswachstum ist ein Anstieg der BDT-Temperatur zu vermuten.
		In unmittelbarer Nähe der Rissfront wird die Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen beobachtet [121]. Versetzungsnukleation an Korngrenzen ist durch die reduzierte Bildungsenergie theoretisch erklärbar [122].	Simulationen [112, 123] weisen darauf hin, dass eine Reduzierung des Abstandes von Versetzungsquellen entlang der Rissfront eine Reduktion der BDT-Temperatur bewirkt.
		Eine hohe Dichte an Korngrenzen reduziert im Mittel die freie Weglänge für das Gleiten von Versetzungen [124].	Berechnungen [125] legen nahe, dass eine Reduzierung der freien Weglänge hinderlich für eine niedrige BDT-Temperatur ist.
		Aus einer hohen Dichte an Korngrenzen folgt bei gegebener Verunreinigungskonzentration statistisch eine geringere mittlere Dekoration der Korngrenzen mit Fremdelementen. Für das mechanische Verhalten von W werden insbesondere interstitielle Fremdatome als kritisch angesehen [126, 127].	Tendenziell wird die Segregation von Fremdatomen nachteilig für die Kohäsion der Korngrenzen in W beurteilt [126–128], jedoch werden auch gegenteilige Meinungen vertreten [129–131]. In heutigen technischen W-Materialien ist der Einfluss vermutlich vernachlässigbar [132].
		Für einen Teil der CSL-Grenzen wird eine höhere Kohäsion der Korngrenze beobachtet [133–135].	Es ist kein Beleg für einen Einfluss der Dichte von CSL-Grenzen auf die BDT-Temperatur bekannt. In diesem Kontext wird jedoch ein gesteigerter Widerstand gegen interkristalline Rissausbreitung [136] und eine verbesserte Plastifizierung in den Korngrenzen [137] diskutiert. Dies könnte eine Absenkung der BDT-Temperatur bewirken.
	Versetzungen	Bei einer hohen Versetzungsdichte sind Ereignisse der von Versetzungsmultiplikation mehr wahrscheinlich. Andererseits ist die freie Weglänge für das Gleiten durch Waldversetzungen reduziert [124].	Eine höhere Dichte an mobilen Versetzungen, vor allem jedoch eine gesteigerte Häufigkeit von Multiplikationsprozessen verbessert die Abschirmung der Risspitze [138, 139].
		TEM-Studien berichten über einen Anstieg der Dichte von Stufenversetzungen in hochgradig umgeformten krz Metallen [140–142]. Schlussfolgerungen verbinden die erhöhte Dichte von Versetzungen hoher Mobilität [143] mit der Duktilität von stark umgeformten W. Allerdings steht dies im Widerspruch mit der Aussage, dass plastische Verformung in einem makroskopischen Umfang auch das Gleiten der Schraubenversetzungen voraussetzt [144].	Ein Wechsel des ratenlimitierenden Prozesses der Rissplastizität von dem Gleiten der Schraubenversetzung zu der Bewegung der Stufenversetzung wird diskutiert.

## 2 Stand der Kenntnisse

**Tab. 1 (Fortsetzung):** Auswahl von Einflussgrößen auf die Spröd-duktil-Übergangstemperatur

Einflussgrößen		Verhalten / Wirkung der Einflussgröße	Möglicher Einfluss auf BDT
Mikrostruktur (Forts.)	Fremdatome	Die Bildung eines W-x Mischkristalls kann sowohl zu einer Absenkung, als auch Erhöhung der Peierls-Barriere führen. Die erzielte Wirkung ist eine Funktion des Substitutionselements an sich, seiner globalen und lokalen Konzentration und der Materialtemperatur [71, 81].  Simulationen [145] ergaben eine hohe Triebkraft in W für die Segregation von Verunreinigungen an Korngrenzen und den Kern der Schraubenversetzung vom Typ $\frac{1}{2}(111)$ . Während weitergehend Konsens über die nachteilige Wirkung einer Anlagerung von interstitiellen Elementen im Spannungsfeld für die Mobilität der Versetzungen besteht [1], existieren unterschiedliche Ansichten in Bezug auf eine mögliche Versprödung der Korngrenzen [127, 129, 130].	Mit der Ausnahme von W-Re Legierungen nahe der Löslichkeitsgrenze von Re in W [63, 91] und einer Studie zu W-Tc Legierungen [75] ist für W keine Reduktion der BDT-Temperatur durch Mischkristallbildung dokumentiert.  Ein abschließendes Urteil ist nicht bekannt. Tendenziell wird eine eher nachteilige Wirkung von Fremdelementen in W beobachtet [127]. Damit steigt die BDT-Temperatur mit zunehmender Konzentration der Fremdelemente.
Proben- dimension	Spannungs- zustand	Der Radius der plastischen Zone im ebenen Spannungszustand (ESZ, dominiert bei geringen Materialstärken) entspricht dem Dreifachen der Ausdehnung der plastischen Zone im ebenen Dehnungszustand (EDZ), also im Fall der Verwendung von dicken Proben. Dies führt zu einem Ansteigen des ermittelten kritischen SIF nach dem Unterschreiten einer kritischen Probenstärke [47].	Möglicherweise liegt die BDT-Temperatur von dünnen Materialien (Proben im ESZ) unterhalb derer in denen der EDZ vorherrscht; siehe Ref. [146] [Tab. 46.1]. Als Argument dient die Zunahme der plastischen Verformung vor der Risspitze infolge der größeren plastischen Zone im ESZ.

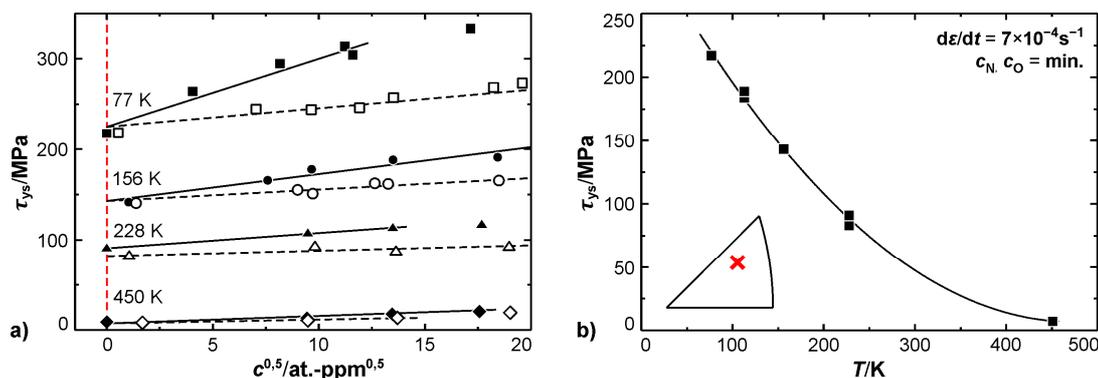


**Abb. 2:** Kritische Schubspannung von einkristallinen Reinmetallen. In (a) ist die jeweilige Probenorientierung aufgeführt. Es ist die CRSS  $\tau_{ys}$  über der Verformungstemperatur  $T$  aufgetragen, wobei (b) die Ergebnisse zu kcz und (c) zu kfz Metallen enthält. Die plastische Dehnrate  $d\varepsilon_{pl}/dt$  der Experimente an kcz Metallen ist für die gewählten Daten identisch. Daten aus Ref. [40]: W, [147]: Mo und [148]:  $\alpha$ -Fe sowie Ref. [114]: Al, Ref. [115]: Cu, Ref. [116]: Ag und Au.

Bereich 0,5 – 2,0 MPa bewegt. (ii) Die CRSS von kFz Metallen ist in erster Näherung unabhängig von der Verformungstemperatur. Erst bei Annäherung an den absoluten Nullpunkt ist möglicherweise für kFz Metalle ein Ansteigen der CRSS zu verzeichnen.

In Hinblick auf den Verlauf der CRSS in kFz Metallen unterschieden sich die Ergebnisse für krz Metalle elementar. Diese sind für W [40] und Mo [149] sowie für  $\alpha$ -Fe [148] in Abb. 2b aufbereitet. War für die Darstellung der kFz Metalle ein Wertebereich der CRSS 0 – 3 MPa angemessen, muss für die Abbildung aller Datenpunkte der krz Metalle die Achse der CRSS um zwei Größenordnungen bis auf 800 MPa erweitert werden. In Hinblick auf die CRSS von krz Metallen werden folgende Aspekte beobachtet: (i) Für hohe homologe Temperaturen liegt die CRSS von krz Metallen in der Region der kFz Metalle. (ii) Wird eine kritische Temperatur, die Krietemperatur (KT), unterschritten, ist die CRSS eine stark temperaturabhängige Größe. Für den Fall einer quasi-statischen Belastung beträgt die KT in SX Reinmetallen<sup>4</sup> ungefähr 20 % der Schmelztemperatur [96]. Eine fortgesetzte Reduktion der Verformungstemperatur hat eine Zunahme der CRSS als Folge. Die Zunahme erfolgt in erster Näherung stetig und umfasst mehrere Größenordnungen. (iii) Die CRSS von krz Metallen befindet sich bei tiefen Temperaturen in der gleichen Größenordnung wie die Festigkeit dieser Materialien. (iv) Am absoluten Nullpunkt besitzt die CRSS ihr Maximum. Dieser Maximalwert entspricht der Peierls-Nabarro-Spannung [153, 154]; kurz Peierls-Spannung. Diese ist ein Maß für den Widerstand, den das Kristallgitter dem Gleiten von Versetzungen entgegenstellt.

Die hohe Peierls-Spannung der krz Metalle [155] ist die Quelle des BDT. Die Peierls-Spannung skaliert mit der Energie der Peierls-Barriere [156]. Über die Ursache für die hohe Peierls-Spannung der krz Metalle konkurrierten lange zwei Erklärungsansätze: (i) Die eingeschränkte Möglichkeit hochreine Materialien herzustellen. Die hohe Sensitivität der Versetzungsmobilität in krz Metalle gegenüber Verunreinigungen, insbesondere interstitiell gelösten Fremdelementen, wurde bereits früh erkannt [102]. (ii) Ein konkurrierender Ansatz interpretierte die starke Abhängigkeit der CRSS von der Verformungstemperatur und die hohe Peierls-Spannung der krz Metalle als eine intrinsische Eigenschaft, welche in der Kristallstruktur begründet sei [157, 158].



**Abb. 3:** Einfluss der Fremdelementkonzentration auf die kritische Schubspannung. In (a) ist die Entwicklung der CRSS  $\tau_{ys}$  von SX Ta in Abhängigkeit der Konzentration  $c$  mit N bzw. O gezeigt. Geschlossene Symbole referenzieren auf die Ergebnisse mit N, offene Symbole auf Verunreinigungen mit O. In (b) ist die CRSS über der Verformungstemperatur  $T$  für die Materialien mit der jeweils höchsten Reinheit abgebildet. Markierung der Probenorientierung in dem Standarddreieck der stereographischen Projektion mit  $\{100\}$  als Projektionszentrum; siehe Abb. 2a. Diagramm (a) nach Ref. [159]; Abbildung (b) eigene Darstellung nach Daten aus Ref. [159].

<sup>4</sup> In Hinblick auf die CRSS von hochreinen krz Einkristallen sind die experimentellen Arbeiten der Gruppe um A. Seeger hervorzuheben; z. B. Fe [148], Nb [150], Mo [147], Ta [151] und W [40]. Für die Orientierungsabhängigkeit der CRSS von SX W sei die Studie von Argon *et al.* [117] empfohlen. In Bezug auf die CRSSs von PC Metallen bietet Conrad *et al.* [152] einen umfangreichen Überblick.

## 2 Stand der Kenntnisse

Eine Klärung dieses Dissenses konnte durch *Smialek et al.* [159] herbeigeführt werden. Für diese Studie wurden Ta-Einkristallen mit hoher Reinheit hergestellt und nachfolgend gezielt mit jeweils C, N oder O verunreinigt. Als Resultat lag ein Satz von Einkristallen mit ansteigenden Konzentrationen von interstitiellen Fremdelementen vor, nach C, N und O getrennt. Ein Auszug der Ergebnisse ist in Abb. 3 wiedergegeben. Diagramm (a) zeigt die CRSS über die Fremdelementkonzentration von N und O für verschiedene Prüftemperaturen. Die für verschiedene Verformungstemperaturen ermittelten Trends bestätigen die Ergebnisse vorheriger Arbeiten hinsichtlich des erheblichen Einflusses der Konzentration an interstitiellen Fremdelementen auf die CRSS der krz Metalle bei tiefen homologen Temperaturen. In der gewählten Auftragung können die Ergebnisse gleicher Temperatur jeweils durch eine Gerade angenähert werden. Dies erlaubt eine Extrapolation der Isothermen zu einem idealen verunreinigungs-freien Zustand. Die Schnittpunkte mit der Nulllinie weisen darauf hin, dass auch für diese idealisierten Bedingungen die CRSS (i) dem Einfluss der Verformungstemperatur unterliegt und (ii) in einer absoluten Betrachtung die Peierls-Spannung weiterhin mehrere Größenordnungen oberhalb des typischen Wertebereiches für krz Metalle liegt. In Abb. 3b sind die Schnittpunkte der Isothermen mit der Nulllinie über der Temperatur aufgetragen. Wie die Trendlinie demonstriert, kann auch unter diesen Randbedingungen der für krz Metalle typische Verlauf der CRSS konstruiert werden. Ähnlich gelagerte Untersuchungen wurde von *Stephens* [127] an SX W und PC W durchgeführt. Diese bestätigen die Schlussfolgerungen von *Smialek et al.* [159]. *Heute besteht Konsens in der Sichtweise, dass die hohe Peierls-Spannung der krz Metalle eine intrinsische Eigenschaft ist und durch die Kristallstruktur bzw. den Kern der Schraubenversetzung im krz Gitter bedingt ist* [124]. Der Kern der Schraubenversetzung im krz Gitter ist Gegenstand des nachfolgenden Kapitels.

### 2.1.1 Über die nichtplanare Kerngeometrie der Schraubenversetzung als Quelle des Spröd-duktil-Übergangs in Metallen mit krz Gitterstruktur

Versetzungen in krz Metallen besitzen in der Regel einen Burgers-Vektor vom Typ  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ . Während das Gleiten der Stufenversetzung in der Regel als athermisch anzusehen ist, unterliegt die Mobilität der krz Schraubenversetzung unterhalb der KT dem Einfluss der Temperatur. Dies ist eine Folge der hohen Peierls-Spannung der Schraubenversetzung und die Quelle des BDT in krz Metallen. Die hohe Gitterreibspannung der krz Schraubenversetzung steht im Zusammenhang mit einer nicht-planaren Kernstruktur [160]. Der Versetzungskern unterscheidet sich damit fundamental von der planaren Struktur der Stufenversetzung [161].

Das Gleiten von Versetzungen ist in zwei Fälle zu unterteilen [162]: (i) Die aufgebrachte Schubspannung übersteigt die Peierls-Spannung. Dies trifft für die Bewegung der Schrauben- und Stufenversetzung in kfz Metallen zu und beschreibt größtenteils auch das Gleiten der Stufenversetzung in Metallen mit krz Gitterstruktur [155]. Die Stufenversetzung im krz Gitter besitzen im Verhältnis zur  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung eine geringe Peierls-Spannung [163] und im Ergebnis eine hohe Mobilität [143]. Die Mobilität der hier erwähnten Versetzungstypen ist durch die Wechselwirkung der Versetzung mit anderen Versetzungen, Korngrenzen und Partikeln beschränkt. Diese werden als Gitterdefekte mit langreichweitigen Wechselwirkungen eingeordnet [164]. Fall (ii) umfasst das Gleiten von Versetzungen bei Schubspannungen unterhalb der Peierls-Spannung. In dieser Konstellation setzt Versetzungsgleiten eine thermische Aktivierung voraus. Durch die hohe Peierls-Spannung ist das Gleiten der Schraubenversetzung im krz Gitter stets dem Fall (ii) zuzuordnen. Für das Gleiten der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung ergeben sich damit folgende Konsequenzen: (i) Die Gleitge-

schwindigkeit ist zwischen 0 K und der KT vorrangig eine Funktion der Materialtemperatur. (ii) Unterhalb der KT kann die Temperaturabhängigkeit der mittleren Gleitgeschwindigkeit über eine Arrhenius-Beziehung abgebildet werden [165]. (iii) Die Mobilität der Schraubenversetzung ist unterhalb der KT stark vermindert und weist hinsichtlich des athermischen Gleitens der Stufenversetzung ein Defizit in der Mobilität auf [161]. *Low et al.* [166] geben als Differenz des zurückgelegten mittleren Gleitweges von Schrauben und Stufenversetzungen während eines Verformungsexperiments (RT) an  $\alpha$ -Fe einen Faktor um 20 an. In Bezug auf die KT von  $\alpha$ -Fe unter quasi-statischer Belastung [167] kann die Verformungstemperatur der Experimente von *Low et al.* [166] mit etwa 80 % der KT angenommen werden. Experimente von *Lawley et al.* [168] an Mo, ebenfalls mit RT als Verformungstemperatur, beziffern den Unterschied in der Mobilität von Schrauben- zu Stufenversetzung mit einem Faktor um 40. Raumtemperatur entspricht im quasi-statischen Fall der Verformung von Mo ungefähr 60 % der KT [147]. (iv) *Infolge der erheblichen Unterschiede in der Mobilität der Versetzungstypen unterhalb von KT kontrolliert in krz Metallen die Bewegung der Schraubensegmente die Geschwindigkeit der Expansion eines Versetzungsringes [161]. Die Mobilität der Schraubenversetzung limitiert damit das Vermögen von krz Metallen in einem makroskopischem Umfang Spannungen zu relaxieren [124]. In gewissen Belastungssituationen führt die langsame Gleitgeschwindigkeit der krz Schraubenversetzung zu spröden Materialversagen. Damit besteht eine direkte Verbindung zwischen dem makroskopischen Materialverhalten und der Struktur des nichtplanaren Kerns der Schraubenversetzung im krz Gitter auf der atomistischen Skala.*

*Cai et al.* [161] definieren den Versetzungskern wie folgt: Der Versetzungskern ist eine Region des Kristallgitters, in der die relativen Atomverschiebungen infolge der Existenz einer Versetzung das elastische Limit überschreiten. Der Terminus „relativ“ referenziert hierbei auf die idealen Gitterpositionen im ungestörten Kristall. Der Kern der krz Stufenversetzung besitzt eine planare Struktur, ist also auf eine kristallographische Ebene beschränkt [169]. Diese Ebene ist vom Typ  $\{110\}$ . Bereits Ende der 1960er Jahre wiesen *Suzuki* [157] und *Hirsch* [158] auf die Notwendigkeit hin, dass der Kern der krz Schraubenversetzung eine nichtplanare, dreidimensionale Struktur besitzen muss. Das lange populäre Modell nach *Hirsch* [158] beschreibt den Kern der krz Schraubenversetzung als dreifach rotationssymmetrisch aufgespalten und ermöglicht die Erklärungen einiger der Charakteristika, die bei der plastischen Verformung von krz Metallen beobachtet werden. Nach dem Modell von *Hirsch* [158] ist der Kern der krz Schraubenversetzung in drei nicht parallele Ebenen einer  $\langle 111 \rangle$ -Zone aufgespalten und besitzt damit eine räumliche Struktur. Die Aufspaltung in drei Partialversetzungen erfordert die Ausbildung von Stapelfehlern zwischen den Versetzungsteilen. Stand 2021 existieren jedoch keine Belege hinsichtlich des Bestehens von Stapelfehler in krz Metallen. Sowohl in ab-initio-Rechnungen, semi-empirischen MD-Simulation, als auch unter Zuhilfenahme von experimentellen Ansätzen konnten keine Stapelfehler in krz Metallen nachgewiesen werden [124].

Die Kernstruktur der krz Schraubenversetzung ist in den letzten Jahren extensiv studiert worden. Hinsichtlich der für alle krz Metalle betreffenden Eigenschaften sind hier vor allem die Arbeiten von *Vitek et al.* [160, 170, 171] hervorzuheben. Untersuchungen in Bezug auf den Versetzungskern in W sind in Refs. [71, 92–94, 172, 173] dokumentiert. *Nach aktueller Lehrmeinung ist der Kern der Schraubenversetzung in krz Metallen im spannungsfreien Zustand auf drei  $\{110\}$ -Ebenen ausgeweitet, die in einer  $\langle 111 \rangle$  Zone eine gemeinsame Schnittlinie besitzen [171].* Ein weiteres Ergebnis der Simulationen war die Dokumentation von energetisch äquivalenten Versetzungskernen, die jedoch in ihrer Struktur zu unterscheiden sind [171]. Nach *Vitek* [171] wird zwischen der degenerierten und der nichtdegenerierten Varianten unterschieden. In W besitzt die Schraubenversetzung einen nichtdegenerierten Kern, wie Berechnungen von *Gröger et al.* [172] und *Romaner et al.* [93] nahelegen.

Der Stand der Kenntnisse zum Kern der krz Stufenversetzung durch die Ergebnisse von theoretischen Betrachtungen und Simulationen geprägt. Fortschritte auf den Gebieten der Elektronenmikroskopie ermöglichen heute die Bestimmung von Atompositionen am Versetzungskern [174]. Abbildungen geben jedoch eine Projektion der Atompositionen in der TEM-Folie wieder. Die relativen Verschiebungen der Atome in der Umgebung der Versetzungslinie der krz Schraubenversetzung hinsichtlich ihrer Nominalpositionen entzieht sich damit nach aktueller Lehrmeinung einer direkten TEM-Analyse [175]. Weiterhin muss die im Verhältnis zur Größenordnung der Kenngrößen der Gitterstruktur begrenzte Präzision der Probenausrichtung erwähnt werden. Diese wird zusätzlich durch die Tatsache erschwert, dass für das Studium der Kernstruktur gerade Versetzungslinien in sehr dünnen TEM-Folien beobachtet werden müssen. Infolge der Wechselwirkungen mit der freien Oberfläche besitzen Versetzungslinien unter diesen Randbedingungen jedoch vornehmlich einen gekrümmten Charakter [174].

### **2.1.2 Gleiten von Schraubenversetzungen in krz Metallen unterhalb der Knietemperatur unter Zuhilfenahme des Kinkenpaarmechanismus**

Die hohe Peierls-Barriere der krz Schraubenversetzung erschwert unterhalb der KT das Gleiten in Gestalt eines starren Liniendefektes. Unter diesen Randbedingungen stellt das Gleiten nach dem Kinkenpaarmechanismus (KPM) eine effizientere Methode der Versetzungsbewegung dar. Der KPM kann in erster Näherung als eine Analogie zur versetzungsgetragenen Kristallplastizität angesehen werden, bei der plastische Verformung bereits bei Schubspannungen erfolgt, die deutlich unterhalb der kritischen Schubspannung liegt, die für die simultane Scherung des Kristalls berechnet wird [176]. Unterhalb der KT kontrolliert der KPM das Gleiten der Schraubenversetzung in krz Metallen.

*Seeger [177] postulierte das assistierte Gleiten nach dem KPM wie folgt: Ein kurzes Segment der Versetzungslinie mit Schraubencharakter wölbt sich lokal über die Peierls-Barriere in die nächste Gleichgewichtsposition. Die beiden Versetzungssegmente, welche den Teil der Schraubenversetzung in dem aktuellen Peierls-Tal und das kurze Segment im benachbarten Peierls-Tal verbinden, werden als Kinken bezeichnet. Diese bilden das Kinkenpaar (KP). Die Kinken des KP besitzen den Burgers-Vektor der Schraubenversetzung, der Linienvektor steht jedoch in erster Näherung orthogonal zur Versetzungslinie der Schraubenversetzung. Damit haben Kinken in Schraubenversetzungen Stufencharakter und weisen auch die für diesen Versetzungstyp charakteristische hohe Mobilität auf. Nach der Bildung eines stabilen KP gleiten die Kinken entlang der Versetzungslinie der Schraubenversetzung. In den von Kinken überstrichenen Kristallregionen ist die Schraubenversetzung um einen Elementarschritt abgeglitten. Das Gleiten nach dem KPM ist eine deutlich effizientere Methode des Gleitens der krz Schraubenversetzung gemessen an dem Aufwand für die Überwindung der Peierls-Barriere eines langen Liniensegmentes. Verglichen mit der Mobilität der Stufenversetzung in krz Metallen ermöglicht auch das Gleiten nach dem KPM nur eine eingeschränkte Beweglichkeit der Schraubenversetzung [124]. Nach aktueller Kenntnislage ist der BDT in  $W$  mit dem Gleiten der Schraubenversetzung nach dem KPM, konkret mit der Bildungsphase der KPs, in Verbindung zu bringen; siehe auch Tab. 2, Kap. 2.4.*

#### *Geometrische und thermische Kinken*

Versetzungslinien ohne eine exakt parallele Ausrichtung zu einem Peierls-Tal enthalten geometrisch bedingt Kinken. Die Kinken in der Versetzungslinie gewährleisten eine energetisch optimierte Abbildung der Lage der Versetzungslinie hinsichtlich der Ausrichtung der Peierls-Täler. Dabei verläuft der

Hauptteil der Versetzungslinie innerhalb verschiedener Peierls-Täler und die Geometrie der Versetzungslinie wird durch die Kinken realisiert. Diese Art von Kinken werden daher als geometrische Kinken bezeichnet. Geometrische Kinken sind eine Maßnahme der Minimierung der potentiellen Energie einer Versetzungslinie. Die Minimierung der potentiellen Energie der Versetzungslinie und der Versetzungslänge bestimmt die Form der Kinken [178].

Werden wie beim KPM positive und negative Kinken paarweise gebildet, gedeiht dies unter geometrischen Gesichtspunkten dem Versetzungssegment nicht zu Vorteil. Wird in Abb. 4a dem Verlauf der Versetzungslinie des rechten Beispiels entlang der eingezeichneten Pfeile gefolgt, kann nachvollzogen werden, dass die Teile der Versetzungslinie, die sich vor und nach dem KP befinden, im identischen Peierls-Tal verlaufen. Es kommt hinzu, dass Kinken in Versetzungen mit einer Zunahme der Länge der Versetzungslinie um die Summe der Beträge der Kinken verbunden sind. Dies steht in einer ersten Betrachtung im Widerspruch zu dem Bestreben einen Zustand des energetischen Minimums einzunehmen und mit diesem Ziel die Länge der Versetzungslinie möglichst kurz zu gestalten. Die Existenz von KPs ist durch die Zunahme der Unordnung der Versetzungslinie in der Gegenwart von KPs begründet, die mit einem Anstieg der Entropie verknüpft ist. In der Formulierung der Helmholtz-Energie bzw. der Gibbs-Energie geht ein Anstieg der Entropie mit einer Reduktion der Systemenergie einher. Je größer die Entropie und die Temperatur sind, desto größer ist der Betrag der Energiereduktion. Kinkenpaare werden nicht aus geometrischen Erfordernissen gebildet, sondern mit dem Antrieb der Energieminimierung durch die Schaffung von Unordnung. Abgesehen von einem idealen Zustand bei 0 K beinhalten somit Versetzungen immer KPs und für einen spannungsfreien Kristall kann die Konzentration an KPs als eine Funktion der Materialtemperatur ausgedrückt werden [179]. *Kinkenpaare sind somit Gleichgewichtsdefekte der Versetzungslinie [178]. Die Kinken eines KP werden als thermische Kinken bezeichnet und sind strikt von den geometrischen Kinken zu unterscheiden. Bei der Betrachtung des Gleitens nach dem KPM sind nur die thermischen Kinken von Bedeutung.* Wie eingangs kurz umrissen, besteht der KPM aus drei sequenziell ablaufenden Phasen: KP-Bildung, Expansion und Annihilierung.

#### *Phase 1: Kinkenpaarbildung*

Das Versetzungsgleiten nach dem KPM setzt die Bildung stabiler KPs voraus. Ein KP wird als stabil bezeichnet, wenn es trotz der anziehenden Wechselwirkung zwischen den Kinken eines KP keine kollabierende Tendenz besitzt. Die Peierls-Energie der KP-Bildung ist für W experimentell auf 2,1 eV bestimmt worden [69, 70].

Unter dem Sammelbegriff des KPM sind zwei Modelle zum sequenziellen Gleiten der Schraubenversetzung zu unterscheiden; der Ansatz für den Niederspannungsfall und das Modell für den Hochspannungsfall. Die Gültigkeit der Modelle ergibt sich aus der effektiven Schubspannung. Die Wahl des anzuwendenden Modells unterliegt somit vorrangig der Verformungstemperatur [180]. Die Behandlung der effektiven Schubspannung erfolgt in Kap. 2.1.3. Die an den Versetzungssegmenten angreifenden Peach-Köhler-Kräfte [181] wirken der anziehenden Wechselwirkung von positiver und negativer Kinke entgegen [176]. Damit agieren die Peach-Köhler-Kräfte entgegen der kollabierenden Tendenz eines KP. Hohe Kräfte bewirken eine Stabilisierung von KPs, auch bei geringen Kinkenabständen. Das Modell für den Niederspannungsfall entspricht den von Seeger [177] getroffenen Annahmen zum KPM. Im Hochspannungsfall entwickelt sich ein KP aus einer in der Versetzungslinie zu bildenden kritischen Auswölbung [178]. Beide Fälle sind in Abb. 4a dargestellt. Rechts ist der Niederspannungsfall abgebildet. Die direkte Bildung eines stabilen KPs ist die erste Phase des KPM unter den Randbedingungen des Niederspannungsfalls. Auf der linken Seite ist ein Beispiel für den Hochspannungsfall gezeigt. Die rote durchgezogene Linie repräsentiert die Geometrie der Versetzungslinie im Zustand der Ausbildung einer kritischen Auswölbung. Aus der kritischen Auswölbung

## 2 Stand der Kenntnisse

entwickelt sich im Anschluss ein stabiles KP [182]. Die roten Strichlinien beschreiben den zeitlichen Ablauf. Phase 1 der KP-Bildung ist somit im Hochspannungsfall ein zweistufiger Prozess. Zur Vereinheitlichung der Zählweise der Phasen des KPM ist in dieser Ausarbeitung die Ausbildung der kritischen Auswölbung und die Weiterentwicklung zu einem KP in einem Schritt zusammengefasst.

Obwohl mit dem Niederspannungs- und Hochspannungsansatz zwei Modelle für die KP-Bildung existieren, ist das Temperaturfenster zwischen  $K_T$  und 0 K dreigeteilt; vgl. Abb. 4b. Basierend auf dem Quotienten aus effektiver Schubspannung und Peierls-Spannung kann nach *Kiener et al.* [180] für reine krz Metalle in erster Näherung eine universelle Einteilung vorgenommen werden, also unabhängig von dem betrachteten Metall. *Regime (i) umfasst die KP-Bildung nach dem Niederspannungsmodell* und reicht von 0 bis etwa 5 % der Peierls-Spannung. Als Temperatur ausgedrückt entspricht dies dem Bereich zwischen  $K_T$  und ungefähr 80 % der  $K_T$  [180]. In diesen Grenzen ist die KP-Bildung ein vorrangig thermisch aktivierter Prozess. Die Kinken eines stabilen KPs sind klar isoliert und die anziehende Wechselwirkung zwischen den Kinken ist nur schwach ausgeprägt [179]. In Regime (i) kann das KP vereinfacht als die Summe zweier isolierter Kinken betrachtet werden. *In Regime (iii) kommt das Modell für den Hochspannungsfall zur Anwendung.* Dieses erstreckt sich von etwa 30 % der Peierls-Spannung bis zur Peierls-Spannung bzw. zwischen 35 % der  $K_T$  und dem Nullpunkt [180]. Die Ausbildung der kritischen Auswölbung ist vorwiegend spannungsinduziert und der Betrag der geleisteten mechanischen Arbeit nimmt mit abnehmender Verformungstemperatur zu [183]. Nach Formung einer kritischen Auswölbung entwickelt sich diese zu einem KP. Von diesen beiden Prozessen ist die Ausbildung der kritischen Auswölbung in der Versetzungslinie der geschwindigkeitskontrollierende Schritt [178]. In Regime (iii) existieren keine klar zu identifizierenden Kinken und die Wechselwirkungen zwischen den gegenüberliegenden Versetzungssegmenten sind stark ausgeprägt.

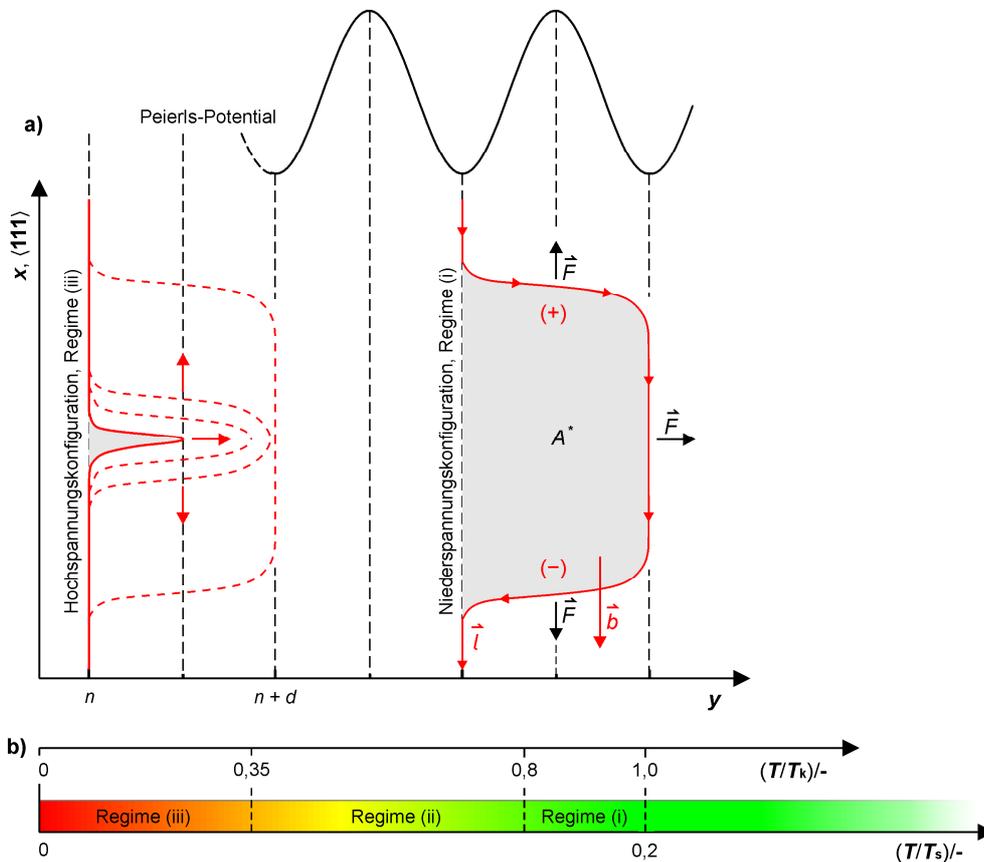
Die Existenz eines mittleren Regimes, in Abb. 4b als *Regime (ii)* gekennzeichnet, ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass hier weder das Modell für den Niederspannungsfall noch für die Hochspannungskonfiguration gültig ist [180]. Regime (ii) besitzt die Grenzen 5 – 30 % der Peierls-Spannung und 35 – 80 % der  $K_T$ . Weder die direkte KP-Bildung noch die Ausbildung einer kritischen Auswölbung können für eine valide Beschreibung des Bildungsprozesses herangezogen werden [180].

### *Phase 2: Expansion des Kinkenpaars*

Konnte ein stabiles KP gebildet werden, folgt in Gegenwart einer Schubspannung die sofortige Expansion. Als Expansion wird das entgegengesetzte Gleiten der Kinken in Richtung der jeweiligen Peach-Köhler Kraft verstanden. Da sich in der Hochspannungskonfiguration aus der kritischen Auswölbung gleichfalls ein KP entwickelt, kann im Unterschied zu der Bildungsphase die Erläuterung der Phase der Expansion ohne eine Differenzierung vorgenommen werden.

Bei der Expansion gleiten positive und negative Kinke in entgegengesetzten Richtungen parallel zum Linienvektor der Schraubenversetzung. Die Triebkraft hierfür sind die Kraftvektoren der Peach-Köhler-Kraft, die an den Kinkensegmenten angreifen. Das seitliche Gleiten der Kinken ist an die Überwindung der Peierls-Barriere zweiter Ordnung gebunden. In krz Metallen ist die Peierls-Energie zweiter Ordnung klein gegenüber der Peierls-Energie für die KP-Bildung (erster Ordnung) und gewöhnlich auch in Relation zu der thermisch bereitgestellten Energie [162]. Daraus folgt, dass die Zeitspanne, die für die Expansion des KP benötigt wird, ebenfalls kurz ist. In Relation zur mittleren Wartezeit für die Bildung eines stabilen KPs ist die Zeit vernachlässigbar, die für die Expansion aufzuwenden ist. Dies demonstriert der Vergleich der experimentellen Ergebnisse zu den Peierls-Energien erster und zweiter Ordnung in W mit hoher Reinheit: Für die Peierls-Barriere der KP-Bildung in der Schraubenversetzung wird von *Ziebart* [70] und *Brunner et al.* [69] in Übereinstimmung eine Energie von 2,1 eV gemessen. In der gleichen Studie gibt *Ziebart* [70] 0,2 eV als Peierls-Energie für

die Kinkenbewegung an. Dieser Wert ist etwas tiefer als die von *Chambers et al.* [184] berichtete Energie von 0,25 eV. Eine mögliche Erklärung für den Unterschied ist die höhere Konzentration von Fremdelementen in den Proben der zweitgenannten Studie. Durch die niedrige Gitterreibung der Stufenversetzung ist bis zu sehr tiefen Materialtemperaturen eine hohe Mobilität der Kinken gewährleistet; vgl. Kap. 5.4.3.



**Abb. 4:** Formen des Kinkenpaarmechanismus. In (a) ist ein Schnitt entlang einer Gleitebene gezeigt, die durch die Richtung  $x$  parallel zum Burgers-Vektor  $b$  und zur Gleitrichtung  $y$  definiert ist. Die roten Strichlinien im linken Beispiel geben den zeitlichen Verlauf der Entwicklung zu einem KP wieder. Die Koordinate  $n$  repräsentiert ein beliebiges Peierls-Tal und  $d$  den Betrag eines Elementarschrittes. Der Linienvektor  $l$  wird durch die Pfeile entlang der Versetzungslinie angezeigt. Die Peach-Köhler-Kräfte  $F$  sind in Schwarz eingetragen. Die grau hervorgehobenen Flächen stellen die Aktivierungsfläche  $A^*$  des ratenkontrollierenden Prozesses qualitativ dar. In (b) sind die Lagen der Regime in Bezug auf die Schmelztemperatur  $T_s$  und  $KT T_k$  eingeordnet. Der Farbbalken zeichnet die Entwicklung der CRSS in SX W nach; siehe Abb. 2, Kap. 2.1. Eigene Darstellung nach Refs. [182, 185] und Daten aus Refs. [40, 180].

In der Gegenwart einer Schubspannung erfolgt die KP-Bildung mit hoher Wahrscheinlichkeit in Richtung der Peach-Köhler-Kraft, die an der Versetzungslinie der Schraubenversetzung angreift; siehe Abb. 4a. Damit verbinden KPs den aktuellen Aufenthaltsort einer Schraubenversetzung im Peierls-Tal und das, in Bezug auf die Gleitrichtung der Schraubenversetzung, nachfolgende Peierls-Tal. Durch das KP ist die Gleitebene der Schraubenversetzung festgelegt und durch die Linienvektoren des KP und den Burgers-Vektor definiert. Oft werden nach Verformungsexperimenten an SX W Gleitlinien entlang  $\{112\}$ -Ebenen beobachtet [78, 117, 186]. Dies widerspricht der Annahme, dass Versetzungsgleiten auf den dicht gepackten Kristallebenen erfolgt. In Simulationen konnten jedoch bislang keine Anzeichen dafür gefunden werden, dass in W (ohne Re) das Gleiten der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung auf kristallographischen Ebenen erfolgt, die nicht vom Typ  $\{110\}$  sind [172, 187]. Eine Arbeit von *Marichal et al.* [188] liefert Anhaltspunkte für die Aufklärung dieses Dissens. Während in-situ Verformungsexperimente an SX W wurde eine direkte Korrelation zwischen dem

Gleiten auf  $\{110\}$ -Ebenen und dem Auftreten von  $\{112\}$ -Gleitlinien festgestellt [188]. Dies demonstriert, dass aller Wahrscheinlichkeit nach in  $W$  zwischen der wahren atomistischen und der scheinbaren mikroskopischen Gleitebene zu unterscheiden ist.

### *Phase 3: Auslöschung des Kinkenpaars*

Die seitliche Expansion der KPs endet an den Kinken der benachbarten KPs. Das Zusammentreffen von positiver Kinke des einen und negativer Kinke des anderen KP bewirkt die Auslöschung des KP. In den von den Kinken überstrichenen Regionen ist die Versetzungslinie der Schraubenversetzung um einen Elementarschritt abgeglitten.

## **2.1.3 Zerlegung der kritischen Schubspannung in einen thermischen und athermischen Anteil und über die zugrundeliegenden Gitterdefekte**

Die kritische Schubspannung (CRSS) von Metallen wird stark von der Herstellhistorie beeinflusst. Mit den dargelegten Informationen über die Rolle der effektiven Schubspannung auf die Bildungsphase im KPM könnte zu dem Fazit gelangt werden, dass diese von der Herstellhistorie beeinflusst ist. Bei der Diskussion der CRSS muss jedoch zwischen einem thermischen und athermischen Anteil der CRSS unterschieden werden. Nur die Höhe des thermischen Anteils der CRSS, die effektive Schubspannung, ist für die KP-Bildung maßgeblich.

*Nach Seeger [189, 190] besteht die direkt im Experiment zu messende CRSS unterhalb der  $KT$  aus zwei unabhängigen Komponenten. (i) Der athermische Anteil der kritischen Schubspannung ist lediglich indirekt über dem Schubmodul<sup>5</sup> und im Vergleich zur Entwicklung der CRSS nur geringfügig von der Materialtemperatur beeinflusst [164]. Häufig wird der athermische Anteil für einen gegebenen Materialzustand dem Präfix entsprechend als temperaturunabhängige Konstante angenommen. Der Ursprung der athermischen Komponente ist in langreichweitigen Wechselwirkungen der Versetzung mit umgebenen Gitterdefekten begründet [178]. Dies sind vorrangig Spannungsfelder andere Versetzungen oder Wechselwirkungen mit Korngrenzen [164] und ist damit der Mikrostruktur zuzuordnen. Die Hindernisenergie dieser Gitterdefekte ist hoch und das Überwinden langreichweitig wechselwirkender Defekte wird als nicht thermisch aktivierbar angenommen. Daraus kann die essentielle Folgerung gezogen werden, dass der Betrag der CRSS, der dem athermischen Anteil zugeordnet werden kann, keine Sensitivität gegenüber der Belastungsrate aufweist. (ii) Der thermische Anteil der CRSS ist eine Funktion der Verformungstemperatur und der plastischen Dehnrates. In dieser Ausarbeitung wird der thermische Anteil der CRSS als effektive Schubspannung bezeichnet. Die effektive Schubspannung repräsentiert Wechselwirkungen mit Hindernissen, welche durch thermische Fluktuationen, also mittels eines temporären Anstiegs der Energie, überwunden werden können. Diese temporäre Zunahme der Energie wird in Festkörpern mit einem lokal begrenztem Anstieg der Phononenkonzentration erklärt, ausgelöst durch Interferenz in den Schwingungen des Kristallgitters [191]. Hierdurch ist die Dehnratesensitivität der effektiven Schubspannung erklärbar. Arsenault [192] gibt als obere Grenze der thermischen Aktivierbarkeit ein Spannungsfeld mit der Ausdehnung von etwa 10 Burgers-Vektoren an. Defekte, die über größere Entfernungen mit der Versetzung wechselwirken können nicht durch thermische Fluktuationen überwunden werden und sind zu den langreichweitig-wechselwirkenden Hindernissen zu zählen. Zu den kurzreichweitig wechselwirkenden Gitterdefekten zählt in erster Linie die Periodizität des Kristallgitters als solche. In Kombination*

---

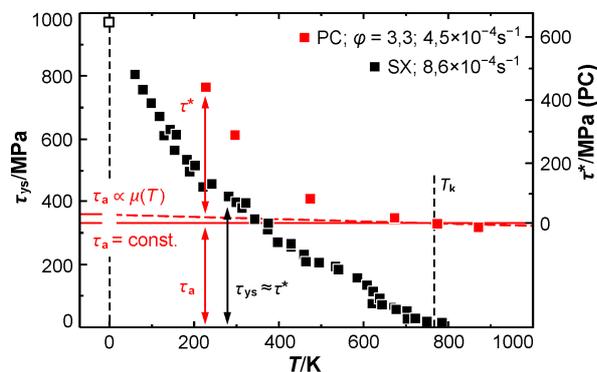
<sup>5</sup> Durch die Abhängigkeit des Schubmoduls von der Materialtemperatur ist damit die athermische Komponente strenggenommen keine Materialkonstante. Dies ist in Abb. 5 durch eine rote gestrichelte Linie verdeutlicht. Diese Abnahme der Höhe des athermischen Anteils setzt sich oberhalb der  $KT$  fort.

mit der Kerngeometrie der Schraubversetzung entspricht die periodische Struktur des Kristallgitters dem effektiven Widerstand des Gitters, also der Gitterreibung. *Schulze et al.* [164] zählen ebenfalls einzelne Fremdatome zu den kurzreichweitigen Gitterdefekten.

Eine eingehende Analyse des KPM setzt Kenntnis über die effektive Schubspannung voraus. Dafür wird eine Methode benötigt, die es ermöglicht, die direkt experimentell zugänglichen Ergebnisse der CRSS in beide Komponenten zu zerlegen. Nach *Seeger* [189] ist die CRSS die Summe aus effektiver Schubspannung und dem athermischen Anteil. Die Zerlegung der bestimmten CRSS gestaltet sich daher unkompliziert per Subtraktion und der Betrag der effektiven Schubspannung kann mittels der Formulierung

$$\tau^*(T, \dot{\gamma}_{pl}) = \tau_{ys} - \tau_a(\mu, \varphi) \quad (1)$$

ermittelt werden, wobei  $\tau_a$  die athermische Komponente der CRSS ist und  $\tau_{ys}$  die CRSS. Die in den Klammern angegebenen Variablen weisen auf Einflussfaktoren hin und sind nicht als Bestandteil der Funktion zu verstehen. Hierbei ist  $T$  die Materialtemperatur,  $\dot{\gamma}_{pl}$  die plastische Verformungsrate,  $\mu$  der Schubmodul und  $\varphi$  der Umformgrad als Repräsentant der Produktionshistorie. Die CRSS unterliegt allen diesen aufgeführten Einflussfaktoren. Die hier vorgenommene Aufzählung ist nur für Reinelemente vollständig. Bei einer Kontamination mit oder der gezielten Zugabe von Fremdelementen sind weiterhin die Folgen einer möglichen Mischkristallbildung oder durch die Ausscheidung von Partikeln zu berücksichtigen. Während die Mischkristallbildung eher hinsichtlich der effektiven Schubspannung von Interesse ist [193], ist der Beitrag von Partikeln zu der CRSS dem athermischen Anteil zuzurechnen.



**Abb. 5:** Komponenten der kritischen Schubspannung. Die CRSS  $\tau_{ys}$  für W im SX bzw. PC Zustand ist über der Temperatur  $T$  aufgetragen. Die plastische Dehnrates der Experimente ist der Legende zu entnehmen. Die athermische Komponente  $\tau_a$  ist an der KT  $T_k$  abgetragen. Dabei beruht die KT auf den Daten zu SX W und trifft damit wahrscheinlich nicht die KT für die Verformungsbedingungen der Experimente an PC W. Die rote Linie zeigt den athermischen Anteil als Konstante, die Strichlinie als Funktion des Schubmoduls  $\mu$  bzw. der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls. Die Strichlinie wurde nach *Seeger et al.* [194] [Gl. 41] und den Angaben zum Schubmodul aus Ref. [1] angenähert. Die effektive Schubspannung  $\tau^*$  des PC Materials kann direkt auf der rechten Ordinate abgelesen werden. Für SX W entspricht die effektive Schubspannung in erster Näherung der CRSS. Daten für SX W aus *Brunner et al.* [40], für PC W aus *Bonk et al.* [195]. Für die Berechnung hinsichtlich PC W wurden die Werte der Fließspannung bei 0,2 % plastischer Dehnung durch einen Taylor Faktor von 3,0 dividiert [196].

In Abb. 5 ist die Natur der CRSS in W verdeutlicht. Für zwei Zustände ist der Verlauf der CRSS unter quasi-statischer Belastung über der Prüftemperatur dargestellt. Die schwarzen Datenpunkte zeigen den Verlauf für hochreines SX W mit geringer Versetzungsdichte [197], wie von *Brunner et al.* [40] festgestellt. Der Einkristall war in der Zone maximalen Schmid-Faktors orientiert; vgl. Abb. 2a. Die Ergebnisse von *Bonk et al.* [195] zu hochgradig warmgewalzten W mit technischer Reinheit sind in Rot eingezeichnet. Die Zugrichtung war parallel zu der Walzrichtung des Bleches orientiert. Einkristallines W bietet der plastischen Verformung oberhalb der KT von etwa 775 K annähernd keinen Widerstand. Es wird eine CRSS von lediglich 10 MPa abgetragen [40]. In erster Näherung entspricht dieser Wert dem athermischen Anteil der CRSS im SX Zustand. Nach der Unterschreitung der KT

wird eine Zunahme der CRSS gemessen. Diese Zunahme ist die Konsequenz des Erfordernisses einer thermischen Aktivierung der Bewegung der Schraubenversetzung. Damit kontrolliert in SX W die effektive Schubspannung die CRSS. In diesem speziellen Fall kann in erster Näherung die effektive Schubspannung mit der gemessenen CRSS gleichgesetzt werden. Für PC W sind diese Betrachtungen nicht valide. In dem gewählten Beispiel für hochgradig warmgewalztes W beträgt die CRSS auch bei hohen Prüftemperaturen noch mehrere hundert MPa. In dieser Ausarbeitung wird die CRSS an der KT dem athermischen Anteil der CRSS zugeordnet; vgl. Abb. 5. An der KT wird für die Proben von *Bonk* [196] ein Wert von rund 320 MPa gefunden. Damit trägt anders als im Beispiel von SX W in PC Materialien der athermische Anteil signifikant zu der CRSS bei. Als Begründung ist die fundamental zu SX W abweichende Mikrostruktur anzuführen. Das in Abb. 5 demonstrierte Schema der Separation ist die Grundlage für eine Diskussion von thermodynamischen Größen im Kontext des KPM. Der KPM beschreibt das Gleiten der Schraubenversetzung über kurzreichweitig wechselwirkenden Hindernisse. Damit ist auch nur die effektive Schubspannung für die Aktivierung des KPM von Bedeutung.

#### **2.1.4 Thermodynamische Betrachtung der thermischen Aktivierung des Gleitens von Versetzungen über kurzreichweitige Hindernisse**

In krz Metallen stellt das Kristallgitter selbst ein nennenswertes Hindernis für das Gleiten der Schraubenversetzung dar. Die Periodizität des Gitters entlang der Gleitrichtung führt zu einer Energielandschaft der potentiellen Energie der Versetzungslinie, bekannt als Peierls-Potential [161]. Das Peierls-Potential ist als eine kontinuierliche Abfolge von Energieminima und -maxima aufzufassen; siehe Abb. 4a. Der Widerstand, den die Peierls-Barriere dem Gleiten der Versetzung entgegenstellt, beträgt zweimal der Amplitude der Potentialfunktion und wird als Peierls-Energie oder in Form der Peierls-Spannung angegeben [198]. Per Definition ist die Peierls-Spannung proportional zu der ersten Ableitung des Peierls-Potentials am Wendepunkt [178]. Oberhalb der KT wird die Peierls-Barriere mit einer ausreichenden Wahrscheinlichkeit durch thermische Fluktuationen überwunden und das Gleiten der Schraubenversetzung ist vollständig thermisch aktiviert. *Sofern möglich, wird unterhalb der KT die Energie für die Überwindung der Peierls-Barriere in der benötigten Häufigkeit pro Zeiteinheit in einer Art von selbstbalancierendem System aus thermischer Energie und mechanischer Arbeit bereitgestellt.* Die Kompensation der thermischen Energie durch mechanische Arbeit ist die Quelle der Abhängigkeit der effektiven Schubspannung von der Verformungstemperatur und damit für die Existenz eines BDT. Auch die Dehnratensensitivität der Fließspannung in krz Metallen ist auf diesen Mechanismus zurückzuführen.

##### *Helmholtz- und Gibbs-Energie der Aktivierung, mechanische Arbeit*

Die Aktivierung von Versetzungsgleiten setzt das Überwinden der Peierls-Barriere voraus. Ist die Schubspannung nicht ausreichend, die Peierls-Spannung auf einer rein mechanischen Weise zu überwinden, tritt gleichwohl mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit Versetzungsgleiten ein. Die Ursache hierfür ist die Möglichkeit der thermischen Aktivierung von Versetzungsgleiten, also in Folge von thermischen Fluktuationen. Die Frequenz der Versuche die Peierls-Barriere rein thermisch oder thermisch spannungsassistiert zu überwinden kann in erster Näherung in der Größenordnung der Debye-Frequenz angenommen werden [199]; vgl. *Jani et al.* [200] hinsichtlich Ergebnisse zu W. *Die Rate an erfolgreichen Überwindungen der Peierls-Barriere (Nettorate) ist von der Versuchsfrequenz (Bruttorate) zu unterscheiden.* Für einen gegebenen Materialzustand variiert die Nettorate mit der Materialtemperatur und unterliegt darüber hinaus unterhalb der KT dem Einfluss der Verformungsrate.

Die Beschreibung der Nettorate als Funktion der Temperatur und der aufgetragenen Schubspannung erfordert Kenntnis über die involvierten thermodynamischen Größen und ihrer Wechselbeziehungen. Nach *Hull et al.* [124] kann die Peierls-Energie als eine Helmholtz-Energie der Aktivierung für das Versetzungsgleiten ausgedrückt werden. Weiterhin wird ausgeführt, dass

$$\Delta F^* = \Delta G^* + \tau^* V^* \quad (2)$$

sei, wobei  $\Delta G^*$  die Gibbs-Energie der Aktivierung ist und der zweite Term das Produkt aus effektiver Schubspannung  $\tau^*$  und dem effektiven Aktivierungsvolumen der Versetzungsbewegung  $V^*$  ist. Diese Aufteilung impliziert, dass die Helmholtz-Energie der Aktivierung in zwei Arten bereitgestellt werden kann. Die Gibbs-Energie der Aktivierung repräsentiert hierbei den Beitrag der thermischen Energie. Der zweite Term entspricht der mechanischen Arbeit, die an der Versetzungslinie geleistet wird. Die jeweiligen Beträge der Energie, die thermisch und/oder mechanisch aufgebracht werden unterliegen für ein gegebenes Material stark den experimentellen Randbedingungen, namentlich der plastischen Dehnratesensitivität und der Prüftemperatur. Hinsichtlich der involvierten Energien bei der Aktivierung müssen bei der Betrachtung der Versetzungsbewegung der krz Schraubenversetzung zwei Fälle differenziert werden. Die Abgrenzung der nachfolgenden beschriebenen zwei Fälle erfolgt mit der KT. Experimentelle Ergebnisse zur Entwicklung der effektiven Schubspannung und der Dehnratesensitivität der Fließspannung in SXW von *Brunner* [201] zeigen direkte Evidenz, dass mit dem Über- oder Unterschreiten der KT eine Veränderung im Materialverhalten eintritt. Unterhalb der KT nimmt sowohl die effektive Schubspannung als auch die Dehnratesensitivität mit zunehmender Prüftemperatur ab. Mit dem Erreichen der KT gehen beide Kennwerte gegen null und verbleiben auf diesem Level, sofern SX Materialien untersucht werden.

Fall (i) beschreibt das Gleiten von krz Schraubenversetzungen oberhalb der KT. Oberhalb der KT ist Versetzungsgleiten vollständig thermisch aktiviert. Die Rate, mit der es den Versetzungen möglich wäre die Peierls-Barriere ausschließlich infolge von thermischen Fluktuationen zu überwinden übersteigt die Rate der erforderlichen Aktivierungen für die Abbildung der von außen aufgezwungenen Lastrate. In dieser Konstellation ist die Aktivierung der Versetzungsbewegung allein durch thermische Fluktuationen getragen<sup>6</sup>. Somit ist auch die Lage der KT von der Lastrate beeinflusst und nicht als eine Konstante zu verstehen. Unter den von *Brunner* [201] gewählten quasi-statischen Verformungsbedingungen wird für hochreines W die KT um 775 K gefunden. Eine Abschätzung der Verschiebung der KT mit schnellerer bzw. reduzierter Dehnratesensitivität wird in dieser Ausarbeitung in Kap. 5.4.3, Abb. 50 vorgenommen. Werden die von *Meyers* [12] definierten Grenzen der quasi-statischen Belastung als Grundlage genommen, diese sind  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  hinsichtlich der Abgrenzung zur Kriechverformung und  $5 \text{ s}^{-1}$  als untere Grenze der dynamischen Belastung, variiert die KT in hochreinem W in dem Temperaturfenster 600 – 1000 K, sofern die Abschätzung auf Basis der von *Brunner* [201] dokumentierten Daten erfolgt. Die Konzentration an Fremdelementen sollte ebenfalls die Lage der KT beeinflussen; siehe *Šesták et al.* [96] bezüglich der Ergebnisse zu reinem  $\alpha$ -Fe und einer Fe6Si-Legierung.

Fall (ii) beschreibt das Gleiten der krz Schraubenversetzung unterhalb der KT. Unterhalb der KT ist die Energie der thermischen Fluktuationen allein nicht ausreichend, um die Bewegung der Schraubenversetzung mit der erforderlichen Wahrscheinlichkeit zu aktivieren. Oder in Raten ausgedrückt: Die Nettorate der Überwindungen der Peierls-Energie ausschließlich auf Basis der thermischen Energie ist geringer als die von außen aufgezwungenen Rate der Verformung. Tatsächlich, ist jedoch für die Nettorate nicht die Peierls-Energie maßgeblich. Nach den Ausführungen von *Anderson et al.*

<sup>6</sup> Diese Situation gilt Grundsätzlich für die Bewegung der Schrauben- und Stufenversetzung in krz Metallen [198] und in der Regel auch für das Gleiten der Stufenversetzung in krz Metallen [124]. Verformungsexperimenten nahe dem absoluten Nullpunkt seien bei dieser Betrachtung ausgenommen.

## 2 Stand der Kenntnisse

[179] folgt die Nettorate der Aktivierung der Entwicklung einer mit dem Arrhenius-Exponenten verwandten Exponentialfunktion in der Formulierung

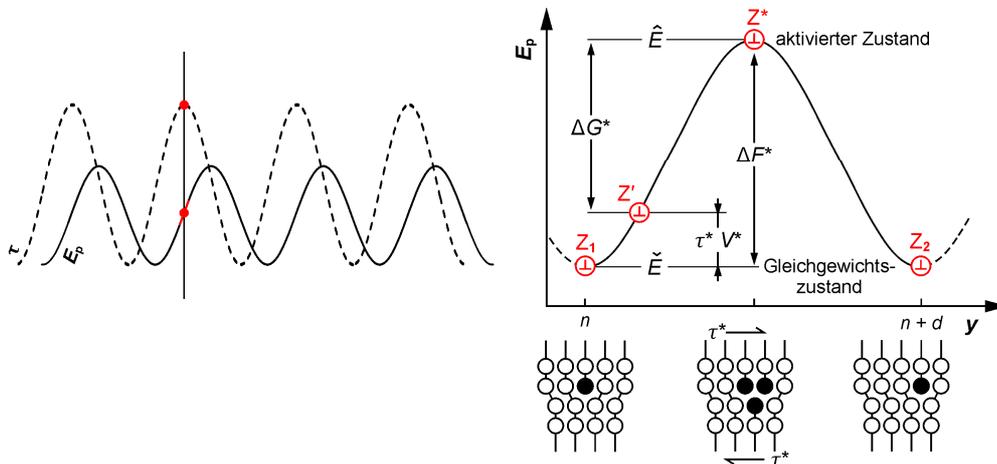
$$\left\{ \begin{array}{l} P \\ J \\ \bar{v}_m \\ \dot{\epsilon}_{pl} \end{array} \right\} \propto \exp\left(-\frac{\Delta F^* - \tau^* V^*}{k_B T}\right) \quad (3)$$

wobei  $\Delta F^*$  die Helmholtz-Energie der Aktivierung und  $\tau^* V^*$  die mechanische Arbeit sind. Das Produkt aus Boltzmann-Konstante  $k_B$  und der Verformungstemperatur  $T$  bildet identisch zur Arrhenius-Beziehung den Nenner. Die Exponentialfunktion kontrolliert eine Vielzahl von Eigenschaften in krz Metallen [179]. Hier sollen Erwähnung finden: Die Wahrscheinlichkeit  $P$  für die Bildung eines stabilen KP pro Versuch (Gitterschwingung), die Nettorate  $J$  der KP-Bildung, sowie die mittlere Gleitgeschwindigkeit  $\bar{v}_m$  der Schraubenversetzung. Limitiert die krz Schraubenversetzung auch die Gleitgeschwindigkeit der angrenzenden Versetzungssegmente mit Stufencharakter [161], kann auf Basis der Orwan-Gleichung die begonnene Aufzählung auch um die plastische Dehnrate  $\dot{\epsilon}_{pl}$  als makroskopisches Merkmal erweitert werden [181]. Bei konstanter Peierls-Energie und Temperatur kontrolliert die mechanisch geleistete Arbeit die aufgelisteten Eigenschaften. Die Differenz aus Helmholtz-Energie der Aktivierung und der mechanischen Arbeit kann nach Gl. 2 als Gibbs-Energie der Aktivierung geschrieben werden. Somit nimmt mit abnehmendem Betrag der thermisch aufzubringenden Restenergie für die Aktivierung die Nettorate und damit die Mobilität der krz Schraubenversetzung zu. Diese Trends sind nur vor dem Hintergrund einer konstanten Peierls-Energie und Verformungstemperatur zu verstehen.

Unter physikalischen Gesichtspunkten vertritt der Autor dieser Ausarbeitung den Standpunkt, dass der Kausalzusammenhang zwischen dem Betrag der thermischen Energie und dem Umfang der mechanischen Arbeit genau umgedreht ist. Der Zugversuch eines elastisch ideal-plastischen Materials mit krz Gitterstruktur, welches arm an Gitterdefekten ist, soll hierfür den Rahmen der Erläuterung bieten. Die Verformung erfolgt mit einer konstanten Dehnrate. Als Folge der Belastung wird zunächst ein linearer Anstieg der Spannung über der Dehnung beobachtet, wobei die Spannungsantwort auf der Auslenkung der Atome aus ihrem Gleichgewichtsabstand beruht. Dabei nimmt die potentielle Energie des Systems mit dem Quadrat der Auslenkung zu [181]. Das Erreichen der Fließspannung charakterisiert den Zustand, in dem eine weitere Kompensation der Verlängerung des Probenkörpers nicht durch eine zusätzliche Auslenkung der Atome realisiert wird; bei elastisch ideal-plastischem Materialverhalten. Die Versetzungsbewegung wird in diesem Zustand einer weiteren Abweichung der Atompositionen von den Gleichgewichtslagen vorgezogen. Damit ideal plastisches Materialverhalten eingestellt werden kann, muss die von der Versetzungsbewegung getragene plastische Dehnrate, der Dehnrate entsprechen, die durch die Prüfmaschine aufgezwungen wird.

Nach der Erläuterung der Randbedingungen für dieses Gedankenexperiment sei darauf hingewiesen, dass dieses auf Fall (ii) beruht, also dem Gleiten der Schraubenversetzung unterhalb der KT des Modellmaterials. Es ist bereits ausgeführt worden, dass unter diesen Randbedingungen die Wahrscheinlichkeit der rein thermischen Aktivierung des Gleitens der krz Schraubenversetzung geringer ist, als dies für eine vollständige Kompensation der aufgezwungenen Dehnrate erforderlich wäre. Damit es nicht zu einem fortgesetzten Anstieg der Spannung kommt und in finaler Konsequenz Materialversagen eintritt, muss die Wahrscheinlichkeit der Aktivierung des Versetzungsgleitens das Level der rein thermischen Aktivierung übersteigen. Nach Gl. 3 ist bei konstanter Peierls-Energie und Temperatur hierfür eine Reduktion der Gibbs-Energie der Aktivierung notwendig. Dies wird durch die Zunahme der potentiellen Energie der Versetzungslinie infolge der Schubspannung er-

reicht. Die Schubspannung, bei der ein Gleichgewicht aus externer und plastischer Dehnrage hergestellt wird, entspricht der effektiven Schubspannung. Dieser selbstbalancierende Mechanismus erklärt den Fakt der Duktilität von krz Metallen unterhalb der KT. Unter diesen Modellbedingungen kennzeichnet der BDT in erster Näherung die Temperatur bei der die mit der effektiven Schubspannung verbundene Zunahme der potentiellen Energie die Bindungsenergie übersteigt.



**Abb. 6:** Thermodynamische Betrachtung des Gleitens von Versetzungen. Eine Periode des Peierls-Potential  $E_p$  ist über der Gleitrichtung  $y$  aufgetragen. Die energetisch äquivalenten Zustände  $Z_1$  und  $Z_2$  mit der Energie  $\check{E}$  stellen Peierls-Täler dar. Diese sind räumlich, entlang der Gleitrichtung durch die elementare Schrittweite  $d$  und unter thermodynamischen Gesichtspunkten durch die Höhe der Energie der Peierls-Barriere  $\hat{E}$ , angegeben als Helmholtz-Energie der Aktivierung  $\Delta F^*$ , getrennt. Die Helmholtz-Energie der Aktivierung, die benötigt wird, um die Peierls-Barriere  $Z^*$  zu überwinden, ist in Gibbs-Energie der Aktivierung  $\Delta G^*$  und die mechanische Arbeit  $\tau^* V^*$  aufgeteilt. Die effektive Schubspannung  $\tau^*$  leistet im Produkt mit dem effektiven Aktivierungsvolumen  $V^*$  eine Arbeit, durch die die Versetzungslinie aus der Gleichgewichtsposition  $Z_n$  auf das Energieniveau der Position  $Z'$  gebracht wird. Einzelne Abbildungen nach Refs. [124, 156, 181, 199]; erweiterte Darstellung.

Der Beitrag der mechanischen Arbeit hinsichtlich der Verformbarkeit von krz Metallen soll nachfolgend verdeutlicht werden. Im Hinblick auf die BDT in W als Gegenstand dieser Ausarbeitung ist festzuhalten, dass bei der Diskussion ausschließlich Fall (ii) von Bedeutung ist, also Versetzungsgleiten an der BDT-Temperatur stets als das Resultat von thermischer Energie und mechanischer Arbeit aufzufassen ist. Es sei darauf hingewiesen, dass das in Abb. 6 gezeigte kinematische Beispiel auf Basis einer Periode des Peierls-Potentials nur für starre Versetzungslinien gültig ist<sup>7</sup>. Die Phase der angenommenen Sinusfunktion [178] ist so gewählt, dass Beginn und Ende der abgebildeten Periode des Peierls-Potentials mit dem Minimum der potentiellen Energie  $\check{E}$  der Versetzungslinie übereinstimmen. Die Peierls-Energie beträgt zweimal die Amplitude der Sinusfunktion. Der Zustand  $Z_1$  repräsentiert die Linie einer Stufenversetzung in einer mit  $n$  gekennzeichneten beliebigen Gleichgewichtsposition der Versetzungslinie. Der Zustand  $Z_2$  am Ende der dargestellten Periode sei eine unmittelbar auf  $n$  folgende Gleichgewichtsposition mit  $d$  als Betrag des Abstandes zu  $Z_1$ . Im spannungsfreien Zustand sind  $Z_1, Z_2$  Gleichgewichtspositionen und damit energetisch äquivalent. Wirkt eine Schubspannung nimmt die Versetzungslinie den Zustand  $Z'$  an, welcher mit einer höheren potentiellen Energie als am Minimum verbunden ist. Durch die Schubspannung ist der Reaktionspfad auf  $Z' \rightarrow Z_2$  festgelegt. Bevor die Versetzungslinie von  $Z'$  in den Gleichgewichtszustand  $Z_2$  übertreten kann, ist der aktivierte Zustand  $Z^*$  einzunehmen bzw. die damit verbundene Barrierenenergie  $\hat{E}$  zu überwinden. Aus Abb. 6 wird ersichtlich, dass im Zustand  $Z'$  die Energiedifferenz zum aktivierten Zustand  $Z^*$  geringer als die Peierls-Energie ist. *Da somit die aufzubringende thermische Energie geringer ausfällt, ist bei der gleichen Verformungstemperatur und Versuchsfrequenz (Debye-Frequenz) auch die Nettorate der erfolgreichen Überwindungen der Peierls-Barriere größer.* Nach einem

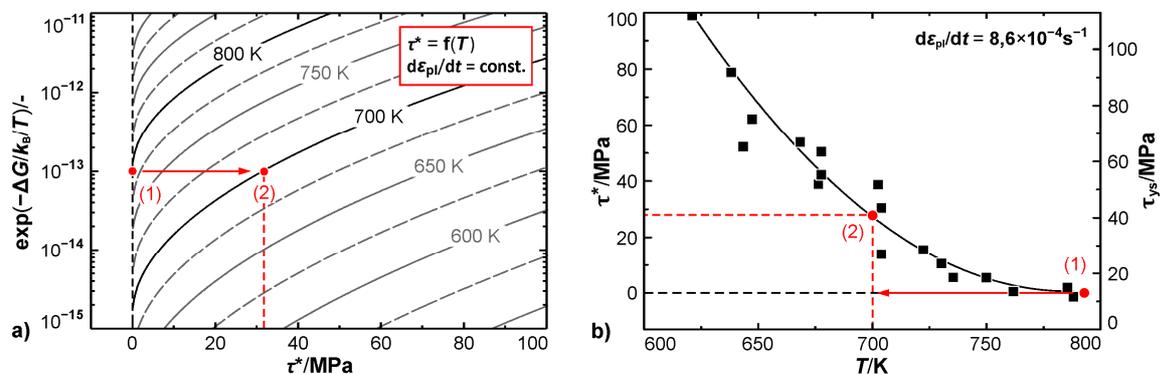
<sup>7</sup> D. Kiener (Österreichische Akademie der Wissenschaften, Erich-Schmid-Institut, Leoben): Persönliche Kommunikation

## 2 Stand der Kenntnisse

erfolgreichen Event hat sich die Versetzungslinie um einen Elementarschritt entlang der Gleitrichtung weiterbewegt und liegt in der nächsten Gleichgewichtsposition (für einen dann angenommenen spannungsfreien Kristall). Die Zeit, in der im Mittel eine Überwindung der Barriere erfolgt, wird also von der Gibbs-Energie der Aktivierung bestimmt, bzw. von der Anzahl der Versuche, die im Durchschnitt benötigt werden, um den Restbetrag der Peierls-Energie durch kohärente thermische Fluktuation bereitzustellen.

### Beispiel (i): Konstante Dehnrage, Änderung der Prüftemperatur

Nachfolgend werden zwei Beispiele betrachtet, um ein besseres Verständnis der Gesetzmäßigkeiten in diesem selbstbalancierenden System zu generieren. Für die Diskussion des Einflusses der Materialtemperatur auf die Höhe der Gibbs-Energie der Aktivierung ist in Beispiel (i) ein Versuchsprogramm erdacht worden, dass zwei Zugversuche umfasst. Beide Experimente erfolgen mit einer identischen plastischen Dehnrage, jedoch bei unterschiedlichen Prüftemperaturen. Die hier getätigten Berechnungen und der Vergleich mit experimentellen Daten basiert auf den von Brunner [201] berichteten Ergebnissen zu den Verformungseigenschaften von hochreinen W Einkristallen.



**Abb. 7:** Approximation der Entwicklung des Arrhenius-Exponenten und abhängiger Größen; Beispiel (i). In (a) ist das Ergebnis des Arrhenius-Exponenten bestehend aus der Gibbs-Energie der Aktivierung  $\Delta G$ , Boltzmann-Konstanten  $k_B$  und Temperatur  $T$  über der effektiven Schubspannung  $\tau^*$  aufgetragen. Die Kurven repräsentieren Isothermen der Exponentialfunktion. In (b) ist die Entwicklung der effektiven Schubspannung über die Prüftemperatur bei konstanter Dehnrage  $d\epsilon_{pl}/dt$  gezeigt. Diagramm (a) eigene Berechnungen und Darstellung mit Daten aus Brunner [201]. Abbildung (b) nach Ref. [201].

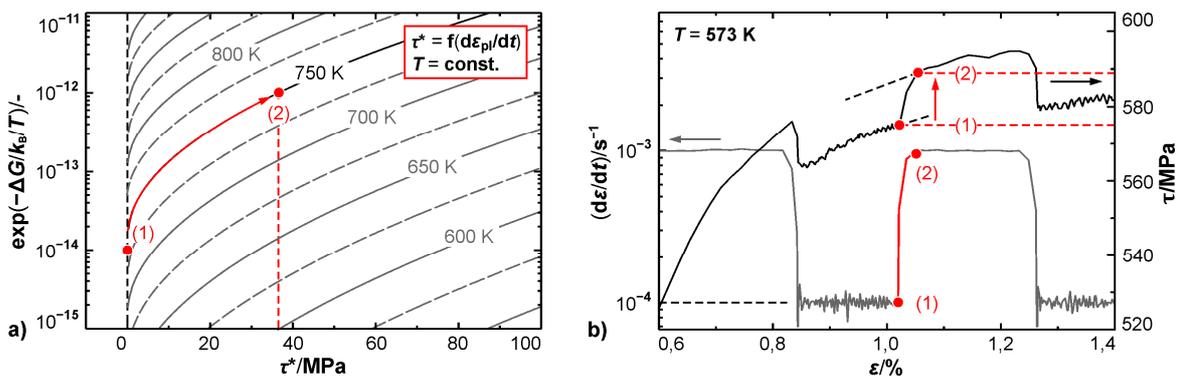
In Abb. 7a sind Kurven gleicher Prüftemperatur über den Betrag der effektiven Schubspannung eingezeichnet. Die Isothermen bilden die Entwicklung der Nettorate der KP-Bildung bei den vermerkten Temperaturen ab. Zur Berechnung der eingezeichneten Verläufe wurde für verschiedene Temperaturen die Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung als Funktion der effektiven Schubspannung berechnet; vgl. Kap. 4.4.2 hinsichtlich der Anwendung des EI-Modells. Als Randbedingung der Experimente in Beispiel (i) sei angenommen, dass eine erfolgreiche Kompensation der aufgezwungenen Dehnrage mittels Versetzungsgleiten eine Wahrscheinlichkeit der Überwindung des aktivierten Zustands erfordert, welche dem Ergebnis der Exponentialfunktion von  $10^{-13}$  entspricht. *Experiment 1 erfolgt bei einer Prüftemperatur von 800 K.* Der Erwartungswert der effektiven Schubspannung für Experiment 1 wird in Abb. 7a wie folgt ermittelt: (i) Die Isotherme der Temperatur 800 K wird identifiziert. (ii) Der Isothermen wird gefolgt, bis diese einen Wert von  $10^{-13}$  annimmt. Dieser Punkt ist mit (1) markiert. (iii) Danach kann die effektive Schubspannung an der Position (1) abgetragen werden. Für Experiment 1 beträgt der Erwartungswert der effektiven Schubspannung 0 MPa. Somit kann geschlossen werden, dass unter den Verformungsbedingungen von Experiment 1 sich die KT unterhalb von 800 K befinden muss. Diese Folgerung wird durch den Verlauf der effektiven Schubspannung über der Temperatur in Abb. 7b bestätigt. *Für Experiment 2 ist die Temperatur auf 700 K reduziert.* Damit ist in Abb. 7a die Isotherme für 700 K zu wählen. Als Position (2) ist der

Schnittpunkt der Isothermen mit  $10^{-13}$  markiert und spiegelt die Verformungsbedingungen von Experiment 2 wider. Die effektive Schubspannung für Experiment 2 beträgt etwa 30 MPa. Dies zeigt an, dass unter den Verformungsbedingungen von Experiment 2 die KT größer als 700 K ist. In den experimentellen Daten von Brunner [201], die den Graphen zugrunde liegen, wird die KT mit 775 K festgestellt.

Das oben dargelegte Schema gestattet die Betrachtung der Gründe, die zu dem Anstieg der effektiven Schubspannung zwischen Experiment 1 und Experiment 2 führen: (i) Die Abnahme der Materialtemperatur um 100 K verringert die Wahrscheinlichkeit für eine erfolgreiche Überwindung der Peierls-Barriere pro Gitterschwingung. (ii) Bei unveränderter Versuchsfrequenz, also identischer Bruttoreate, sinkt somit die Nettorate der erfolgreichen thermisch assistierten Überwindungen der Peierls-Barriere pro Zeitintervall. (iii) Da die Versuchsfrequenz für Experiment 1 und Experiment 2 gleich ist, muss jedoch die Wahrscheinlichkeit weiterhin proportional  $10^{-13}$  sein, da auch die aufgezwungene Dehnrates konstant ist, d. h. die Wahrscheinlichkeit für die erfolgreiche Überwindung der Peierls-Barriere bei 700 K muss zur Kompensation der aufgezwungenen Dehnrates ungeachtet der reduzierten Temperatur der Wahrscheinlichkeit für 800 K entsprechen. (iv) Da die thermisch bereitgestellte Energie pro Versuch von der Materialtemperatur bestimmt wird, ist ein Absinken der Wahrscheinlichkeit nur durch eine ebenfalls verringerte Gibbs-Energie der Aktivierung zu verhindern. (v) Die Peierls-Energie ist jedoch nicht durch die veränderte Prüftemperatur beeinflusst und das Defizit in thermischer Energie muss durch einen Anstieg der geleisteten mechanischen Arbeit kompensiert werden. (vi) Die Folge der Zunahme des mechanischen Anteils bei der Überwindung der Peierls-Energie ist die Zunahme der effektiven Schubspannung; wie in Abb. 7b dokumentiert.

*Beispiel (ii): Variation der Dehnrates, konstante Prüftemperatur*

Das Verhältnis der Beträge von Gibbs-Energie der Aktivierung und mechanischer Arbeit ist unterhalb der KT weiterhin eine Funktion der aufgezwungenen Dehnrates. Analog zu Beispiel (i) soll dies ebenfalls anhand zweier Zugversuche verdeutlicht werden. Die Prüftemperatur beträgt in Beispiel (ii) konstant 750 K jedoch wird die Dehnrates zwischen Experiment 1 und Experiment 2 geändert.



**Abb. 8:** Approximation der Entwicklung des Arrhenius-Exponenten und abhängiger Größen; Beispiel (ii). In (a) ist das Ergebnis des Arrhenius-Exponenten bestehend aus Gibbs-Energie der Aktivierung  $\Delta G^*$ , Boltzmann-Konstanten  $k_B$  und der Verformungstemperatur  $T$  über dem thermischen Anteil der Schubspannung  $\tau^*$  aufgetragen. Die Kurven zeigen Isothermen der Exponentialfunktion. In (b) ist die Entwicklung der Fließspannung bei der Änderung der plastischen Dehnrates  $d\varepsilon_{pl}/dt$  unter Beibehaltung der gewählten Prüftemperatur gezeigt. Hinsichtlich der Berechnung des Verlaufs der Schubspannung wurden die Werte der Fließspannung ( $\tau$ ) durch einen Taylor-Faktor von 3,0 dividiert. Eigene Abbildungen; experimentelle Daten für Diagramm (b) aus Bonk [196].

Die Struktur von Abb. 8a ist identisch zum zuvor erörterten Diagramm. *Experiment 1 in Beispiel (ii) wird mit einer Dehnrates durchgeführt, zu dessen Kompensation mittels Versetzungsgleiten der Exponent  $10^{-14}$  betragen muss.* Die Verformungsbedingungen für Experiment 1 sind in Abb. 8a mit (1) markiert. Diese Position entspricht dem Funktionswert der Isothermen für 750 K von  $10^{-14}$ . Durch

## 2 Stand der Kenntnisse

das Abtragen der effektiven Schubspannung an Position (1) wird ein Wert von 0 MPa ermittelt. Dies weist darauf hin, dass sich bei Dehnrates 1 die Prüftemperatur von 750 K oberhalb der KT befindet. *Experiment 2 wird mit einer um zwei Größenordnungen gesteigerten Dehnrates durchgeführt.* Für Dehnrates 2 beträgt der neue Zielwert für die Exponentialfunktion somit  $10^{-12}$ . Um die Änderung der Dehnrates thermodynamisch nachzuvollziehen, wird in Abb. 8a der Isothermen für 750 K bis Position (2) gefolgt. Unter den Verformungsbedingungen von Experiment 2 wird ein Erwartungswert der effektiven Schubspannung von etwa 40 MPa gefunden. Damit ist, obwohl die Temperatur in Beispiel 2 konstant gehalten wurde, in Experiment 1 die Prüftemperatur größer als die KT und liegt in Experiment 2 unterhalb KT. Dies verdeutlicht den Einfluss der Dehnrates auf die KT; vgl. auch Abb. 50, Kap. 5.4.3.

Auch bei der Variation der Dehnrates kann eine Kausalkette hinsichtlich der Zunahme der effektiven Schubspannung konstruiert werden: (i) Mit konstanter Prüftemperatur ist auch die Wahrscheinlichkeit einer erfolgreichen Überwindung der Peierls-Barriere infolge thermischer Energie allein pro Versuch konstant. (ii) Bei konstanter Versuchsfrequenz ist somit eine Steigerung der Wahrscheinlichkeit erforderlich, da die Kompensation der höheren Dehnrates von Experiment 2 eine Zunahme der erfolgreichen Überwindungen der Peierls-Barriere pro Zeiteinheit erfordert. Damit ist die beschriebene Situation ähnlich dem Schritt (iii) in der für Beispiel (i) ausgeführten Kette von Kausalzusammenhängen. Für die Fortsetzung der Kette für das aktuelle Beispiel ist daher auf Schritt (iii) und den nachfolgenden Punkten der Kausalkette zu Beispiel (i) verwiesen. Im Ergebnis geht die Erhöhung der Dehnrates bei gleicher Temperatur mit einem Anstieg der effektiven Schubspannung einher. Dies gilt jedoch nur, sofern die im Beispiel (ii) gewählte Prüftemperatur unter der Dehnrates von Experiment 1 nicht wesentlich oberhalb der KT bei diesen Verformungsbedingungen liegt. Der Effekt der Zunahme der Fließspannung mit zunehmender Dehnrates kann für krz Metalle sowohl in einer Messreihe von Zugversuchen mit verschiedenen Dehnrates [202] als auch anhand von Dehnrateswechselversuchen [203] direkt experimentell nachgewiesen werden. In Abb. 8b ist die Spannungsantwort auf einen Sprung in der Dehnrates bei der Prüfung von UFG W bei 573 K gezeigt. Dabei wird nach einer Dehnung von ungefähr 1 % von einer Dehnrates 1 auf eine schnellere Dehnrates 2 gesprungen. Der Dehnrateswechsel von  $10^{-4}$  auf  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ist durch die Positionen (1) und (2) gekennzeichnet. Der Sprung in der Dehnrates um eine Größenordnung bewirkt einen Anstieg der Fließspannung um etwa 15 MPa. Bei Annahme identischer Mikrostrukturen an Position (1) und (2) ist dieser Anstieg ausschließlich auf die Zunahme der effektiven Schubspannung zurückzuführen.

## 2.2 Die Mechanik der rissbehafteten Körper im Kontinuum unter Annahme von dominierendem elastischen Materialverhalten

Die unterschiedliche Materialantwort in gekerbten oder rissbehafteten Körpern im Vergleich zum beobachteten Materialverhalten bei intakter Struktur ist bereits früh erkannt und adressiert worden [204]. Jedoch ist die Bruchmechanik eine relative junge Disziplin der Mechanik, welche heute in die linear-elastische Bruchmechanik und elasto-plastischen Konzepte aufgeteilt werden kann. Hier soll nur das Konzept des Spannungsintensitätsfaktors nach *Irwin* [205], das  $K$  Konzept, thematisiert werden.

Die Entstehung der modernen linear-elastischen Bruchmechanik beruht auf der Elastizitätstheorie. Mit dem Ziel ein Bruchkriterium für einen rissbehafteten Körper ableiten zu können, berechnete *Inglis* [206] die Spannungen in einem mit einem elliptischen Loch versehenen, lateral unendlich ausgedehnten zweidimensionalen Körper, während dieser normal zu der Achse der längsten Ausdehnung der Ellipse mit einer Zugspannung beaufschlagt wird. Die gefundene analytische Lösung für die Spannungsüberhöhung in unmittelbarer Nähe des kleinsten Krümmungsradius der Ellipse, wie auch die vereinfachte Lösung für Ellipsen mit weiter Ausdehnung aber geringer Höhe, war infolge der vorhergesagten Singularität für einen Kerbradius von null nicht auf ideal-scharfe Risse übertragbar. *Inglis* erkannte, dass nach der gefundenen Lösung die Spannung vor einem belasteten Riss gegen unendlich strebt und als Konsequenz zu dem Paradoxon führt, dass rissbehaftete Bauteile bereits durch ihr Eigengewicht versagen müssten. Auch wenn nicht von *Inglis* [206] diskutiert, zeigt bereits diese Arbeit die Bedeutung der Risslänge in der Funktion  $\sqrt{a}$  bei der Bewertung der Integrität von defektbehafteten Komponenten.

Die von *Inglis* [206] aufgezeigte Schwierigkeit ein geeignetes Bruchkriterium zu definieren motivierte *Griffith* [207, 208] eine Lösung für dieses Problem mittels einer Energiebilanz anzustreben. Als Basis diente die Annahme, dass die durch eine äußere Belastung hervorgerufene und in unmittelbarer Nähe der Risspitze elastisch-gespeicherte potentielle Energie bei dem Aufbrechen der chemischen Bindungen frei wird und diese der Oberflächenenergie der neu geschaffenen Bruchflächen entsprechen müsse. Unter Berücksichtigung der von *Inglis* [206] vorgelegten Berechnungen, leitete *Griffith* [207, 208] ein Kriterium für das kritische Risswachstum her, welches direkt mit den elementaren physikalischen Eigenschaften Elastizitätsmodul und Oberflächenenergie verknüpft ist. Nach Umstellung der von *Griffith* [207, 208] postulierten Gleichgewichtsbedingung (für den ebenen Spannungszustand, ESZ) zu

$$\sigma_c^\infty \sqrt{\pi a} = \sqrt{2\gamma_s E} \quad (4)$$

wird der Einfluss dieser Arbeit auf die in ihrer heutigen Form von *Irwin* [205] begründete linear-elastischen Bruchmechanik erkennbar. Hierbei ist  $\sigma_c^\infty$  die Spannung, die unter den gegebenen Randbedingungen (im nicht gekerbten Bereich der unendlich ausgedehnten Scheibe) beim Einsetzen von instabilem Risswachstum vorherrscht, während  $a$  die gegebene Risslänge,  $\gamma_s$  die Oberflächenenergie und  $E$  das Elastizitätsmodul repräsentieren. Obwohl *Griffith* [207, 208] in den seiner theoretischen Arbeit ergänzenden Versuchen über das Bruchverhalten von „English Glass“ gute Übereinstimmungen zwischen den Defektgrößen und der mittels des aufgestellten Bruchkriteriums vorausgerechneten Bruchspannung beobachtet hatte, bewertete *Irwin* [209], nach Studien über instabiles Risswachstum in Baustahl, das von *Griffith* [207, 208] aufgestellte Bruchkriterium für Metalle als ungeeignet. In Metallen wird das Bruchverhalten vorrangig durch den Umfang der Risspitzenplastizität bestimmt. Wie Arbeiten von *Irwin* [209] und *Orowan* [210] aufzeigten, liegt die bei der plasti-

schen Verformung von Metallen dissipierte Energie etwa drei Größenordnungen oberhalb der Oberflächenenergie. *Griffith* [207, 208] begründete jedoch mit der Erkenntnis über die Bedeutung der Risslänge in der Form  $\sqrt{a}$  und der Relevanz von Oberflächenrissen das heutige Wissen über rissbehafteten Strukturen [211].

*Der Schlüssel zu einem geeigneten Modell für die Vorhersage von instabilem Risswachstum lag in der Berücksichtigung der Rissspitzenplastizität, die selbst bei makroskopisch sehr spröde versagenden Materialien das Bruchverhalten maßgeblich beeinflusst* [212]. Da das Vermögen eines Materials sich plastisch zu verformen neben seinen elementaren physikalischen Eigenschaften auch stark von der Produktionshistorie beeinflusst wird, ist folglich das Kriterium für den Eintritt von instabilem Risswachstum nicht ausschließlich an elementare Werkstoffkenngrößen gekoppelt, wie von *Griffith* [207, 208] mit der Knüpfung an Elastizitätsmodul und Oberflächenenergie postuliert. Mit dem Ziel instabiles Risswachstum in Metallen vorauszusagen, definierte *Irwin* [213] in Anlehnung an das Bruchkriterium von *Griffith* [207, 208] eine Energiefreisetzungsrate, also eine Beschreibung der Änderung der Energie pro geschaffener Rissfläche (nicht pro Zeitintervall), zu Beginn noch als Bruchverlängerungskraft geläufig. Die freigesetzte Energie entspricht dabei der elastisch-gespeicherten potentiellen Energie, die durch eine Verlängerung des Risses und der damit verbundenen Entlastung des Kristallgitters in der Umgebung des neu geschaffenen Rissegmentes frei wird [205]. Das Erreichen einer materialspezifischen kritischen Energiefreisetzungsrate  $G_c$  beim Auftreten einer kritischen Spannung bei gegebener Länge des Anrisses (oder einer kritischen Länge des Anrisses bei konstanter Spannung) löst instabiles Risswachstum aus.

$$G_c = \frac{\pi \sigma_c^{\infty 2} a}{E} \quad (5)$$

Experimentelle Ergebnisse für die kritische Energiefreisetzungsrate zeigten auf, dass die kritische Spannung für das Einsetzen von instabilem Risswachstum (im nicht gekerbten Probenbereich) bei gegebener Länge des Startrisses  $a$  ausschließlich von dem Ausdruck  $\sqrt{G_c E}$  vorgegeben ist [211]. Erst in späteren Arbeiten wurde  $\sqrt{G_c E}$  durch die heute Verwendung findende kritischen Spannungsintensität  $K_c$  ersetzt; nur im ESZ. *Mit dem Spannungsintensitätsfaktor (SIF) definierte Irwin die entscheidende Kenngröße für die Beurteilung von instabilem Risswachstum in Materialien mit annähernd linear-elastischen Verhalten; daher der Name K-Konzept. Gleichzeitig macht der SIF das K-Konzept zu einem universellen Werkzeug. Bei Kenntnis der Spannungsintensität ist für die Beurteilung von Rissproblemen nur die Information über den kritischen SIF einzuholen. Wissen über die genaue Rissgeometrie und die angreifenden Kräfte ist nicht erforderlich. Dies kann analog zu dem Gebrauch der mechanischen Spannung anstatt der Kraft bei der Beschreibung der Streckgrenze angesehen werden. Der SIF gibt Auskunft über die Stärke des Spannungsfelds entstehend durch den belasteten Riss und ermöglicht die Beschreibung der Verläufe der einzelnen Spannungskomponenten und elastischen Verschiebungen im Nahbereich* [47]. Unter Beachtung der oben eingeführten Substitution des Ausdrucks  $\sqrt{G_c E}$  durch die kritische Spannungsintensität  $K_c$  ergibt sich Gl. 5 zu

$$K_c = \sigma_c^{\infty} \sqrt{\pi a} Y \quad (6)$$

wobei der zusätzlich eingeführte Geometriefaktor  $Y$  Abweichungen von realen Spannungsintensitätsfaktoren als Folge der endlichen Dimensionen von realen Proben und abweichenden Geometrien korrigiert. Damit ermöglicht der Geometriefaktor die Verwendung der in Gl. 6 beschriebenen Formulierung, die für einen Riss in einer unendlich ausgedehnten Scheibe gefunden wurde, für hiervon abweichende Problemstellungen. In vielen Fällen können Geometriefaktoren aus Nachschlagewerken entnommen werden [214, 215]. Sie geben zusätzlich eine erste Idee über die Gefährlichkeit des in einer Struktur vorgefundenen Rissproblems.

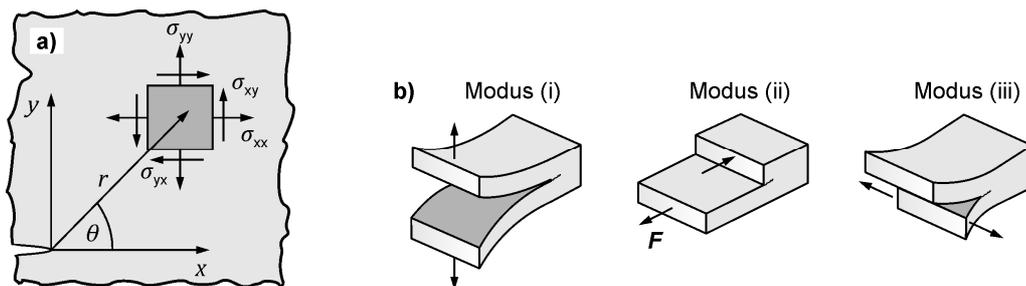
In einer weiteren grundlegenden Arbeit demonstrierte *Irwin* [216], dass alle Rissprobleme durch die Überlagerung von drei elementaren Rissöffnungsarten darzustellen sind; vgl. Abb. 9b. Diese sind die Konsequenz der drei Beanspruchungsarten: (i) Normalbeanspruchung, (ii) Längsschubbeanspruchung, bzw. (iii) Querschubbeanspruchung. Die als Modus (i) definierte Rissöffnung ist am gefährlichsten und kommt die höchste technologischen Relevanz zu. Unter Modus (ii) sowie Modus (iii) tendiert der Riss in den Modus (i) überzuwechseln. In Kombination mit der *Irwin-Williams Gleichungen* [205, 217], auch als *Sneddon Gleichungen* [218] bekannt, ermöglicht das K-Konzept bei bekannter Spannungsintensität die Beschreibung der Verläufe der Spannungskomponenten vor der Rissspitze, in der Form

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_m}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(m)}(\theta) \quad (7)$$

mit den Parametern Radius  $r$  sowie Polarwinkel  $\theta$ ; vgl. Abb. 9a. Hierbei definieren  $i, j$  die betrachtete Spannungskomponente,  $m$  gibt Auskunft über die Rissöffnungsart,  $f_{ij}^{(m)}$  ist eine zu der Rissöffnungsart und der ausgewählten Spannungskomponente zugehörige trigonometrische Funktion. Weitere Glieder mit der Abhängigkeit  $\sqrt{r}$  und höherer Ordnung werden in dieser Nahfeldlösung nicht berücksichtigt. Die vereinfachten Gleichungen von *Irwin-Williams* [205, 217] bzw. *Sneddon* [218] sind nur im Nahbereich der Rissspitze gültig. Unterschiede zu der Lösung von *Westergaard* [219] für die *Airy'sche* Spannungsfunktion [220] werden ab etwa einem Abstand von der Rissspitze deutlich, der etwa 10 % der Risslänge entspricht. Für Positionen, die nicht auf dem Ligament liegen, ist für das Lösen der Formulierung nach *Westergaard* [219] das Ausrechnen eines imaginären Anteils mittels einer Taylor-Reihenentwicklung erforderlich. Auf der gleichen Weise können im Nahbereich die elastischen Verschiebungen  $\Delta_i$  entlang der Probenachse  $i$  beschrieben werden

$$\Delta_i(r, \theta) = \frac{K_m}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} f_i^{(m)}(\theta) \quad (8)$$

wobei im Unterschied zur Beschreibung des Spannungsfeldes für die Berechnung der Verschiebungen zusätzlich das Schubmodul  $\mu$  bekannt sein muss.



**Abb. 9:** Spannungsfeld vor einer Rissspitze im ebenen Spannungszustand. In (a) ist die Nomenklatur des Spannungsfeldes definiert. Neben den Spannungskomponenten  $\sigma_{ij}$  für den EDZ sind Radius  $r$ , und Polarwinkel  $\theta$  angegeben. Abbildung (b) zeigt die drei Grundbeanspruchungsarten nach *Irwin* [216]. Eigene Darstellung in Anlehnung an Ref. [47].

Obwohl ausschließlich auf der Elastizitätstheorie basierend, kann das mechanische Verhalten eines realen rissbehafteten Körpers mittels dem K-Konzept beschrieben werden, sofern die plastische Zone an der Rissspitze, d. h. der Bereich mit einer nicht-linearen Materialantwort, klein gegenüber dem betrachteten Materialvolumen ist [47]. Unter dieser Voraussetzung ist der Einfluss der plastischen Zone im Verhältnis zum sonst linear-elastischen Materialverhalten in dem Bereich mit ausreichendem Abstand zur Rissspitze als geringfügig zu bewerten und folglich die Auswirkung auf die freigesetzte potentielle Energie. Weiterhin besteht die Forderung, dass für einen gültigen Versuch die ermittelte Maximalkraft nur 1,1-mal der Kraft bei etwa 2 % stabiler Rissverlängerung betragen darf. Dies Kriterium stellt die Anwendbarkeit der linear-elastischen Bruchmechanik sicher, da das

## 2 Stand der Kenntnisse

Auftreten eines plastischen Kollapses vermieden und Rissverlängerung gewährleistet wird. Soll die Bruchzähigkeit als geometrieunabhängige Eigenschaft (dominierender ebener Dehnungszustand, EDZ) nach ASTM E399 [221] bestimmt werden, so ist hierfür festgelegt worden, dass die Vorgaben

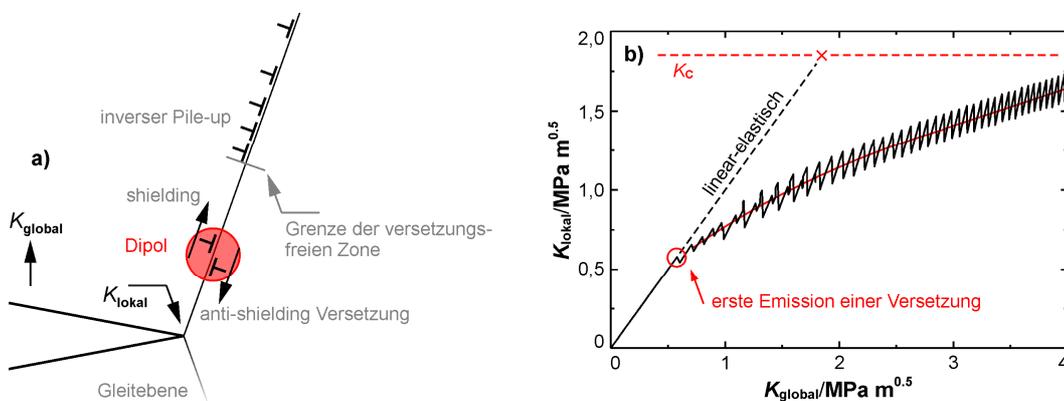
$$\left\{ \begin{array}{c} t \\ a_0 \\ W - a_0 \end{array} \right\} \geq 2,5 \left( \frac{K_{Ic}}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (9)$$

für die Länge des Startrisses  $a_0$ , die Ligamentweite  $W - a_0$  und die Probendicke  $t$  einzuhalten sind. Mit diesen als konservativ anzusehenden Kriterien [47] wird ein Minimum für die Bruchzähigkeit eines Materials ermittelt. Der Geltungsbereich der linear-elastischen Bruchmechanik ist jedoch weit aus weiter gefasst und nicht mit den Randbedingungen aus ASTM E399 [221] deckungsgleich. *Probegeometrien, welche diese Mindestdimensionen unterschreiten, bergen jedoch die Gefahr, dass nicht-konservative, geometrieabhängige Ergebnisse für die Bruchzähigkeit ermittelt werden. Diese dürfen nicht die Grundlage einer Auslegung von Strukturen bilden.* Die Geometrieabhängigkeit der kritischen Bruchzähigkeit beruht auf einem zunehmenden Anteil der Probe im ESZ, dessen Eindringtiefe pro Oberfläche in erster Näherung der von Irwin definieren Ausdehnung der plastischen Zone an der Probenoberfläche entspricht [222] [Abb. 86]. Diese Dickenabhängigkeit ist bei der späteren Bewertung der im Rahmen dieser Arbeit ermittelten scheinbaren Bruchzähigkeiten zu berücksichtigen.

## 2.3 Das Modell der Rissspitzenplastizität unter Berücksichtigung von globalen und lokalen Spannungsintensitätsfaktoren

Aufbauend auf der Spannungsverteilung vor der Rissspitze können mittels der Versetzungstheorie das Gleiten von Versetzungen und ihre Nukleation in diesem Spannungsfeld berechnet bzw. vorgegeben werden. Die Emission von Versetzungen an der Rissspitze verringert die lokale Spannungsintensität und der kritische SIF wird erst bei einer höheren globalen Last erreicht. Die Folge ist eine Zunahme der Bruchzähigkeit. Dieser Zusammenhang wird durch Modelle der Rissspitzenplastizität beschrieben; vgl. *Hirsch et al.* [104], *Roberts* [223] und *Hartmaier et al.* [224].

Nach den oben genannten Modellen basiert Rissspitzenplastizität auf der Annahme, dass eine Versetzung, die durch ihr langreichweitiges Spannungsfeld mit der Rissspitze wechselwirkt, mindestens drei nacheinander ablaufende Prozesse durchläuft. Diese Prozesse sind (i) die Nukleation der Versetzung, (ii) ihre Bewegung (zusammengefasst auch als Emission der Versetzung bezeichnet) und als Schritt (iii) die Annihilation oder Speicherung der Versetzung. Unter Zuhilfenahme von Abb. 10a sollen nachfolgend diese Einzelprozesse erläutert werden. In den hier diskutierten Modellen der Rissspitzenplastizität wird ein Dipol als Versetzungsquelle angenommen. Diese wird bei dem Erreichen einer vorher festgelegten lokalen Spannung zum ersten Mal aktiviert und generiert ein Versetzungspaar mit reinem Stufencharakter auf einer parallelen Gleitebene aber entgegengesetztem Burgers-Vektor. Die Dipolquelle ist mit einem gewissen Abstand zur Rissspitze platziert und erlaubt das Gleiten einer Stufenversetzung zur Rissspitze, während sich die verbleibende Stufenversetzung von der Rissspitze entfernt. Beide Versetzungen gleiten in der Ebene maximaler Schubspannung, die unter einem Winkel von  $70,5^\circ$  zur Rissebene verläuft [225]. Aufgrund der Spiegelsymmetrie des in Abb. 10a skizzierten Rissproblems entlang der Rissebene [11] ist das Vorliegen eines identischen Aufbaus in der unteren Bildhälfte nur durch die Andeutung einer weiteren Gleitebenen angezeigt.



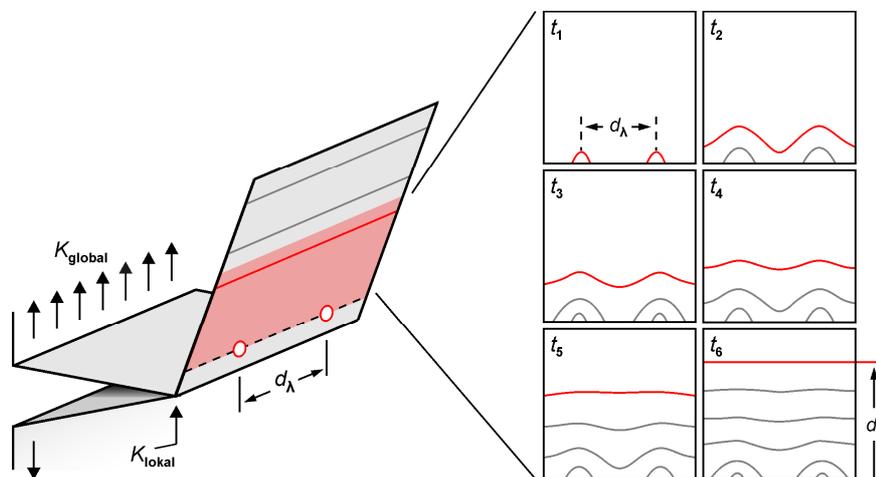
**Abb. 10:** 2D-Modell der Rissspitzenplastizität. In (a) sind die Prozesse der Rissspitzenplastizität verdeutlicht. Die Auswirkungen der Rissspitzenplastizität verdeutlicht Diagramm (b), in dem die lokale Spannungsintensität  $K_{\text{lokal}}$  über dem globalen Wert  $K_{\text{global}}$  aufgetragen ist. Der Abfall in der lokalen Spannungsintensität nach einer Nukleation eines Dipols ist konstant, seine Darstellung während der ersten Events ist jedoch von dem Aufzeichnungsintervall beeinflusst<sup>8</sup>. Eigene Darstellung, in Anlehnung an Refs. [110, 112].

Die Spannungsüberhöhung vor der Rissspitze führt zu hohen Gleitgeschwindigkeiten im Nahfeld der Rissspitze. Dies führt zu einer schnellen Durchquerung der sogenannten versetzungsfreien Zone. Mit Anwachsen des Abstandes zu der Rissspitze sinken die Spannungen und die Gleitgeschwindigkeit ist reduziert. Da sich der Abfluss von Versetzungen langsamer vollzieht als die Nukleation von Versetzungen und die Durchquerung der versetzungsfreien Zone kommt es in einiger Entfernung

<sup>8</sup> A. Hartmaier (Ruhr-Universität Bochum): Persönliche Kommunikation

zur Quelle es zu einem Aufstau von Versetzungen, dem inversen Pile-up. Die Stufenversetzung mit Bewegung Richtung Risssspitze beeinflusst nur kurzzeitig die Spannungsverteilung an der Risssspitze (bis zum Austreten an der Risssspitze) und darüber hinaus ist jeweils nur eine Versetzung in diesem Bereich existent (die Ausdehnung der versetzungsfreien Zone ist groß gegenüber der Distanz Risssspitze-Dipolquelle). Rissabstumpfung, also die Verrundung der eingangs atomar-scharfen Risssspitze durch das Austreten von Versetzungen aus der Oberfläche, soll an dieser Stelle nicht berücksichtigt werden. Anders die Versetzungen mit entgegengesetzter Bewegungsrichtung. Diese schwächen dauerhaft und damit kumulativ die Spannungsintensität an der Risssspitze ab. Eine Versetzungsemission ist in Abb. 10b durch den Steilabfall der lokalen Spannungsintensität gekennzeichnet. Die kontinuierliche Steigerung des globalen SIF während des Experiments bewirkt nach dem Steilabfall einen erneuten Anstieg der lokalen Spannungsintensität, gefolgt durch eine wiederholte Emission sowie der Verringerung der lokalen Spannungsintensität, usw. Das kumulierte Spannungsfeld der emittierten Versetzungen ist nicht nur für die Abschirmung der Risssspitze verantwortlich, sondern bewirkt zusätzlich, dass die Nukleation von weiteren Versetzungen verzögert, bei immer höhere lokale Spannung, eintritt.

Als Folge der Risssspitzenplastizität ist der lineare Zusammenhang zwischen globaler und lokaler Spannungsintensität aufgehoben. Die Abschirmung der Risssspitze durch das kumulierte Spannungsfeld der Versetzungen steigert die makroskopische Bruchzähigkeit mit zunehmendem Umfang der Risssspitzenplastizität. In Abb. 10b ist die Entwicklung der Spannungsintensität an der Risssspitze bei ideal linear-elastischem Materialverhalten und dem Vorliegen von Risssspitzenplastizität verglichen. Bei rein elastischer Materialantwort besitzt ein Material eine Bruchzähigkeit, die identisch mit dem kritischen lokalen SIF  $K_c$  ist. Plastische Verformung vor der Risssspitze steigert die Bruchzähigkeit (bei unveränderte lokalen Grenzwert) auf mehr als das Doppelte der kritischen globalen Spannungsintensität im elastischen Fall.

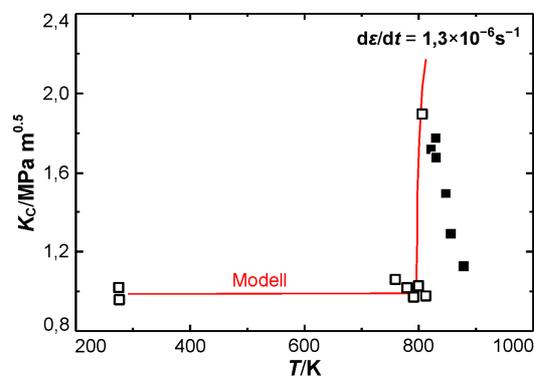


**Abb. 11:** 3D-Modell der Risssspitzenplastizität. Zusätzlich zu den Größen des zweidimensionalen Modells werden die Parameter Abstand der Versetzungsquellen entlang der Rissfront  $d_\lambda$  und die Distanz von der Rissfront bis zur Ausbreitung einer parallelen Versetzungslinie  $d_c$  eingeführt. Die Versetzungsquellen und die erste ebene Versetzungslinie sind rot hervorgehoben. Die zeitliche Entwicklung der einzelnen Versetzungsringe zu einer kombinierten und ebenen Versetzungslinie kann im rechten Teil der Abbildung nachvollzogen werden. Eigene Darstellung in Anlehnung an Refs. [110, 225].

Für die später vorgenommene Interpretation der gesteigerten Bruchzähigkeit von UFG W bedarf es einer dreidimensionalen Erweiterung des Modells der Risssspitzenplastizität. Soweit identisch zum 2D-Modell sind in Abb. 11a aus Gründen der Übersichtlichkeit die einzelnen Teilprozesse nicht nochmals beschriftet. Versetzungsquellen sind als rote Ringe angedeutet und mit dem Zwischenraum  $d_\lambda$  entlang einer Linie parallel zu Rissfront positioniert. Im Unterschied zum 2D-Modell emittieren die Quellen Versetzungsringe, die entlang aller Richtungen in der Gleitebene eine identische Mobilität

aufweisen. Nachdem die Versetzungsringe parallel zu Rissfront auf eine Breite äquivalent des Quellenabstandes angewachsen sind, annihilieren die zusammenstoßenden Segmente der Versetzungsringe. Eine durchgängige Versetzungslinie ist entstanden. Im weiteren Verlauf entwickelt sich aus der geschlossenen Versetzungslinie eine ebene Versetzungsfront. Dieser Vorgang ist nach der Weglänge  $d_c$  abgeschlossen. *Erst die ebene Versetzungsfront schirmt effektiv die Rissspitze ab, führt also zu der Verringerung der lokalen Spannungsintensität vor dieser. Je geringer der Quellenabstand, desto näher zur Rissfront hat sich eine ebene Versetzungsfront ausgebildet. Eine höhere Quelledichte führt nicht zu einer Steigerung der mobilen Versetzungsdichte. Sowohl bei großen als auch kleinen Quellenabstand verbleibt nach der Vereinigung der Versetzungsringe und der Entwicklung einer ebenen Versetzungsfront, eine Versetzung mit identischer Länge.*

Die vorgestellten Modelle beschreiben den Mechanismus der Rissspitzenplastizität und den Einfluss der Konzentration von Versetzungsquellen entlang der Rissfront hinsichtlich der Effizienz der Abschirmung. Die Kinetik der Abschirmung ist in Metallen mit thermisch aktivierter Plastizität jedoch vorrangig durch die Materialtemperatur bestimmt und durch den Teilprozess mit der höchste Aktivierungsenergie in der Rate kontrolliert [191]. In Abb. 12 ist die Entwicklung der Bruchzähigkeit als Maß für die Zunahme der Kinetik der Rissspitzenplastizität in SX Si über die Prüftemperatur aufgetragen. Im Trend repräsentiert der Verlauf auch Materialverhalten von Metallen mit krz Gitterstruktur. Bei RT bis zu einer Temperatur von 800 K kann der von extern erzwungene Anstieg der Spannungsintensität nicht nennenswert durch Rissspitzenplastizität kompensiert werden. Die experimentellen Bruchzähigkeiten fallen sehr gering aus. Bei fortgesetzter Zunahme der Prüftemperatur steigt die Rate des limitierenden Mechanismus soweit an, dass nennenswert Rissspitzenplastizität einsetzt und sich der Widerstand gegen instabile Rissausbreitung deutlich von den Ergebnissen im Bereich 0 – 800 K abhebt. Die Identifizierung des ratenlimitierenden Prozesses der Rissspitzenplastizität in UFG W ist ein Kerninhalt dieser Ausarbeitung.



**Abb. 12:** Abgleich von Modell und experimentellen Befunden. Die Entwicklung der Bruchzähigkeit  $K_C$  ist gegen die Prüftemperatur  $T$  aufgetragen. Datenpunkte entsprechen den experimentellen Ergebnissen von SX Si [99]. Offene Symbole: sprödes Materialversagen; gefüllte Quadrate: duktiler Materialverhalten; Abbildung nach Roberts [223].

## 2.4 Übersicht der experimentellen Untersuchungen zum BDT in Wolfram mit Fokus auf die Arrhenius-Aktivierungsenergie

Ist ein thermisch aktivierter Mechanismus in sequenzielle Teilprozesse untergliedert, ist in der Regel einer der Prozesse mit Abstand am langsamsten. Dies bedeutet, dass die Wartezeit für die thermische Aktivierung dieses einen Prozesses lang in Bezug auf die Wartezeiten der anderen ist. Dieser Teilprozess bestimmt die Kinetik des gesamten Mechanismus. Als Konsequenz ist die Arrhenius-Aktivierungsenergie des studierten Mechanismus identisch mit der Aktivierungsenergie des ratenkontrollierenden Teilprozesses. Experimente zur Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur von W-Materialien zeigen auf, dass in SX W und bei grobkörniger Mikrostruktur das Gleiten der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung bzw. der Prozess der KP-Bildung die plastische Verformung limitiert.

In Kap. 2.1.4 sind die thermodynamischen Größen Helmholtz-Energie der Aktivierung, Gibbs-Energie der Aktivierung und die mechanisch geleistete Arbeit eingeführt worden. Die empirische Größe der Arrhenius-Aktivierungsenergie basiert auf der Grundannahme, dass der Reaktionspfad eines thermisch aktivierbaren Prozesses eine Energiebarriere besitzt, welche die Einnahme eines Zustands niedrigerer Energie behindert. Diese Energiebarriere kann jedoch durch thermische Fluktuationen überwunden werden: Der Prozess wird thermisch aktiviert. *Werden sehr viele thermische Aktivierungen eines Prozesses betrachtet, ist die Wartezeit bis zur Überwindung der Energiebarriere ein Maß für die Reaktionskinetik [191]. Zwischen der Kinetik und der Temperatur wird häufig eine Arrhenius-Beziehung gefunden. Somit kann die ratenlimitierende Energiebarriere in Form einer Arrhenius-Aktivierungsenergie abgebildet werden.* Die experimentelle Bestimmung von Arrhenius-Aktivierungsenergien erfolgt durch die Beobachtung der Veränderung einer Eigenschaft in Folge einer Änderung der Temperatur. In dieser Arbeit wird hingegen für die Ermittlung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien ein Ansatz verfolgt, bei dem die Rate der Zunahme der Spannungsintensität von extern aufgezwungen wird. Es wird die Prüftemperatur ermittelt, bei der in erster Näherung innere und äußere Rate im Gleichgewicht stehen. Konkret beruht die angewandte Methode auf dem Ansatz experimentell die resultierende Verschiebung der BDT-Temperatur als Funktion einer Variation der Lastrate zu bestimmen.

Wird der oben erörterte Ansatz auf die Übergangstemperatur übertragen, entspricht diese unter thermodynamischen Gesichtspunkten der niedrigsten Prüftemperatur, bei der ein induzierter Anstieg der Spannungsintensität durch plastische Verformung nennenswert kompensiert werden kann. Die Ermittlung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien bei dieser Art von Experimenten erfolgt mittels der Formulierungen [165]

$$\dot{K} = A \exp\left(-\frac{E_A}{k_B T_{BDT}}\right) \quad (10)$$

oder in Studien mit Zug- oder Biegeproben in der Abwandlung

$$\dot{\varepsilon} = A \exp\left(-\frac{E_A}{k_B T_{BDT}}\right) \quad (11)$$

Beruht das experimentelle Vorgehen auf der Prüfung von Proben der Bruchmechanik, ist der Anstieg der Spannungsintensität pro Zeiteinheit  $\dot{K}$  im linearen Bereich der Kraft-Weg Kurve maßgeblich. Der präexponentielle Faktor ist im Rahmen einer Messreihe als eine Konstante aufzufassen. Die Temperatursensitivität des Vorfaktors ist klein, wird die Modifikation der Exponentialfunktion bei einer Änderung der Temperatur als Maßstab angelegt. Der präexponentielle Faktor ist stark von dem experimentellen Aufbau beeinflusst und Unterscheide von drei Größenordnungen sind keine Seltenheit; vgl. Kap. 4.4.2. Der Arrhenius-Exponent wird aus den Größen  $E_A$ ,  $T_{BDT}$  und  $k_B$  gebildet, wobei

diese die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie, Übergangstemperatur und Boltzmann-Konstante repräsentieren. *Da die Arrhenius-Aktivierungsenergie das Ergebnis der Änderungen einer Rate relativ zu einer Temperaturdifferenz ist, kann nach dem Arrhenius-Ansatz auch nur die Energie bestimmt werden, deren Bereitstellung/Erreichung mit einer Wartezeit verbunden ist [191]. Damit ist die Gibbs-Energie der Aktivierung die Kenngröße, die für einen Vergleich mit experimentell bestimmten Arrhenius-Aktivierungsenergie mit dem Zweck der Identifizierung des Mechanismus herangezogen werden muss.*

Rissspitzenplastizität setzt nach *Caillard et al.* [178] die Teilprozesse (i) Nukleation von Versetzungen, (ii) dem Gleiten und (iii) der Annihilation oder Speicherung von Versetzung voraus. Der Prozess, welcher an der Übergangstemperatur die Rissspitzenplastizität limitiert und der Prozess der den BDT kontrolliert sind identisch und besitzen somit die gleiche Aktivierungsenergie [224]. Die Literatur stellt sowohl Modelle bereit, die den BDT als einen durch die Nukleation von Versetzungen kontrollierten Prozess [226, 227] beschrieben als auch Ansätze auf Grundlage des thermisch aktivierten Gleitens von Versetzungen [223, 224]. Heute besteht Konsens darüber, dass in krz Metallen das Versetzungsgleiten den BDT kontrolliert. Konkret für W sind in Tab. 2 und Tab. 3 experimentelle Arbeiten zur Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur zusammengestellt und, sofern in den Studien angegeben, die BDT Arrhenius-Aktivierungsenergie genannt. Bereits 1957 wiesen *Magnusson et al.* [228] darauf hin, dass in W die Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur Arrhenius-Verhalten zeigt. In einigen der aufgelisteten Berichte wird jedoch auf die Angabe von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien verzichtet, obwohl nach 1957 veröffentlicht. Im Rahmen dieser Ausarbeitung werden für diese Studien [24, 229] die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie in Kap. 5.4.3 rekonstruiert.

**Tab. 2:** Arbeiten zur Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in W: Zug- und Biegeversuche.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Definition BDT-Temperatur	Analyse
<i>Chilton et al.</i> [229]	polykristallin; rekristallisiert; Stab, gesintert	Zugprobe	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	BDT-Temperatur dehnratenabhängig; 1969
<i>Giannattasio et al.</i> [11]	polykristallin; 99.99 % rein	4P-Biegebalken	-	BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie unabhängig von der Art der Proben; Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur nur vom Material kontrolliert; 1,0 ± 0,1 eV; 2010
<i>Harmon</i> [24]	polykristallin; rekristallisierter Zustand	Zugprobe	Temperatur, bei der die Bruchdehnung 1 % übersteigt	Steigerung der Dehnrate führt zu höheren BDT-Temperaturen; 1960
<i>Magnusson et al.</i> [228]	polykristallin; wie verformt; Stab, rundgehämmert	Zugprobe	Temperatur, bei der sich die Kurve (Bruchdehnung) erstmals auf einen spröden Wert einpendelt	BDT-Temperatur zeigt Arrhenius-Verhalten; 1,0 eV; 1957
<i>Németh et al.</i> [230]	polykristallin; rekristallisiert; Blech, gewalzt; technisch rein	4P-Biegebalken	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	BDT in grobkörnigen W von der Bewegung der Schraubenversetzung kontrolliert; 2,9 eV; 2015
<i>Németh et al.</i> [230]	ultrafeinkörnig; hochgradig gewalzt; Blech; technisch rein	4P-Biegebalken	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	keine Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in UFG W feststellbar; 2015

## 2 Stand der Kenntnisse

**Tab. 3:** Arbeiten zur Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in W: Bruchmechanische Experimente.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Definition BDT-Temperatur	Analyse
<i>Abernethy et al.</i> [231]	einkristallin; bestrahlt: Dosis von 1,67 dpa bei 1173 K, High Flux Reaktor; technisch reiner Zu- stand vor Bestrah- lung, 1,2 wt.-% Re durch Transmutation	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe; {100}{001} Riss- system.	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität; SEM-Analyse der Bruchflä- chen	Bewegung der Schrauben- versetzung kontrolliert den BDT vor und nach Be- strahlung; 0,99 eV; 2019
<i>Ast et al.</i> [232]	einkristallin	Mikrobiegebalken; FIB-Kerbe; {100}{001} Riss- system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität; Auswertung des J-Integrals	Nach der Überschreitung der BDT-Temperatur ist die Bewegung der Schrau- benversetzungen ther- misch aktiviert und verhin- dert das Auftreten von Spaltbruch; 0,36 eV; 2018
<i>Bonnekoh et al.</i> [29]	polykristallin; rekristallisiert; Blech, gewalzt; technisch rein	SE(T); EDM-Kerbe L-T Rissssystem	2%-Kriterium	KP-Bildung bzw. das Gle- iten der Schraubenverset- zung kontrolliert den BDT 1,34 ±0,04; 2020
<i>Gaganidze et al.</i> [16]	polykristallin; Stab, gesintert und schmiedet; Durchmesserreduk- tion um 80 %; technisch rein	3P-Biegebalken; EDM-Kerbe poliert; L-R Rissssystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	Es konnte keine nennens- werte Abhängigkeit der BDT-Temperatur von der Lastrate bestimmt werden; 2014
<i>Giannattasio et al.</i> [11, 43]	polykristallin; feinkörnig; 99.99 % rein	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	BDT-Arrhenius-Aktivie- rungsenergie unabhängig von der Art der Proben, ob mit oder ohne Kerbe; Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur ist nur von Material kontrolliert; KP-Bildung bzw. das Gle- iten der Schraubenverset- zung kontrolliert den BDT; 1,1 ±0,1 eV; 2007, 2010
<i>Giannattasio et al.</i> [11]	polykristallin; heißverformt; technisch rein	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	BDT-Arrhenius-Aktivie- rungsenergie in Überein- stimmung mit Modell zur spannungsassistierten KP- Bildung; 1,45 ±0,12 eV; 2010
<i>Giannattasio et al.</i> [43]	einkristallin; wie gewachsen	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe; {100}{001} Rissssy- stem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	KP-Bildung bzw. das Gle- iten der Schraubenverset- zung kontrolliert den BDT; 1,0 ±0,04 eV; 2007
<i>Riedle Gumbsch et al.</i> [42, 45]	einkristallin; hochrein	3P-Biegebalken; angerissen; {110}{110} Riss- system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	Bewegung der Stufenver- setzung kontrolliert den BDT; 0,2 eV; 1995/1998
<i>Rupp et al.</i> [233]	polykristallin; wie gewalzt; Stab, gesintert und gewalzt; technisch rein	3P-Biegebalken; EDM-Kerbe poliert; R-L Rissssystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	BDT-Temperatur zeigt Arr- henius-Verhalten; 1,44 eV; 2011
<i>Rupp et al.</i> [233]	polykristallin; wie gewalzt; Stab, gesintert und gewalzt; technisch rein	3P-Biegebalken; EDM-Kerbe poliert; C-R Rissssystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungs- intensität	BDT-Temperatur zeigt Arr- henius-Verhalten; 1,32 eV; 2011

# 3

## Motivation und Zielsetzung

Wolfram ist berüchtigt für sein extrem sprödes Materialverhalten und seine hohe BDT-Temperatur. In heutigen Anwendungen übernimmt W daher schwerpunktmäßig funktionelle Aufgaben, die zu- meist in Bezug zu der hohen Schmelztemperatur bzw. seiner hohen Dichte stehen [1]. Bevor eine Anwendung als Strukturmaterial erfolgen und die hohe Schmelztemperatur von W z. B. in Anlagen der Hochtemperaturrenergiekonversion zum Vorteil gedeihen kann, muss die hohe BDT-Temperatur als Ursache der Sprödigkeit bei RT unterhalb dieser herabgesetzt werden. In den 1960ern und 70ern primär in den Luft- und Raumfahrtprogrammen der Supermächte beheimatet, heutzutage zumeist im Kontext der weltweiten Anstrengungen der Fusionsforschung eingebunden, unterstreichen diese Arbeiten betreffend einer Duktilisierung von W in der Retrospektive den refraktären Charakter von W. Stand 2021 muss bilanziert werden, dass geeignete Lösungen für die Herstellung von W-Materialien, die einerseits Raumtemperaturduktilität besitzen und andererseits eine Produktion in industriellem Maßstab sowie zu wettbewerbsfähigen Kosten erlauben, weiterhin fehlen.

### *Motivation*

Einen entscheidenden Schritt vorwärts hinsichtlich der zukünftigen Verwendung von W als Strukturmaterial stellen Materialien mit ultrafeinkörniger (UFG) Mikrostruktur dar. *Valiev et al.* [234] und *Wei et al.* [235] konnten anhand von Zug- bzw. Kompressionsversuchen zeigen, dass die Generierung einer UFG Mikrostruktur eine Reduktion der BDT-Temperatur und eine Zunahme der Duktilität bei RT bewirkt. In späteren Studien konnte sogar weit unterhalb von RT ein ausgeprägtes nicht-lineares Regime nachgewiesen werden [230]. Ultrafeinkörnige W-Materialien besitzen darüber hinaus eine überlegene Bruchzähigkeit bei tiefen Temperaturen. Die Studie von *Faleschini et al.* [10] zeigt auf, dass die Bruchzähigkeit von UFG W bei RT die Ergebnisse von konventionell hergestellten Materialien bei identischer Belastung um ein Vielfaches übertrifft. Einen weiteren Durchbruch stellen die Laborstudien von *Wei et al.* [203] über das hochgradige Warm- und Kaltwalzen von W dar. Es konnte demonstriert werden, dass das Aufbringen eines hohen Umformgrades mittels Walzen zu ähnlichen Ergebnissen führt, wie nach einer Umformung unter Anwendung von Methoden aus der Gruppe der Severe Plastic Deformation (SPD). Wolframbleche, die hochgradig warm- und kaltgewalzt wurden, zeigen im Zugversuch ein ausgeprägtes plastisches Regime. *Reiser et al.* [236–238] erbrachten den Nachweis, dass dieser Ansatz auch im industriellen Umfeld erfolgreich zur Herstellung von UFG W eingesetzt werden kann. Mit dem Fortfall der durch den Laborcharakter auferlegten Mengenbegren- zungen bei der Produktion mittels SPD, markiert die demonstrierte Skalierbarkeit ein neues Level in der erreichbaren Verfügbarkeit von UFG W-Materialien. An industriell hergestellten W-Blechen mit UFG Mikrostruktur konnte in der Folge gezeigt werden, dass diese bei RT sowohl in Zugversuchen ein ausgeprägtes plastisches Regime aufweisen [195, 239], als auch in bruchmechanischen Expe- rimenten unter quasi-statischer Belastung [120, 239–241], sowie unter zyklierenden Bedingungen

### 3 Motivation und Zielsetzung

[242] die Beobachtung von stabilem Risswachstum erlauben. Mit lediglich 170 K im Bruchmechanikversuch [239] ist hochgradig warm- und kaltgewalztes W mit weitem Abstand der Materialzustand mit der tiefsten jemals für W dokumentierten BDT-Temperatur. Diese Bewertung inkludiert auch die in Kap. 1 ausgeführten Ergebnisse zu W-Legierungen mit hohen Re-Konzentrationen.

*Obwohl hochgradig umgeformte W-Materialien z. B. in Form von Laminaten und Laminatrohren bereits in technologischen Studien erfolgreich Verwendung finden [243], sind die metallphysikalischen Hintergründe, die zu der verformungsinduzierten Duktilisierung von W im Allgemeinen und Raumtemperaturduktilität von UFG W im Speziellen führen, nach wie vor ungeklärt.* In der Wissenschaftsgemeinde werden aktuell zwei Feststellungen diskutiert bzw. hierauf beruhende Argumentationsketten propagiert: (i) Das Aktivierungsvolumen der plastischen Verformung bei RT für UFG W ist vergleichbar mit den Ergebnissen für SX W und moderat umgeformte Materialien. Es wird gefolgert, dass bei RT der ratenlimitierende Prozess der plastischen Verformung in UFG W weiterhin die KP-Bildung der  $\frac{1}{2}(111)$ -Schraubenversetzungen ist [180, 196, 244, 245]. (ii) Für geringe Korngrößen wird eine Zunahme der Dichte von Stufenversetzungen beobachtet. Es wird in die Diskussion eingebracht, dass die hohe Dichte von Stufenversetzungen in Verbindung mit deren hohen Mobilität für die Duktilität von UFG W-Materialien verantwortlich ist [140–142, 246]. Versetzungs-Korngrenzen-Wechselwirkungen sind ebenfalls Bestandteil der Diskussion zum ratenlimitierenden Prozess in UFG Refraktärmetallen [247–249]. Es gibt Hinweise auf eine thermisch aktivierte Annihilation von Versetzungen an Korngrenzen als ratenlimitierenden Prozess der plastischen Verformung in Metallen bei Überschreitung einer Grenztemperatur [250]. Aktuelle Ergebnisse legen jedoch nahe, dass dieser Mechanismus für W erst bei Verformungstemperaturen um 600 K zum Tragen kommt und um die KT dominant wird [180, 196, 244, 251]. Damit wird aller Wahrscheinlichkeit nach Raumtemperaturduktilität in W nicht durch Versetzungs-Korngrenzen-Wechselwirkungen ausgelöst.

#### *Zielsetzung*

Es ist die Intention dieser Arbeit der Inkonsistenz bei der Beurteilung des ratenlimitierenden Mechanismus entgegenzutreten. Dazu sind die Auswirkung von hochgradigem Warm- und Kaltwalzen auf den BDT in UFG W zu untersuchen. Zu diesem Zweck ist eine Garnitur von hochgradig umgeformten W-Materialien herzustellen. Unabhängig von den gewalzten Materialien soll ebenfalls ein nicht-verformter Zustand mit grobkörniger Mikrostruktur als Referenz herangezogen werden. Wenngleich die Meinung vertreten werden kann, dass die Kontamination mit Fremdelemente heutzutage in W mit technischer Reinheit eine untergeordnete Rolle einnimmt [132], ist eine vergleichbare chemische Zusammensetzung aller Materialien anzustreben. Um dies zu erreichen, wird die Garnitur der gewalzten Bleche von einem Ausgangsmaterial hergestellt. Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung werden so auf ein Minimum begrenzt. Im Fokus dieser Arbeit steht die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur und die Entwicklung der Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur mit steigendem Umformgrad. Basierend auf den Erfahrungen aus vorangegangenen Studien [230, 241] wird für das höchstumgeformte Material eine BDT-Temperatur um RT oder niedriger erwartet. Ein weiterer Forschungsschwerpunkt ist die Aufdeckung von Zusammenhängen zwischen der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur und den während des Walzens erfolgten mikrostrukturellen Modifikationen. Hierfür ist in Ergänzung zum bruchmechanischen Versuchsprogramm eine elektronenmikroskopische Charakterisierung der Materialien vorgesehen.

*Mit dieser Arbeit wird angestrebt, erstmals folgende Punkte darzustellen zu können: (i) Die Entwicklung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie durch den Produktionsprozess als Funktion des Umformgrades; (ii) BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien für UFG W im Allgemeinen und (iii) für W mit*

einer Übergangstemperatur um RT oder tiefer im Speziellen. Die mit dem Abschluss des Versuchsprogramms neu gewonnenen Kenntnisse zur BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Entwicklung der Mikrostruktur sollten es ermöglichen, Antworten auf zwei der Leitfragen innerhalb dieser Ausarbeitung geben zu können, welche lauten: (1) Welcher Mechanismus ist ratenlimitierend für die Rissspitzenplastizität am BDT in UFG W mit Raumtemperaturduktilität? (2) Was ist der Mechanismus der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in hochgradig umgeformtem W, der bei Vorliegen einer UFG Mikrostruktur, W als ein extrem sprödes Material in einen Zustand mit Raumtemperaturduktilität transformiert?

#### *Arbeitshypothesen*

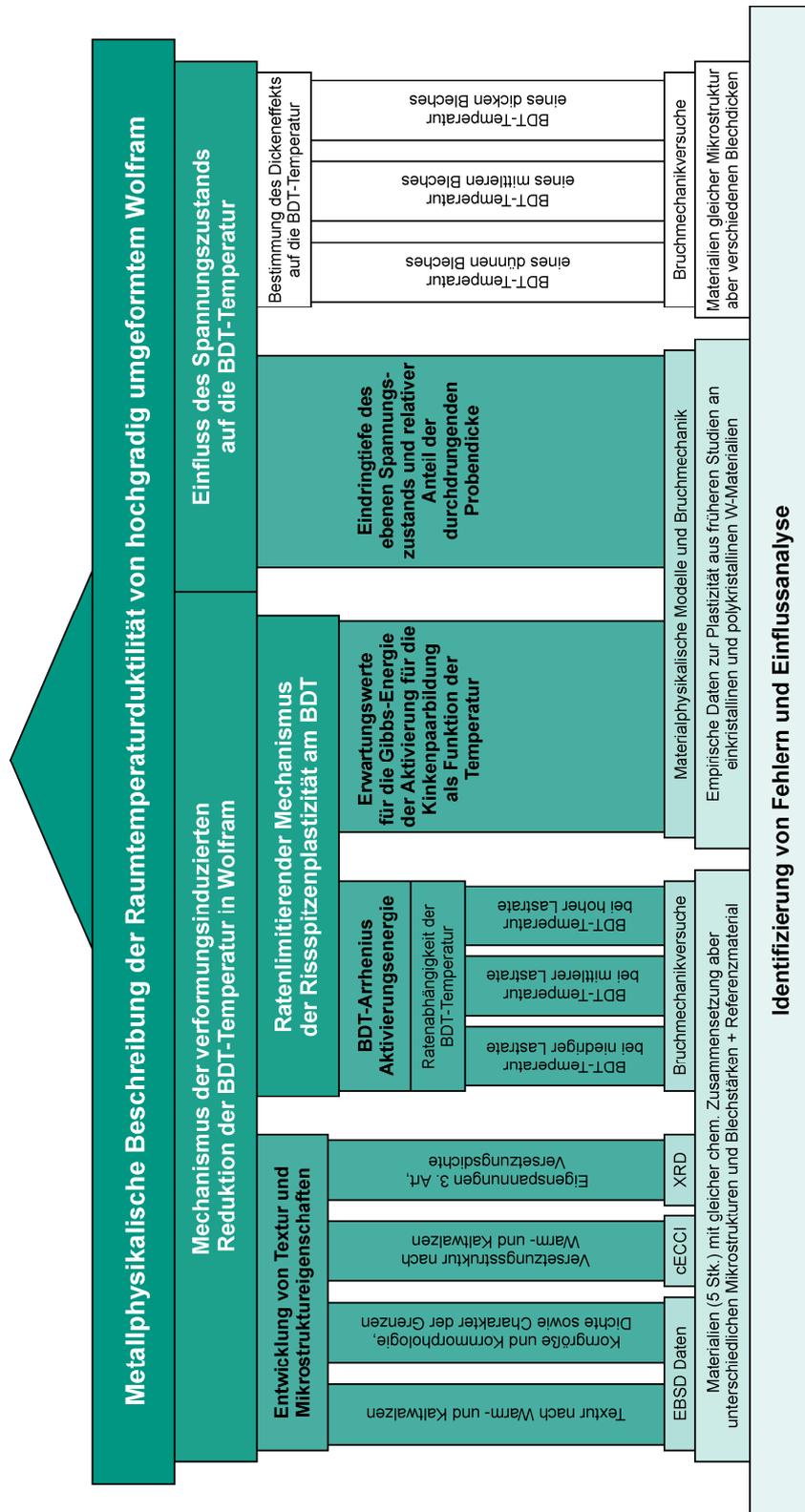
Für eine zielgerichtete Bearbeitung des experimentellen Programms im Kontext dieser Leitfragen werden Arbeitshypothesen formuliert. Hinsichtlich der Frage nach dem ratenlimitierenden Prozess der Rissspitzenplastizität, werden dabei die nachfolgenden Punkte im Besonderen gewürdigt: (i) Die oben angeführten Arbeiten zum Aktivierungsvolumen der plastischen Verformung bei RT können keinen Unterschied zwischen den Ergebnissen für UFG W und konventionell produzierten W-Materialien aufzeigen. (ii) Die Mehrheit der Arbeiten zum BDT in W identifiziert die KP-Bildung als ratenlimitierenden Prozess in einer Vielzahl von Materialzuständen; vgl. Tab. 2 und Tab. 3, Kap. 2.4. (iii) In Bezug auf die Aktivierungsenergie der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung kann auf eine umfangreiche Datenbasis zurückgegriffen werden. *Die Arbeitshypothese zu Leitfrage 1 lautet daher: Auch in UFG W wird der BDT durch die KP-Bildung als zugrundeliegender Prozess des Gleitens der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen kontrolliert.*

Die Formulierung einer angemessenen Hypothese für die Ursache der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur von W gestaltet sich komplizierter. Als mikrostrukturelle Einflussgrößen werden in der Literatur unterschiedliche Gitterdefekte diskutiert, zum Teil mit konträren Schlussfolgerungen; siehe Tab. 1, Kap. 2.1 für eine Zusammenfassung. Ultrafeinkörnige Mikrostrukturen sind durch die hohe Dichte von Korngrenzen geprägt. Aktuelle in-situ Studien zur Versetzungsnukleation in der Umgebung der Rissspitze berücksichtigend [121], werden in dieser Ausarbeitung Korngrenzen vorzugsweise als Versetzungsquellen angesehen. Vielfach zeigen Simulationen, dass die Quelldichte bzw. der mittlere Abstand und die Verteilung von Versetzungsquellen entlang der Rissfront maßgeblichen Einfluss auf die Effektivität der Abschirmung der Rissspitze besitzen; vgl. Refs. [112, 123, 138, 252, 253]. *Es wird als Arbeitshypothese zu Leitfrage 2 formuliert: In UFG W erlaubt die assistierte Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen in Verbindung mit der hohen Dichte von Korngrenzen eine effiziente Abschirmung der Rissspitze und niedrigere BDT-Temperaturen. Weiterhin wird ausgeführt: Ist der inhärente Abstand zwischen Versetzungsquellen groß gegenüber der Korngröße, korreliert die BDT-Temperatur mit dem mittleren Abstand der Korngrenzen entlang der Rissfront als primäre Quelle der Versetzungsnukleation.*

Auf Basis dieser Überlegungen können Maßnahmen abgeleitet werden, welche eine Verifikation bzw. die Falsifikation der getroffenen Annahmen ermöglichen. Aus diesen Maßnahmen und ihrer logischen Abfolge kann eine Struktur der Arbeit entworfen werden, welche in Abb. 13 skizziert ist. In dieser Grafik steigt von unten nach oben der Stellenwert der Ergebnisse, jedoch ist auch der zunehmende Einfluss einer möglicherweise subjektiven Dateninterpretation zu berücksichtigen. Dies soll am Beispiel der bruchmechanischen Versuche verdeutlicht werden: Die unteren Elemente umfassen die grundlegenden experimentellen Arbeiten, wie die Werkstoffproduktion und die Beschreibung der Materialien hinsichtlich der Temperaturabhängigkeit der kritischen Spannungsintensität. In der nächsthöheren Ebene ist mit der Bestimmung der BDT-Temperaturen bereits eine Eigenschaft höherer Ordnung Gegenstand der Betrachtung. Es folgt die Ermittlung der Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur und von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. Mit dem Vergleich von BDT-Arrhenius-

### 3 Motivation und Zielsetzung

Aktivierungsenergien und den Erwartungswerten wird schlussendlich eine Interpretation der Daten vorgenommen, die eine Beantwortung der Leitfrage nach dem ratenlimitierenden Prozess ermöglicht.



**Abb. 13:** Struktur des Forschungsvorhabens. Der logische Aufbau der Struktur ist von unten nach oben aufzufassen. Die farblich akzentuierten Elemente sind Bestandteil dieser Ausarbeitung. Die nicht-eingefärbten Module sind ebenfalls bearbeitet worden und sind Gegenstand einer nachfolgenden Veröffentlichung.

# 4

## Experimentelle Methoden sowie Identifikation von Fehlern und Fehlereinflussanalyse

### 4.1 Werkstoffproduktion: Vom Pulver zum gewalzten Blech

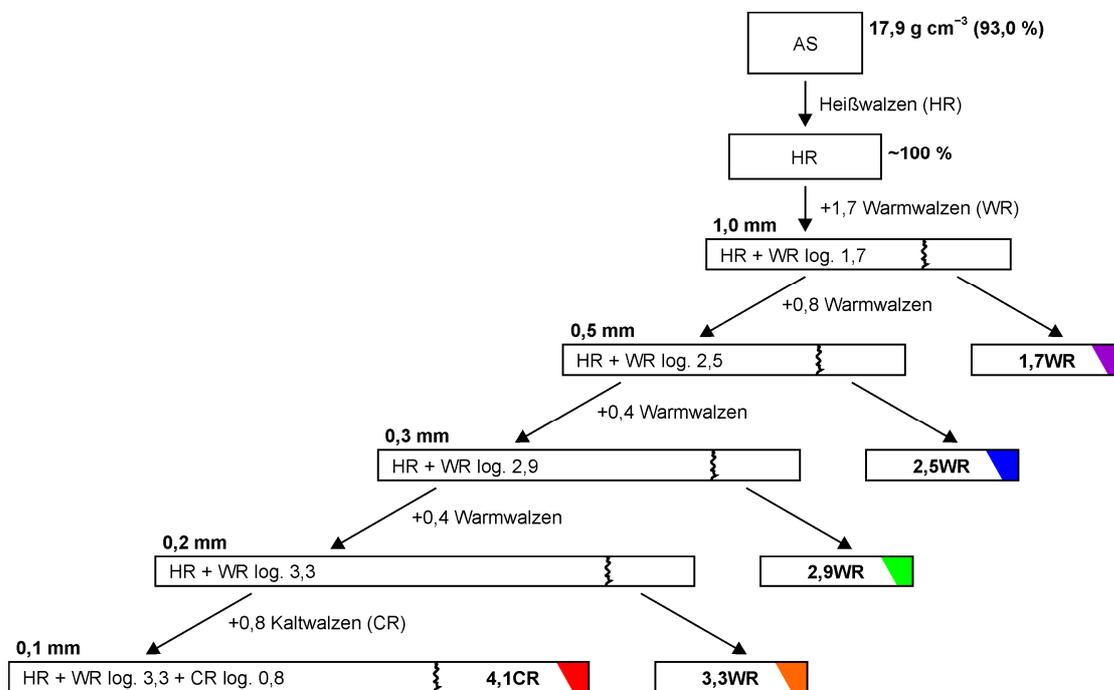
In Kooperation mit Plansee SE, Metallwerk Reutte, wurde eine Garnitur bestehend aus fünf verschiedenen stark umgeformten W-Blechen produziert. Die Herstellung erfolgte entlang einer pulvermetallurgischen Prozesskette mit anschließender Walzumformung. Die Pulveraufbereitung, die Herstellung eines Sinterlings, sowie das Umformen mittels Heißwalzen und daran anschließende Warm- und Kaltwalzschritte erfolgten nach einer geschützten Produktionsroute des Kooperationspartners. Die in dieser Arbeit vorgenommene Unterteilung der Walzschritte in Heiß- (HR), Warm- (WR) und Kaltwalzen (CR) orientiert sich an dem von *Trefilov et al.* [254] [Tab. 1] aufgestelltem Schema für die Umformung von krz Refraktärmetallen, die auf Schätzungen der Rekristallisationstemperatur und KT beruht. Erstere liegt in moderat verformten W um 1600 K bei einer Glühdauer von 1h [255]. In hochreinem W wird die KT unter quasi-statischer Belastung um 800 K [40] [Abb. 5] gefunden; siehe Abb. 50, Kap. 5.4.3. An dieser Stelle ist hervorzuheben, dass entsprechend der Unterteilung von *Trefilov et al.* [254] Kaltwalzen nicht etwa mit Umformung bei RT gleichzusetzen ist. Als Walztemperatur ist die Temperatur des vorgelagerten bzw. in der Regel mehrmals wiederholten Anwärmens zu verstehen.



**Abb. 14:** Materialien und Nomenklatur. Die heiß- und danach warmgewalzten Materialien (WR) 1,7WR, 2,5WR, 2,9WR, und 3,3WR und das zuerst heiß-, dann warmgewalzte und anschließend kaltgewalzte (CR) Material 4,1CR bilden den Gegenstand dieser Arbeit. Das für die Herstellung der gewalzten Zustände verwendete gesinterte Material ist nicht mit dem als Referenzmaterial untersuchten Sinterling 0AS identisch.

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

Das verwendete Pulver besaß technische Reinheit. Nach dem Pressen und Sintern wurde zuerst mittels Heißwalzen umgeformt. Aus diesem Zustand erfolgte die Produktion von fünf Materialien. Diese sind 1,7WR, 2,5WR, 2,9WR, 3,3WR und 4,1CR und bilden den Kern dieser Ausarbeitung; vgl. Übersicht in Abb. 14. Die Materialien 1,7WR – 3,3WR unterscheiden sich im aufgebrauchten Umformgrad und für 4,1CR weicht zusätzlich die Walztemperatur des zuletzt durchgeführten Umformschrittes ab, wie nach einer Erläuterung der für die Bezeichnung der Materialien erdachten zweiteiligen Notation ersichtlich wird: (i) Der vorangestellte numerische Wert gibt Auskunft über den kumulierten logarithmischen Umformgrad [256], ermittelt durch Bestimmung der Dickenreduktion exklusive Heißwalzen. (ii) Anhand des dem Umformgrad nachfolgenden Buchstabenpaares kann der letzte Produktionsschritt, den das Material durchlaufen hat, abgelesen werden, wobei gilt: Warmwalzen (WR) und Kaltwalzen (CR). Der in Abb. 15 gezeigte Walzplan verdeutlicht die Herstellung einer Garnitur aus Materialien mit fünf Umformgraden aus einem Sinterling und somit die Vermeidung von Variationen in der chemischen Zusammensetzung unter diesen Materialien; vgl. Tab. 10, Kap. 5.1. Unterschiede in der Mikrostruktur und dem mechanischen Verhalten können somit losgelöst von der chemischen Zusammensetzung diskutieren werden.



**Abb. 15:** Methodik der Materialherstellung. Es ist der Walzplan gezeigt, mittels dessen aus einem einzelnen Sinterling (AS) und über den Zwischenschritt des Heißwalzens (HR) eine Garnitur von warmgewalzten (WR) und kaltgewalzten (CR) Blechen produziert wurde. Der in dieser Arbeit untersuchte Sinterling OAS ist nicht identisch mit dem hier dargestellten gesinterten Ausgangsmaterial AS für die Blechproduktion. Angegebene Blechdicken entsprechen den Nominalwerten, die Umformgrade geben die Ist-Reduktionen wieder.

Material 1,7WR wurde über den Umweg mehrerer zwischengelagerter Anwärmsschritte aus dem heißgewalzten Zustand mittels Warmwalzen hergestellt. Die Unterbrechung der Dickenreduktion mit dem Zweck eines erneuten Anwärmens des Materials erfolgte auch in den nachfolgenden Warmwalzschritten 1,7WR → 2,5WR, 2,5WR → 2,9WR und 2,9WR zu 3,3WR vielfach. Auf diesen Umstand wird im Folgenden jedoch nicht mehr explizit hingewiesen. Die für 1,7WR angestrebte Materialstärke war mit 1,0 mm geplant; vgl. Walzplan in Abb. 15. Eine Nachmessung ergab eine erzielte Blechdicke von  $1,09 \pm 0,01$  mm exklusive der Randbereiche. Material 1,7WR wurde nach Erreichen der Endstärke zwei weitere Male auf die Walztemperatur angewärmt. In Schritt (i) wurde das Blech in zwei Abschnitte getrennt. Die Trennung erfolgte entlang der Ebene TS; siehe. Abb. 16. Ein Teil

wurde für die Materialcharakterisierung zurückgehalten. Der verbleibende Teil bildete das Ausgangsmaterial für die Produktion der höher umgeformten Materialien. Der zur Charakterisierung entnommene Abschnitt wurde in Schritt (ii) erneut angewärmt und rissbehaftete Randpartien abgeschlagen. Beide Schritte, das Teilen und das Besäumen, bilden stets den Abschluss der Produktion aller der hier besprochenen Materialien. Ein Spannungsfreiglühen erfolgte zu keiner Zeit. Alle Bleche verblieben damit in einer dem Walzzustand verwandten Beschaffenheit; zweimaliges kurzzeitiges Anwärmen nach dem Walzen zur Teilung und zum Besäumen ist zu berücksichtigen. Mittels Warmwalzen wurden weiterhin die Materialien 2,5WR, 2,9WR und 3,3WR produziert. Die dabei erzielten Materialstärken betragen  $0,52 \pm 0,01$  mm (0,5 mm),  $0,34 \pm 0,01$  mm (0,3 mm) und  $0,22 \pm 0,01$  mm (0,2 mm), wobei die in Klammern genannten Werte die laut Walzplan angestrebten Blechdicken sind. Mit einem Abschnitt von Material 3,3WR wurde die Umformung mittels Kaltwalzen weiter fortgesetzt, bis ein kumulierter Umformgrad aus Warm- und Kaltwalzen von 4,1 erreicht war. Damit ist der in der Bezeichnung 4,1CR vermerkte Umformgrad als log. 3,3 warm und log. 0,8 kalt zu verstehen; vgl. Tab. 4. Die Blechstärke nach dem finalen Kaltwalzschritt betrug  $0,11 \pm 0,01$  (0,1 mm). Warm- und Kaltwalzen erfolgte ausnahmslos in einer unidirektionalen Weise.

**Tab. 4:** Produktionsparameter und grundlegende Blecheigenschaften. Die Walztemperaturen  $T$  zwischen den Walzdurchgängen sind als homologe Temperaturen ausgewiesen, d. h. ist auf eine Schmelztemperatur von 3700 K [1] bezogen. Angaben zu Variationen in der Blechdicken  $z$  referenzieren auf die Standardabweichung. Die relative Dickenreduktion  $\Delta z$  und der logarithmische Umformgrad  $\varphi_z$  beruht auf der Materialstärke nach dem Heißwalzen, also exklusive der plastischen Verformung die durch Heißwalzen erzielt wurde. Als grundlegende Blecheigenschaften sind der Mittenrauwert  $Ra$  und die Mikrohärtigkeit in HV0,1 aufgeführt. Die Mikrohärtigkeit ist auf der Schliffebene TS ermittelt worden.

Material	Farbcode	$T$ /-	$z$ /mm	$\Delta z$ /%	$\varphi_z$ /-	$Ra$ / $\mu\text{m}$	HV0.1 /kgf mm <sup>-2</sup>
0AS	schwarz	-	-	-	-	2,06	406 $\pm$ 12
1,7WR	violett	< 0,4	1,09 $\pm$ 0,01	82	HR + 1,7	2,08	560 $\pm$ 5
2,5WR	blau	< 0,4	0,52 $\pm$ 0,01	91	1,7 + 0,8	1,56	587 $\pm$ 8
2,9WR	grün	< 0,4	0,34 $\pm$ 0,01	94	2,5 + 0,4	1,40	595 $\pm$ 6
3,3WR	orange	< 0,4	0,22 $\pm$ 0,01	96	2,9 + 0,4	1,02	626 $\pm$ 6
4,1CR	rot	< 0,2	0,11 $\pm$ 0,01	98	3,3 + 0,8	0,29	646 $\pm$ 7

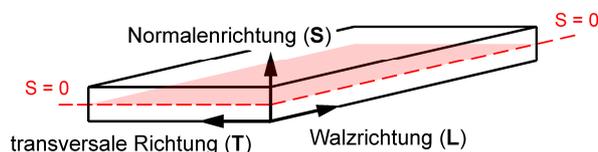
Mit dem Zweck der Diskussion der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur und des Einflusses auf das mechanische Verhalten wurde ebenfalls W im gesinterten Zustand charakterisiert. Dieser stellt das sechste Material dar, das im Rahmen dieser Studie untersucht wurde. Es wird eine vollständig rekristallisierte Mikrostruktur erwartet. Weiterhin sollte der Sinterling frei von einer kristallographischen Textur sein. Bei Adaption der für die gewalzten Zustände angewendeten Notation gilt somit: 0 (keine Umformung), AS (Sintern als letzten Produktionsschritt), also 0AS. Das Material 0AS wurde ebenfalls über Plansee SE, Metallwerk Reutte, Österreich bezogen und ist gleichermaßen mit technischer Reinheit spezifiziert. Da 0AS nicht plastisch verformt wurde, besitzt dieser eine gewisse geschlossene Porosität. Die spezifische Dichte von 0AS wurde zu  $93,0 \pm 0,5$  % bestimmt, wobei eine Dichte von  $19,25 \text{ g cm}^{-3}$  als Bezugsgröße diente, vgl. Ref. [1] [Tab. 1.8]. Es sei darauf hingewiesen, dass 0AS nicht identisch mit dem für die Produktion der gewalzten Materialien verwendeten Sinterling ist. Über eine Verwandtschaft hinsichtlich der Charge liegen keine Angaben vor.

Zum Abschluss sei auf den genutzten Farbcode hingewiesen. Dieser ist symbolisch an den Spektralfarben des Lichtes angelehnt und verbindet die niedrigen Umformgrade mit den kurzwelligeren Bestandteilen und die hochumgeformten Materialien mit den Farben großer Wellenlänge: 1,7WR (violett), 2,5WR (blau), 2,9WR (grün), 3,3WR (orange) und 4,1CR (rot). Dem gesinterten Zustand 0AS ist schwarz zugeordnet.

## 4.2 Elementanalyse: Quantifizierung der Kontamination der Werkstoffe durch den Walzprozess

Die Protokollierung der Entwicklung der Fremdatomkonzentrationen mit steigendem Umformgrad erfolgte mittels Dreifachbestimmung, d. h. durch dreifachen Aufschluss und Analyse der Einwaage. Insgesamt wurden 19 Elemente hinsichtlich ihrer Konzentration untersucht: C, N, O, Al, Si, S, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd und Pb. Die Auswahl der Elemente erfolgte auf Basis von Analyseberichten [128, 238] und Angaben in der Herstellerspezifikation<sup>9</sup>. Die Proben wurden mittels elektroerosivem Bearbeiten (EDM) aus den beprobten Materialien 1,7WR – 4,1CR und 0AS entnommen. Bei Verwendung eines Messingdrahtes erfolgt ein nicht zu vernachlässigender Eintrag von Cu und Zn durch die Kontamination der Schnittkanten. Um die Verfälschung der Ergebnisse durch die Entnahmemethode entgegenzutreten wurden die Proben vor der Analyse mit einer neuen Mischung gebeizt. Hierdurch ist es gelungen die Konzentrationen von Cu und Zn unter die Bestimmungsgrenzen abzusenken.

Die chemische Analyse erfolgte unter Zuhilfenahme von Verbrennungsanalysen, Trägergas-Heißextraktion, TGHE [257] sowie anhand von Untersuchungen auf Basis der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma, ICP-OES [258]. Für die Quantifizierung der Elementkonzentrationen von C und S mittels Verbrennungsanalyse (im Keramiktiegel im Sauerstoffstrom) wurden ein CS600 (LECO Instrument, Deutschland) verwendet. Die Konzentrationen an N und O wurden mithilfe eines LC600 (LECO Instrument, Deutschland) mittels Schmelzaufschluss unter He-Gasstrom im Graphiteinwegtiegel bestimmt. Die Elemente Al, Si, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd und Pb wurden mittels ICP-OES, iCAP 7000 Serie (ThermoFisher Scientific, U.S.A) gemessen. Hierfür wurden die Proben in einem sauren Ultraschallbad aufgeschlossen, die Lösungen in eine Plasmaflamme zerstäubt und die Emissionslinien aufgenommen.



**Abb. 16:** Nomenklatur der Hauptrichtungen. Die Nomenklatur folgt dem in ASTM E399 [221] definierten Schema. Die Abkürzungen werden sowohl für die Bezeichnung der Blechrichtungen, als auch bei der Charakterisierung von Ebenen und der Rissysteme angewendet.

<sup>9</sup> Angaben auf Herstellerwebsite:  
<https://www.plansee.com/de/werkstoffe/wolfram.html>; abgerufen am 01.11.2018

### 4.3 Textur- und Mikrostrukturanalyse: Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktionen und Beschreibung der Verteilung von verformungsinduzierten Gitterdefekten

Die Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) und die quantitative Analyse der durch das Walzen induzierte Modifikationen der Mikrostruktur (exklusive der Untersuchungen zu Versetzungsdichte und Versetzungsstruktur) erfolgten auf Basis von Ergebnissen aus Rückstreuелеktronenbeugungsexperimenten (EBSD). Für die Bestimmung der mittleren Versetzungsdichte in einem statistisch signifikanten Materialvolumen wurde ein indirekter Ansatz gewählt. Dieser basiert auf der winkelabhängigen Verbreiterung der Beugungsreflexe (modifizierter Williamson-Hall Ansatz), die in Beugungsexperimenten mit monochromatischer Röntgenstrahlung (XRD) gewonnen wurden. Versetzungsstrukturen wurde anhand von Aufnahmen, die am Rasterelektronenmikroskop (SEM) analysiert. Dieses als *Electron Channeling Contrast Imaging* (ECCI) bezeichnetes Bildgebungsverfahren wurde mit der Orientierungsbestimmung über EBSD kombiniert. Hierauf weist die von *Zaefferer et al.* [259] geprägte Abkürzung cECCI, *ECCI under controlled diffraction conditions*, hin.

Proben wurden mittels elektroerosivem Schneiden (EDM) entnommen. Hierbei lag ein besonderes Augenmerk auf die Herstellung von Proben mit intakten Schnittkanten, die bei stark umgeformten W-Blechen zu der Bildung von sogenannten Delaminationsrissen neigen. Aufgrund der erwarteten starken Anisotropie der mikrostrukturellen Eigenschaften ist stets die Ausrichtung der Proben in Bezug auf das Blechkoordinatensystem angegeben.

#### 4.3.1 Rückstreuелеktronenbeugung

Die Herstellung von Schlifffern für die EBSD-Untersuchungen umfasste das Schleifen der Proben sowie ein mechanisches und elektrochemisches Polieren. Diese Arbeitsschritte erfolgte für alle Materialien parallel, d. h. die Abschnitte der verschiedenen Bleche wurden gruppiert, mechanisch verbunden sowie warmeingebettet und waren danach in einem Probenstapel zusammengefasst zu präparieren.

Nassschleifen ist in zwei Bearbeitungsschritte zu unterteilen. In einer ersten groben Schleifstufe wurden Oberflächenbereiche entfernt, die möglicherweise während EDM modifiziert wurden. Die sich anschließende Feinbearbeitung diente zur schrittweisen Reduzierung der Verformungsschicht; vgl. *Petzow et al.* [260] [Abb. 1.5.1]. Während des Feinschleifens wurden Schleifstufen inklusive einer 1200er Körnung durchlaufen. Die Schädigungstiefe wurde im Anschluss durch mechanisches Polieren mit polykristallinen Diamantsuspensionen mit Partikelgrößen von 9, 6, 3 sowie 1  $\mu\text{m}$  (je 6 min) weiter verringert. Der Abtrag letzter Rauheitsspitzen, doch vor allem die Schaffung einer verformungsfreien Oberfläche, wurde mittels elektrolytischen Polierens erreicht. In Vorbereitung wurde der Probenverbund aus dem Einbettmittel herausgelöst und eine wässrige Lösung bestehend aus demineralisiertem  $\text{H}_2\text{O}$  und 0,66 wt.-% NaOH angesetzt; stark verdünnter Elektrolyt ASTM VII-7. [261] [Tab. 1]. Der Probenstapel wurde als Anode kontaktiert und über Elektrolyt sowie V2A Ringkathode die Elektropolierzelle aufgebaut. Als Polierspannung wurde ein Wert von 10 V als geeignet befunden. Mittels Rührers wurde das Elektrolyt in konstanter Bewegung gehalten. Die anodische Auflösung der Oberfläche erfolgte in einem gepulsten Betriebsmodus mit 5 s Abtragen und 10 s Deaktivierung pro Zyklus für eine Nettozeit von 3 min bzw. einer Bruttodauer von 9 min. Nach der Präparation wurde eine maximale Rautiefe  $R_t$  unterhalb von 100 nm gemessen.

Die Generierung und Erfassung der EBSD-Beugungsbilder (EBSPs) erfolgte mit einem Rasterelektronenmikroskop mit thermischer Feldemissionskathode (FEG-SEM) vom Typ MERLIN (Carl Zeiss

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

Microscopy GmbH, Deutschland), in Kombination mit einer 480×480 Bildpunkte auflösenden Hochgeschwindigkeits-EBSD-Detektor vom Typ Hikari XP (EDAX, U.S.A) und TEAM v4.5 (EDAX, U.S.A) als Steuerungs- und Aufnahmesoftware. Die Neigung des Probenstückes betrug 70° zur Waagerechten. Eine homogene Ausleuchtung des phosphoreszierenden Detektorschirms wurde unter der gegebenen Geometrie für  $W$  bei einem Arbeitsabstand von etwa 14 mm erzielt. Die in den einzelnen Versuchsreihen gewählten Strahlparameter und der Betriebsmodus der CCD (Charge Couple Device) Kamera (Binning, also das Zusammenfassen von Pixeln beim Auslesen des CCD Sensors) sind im jeweiligen Textabschnitt ausgewiesen. Die Indizierung der EBSPs erfolgte mithilfe des Hough-Transformation (HT) basierten Algorithmus [262, 263] mit nachgeschaltetem Abgleich der Winkelbeziehungen der gefundenen Triplets mit einer Orientierungsdatenbank [264].

Das Postprocessing und die Bestimmung der Textur- und Mikrostruktureigenschaften erfolgte unter Anwendung von OIM Analysis v8.1 (EDAX, U.S.A). Einträge mit einer geringen Zuverlässigkeit bei der Indizierung des EBSP, ausgedrückt in einem Vertrauensindex (CI) unterhalb 0,1, wurden herausgefiltert [265]. Außerdem wurden einzelne Messpunkte und zusammenhängende Punktgruppen entfernt, die aus weniger als 5 Messpunkten bestehen (innerhalb der vorgegebenen Missorientierung). Ein Teil dieser herausgefilterten Orientierungsdaten wurde anschließend mit dem Prozedere der Korn-CI Standardisierung (GCIS) in die Auswahl zurückgeführt. Bei der GCIS wird die Plausibilität der Orientierungen der herausgefilterten Datenpunkte hinsichtlich der Orientierungen ihrer Nachbarpixel bewertet und ggf. der CI nicht aber die gemessene Orientierung angepasst.

##### *Texturanalyse*

Die Identifizierung von bevorzugten kristallographischen Orientierungen und die Quantifizierung ihrer Häufigkeiten erfolgte nach einer direkten Methode. Die Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) wurden direkt aus EBSD-Orientierungen berechnet und nicht indirekt aus den Intensitäten von Polfiguren zurückgerechnet [266]. Den Empfehlungen von *Wright et al.* [267] sowie *Randle et al.* [268] folgend, wurden zur Berechnung der ODFs deutlich mehr als 10k unabhängige Kornorientierungen aufgenommen. In Vorbereitung dessen wurden nach der oben dargelegten Methode Schiffe der Ebene TS angefertigt. In dieser Ebene wird die höchste Korndichte erwartet [238], d. h. bei gegebenem Messraster und Messfeldgröße wird ein Maximum an unabhängigen Kornorientierungen erfasst. Mehrere Messfelder wurden pro Material aufgenommen. Für eine gesteigerte Toleranz gegenüber einer möglichen Werkstoffinhomogenität wurden die Felder über die gesamte Breite der Proben (10 mm) verteilt [269]. Gewalzte Refraktärmetalle sind für Texturgradienten entlang der S-Richtung bekannt; vgl. *Engler et al.* [266] bzw. *Lied et al.* [237] [Abb. 8]. Daher wurden die Positionen der Messfelder in dieser Arbeit so gewählt, dass ausschließlich Orientierungsdaten entlang der Blechmitte aufgenommen wurden, also die Positionierung entlang der T-Richtung auf Höhe  $S = 0$  erfolgt; siehe Abb. 16, Kap. 4.2. Nach *Engler et al.* [266] sind damit durchgeführte Untersuchungen zur Orientierungsverteilung als Analysen der *Mikrotextur* zu klassifizieren, d. h. die Orientierungsverteilungen besitzen einen Ortsbezug und stellen keine Charakterisierung des gesamten Probenvolumens dar. Im Folgenden ist mit Textur stets die Mikrotextur gemeint.

Bei der Erfassung von Orientierungsdaten für die Texturbestimmung steht die Ermittlung von möglichst vielen Kornorientierungen im Vordergrund; nicht die detaillierte Abbildung der Mikrostruktur [269]. Dies spiegelt sich in der gewählten Anzahl und Größe der Messfelder sowie der Schrittweite der verwendeten Messraster (quadratische Pixel) wider. Auf Basis von Voruntersuchungen zur Korngröße der einzelnen Materialzustände wurden die auf das jeweilige Material abgestimmte Schrittweiten definiert. *Jepson et al.* [270] folgend entsprechen die in dieser Arbeit gewählten Schrittweiten etwa  $\frac{1}{3}$  der Korndimension entlang der S-Richtung und sind damit wesentlich gröber als die Vorgaben für die Messung von Mikrostruktureigenschaften [268, 271]. Die Kopplung der Schrittweite an

die jeweilige Korngröße ermöglicht eine ressourcensparende Erfassung von unabhängigen Kornorientierungen unter Beibehaltung der Bewertung der Plausibilität der Orientierung eines individuellen Datenpunkts unter Anwendung von Filtermasken (im Postprocessing) auf Basis von Nachbarschaftsbeziehungen. Die Auswahl der Anzahl an Messfeldern pro Material und ihre Größe ergibt sich aus der vermuteten Inhomogenität; siehe Tab. 5. Untersuchungen von *Lied et al.* [237] an vergleichbar produzierten W-Blechen zeigen auf, dass eine zu Beginn deutlich ausgeprägte Heterogenität der Mikrostruktur mit zunehmenden Umformgrad verschwindet.

**Tab. 5:** Versuchsparameter für die Bestimmung der Textur. Die SEM-Parameter Beschleunigungsspannung  $U$  und Strahlstrom  $I$  sind angegeben. Darüber hinaus sind die Dimensionen der Messfelder parallel zur T-Richtung  $y$  und S-Richtung  $z$  sowie die Schrittweite  $\delta$  und die Anzahl der Messfelder pro Material  $N$  aufgelistet. Daraus ergibt sich ein Wert für die gesamte pro Material gemessene Fläche  $A$ , die zusammen mit dem Wissen über die Korndimensionen eine Abschätzung der Anzahl in dem Datensatz enthaltenen Körner  $n$  erlauben. Zusätzlich sind als Qualitätsindikatoren der arithmetische Mittelwert der Symmetrie der Polfiguren  $\bar{S}$  der niedrig-indizierten Ebenen  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  und  $\{111\}$ , Differenz zwischen berechnetem und extrapoliertem wahren TI  $\Delta J$  und der relative Fehler  $e_J$  des berechneten TI angegeben.

Material	$U$ /kV	$I$ /nA	$\delta$ /nm	$y; z$ / $\mu\text{m}$	$N$ /-	$A$ / $\mu\text{m}^2$	$n$ /-	$\bar{S}$ /-	$\Delta J$ /-	$e_J$ /%
0AS	30	20	6,0k	2,9k; 2,3k	2	13340k	38k	0,0040 $\pm$ 0,0006	0,00	0,0
1.7WR	20	20	200	140; 100	8	112k	41k	0,0120 $\pm$ 0,0025	0,06	1,5
2.5WR	20	20	150	100; 70	8	56k	30k	0,0101 $\pm$ 0,0021	0,07	1,3
2.9WR	20	20	120	100; 60	6	36k	18k	0,0166 $\pm$ 0,0031	0,11	1,9
3.3WR	20	20	100	100; 50	5	25k	15k	0,0100 $\pm$ 0,0021	0,24	2,2
4.1CR	20	20	80	100; 40	4	16k	9,4k	0,0142 $\pm$ 0,0027	0,01	0,1

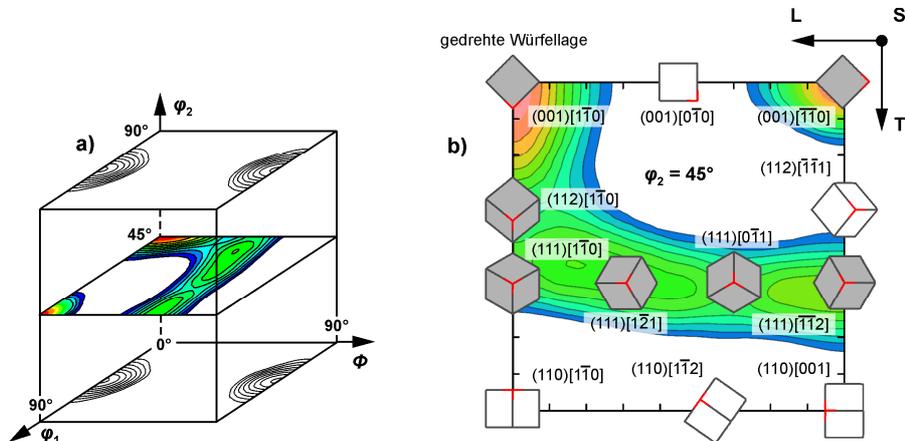
Für die Datenaufnahme zur Texturanalyse wurde das SEM mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV und einem Strahlstrom von 20 nA betrieben. Unter Anwendung eines 5×5 Binning wurden EBSPs mit einer Geschwindigkeit um 250 fps aufgenommen. In einem ersten Postprocessing-Schritt wurden die Versuchsdaten der einzelnen Messfelder für das jeweilige Material zusammengefasst und die oben beschriebene Filter-Routine angewendet. Eine Analyse der Orientierungsdaten offenbarte leichte Verdrehungen in Bezug zu den erwarteten Ideallagen der Hauptkomponenten der Walztextur. Diese rühren höchstwahrscheinlich aus leichten Ungenauigkeiten bei der Entnahme der Proben aus den Blechen her, bzw. sind eine Folge der Präparation und der Ausrichtung im SEM. Wie von *Kocks* [272] empfohlen, wurde die Abweichungen von den Ideallagen durch leichte Rotation der Orientierungsdaten des gesamten Datensatzes korrigiert; siehe Anhang B, Abb. A6.

Im Anschluss an die Justage der Orientierungsdaten wurden die ODFs auf Basis der Reihenentwicklung *Generalized Spherical Harmonic Expansion* (GSHE) nach *Bunge* [273] [Gl. 5.1] berechnet. Der erwarteten hohen Orientierungsdichten einzelner Vorzugskomponenten Rechnung tragend [237] [Abb. 7] und die Gefahr von sogenannten *Ghosting-Artefakten*<sup>10</sup> berücksichtigend, wurden die ODFs bis Reihenglied 34 entwickelt. Die Intensitäten jeder Orientierung wurden dabei über eine Glockenkurve mit einer Halbwertsbreite von 5° abgebildet; siehe Ref. [274] [Gl. 12.14] und [275] [Abb. 7]. Die Reihenentwicklung erfolgte unter Vorgabe orthotroper<sup>11</sup> *Probensymmetrie*. Bei der Abbildung der Intensitäten jeder Orientierung über eine Glockenkurve mit einer gegebenen Halbwertsbreite, ist die Schärfe der Textur sowie der Entwicklungsgrad bzw. die Stichprobengröße zu berücksichtigen [275]. Nach einer visuellen Kontrolle der ODF-Schnitte und der Analyse der Entwicklung des TI über den Entwicklungsgrad konnte verifiziert werden, dass bei der Anwendung der oben angegebenen Entwicklungsparameter weder (i) Ghosting-Artefakte auftreten, noch (ii) nennenswerte Veränderungen

<sup>10</sup> E. Bruder (TU Darmstadt): Persönliche Kommunikation

<sup>11</sup> Orthotrope Probensymmetrie bedingt zwei Spiegelebenen. In gewalzten Blechen sind diese die Ebenen normal zu der L- bzw. T-Richtung [266]; vgl. Abb. 16. In Abb. 18 sind die äquivalenten Orientierungen dargestellt.

in der ODF bei der Wahl einer längeren Reihenentwicklung zu erwarten sind; Abb. A7, Anhang B. Somit kann geschlossen werden, dass der Entwicklungsgrad mit 34 hoch genug angesetzt wurde und die Intensitätsverläufe der ODF, wenigstens an und im Umkreis der Hauptkomponenten der Textur, mit hoher Wahrscheinlichkeit der wahren Textur der Materialien entsprechen.



**Abb. 17:** Reduzierter Euler-Raum: In (a) ist der reduzierte Euler-Raum mit den Grenzen  $\{0 - 90^\circ\}$  für alle drei Raumachsen gezeigt. Wichtige Ideallagen sind für die in (a) eingefärbte Schnittebene  $\varphi_2 \{45^\circ\}$  in Abb. (b) dargestellt. Die typischen Texturkomponenten in gewalztem W sind hervorgehoben. Die Darstellung (a) in Anlehnung an Ref. [276]. Diagramm (b) eigene Darstellung. Indizierung des Euler-Raumes nach der Nomenklatur von Bunge  $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$  bzw. durch die Angabe (hkl)[uvw], d. h. Nennung der Kristallebene planparallel zur Walzebene sowie der Kristallrichtung parallel zur L-Richtung.

Die Interpretation der ODFs erfolgte anhand von Schnitten des Euler-Raumes bei  $\varphi_2 \{45^\circ\}$  in den Grenzen  $\varphi_1 \{0 - 90^\circ\}$  und  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$ . Im Allgemeinen bilden krz Metalle sogenannten Fasertexturen aus, bei denen sich die Hauptkomponenten der Textur entlang charakteristischer Strecken im Euler-Raum befinden. Im Fall der Verformung im ebenen Dehnungszustand (EDZ) sind  $\alpha$ -Faser (hkl)[110] und  $\gamma$ -Faser (111)[uvw] zu erwähnen. In Abb. 17b sind die Lagen der Hauptkomponenten der Walztextur von krz Metallen in Bezug auf das Probenkoordinatensystem durch die grau hervorgehobenen Einheitszellen repräsentiert. Die Reduzierung des Euler-Raumes  $\varphi_1 \{0 - 360^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 180^\circ\}$  und  $\varphi_2 \{0 - 360^\circ\}$  auf die Grenzen  $\varphi_1 \{0 - 360^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$  und  $\varphi_2 \{0 - 90^\circ\}$  ist ein Ergebnis der *Kristallsymmetrie* der kubischen Einheitszelle und der damit verbundenen Redundanz von gleichwertigen Orientierungen. Die Verkleinerung des Euler-Raumes auf  $\varphi_1 \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$  und  $\varphi_2 \{0 - 90^\circ\}$  bzw. die Darstellung des Euler-Raumes in den Grenzen  $\varphi_1 \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$  und  $\varphi_2 \{45^\circ\}$  ist durch das Vorliegen von orthotroper Probensymmetrie gerechtfertigt bzw. der Tatsache geschuldet, dass die Komponenten und Fasern, die für die Beurteilung der Walztextur von krz Metallen benötigt werden, in dieser Schnittebene lokalisiert sind [266].

#### Fehlerbetrachtung Texturanalyse

Die ODF ist eine angenäherte mathematische Beschreibung der Verteilung der Kristallorientierungen hinsichtlich ihrer Gesamtheit. Damit ist die Aussagekraft der ODF stark an die Größe der gekoppelt. Darüber hinaus beeinflussen die Parameter der Reihenentwicklung die berechneten Intensitätsmaxima und sind für eine quantitative Texturanalyse auf die Intensitäten sowie Stichprobengröße abzustimmen.

In der Blechmitte wird vorausgesetzt, dass die resultierende Verformungsstruktur auf eine plastische Verformung im EDZ zurückzuführen ist. Diese bedingt die Ausbildung einer orthotropen Probensymmetrie während des Walzens. Orthotrope Probensymmetrie ist direkt in den in Abb. 18 dargestellten  $\{100\}$ -Polfiguren für 1,7WR identifizierbar. Jedoch geht die Symmetrie der Polfiguren (die Übereinstimmung der Intensitätsverläufe der Quadranten 1, 2, 3 und 4) mit Abnahme der Stichprobengröße zurück und könnte auf Basis der Stichproben mit 460, 1800 bzw. 6900 nur vermutet werden. Diese

Beobachtung kann nach einem Ansatz von *Wright et al.* [267] [Gl. 6] bestätigt werden. In diesem wird die Symmetrie der Polfigur (eigentlich die Asymmetrie dieser) über die Beziehung

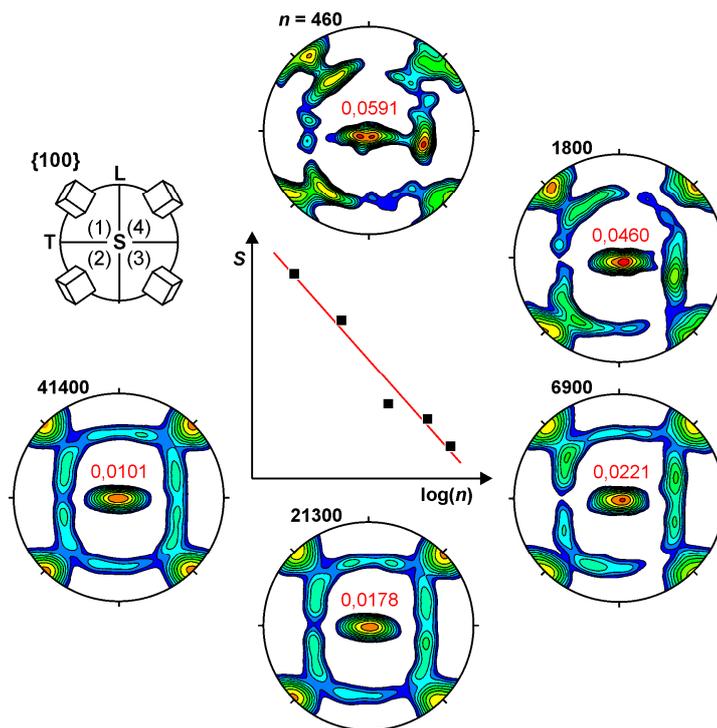
$$S_{\{hkl\}} = \frac{1}{B} \sum_{\alpha=0}^{90^\circ} \sum_{\beta=0}^{90^\circ-b} \{ [P(\alpha, \beta) - P(\alpha, 180^\circ - \beta)]^2 + [P(\alpha, \beta) - P(\alpha, 180^\circ + \beta)]^2 + [P(\alpha, \beta) - P(\alpha, -\beta)]^2 \}^{0,5} \quad (12)$$

quantifiziert, wobei die Größen  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $b$  den Polarwinkel bzw. Azimut sowie die Winkelauflösung beider Winkel in der Berechnung zugrundeliegenden Polfigur entsprechen. Da die Winkelauflösung der Polfiguren variieren kann, ist die Vergleichbarkeit von Symmetriefaktoren durch die Hinzunahme eines Korrekturfaktors  $B$  gegeben. Dieser entspricht der Anzahl der Datenpunkte der Polfigur.

Im Falle orthotroper Symmetrie gilt für den Einfluss der Größe der Stichprobe  $n$ , d. h. der Anzahl an unabhängigen Kornorientierungen im Datensatz, in Hinblick auf die Asymmetrie der Polfigur:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} S_{\{hkl\}} = 0 \quad (13)$$

Unter der Annahme von orthotroper Probensymmetrie ist die Abweichung von dem Idealwert  $\{0\}$  ein Maß für die statistische Relevanz des zugrundeliegenden Datensatzes. Die Entwicklung der Symmetrie der  $\{100\}$ -Polfiguren für 1,7WR kann in Abb. 18 anhand der rot hervorgehobenen Werte nachvollzogen werden. Das Erreichen einer ideal-symmetrischen Polfigur für 1,7WR wird zu einer Kornstatistik von etwa 140k Körnern extrapoliert.

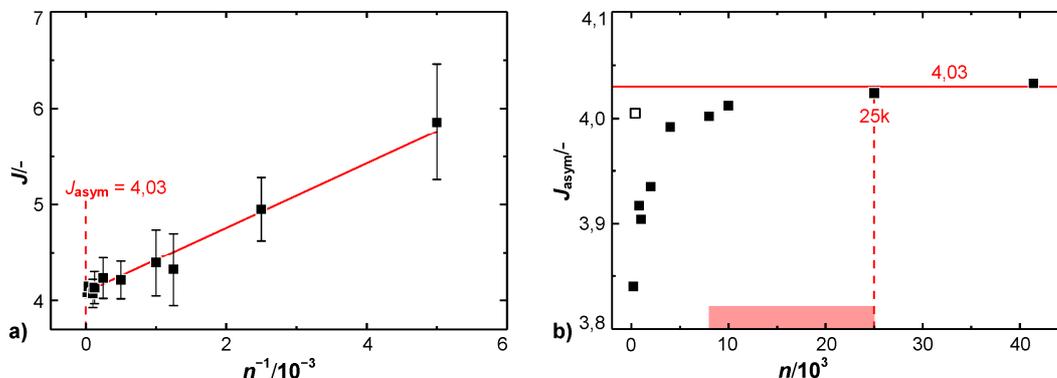


**Abb. 18:** Einfluss der Kornstatistik auf die Orientierungsverteilungsfunktion. Es sind die Polfiguren vom Typ  $\{100\}$  für die Stichprobengrößen 460, 1,8k, 6,9k, 21k sowie 41k gezeigt; berechnet ohne Vorgabe von Probensymmetrie. Die Einfärbung der Polfiguren entspricht der Orientierungsdichte von  $\{100\}$ -Ebenen im entsprechenden Probenkoordinatensystem. Die Werte zur Beurteilung die Symmetrie der Polfiguren sind in Rot hervorgehoben. Die Entwicklung der Asymmetrie der Polfiguren  $S$  ist zentral als Funktion der Anzahl der Kornorientierungen im Datensatz  $n$  dargestellt; vgl. Tab. 5 für Ergebnisse zu 2,5WR – 4,1CR.

Für die Generierung von Stichproben mit einem Umfang von 140k Körnern ist der experimentelle Aufwand jedoch unverhältnismäßig hoch. Die Abweichung einer stichprobenbasierten ODF von der wahren Textur kann jedoch bereits auf Basis kleiner Datensätze quantifiziert werden. Hierfür bietet

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

sich die Betrachtung in der Variation des Texturindex (TI) nach *Bunge* [273] [Gl. 4.210] für Datensätze desselben Materials mit verschiedenen Stichprobenumfang an. Neben der Berechnung des TI basierend auf dem gesamten Datensatz, wurden (Teil-) Datensätze mit einem Stichprobenumfang von 41k, 25k, 10k, 8k, 4k, 2k, 1k, 800, 400 sowie 200 unabhängigen Kornorientierungen erzeugt. Dabei erfolgte die Auswahl der Körner nach einem zufälligen Muster. Dieses Vorgehen wurde pro Datensatzgröße 11-mal wiederholt, jede Berechnung des TI erfolgte unter Vorgabe von orthotroper Probensymmetrie. Aus diesen jeweils 11 Einzelergebnissen wurden Median sowie die Spannweite der Ergebnisse ermittelt. Exemplarisch sind Abb. 19a der Median der TIs und die jeweilige Spannweite für 4,1CR über den Kehrwert der Stichprobengröße aufgetragen. Der Median nimmt mit zunehmendem Umfang der Kornstatistik (linke Seite) ab; ebenso die Spannweite zwischen den Teilergebnissen. Anhand modellierter Daten konnten *Matthies et al.* [277] demonstrieren, dass die Abnahme des TI mit dem Kehrwert der Kornstatistik  $n$  korreliert. Somit erlaubt die in Abb. 19a eingezeichnete Regressionsgrade die Extrapolation eines *wahren TI* durch die Berechnung des TI für die Koordinate  $\{0\}$ , d. h. für  $n \rightarrow \infty$ , die Stichprobe entspricht der Grundgesamtheit.



**Abb. 19:** Abschätzung der erforderlichen Stichprobengröße. In (a) ist die Extrapolation des Texturindex  $J$  zur Bestimmung des wahren TI  $J_{\text{asym}}$  für  $n \rightarrow \infty$  demonstriert (ohne erzwungene Probensymmetrie). Aufgetragen sind Median und die Spannweite der berechneten TIs. Die Auftragung des wahren TI über die Datensatzgröße  $n$  in (b) zeigt an, wie viele Körner in etwa für Aussagen zur Grundgesamtheit benötigt werden; vgl. Tab. 5 für die wahren TIs der Materialien 2,5WR – 4,1CR.

Nach dieser Methodik wird für 1,7WR ein wahrer TI von 4,03 konstruiert. Dieses extrapolierte Ergebnis entspricht de facto dem gemessenen TI von 4,09; Berechnung unter Vorgabe von orthotroper Probensymmetrie. Die quadratische Definition des TI bewirkt eine hohe Sensitivität hinsichtlich der Orientierungsdichten der Hauptkomponenten. Es wird gefolgert, dass bei Übereinstimmung von gemessener und wahrer TI die angenäherte ODF die wahren Orientierungsdichten an den Hauptkomponenten akkurat abbildet.

Eine Erweiterung des oben beschriebenen Ansatzes ermöglicht es ferner Schlüsse über die Stabilität der in Tab. 5 gelisteten wahren TIs zu ziehen. Dies ist für 1,7WR in Abb. 19b nachzuvollziehen. Dabei gibt die Position der Datenpunkte auf der Abszisse Auskunft über den maximalen Stichprobenumfang der für die Berechnung der Regressionsgeraden zur Verfügung stand, d. h. der Datenpunkt in Abb. 19b mit der Koordinate 1k entspricht der Regressionsgeraden der TIs in Abb. 19a mit einer Kornstatistik von 1k und niedriger (800, 400 und 200). In Abb. 19b wird um 10k Kornorientierungen ein Plateau für den wahren TI erreicht, welches ab 25k als stabil bezeichnet werden kann. Die asymptotische Annäherung des berechneten TI an den wahren TI wird auch für 2,5WR – 4,1CR beobachtet und bestätigt 8k – 25k als notwendige Anzahl der Körner im Datensatz, ab dem eine quantitative Texturanalyse gerechtfertigt erscheint. Mit Kornstatistiken von geschätzt 38k (0AS), 41k (1,7WR), 30k (2,5WR), 18k (2,9WR), 15k (3,3WR) und 9,4k (4,1CR) wird diese Anforderung für alle Materialien erreicht.

*Mikrostrukturanalyse*

Nach der oben beschriebenen Methodik wurden Schlitze der Ebenen LS und TS präpariert. Die Ausrichtung der Proben im SEM erfolgte in der Weise, dass die S-Richtung stets mit der Horizontalen zusammenfiel und L- bzw. T-Richtung 20° zum PE-Strahl geneigt waren. Die Datenaufnahme erfolgte nur im Bereichen der Blechmitte, d. h. um die Höhe  $S = 0$ . Je Material und Schliffebene wurden vier Messfelder mit  $50 \times 40 \mu\text{m}$  Größe aufgenommen, wobei der erste Wert die Höhe vertikal und die zweite Angabe die Breite des Messfelds horizontal angibt. Die Schrittweite des Messrasters mit quadratischen Pixeln betrug 40 nm. Die Strahlparameter waren 15 kV und 20 nA. Die Aufnahmezeit betrug etwa 150 fps mit Vorgabe eines  $4 \times 4$  Binning.

Nach Material und Schliffebene sortiert wurden im Postprocessing die einzelnen Datensätze zusammengefasst und die bereits oben beschriebene Filter-Routine durchlaufen. Anhand der zusammengeführten Datensätze wurden Mittelwerte und Verteilungskurven abgeleitet. Mit dem Ziel Standardabweichungen ausweisen zu können, erfolgte die Auswertung auch auf Basis der individuellen Datensätze.

In dieser Ausarbeitung sind in Anlehnung an Hansen et al. [278] Kleinwinkelgrenzen (LABs) als Gitterrotationen zwischen benachbarten Messpunkten im Bereich  $2 - 15^\circ$  definiert. Grenzen mit einer Missorientierung größer  $15^\circ$  werden als Großwinkelgrenzen (HABs) interpretiert. Aufgrund der starken Anisotropie in der Kornmorphologie wird der Begriff Korngröße hinsichtlich eines angenäherten Durchmessers vermieden. Stattdessen werden die gemittelten Abstände zwischen HABs bzw. zwischen HABs und LABs angegeben und stets der Bezug hinsichtlich L-, T- und S-Richtung verdeutlicht. Die Ermittlung der Korngrenzenabstände erfolgte auf Basis des Linienschnittverfahrens [279].

**Tab. 6:** Versuchsschema der EBSD basierten Mikrostrukturuntersuchungen. Die Messfelddimensionen entlang der L-Richtung  $x$ , T-Richtung  $y$ , und S-Richtung  $z$  sind pro Material und Schliffebene bzgl. der Schlitzebenen LS  $xz$  und TS  $yz$  ausgewiesen. Die Abschätzungen zu der statistischen Anzahl der in den einzelnen Datensätzen enthaltenen Körnern  $n$  sind ebenfalls getrennt aufgelistet. Für alle Untersuchungen wurden die Strahlparameter Beschleunigungsspannung  $U$  und Stahlstrom  $I$  sowie die Schrittweite  $\delta$ , die Anzahl  $N$  und die Gesamtfläche  $A$  der Messfelder konstant gehalten. Weiterhin ist der Anteil  $f$  von Messpunkten mit einem CI größer 0,1 (nach GCIS) am Gesamtdatensatz ausgewiesen.

Material	$U$ /kV	$I$ /nA	$\delta$ /nm	$x; z$ / $\mu\text{m}$	$N_{LS}$ /-	$A_{LS}$ / $\mu\text{m}^2$	$n_{LS}$ /-	$f_{LS}$ /-	$y; z$ / $\mu\text{m}$	$N_{TS}$ /-	$A_{TS}$ / $\mu\text{m}^2$	$n_{TS}$ /-	$f_{TS}$ /-
0AS	30	20	500	2,9k; 2,3k	2	13340k	38k	0,978	-	-	-	-	-
1.7WR	15	20	40	50; 40	4	8,0k	2,8k	0,999	50; 40	4	8k	3,5k	0,999
2.5WR	15	20	40	50; 40	4	8,0k	4,6k	0,998	50; 40	4	8k	10k	0,991
2.9WR	15	20	40	50; 40	4	8,0k	6,5k	0,999	50; 40	4	8k	11k	0,993
3.3WR	15	20	40	50; 40	4	8,0k	11K	0,998	50; 40	4	8k	15k	0,998
4.1CR	15	20	40	50; 40	4	8,0k	10k	0,998	50; 40	4	8k	19k	0,992

*Fehlerbetrachtung Mikrostrukturanalyse*

Das Studium von UFG Mikrostrukturen stellt hohe Anforderungen an die Ortsauflösung der verwendeten Methode. Durch die starke Probenneigung bei EBSD ist die *physikalische Ortsauflösung* (meist: in welchem Abstand von einer Korngrenze kommt es zur Überlagerung der Beugungsmuster beider Orientierungen) orthogonal (nachfolgend als *lateral* bezeichnet) sowie in Richtung des PE-Strahls anisotrop und besitzt nach geometrischen Gesichtspunkten ein Verhältnis von etwa 1:3. Die physikalische laterale Auflösung von EBSD ist der Gegenstand vieler Veröffentlichungen; für eine Übersicht sei auf Chen et al. [280] verwiesen. Für W im FEG-SEM und einer Beschleunigungsspannung von 30 kV geben Isabell et al. [281] die physikalische laterale Auflösung mit 50 nm an. In einer neueren Veröffentlichung von Tripathi et al. [282] ist für 30 kV, 10 nA ein Wert von 100 nm ausge-

wiesen<sup>12</sup>. Dieser Unterschied von Faktor zwei könnte in den verwendeten Elektronenquellen begründet sein: Während *Isabell et al.* [281] ihre Messungen mit einer kalten Feldemissionskathode (cFEG) als Quelle vornahmen, verwendeten *Tripathi et al.* [282] einen Emitter, der nach dem Prinzip der warmen Feldemission (Schottky Type) arbeitet. Auch wenn nicht näher von *Isabell et al.* [281] spezifiziert, kann infolge des bauartbedingt stark eingeschränkten Strahlstroms von cFEGs [283] [Tab. 1.1] auf eine Differenz im Stahlstrom beider Studien von mindestens eine Größenordnung geschlossen werden. In Hinblick auf diese Arbeit sollte damit der Bericht von *Tripathi et al.* [282] repräsentative Werte für die physikalische laterale Auflösung von EBSD an W enthalten.

Die praktisch nutzbare Auflösung von EBSD, nachfolgend als die *effektive laterale Auflösung* bezeichnet, ist neben der physikalischen Auflösung weiterhin von dem verwendeten Software-Algorithmus für die Indizierung der EBSPs beeinflusst [284]. Da bei der Überlagerung von zwei Beugungsmustern in einem EBSP häufig die K-Bänder einer Orientierung merklich schwächere Intensitäten aufweisen, kann verlässlich zwischen beiden Mustern unterschieden werden. *Damit besitzt die EBSD-Methode eine höhere effektive laterale Auflösung als physikalische laterale Auflösung [284]. Diese liegt nach neuesten Arbeiten<sup>13</sup> im Bereich um 10 nm. Damit kann festgehalten werden, dass EBSD auch für die Mikrostrukturanalyse von UFG Materialien eine leistungsfähige Methode darstellt und eine Schrittweite von 40 nm von den Fähigkeiten der EBSD-Methode an W abgedeckt ist.* Darüber hinaus wird mit dem experimentellen Aufbau (S-Richtung horizontal ausgerichtet) sichergestellt, dass die kleinste Strukturdimension entlang der Richtung der höchsten Auflösung verlaufen.

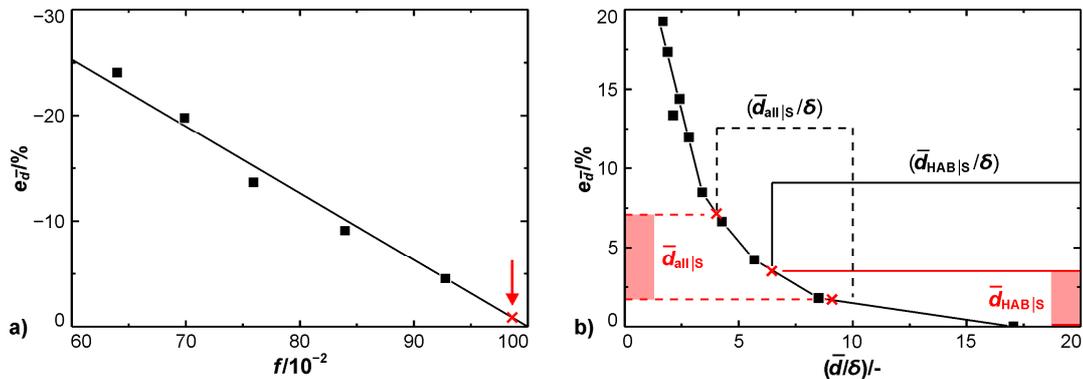
In dieser Arbeit kommt der Bestimmung der mittleren Abstände zwischen Großwinkelgrenzen bzw. Groß- und Kleinwinkelgrenzen eine zentrale Bedeutung zu. Nach DIN ISO 13067 [285] wurde die Aufnahme der Datensätze für die Mikrostrukturanalyse so konzipiert, dass eine Kornstatistik von deutlich mehr als 1k Körnern (nicht Messpunkten) erzielt wird. Für die gewalzten Materialien wurde 1,7WR als Referenz festgelegt. Aus der Tatsache, dass die Schrittweite sowie Größe und Anzahl der Messfelder für die Datenaufnahme zur Mikrostrukturanalyse für alle Materialien und Schliffebenen konstant gehalten wurden, folgt, dass Tab. 6 für die hohen Umformgrade eine wesentliche umfangreichere Kornstatistik ausweist; etwa 10k für 4,1CR im Vergleich zu 3k Körnern für 1,7WR, jeweils in der LS-Ebene. Die Ergebnisse, basierend auf den Untersuchungen der Schliffebenen TS, beruhen auf etwa doppelt so viel gemessenen Körnern. Damit übertreffen die aufgenommenen Datensätze in ihrem Umfang deutlich die gestellten Anforderungen für eine zuverlässige Bestimmung der Korngröße nach dem Linienschnittverfahren.

Neben einer angemessenen Kornstatistik identifizierte *Humphreys* [271] (i) die Häufigkeit von nicht- bzw. falsch-indizierten Messpunkten und (ii) die gemittelte Anzahl der Messpunkte im Korn in Bezug zur Ausrichtung der Messlinie als weitere Einflussfaktoren bei der verlässlichen Bestimmung von Korndimension nach dem Linienschnittverfahren (auf einem EBSD-Datensatz). Ein Auszug der Ergebnisse der Studie von *Humphreys* [271] ist in Abb. 20 wiedergegeben. Während nicht- und falsch-indizierte EBSPs zu künstlichen Korngrenzen führen und in der Folge die gemittelte Korngröße nicht konservativ ist (Abb. 20a), ist die Tatsache, dass die Länge eines einzelnen Linienabschnittes immer ein Vielfaches der Schrittweite des Messrasters betragen muss, mit einer Überschätzung des mittleren Korngrenzenabstandes verbunden; siehe Abb. 20b. Dabei wird in dem dargestellten Wertebereich zwischen dem relativen Fehler bei der Bestimmung der mittleren Abschnittslänge und dem Anteil an Datenpunkten mit zutreffender Orientierung ein linearer Zusammenhang gefunden. Der Einfluss der gemittelten Anzahl an Messpunkten pro Abschnittslänge der Messlinien ist hingegen nichtlinear. Unterschreitet die Anzahl von Messpunkten zwischen zwei Korngrenzen im Mittel den

<sup>12</sup> A. *Tripathi* (Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf): Persönliche Kommunikation

<sup>13</sup> S. *Zaefferer* und A. *Tripathi* (beide Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf): Persönliche Kommunikation

Quotienten 5, kommt es zu einem hyperbolischen Anstieg des systematischen Messfehlers. In den von *Humphreys* [271] publizierten Daten liegt der systematische Fehler bei der Bestimmung des mittleren Korngröße bei der Anwendung der von *Radle* [268] genannte Empfehlung für die Mikrostrukturanalyse von 10 Messpunkten pro erwarteter gemittelter Abschnittslänge zwischen 1 – 2 %. Eine Verdopplung der Schrittweite (also eine Halbierung der Anzahl der Messpunkte entlang der Messlinie) führt bereits zu einer Überschätzung des wahren Ergebnisses um etwa 5 %.



**Abb. 20:** Fehler bei der Bestimmung von mittleren Korngröße nach dem Linienschnittverfahren. Diagramm (a) und (b) zeigen den erwarteten relativen Fehler  $e_{\bar{d}}$  bei der Ermittlung der mittleren Korngrößenabstände. In (a) ist der Fehler über dem Anteil  $f$  an korrekt indizierten EBSPs aufgetragen. In (b) ist der Fehler  $e_{\bar{d}}$  über der gemittelten Anzahl an Messpunkten entlang der Messlinie zwischen zwei Korngrenzen gezeigt. Dies ist als gemittelter Korngrößenabstand  $\bar{d}$  normiert auf die Schrittweite  $\delta$  des Messrasters dargestellt. Die zu Grunde liegenden Vergleichsdaten sind *Humphreys* [271] entnommen.

Im Folgenden soll die Betrachtung der Materialien dieser Arbeit ausgeweitet werden. Zuerst wird hierbei auf die schlecht-indizierten EBSPs eingegangen. Laut Tab. 6 ist der Anteil der Messpunkte mit einem CI oberhalb von 0,1 stets größer als 99 %. Hierbei wird auf den Zustand der Datensätze nach der Anwendung der GCIS Routine referenziert. Wird vereinfacht angenommen, dass die mit einem CI größer 0,1 verknüpften EBSPs ausnahmslos korrekt indiziert wurden<sup>14</sup>, so ist der systematische Fehler bei der Bestimmung der mittleren Korngrößenabstände kleiner als 1 % und damit unbedeutend; siehe Hervorhebung in Abb. 20a. Ähnlich wird der systematische Fehler bewertet, der durch die gewählte Schrittweite von 40 nm hervorgerufen wird. In Abb. 20b sind die ermittelten Quotienten für die S-Richtung (Richtung der kleinsten Korndimensionen) eingetragen. Dabei wird zwischen dem mittleren Abstand von HABs  $\bar{d}_{\text{HAB}|S}$  bzw. HABs und LABs  $\bar{d}_{\text{all}|S}$  unterschieden. Nach Abb. 20b sind die gemessenen mittleren Abstände zwischen HABs im Maximum (4,1CR) um etwa 3 % überschätzt (entspricht einem Quotient von 6,4) und damit ebenfalls vernachlässigbar. Werden alle Grenzen mit mehr als 2° Missorientierung bei der Berechnung der mittleren Abstände berücksichtigt, beträgt der Quotient im Minimum 4,0 (4,1CR) und im Maximum 9,3 (1,7WR). Das entspricht einer systematischen Überschätzung der mittleren Korngröße entlang der S-Richtung bei der Berücksichtigung aller Grenzen in dem Bereich von 7 % bis 2 %. Dies wird als tolerierbar eingestuft.

Untersuchungen zum Einfluss der Schrittweite auf den gemessenen mittleren Korngrößenabstand entlang der S-Richtung in der Arbeitsgruppe<sup>15</sup> bekräftigen die oben getätigten Aussagen. Erst unterhalb eines Quotienten von etwa 2,5 weicht die gemessene mittlere Korngröße von der wahren Korngröße merklich ab und der Fehler übersteigt 10 %, d. h. die wahre Korngröße wird um mehr als 10 % überschätzt.

<sup>14</sup> *Field* [265] gibt für EBSPs, die mit einem CI größer 0,1 indiziert wurden eine Quote der korrekten Lösungen von etwa 95 % an. In der aktuellen Arbeit wurden jedoch zusätzlich die Nachbarschaftsbeziehungen überprüft, sodass in dieser Ausarbeitung die Quote von 95 % lediglich einen unteren Grenzwert darstellen sollte.

<sup>15</sup> *P. Lied* (KIT, Karlsruhe): Persönliche Kommunikation

### 4.3.2 Röntgendiffraktometrie

Für eine Abschätzung der Entwicklung der Eigenspannungen 3. Art [286] und der daraus ableitbaren Dichte an gespeicherten Versetzungen wurden mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) aufgenommene Beugungsprofile nach der Methode der modifizierten Williamson-Hall (WH) Auftragung nach Ungár *et al.* [287] ausgewertet. Diese modifizierte Variante unterscheidet sich von der ursprünglich von Hall [288] und Williamson *et al.* [289] sowie Anderen [290] erarbeiteten Methode der Differenzierung von Größen- und Versetzungseffekt vor allem durch die zusätzliche Berücksichtigung der mittleren Kontrastfaktoren der von den Versetzungen besetzten Gleitsystemen als Funktion des jeweiligen Beugungsvektors.

#### *Bemerkungen zum Kontrastfaktor von Versetzungen*

Ausgehend von der grundlegenden, theoretischen Arbeit von Krivoglaz [291] bzw. [292], demonstrierten Wilkens [293] und Ungár *et al.* [287], dass die Analyse der gemittelten quadratischen Abweichung des Gitterparameters parallel zum Beugungsvektor  $\vec{g}$  innerhalb eines Kornes (besser bekannt als  $\langle \varepsilon_g^2 \rangle$  *mean quadratic strain*), Rückschlüsse auf die Versetzungsstruktur ermöglicht. Die Variationen des Gitterabstandes entlang des Beugungsvektors, die mit der Existenz von Versetzungen zu erklären sind (und über die winkelabhängige Verbreiterung der Beugungsreflexe quantifiziert werden können; dies ist das Fundament der WH-Methode) ergeben sich jedoch nicht nur aus der Versetzungsdichte und dem Betrag des Burgers-Vektors allein, sondern verlangen weiterhin das Studium der Versetzungsgeometrie sowie der Korrelation der Versetzungen. Die Verzerrung des Gitters parallel zum Beugungsvektor, die von einer einzelnen Versetzung hervorgerufen wird, ist somit auch von der Lage des Burgers-Vektors und des Linienvektors in Relation zum Beugungsvektor, d. h. vom Versetzungscharakter abhängig. Ebenso ist die Gitterverzerrung von Versetzungen von der Wechselbeziehung untereinander (Korrelation in Bezug auf ihre Spannungsfelder bzw. Dehnungsfelder) bestimmt. Diese Komplexität soll durch die Darstellung der Einflussgrößen in der Schreibweise

$$\langle \varepsilon_g^2 \rangle \sim \bar{\rho}, b, M, \bar{C} \quad (14)$$

nochmals unterstrichen werden, wobei  $\bar{\rho}$  und  $b$  die mittlerer Versetzungsdichte bzw. den Betrag des dominierenden Burgers-Vektors repräsentieren. Der Faktor  $M$ , auch als *Wilkens-Faktor* oder *Wilkens-Parameter* [294] bekannt, ist selbst eine Funktion der Versetzungsdichte und beschreibt den Grad der sogenannte Korrelation der Versetzungen. Ist die Anordnung der Versetzungen von einem zufälligen Charakter geprägt nimmt  $M$  Werte  $>1$  an. Sind die Versetzungen in Strukturen gespeichert, sodass sich Zugspannungs- und Druckspannungszone benachbarter Versetzungen überlagern, die Spannungsfelder teilweise kompensiert werden, gilt:  $M < 1$ ; vgl. Ribárik [295] [Abb. 2.10]. Die letzte Einflussgröße in dieser Aufzählung, die Eigenschaft  $\bar{C}$ , ist unter der Bezeichnung gemittelter Kontrastfaktor geläufig. Bei gegebenen Beugungsbedingungen kann der Kontrastfaktor<sup>16</sup> als ein Maß für die „Sichtbarkeit“ der von einer Versetzung verursachten Gitterverzerrung verstanden werden [287]. Der Kontrastfaktor korrigiert den als *strain anisotropy* bekannt gewordenen Umstand, der die Verwendung der WH-Auftragung nach der ursprünglichen Definition einschränkt. Der Einfluss des Beugungsvektors auf  $\langle \varepsilon_g^2 \rangle$  führt hierbei (abweichend von der zugrunde liegenden Annahme) zu einer un stetigen (anisotropen) Verbreiterung der Halbwertsbreite (FWHM) mit zunehmenden Beugungswinkel. Als Folge sollten für die Konstruktion der Ausgleichsgeraden bei der Verwendung der WH-Methode ohne Kontrastfaktoren nur Reflexe gleichen Typs berücksichtigt werden.

<sup>16</sup> Der Begriff Sichtbarkeit wurde gewählt, um den Zusammenhang mit dem beobachteten Beugungscontrast während TEM-Untersuchungen zu betonen. Bekanntestes Beispiel hierfür ist „ $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ “, d. h. Beugungsvektor und Burgers-Vektor stehen orthogonal zueinander. Im Ergebnis erzeugt die Versetzung keinen Bildcontrast [296].

Für das kubische Kristallgitter kann der gemittelte Kontrastfaktor, d. h. das arithmetische Mittel der Kontrastfaktoren aller Stufen- bzw. Schraubenversetzungen, unter der Vorgabe, dass  $\{hkl\}$  den Beugungsvektor beschreibt, durch die Lösung der Beziehungen

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2) \quad (15)$$

und

$$H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + h^2 + l^2)^2} \quad (16)$$

bestimmt werden [297] [Gl. 7] und [298] [Gl. 10]. Dabei wird deutlich, dass die Berechnung des Orientierungsparameters  $H^2$ , nur Kenntnis den Beugungsvektor voraussetzt (als Miller'sche Indizes). Zusammen mit dem Parameter  $q$  gibt der Orientierungsparameter den mittleren Versetzungskontrast  $\bar{C}_{hkl}$  bei Vorliegen des Beugungsvektors  $\{hkl\}$  als Faktor des mittleren Kontrastfaktors unter der Beugungsbedingung  $\vec{g} = \{h00\}$  an. Dabei gilt als Folge der destruktiven Interferenz für den Reflex  $\{100\}$  bei Materialien mit krz Gitterstruktur [299]:  $\{h00\} = \{200\}$ . Für kubische Materialien sind die Werte für  $\bar{C}_{h00}$  und  $q$  als Funktionen der elastischen Konstanten in Ungár et al. [297] [Tab. 6 – Tab.9] dokumentiert. Das Programm ANIZC<sup>17</sup> [300] erlaubt darüber hinaus die Bestimmung der individuellen Kontrastfaktoren der Versetzungen gleichen Typs und die individuelle Ausgabe der Kontrastfaktoren für Stufen- und Schraubenversetzungen getrennt; vgl. Featherstone [301] [Tab. 3] für die Nachgiebigkeitsfaktoren von W. *An dieser Stelle ist darauf hinzuweisen, dass das hier skizzierte Vorgehen formal nur anwendbar ist, sofern das zu untersuchende Material keine Textur besitzt und die Belegung der Gleitsysteme gleichförmig ist. Jedoch wird die modifizierte WH-Auftragung auch für umgeformte (d. h. die Belegungsdichten können variieren) und Materialien mit Textur eingesetzt [302–304]. In diesem Fall kann für  $q$  nicht auf die in Ref. [297] dokumentierten Werte zurückgegriffen werden und es bedarf einer experimentellen Bestimmung dieses Parameters bzw. der gemittelten Kontrastfaktoren.*

#### *Probenpräparation und Aufnahme von Beugungsprofilen*

Proben mit den Dimensionen 20×15 mm wurden den Blechen entnommen und die glattere der beiden Oberflächen normal zur S-Richtung (Walzebenen) identifiziert. Auf ein Schleifen und mechanisches Polieren der ausgesuchten Blechoberfläche wurde verzichtet, da die Dickenreduktion sich bei einem ordnungsgemäßen Durchlaufen der einzelnen Schleifstufen in der Größenordnung der Blechdicke von 4,1CR bewegt. Die Blechoberflächen wiesen bereits im Lieferzustand eine geringe Rauheit auf und die für die XRD-Untersuchungen ausgewählte Walzoberflächen waren nicht durch den Trennprozess modifiziert worden; abgesehen von den Schnittkanten. Die Blechoberflächen wurden mittels elektrolytischem Polieren von anhaftende Verunreinigungen befreit, mit dem positiven Nebeneffekt, dass auch die Rauheit der ohnehin sehr glatten Blechoberflächen weiter reduziert werden konnte. Für das elektrolytische Abtragen wurde ein Elektrolyt bestehend aus H<sub>2</sub>O mit 2 wt.-% NaOH in Lösung angesetzt. Die Proben wurden als Anode installiert und die bessere der beiden Walzoberflächen gegen eine Kathode aus V2A ausgerichtet. Das elektrolytische Abtragen erfolgte in einem kontinuierlichen Betriebsmodus mit einer Spannung von 10 V und einer Dauer von 3 min, wobei der Elektrolyt kontinuierlich umgewälzt wurde. Im Ergebnis wurden metallisch-glänzende Oberflächen mit nochmals reduzierter Rauheit erreicht; vgl. Tab. 7.

Die Beugungsexperimente erfolgten auf einem Diffraktometer mit Bragg-Brentano-Geometrie (Seifert, jetzt Eigenmann, Deutschland) und einem Messkreisradius von 210 mm. Als Strahlungsquelle wurde sich einer Cu-Anode (Typ DX Cu 12x0.4-s) bedient. Probe und Liniendetektor Modell Meteor

<sup>17</sup> ANIZC; abrufbar unter: <http://metal.elte.hu/anizc/>, Abrufdatum: 24.11.2020

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

1D (600 Einzelsegmente mit 0,01° Auflösung) waren auf einem Goniometer vom Typ MZ IV montiert. Zur Abschwächung der Intensitäten von Bremsstrahlung und CuK<sub>β</sub>-Emissionslinie war ein Ni-Filter in dem Strahlengang verbaut. Die Strahlenoptik bestand aus primärer Blende (1,0 mm), Kollimator (Soller) und Austrittsblende (0,5 mm). Auf der Detektorseite waren keine Blenden installiert.

Die Proben wurden so auf dem Probenhalter des Goniometers montiert, dass der Röntgenstrahl die Oberfläche normal zur S-Richtung beleuchtete; Einstrahlwinkel variiert während des Abfahrens des Messkreises. Durch den symmetrischen Strahlengang stand der Beugungsvektor stets parallel zur S-Richtung bzw. die Winkelhalbierende zwischen transmittiertem und reflektiertem Stahl verläuft parallel zur Probenoberfläche. Der 2θ-Messbereich umfasste Beugungswinkel von 30° bis 135°. Der Einsatz eines Liniendetektors erlaubte die simultane Zählung der Impulse für einen Ausschnitt von 12° (2θ) des Messbereiches. Die kumulierte Messzeit pro Beugungsprofilsegment betrug 360 s. Die Anodenspannung wurde auf 40 kV, also in etwa dem Vierfachen der CuK-Emissionslinie, eingestellt. Dadurch war ein maximales Verhältnis von der Intensität der charakteristischen Strahlung zur Intensität der Bremsstrahlung gewährleistet [276] [Abb. 2.8a]. Der Anodenstrom betrug 30 mA.

**Tab. 7:** Oberflächeneigenschaften vor und nach der Elektropolieren. Es ist der Mittenrauwert  $R_a$  im Walzzustand (Oberfläche normal zu S-Richtung) bzw. der erodierten Oberflächen für 0AS angegeben. Die Werte in der Zeile elektrolytisch poliert referenzieren auf den Zustand, der für die XRD-Untersuchen genutzt wurde; alle Werte in  $\mu\text{m}$ .

Oberflächenzustand	0AS	1,7WR	2,5WR	2,9WR	3,3WR	4,1CR
wie geliefert	2,06	2,08	1,56	1,40	1,02	0,29
elektrolytisch poliert	1,86	1,16	0,52	0,86	0,37	0,27

#### Abschätzung der Versetzungsdichte

Vor der Anwendung der modifizierten WH-Methode erfolgte ein Postprocessing der Beugungsprofile. In einem ersten Schritt wurde der Untergrund korrigiert sowie die CuK<sub>α2</sub>-Dubletten mittels Rachinger-Korrektur [296] entfernt. Beide Operationen wurden in der Software Seifert RayfleX Analyze v2.503 vorgenommen. In Schritt zwei wurde die Verbreiterung, der CuK<sub>α1</sub>-Reflexe, die dem Messaufbau zuzuordnen ist, von den gemessenen FWHMs linear subtrahiert, d. h. unter Annahme von Reflexen mit überwiegendem Lorentz-Anteil; vgl. *Cullity et al.* [299] [Kap. 14, Gl. 8. Das Geräteprofil war zuvor durch die Messung des Standards NIST SRM 660c (LaB<sub>6</sub> Pulver zur Kalibrierung der Reflexposition und Bestimmung der instrumentalen Reflexform) bestimmt worden. Die verbliebenen FWHMs wurden Liniendefekten und dem Größeneffekt zugeordnet.

Unter dem Begriff der modifizierten WH-Methode sind verschiedene Varianten der Zerlegung der FWHMs eines Beugungsprofils in winkelveränderliche (*microstrain broadening*) und winkelkonstante Anteile (*size broadening*) versammelt. Neben einer ursprünglichen Version mit der Addition von Polynomen ersten Grads [287] und einer Abwandlung dieser Variante durch die Bildung der Reflexbreite als geometrische Summe [297], ist auch eine Version der modifizierten WH-Methode entwickelt worden, welche die Beschreibung der Reflexverbreiterung über den Beugungswinkel durch eine quadratische Funktion vorsieht [305]. In der aktuellen Arbeit werden die Ergebnisse gezeigt, die mit der ursprünglichen Formulierung erzielt worden sind. Nach *Ungár et al.* [287] [Gl. 5] kann nach dieser Formulierung die FWHM im reziproken Raum eines Reflexes  $\{hkl\}$  als

$$\Delta K_{hkl} = \frac{0,9}{D} + \beta K_{hkl} \sqrt{\bar{c}_{hkl}} \quad (17)$$

beschrieben werden, wobei über die Beziehungen

$$\Delta K_{hkl} = \frac{2 \cos(\theta_{hkl}) * B_{hkl}}{\lambda} \quad (18)$$

sowie

$$K_{hkl} = \frac{2\sin(\theta_{hkl})}{\lambda} \quad (19)$$

die FWHM  $B_{hkl}$  und zugehöriger Beugungswinkel  $\theta_{hkl}$  als Eigenschaft im reziproken Raumgitter ausgedrückt werden [287] [Gl. 3]. Die Größe  $D$  beschreibt die mittlere Länge (parallel zum Beugungsvektor) der Zone kohärenter Beugungsereignisse (*coherent scattering domain size*). Die mittlerer Versetzungsdichte  $\bar{\rho}$  ist eine Funktion der Variable  $\beta$  und kann durch das Umstellen des Ausdrucks

$$\beta = \frac{\pi M^2 b^2}{2} \bar{\rho} \quad (20)$$

ermittelt werden [298] [Gl. 15], wobei  $b$  den Betrag des Burgers-Vektors repräsentiert und  $M$  der bereits oben adressierte Wilkens-Faktor [294] ist.

Für die gewalzten Materialien kann nicht von einer gleichmäßigen Verteilung der Kornorientierungen und einer gleichförmigen Belegung aller Gleitsysteme ausgegangen werden. Somit musste für 1,7WR – 4,1CR auf das Ablesen der mittleren Kontrastfaktoren aus *Ungár et al.* [297] [Abb. 1] bzw. *Borbély et al.* [300] verzichtet werden [298]. Kenntnis über die Kontrastfaktoren ist jedoch für die Lösung von Gl. 17 zwingend erforderlich. Um diese Einschränkung zu umgehen, wurde in dieser Ausarbeitung ein experimenteller Ansatz [304] für die Ermittlung der mittleren Kontrastfaktoren der Reflexe  $\{hkl\}$  verfolgt. Dieses Vorgehen bedingt in einem ersten Schritt die iterative Bestimmung des Parameters  $q$  aus Gl. 15 mittels Fehlerbetrachtung. Auf diesen Ergebnissen aufbauend wurden in Schritt zwei die mittleren Kontrastfaktoren aller Reflexe nach Gl. 16 berechnet. Die Feststellung von  $q$  erfolgte nach

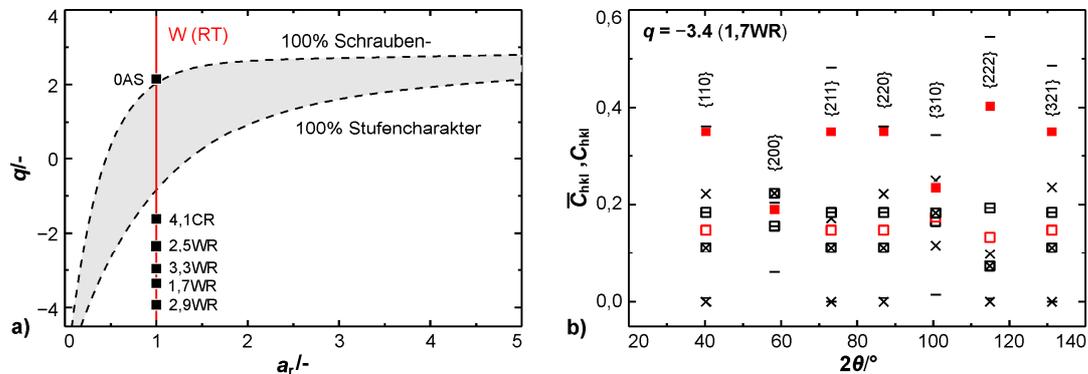
$$\Delta K_{hkl} \sim K_{hkl} \sqrt{1 - q \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + h^2 + l^2)^2}} \quad (21)$$

wobei der rechte Ausdruck aus dem Einsetzen von Gl. 16 in Gl. 15 sowie dieses Ausdrucks in Gl. 17 und der Reduzierung auf die für die Bestimmung von  $q$  erforderlichen Größen gewonnen wurde. Mittels Python-Skript wurde der Ausdruck der rechten Seite für einen gegebenen Wert von  $q$  für alle Reflexe des Beugungsprofils berechnet und aus den so ermittelten Datenpunkten Punktpaare nach dem Aufbau ( $\Delta K_{hkl}$ ,  $f(q)$  aus Gl. 17 rechte Seite) gebildet. Basierend auf diesen Punktpaaren erfolgte die Berechnung des Bestimmtheitsmaß einer Regressionsgeraden. Dieser Algorithmus wurde für einen gewählten Bereich von  $q$  angewendet (Skript auf Anfrage verfügbar), die Lösung mit dem größten Bestimmtheitsmaß identifiziert und der damit verbundene Wert von  $q$  ausgelesen. Für die experimentelle Bestimmung von  $q$  wurden nur Reflexe mehr als 3k Zählimpulsen herangezogen. In Tab. 8 sind die Ergebnisse für  $q$  aufgelistet. Diese sind darüber hinaus in Abb. 21a eingetragen. Zusätzlich ist in Grau in Abb. 21a der theoretisch ermittelte Bereich für  $q$  als Funktion des Zener-Verhältnis [306] eingetragen; ohne Textur und bei einheitlicher Belegung der Gleitsysteme. In W liegt für RT das Zener-Verhältnis um  $\{1\}$ , vgl. *Featherstone* [301] [Tab. 3].

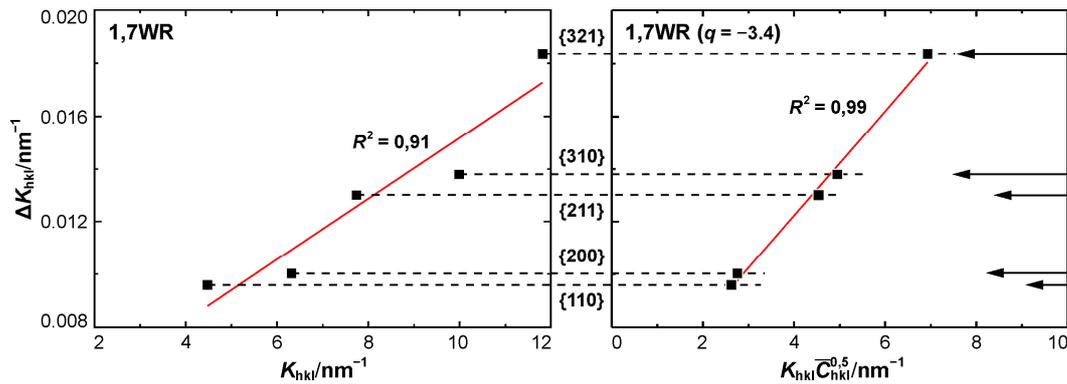
Als weitere Folge der Walztextur können aus  $q$  keine Schlüsse zu den Anteilen von Stufen- bzw. Schraubenversetzungen gezogen werden. *Ungár et al.* [287] folgend, wird daher für diese Ausarbeitung ein gleichrangiger Anteil von Stufen- und Schraubenversetzungen angenommen. Damit ergibt sich der mittlere Kontrastfaktor  $\bar{C}_{h00}$ , der in krz Gittern mit  $\{200\}$  verknüpft ist, zu 0,19 [297]. Nach der Bestimmung bzw. Festlegung von  $q$  und  $\bar{C}_{h00}$  erfolgte anhand Gl. 15 und Gl. 16 die Berechnung der übrigen mittleren Kontrastfaktoren; für jedes Material individuell. In Abb. 21b sind die Resultate der Anstrengungen zur Bestimmung der experimentellen Kontrastfaktoren anhand der Ergebnisse für 1,7WR dargestellt. Es sind die für 1,7WR experimentell ermittelten (rot gefüllte Symbole) und die

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

in Ungár *et al.* [297] dokumentierten, bzw. mittels ANIZC [300] bestimmten, theoretischen Werte (offene rote Quadrate) für die mittleren Kontrastfaktoren der Reflexe  $\{hkl\}$  über den Beugungswinkel aufgetragen. Es werden deutliche Unterschiede festgestellt.



**Abb. 21:** Experimentelle Kontrastfaktoren und theoretische Lösungen. In (a) sind die Lösungen für den Parameter  $q$  über dem Zener-Verhältnis  $a_r$  aufgetragen; Python-Skript für die experimentelle Bestimmung von  $q$  auf Anfrage verfügbar. In (b) sind die mittleren Kontrastfaktoren  $\bar{C}_{hkl}$  der Reflexe  $\{hkl\}$  durch rote gefüllte Quadrate für die Beugungsvektoren bzw. die zugehörigen Beugungswinkel  $2\theta$  einzeln ausgewiesen. Die theoretischen Mittelwerte bei Annahme einer Verteilung aus 50 % Stufen- und 50 % Schraubenversetzungen sind durch rote offene Symbole angezeigt. Schwarze Symbole zeigen die theoretischen Kontrastfaktoren für Stufen- (Kreuzsymbol) und Schraubenversetzung (horizontaler Balken) einzeln aufgeschlüsselt, wobei die umschlossenen schwarzen Symbole die Mittelwerte repräsentieren. Symbole ohne Quadrat beziehen sich auf ein spezifisches Gleitsystem und Versetzungstyp und geben jeweils die Maximalwerte bzw. die kleinsten Kontrastfaktoren  $C_{hkl}$  für den Beugungsvektor an.



**Abb. 22:** Entwicklung der Reflexbreite. Es sind die FWHMs als Eigenschaft des reziproken Raums  $\Delta K_{hkl}$  über der Reflexposition  $K_{hkl}$  bzw.  $K_{hkl} \bar{C}_{hkl}^{0,5}$  aufgetragen. Links ist der Verlauf ohne, rechts mit kompensierter strain anisotropy dargestellt. Die Pfeillängen auf der rechten Seite sind proportional zu der Verschiebung der Positionen infolge der Multiplikation mit den mittleren Kontrastfaktoren.

Nachdem für alle Reflexe sowohl (i) die FWHMs, (ii) die Reflexpositionen und (iii) die Kontrastfaktoren bestimmt waren, erfolgte die Berechnung des versetzungssensitiven Faktors  $\beta$  aus Gl. 17 mittels der linearen Variante der modifizierten WH-Methode. Hierfür wurden die FWHMs in der Schreibweise des reziproken Raumes über dem Beugungswinkel im reziproken Raum und dem zugehörigen mittleren Kontrastfaktor aufgetragen; vgl. Abb. 22. Auf Basis der Datenpunkte mit einer Intensität größer 3k wurden Regressionsgeraden bestimmt. Das jeweilige Bestimmtheitsmaß ist in Tab. 8 ausgewiesen. Diese liegen deutlich oberhalb derer, die nach der klassischen WH-Methode erzielt werden<sup>18</sup>. Die Verstärkung der Entwicklung der Reflexverbreiterung durch die Anwendung der modifizierten WH-Auftragung ist in Abb. 22 demonstriert. Die Steigung der Regressionsgeraden entspricht dem Faktor  $\beta$  aus Gl. 17. Durch Umstellen von Gl. 20 sind die mittleren Versetzungsdichten berechnet

<sup>18</sup> Vergleich der Bestimmtheitsmaße für die modifizierte WH-Methode und die WH-Auftragung ohne Kontrastfaktoren für 1,7WR – 4,1CR (Bestimmtheitsmaße für die ursprüngliche Methode in Klammern): 0,99 (0,91); 0,87 (0,81); 0,91 (0,81); 0,90; (0,81) 0,98 (0,95); Aufüstung mit ansteigendem Umformgrad der Materialien.

worden. Dabei war der Betrag des Burgers-Vektors 0,274 nm [1]. Da keine Informationen zu den Wilkens-Faktoren vorlagen, wurde dieser für alle Materialien dieser Arbeit auf {2} festgelegt [295].

**Tab. 8:** Reflexeigenschaften und die experimentell ermittelten mittleren Kontrastfaktoren. Es sind die Impulse am Reflexmaximum  $n$  angegeben. Die FWHMs (ohne instrumentale Verbreiterung) sind als Vielfaches des Winkelintervall ausgewiesen:  $B/\delta$ . Es sind die Werte für  $q$  und die hieraus abgeleitet mittleren Kontrastfaktoren  $\bar{C}_{hkl}$  aufgelistet. Die fett geschriebenen mittleren Kontrastfaktoren sind *Ungár et al.* [297] entnommen; da  $\bar{C}_{h00}$  mit  $\bar{C}_{200}$  gleichgesetzt wurde. Die für die Bestimmung von  $q$  herangezogenen Beugungsreflexe sind durch {x} gekennzeichnet. Das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  gibt Auskunft über die Zweckmäßigkeit der Beschreibung der Reflexverbreiterung mittels Geradengleichung.

Material	Eigenschaft	{110}	{200}	{211}	{220}	{310}	{222}	{321}
<b>0AS</b>		x	x	x	x	x	x	x
$q = 2,1$	$n$	130k	23k	41k	12k	14k	3,9k	28k
$R^2 = 0,19$	$B/\delta$	4,5	3,8	5,0	5,7	5,9	5,3	9,1
	$\bar{C}_{hkl}$	0,09	<b>0,19</b>	0,09	0,09	0,15	0,06	0,09
<b>1,7WR</b>		x	x	x	-	x	-	x
$q = -3,4$	$n$	35k	31k	14k	2,4k	17k	1,4k	10k
$R^2 = 0,99$	$B/\delta$	4,5	5,1	7,2	-	9,5	-	19,6
	$\bar{C}_{hkl}$	0,35	<b>0,19</b>	0,35	0,35	0,25	0,40-	0,35
<b>2,5WR</b>		x	x	x	x	x	-	x
$q = -2,4$	$n$	67k	43k	15k	5,2k	12k	0,8k	8,2k
$R^2 = 0,87$	$B/\delta$	5,6	6,3	8,0	8,5	10,3	-	21,2
	$\bar{C}_{hkl}$	0,37	<b>0,19</b>	0,37	0,37	0,26	0,43	0,37
<b>2,9WR</b>		x	x	x	-	x	-	x
$q = -3,9$	$n$	20k	87k	36k	1,6k	7,3k	2,5k	7,2k
$R^2 = 0,91$	$B/\delta$	5,0	5,4	6,4	-	8,6	-	17,5
	$\bar{C}_{hkl}$	0,38	<b>0,19</b>	0,38	0,38	0,26	0,44	0,38
<b>3,3WR</b>		x	x	x	-	x	x	-
$q = -3,0$	$n$	3,8k	155k	51k	0,3k	3,5k	5k	2,6k
$R^2 = 0,90$	$B/\delta$	4,6	4,5	5,9	-	9,6	14,7	-
	$\bar{C}_{hkl}$	0,33	<b>0,19</b>	0,33	0,33-	0,24	0,38	0,33
<b>4,1CR</b>		x	x	x	-	-	x	-
$q = -1,6$	$n$	3,3k	180k	28k	0,2k	0,5k	3,9k	0,8k
$R^2 = 0,98$	$B/\delta$	5,2	7,3	11,9	-	-	34,2	-
	$\bar{C}_{hkl}$	0,27	<b>0,19</b>	0,27	0,27	0,22	0,30	0,27

### Fehlerbetrachtung Röntgendiffraktometrie

Nachfolgend wird die Aussagekraft der anhand der Reflexverbreiterung abgeleiteten Versetzungsdichten eingeordnet. Hierzu wird die Probenpräparation beurteilt, Eigenschaften der Beugungsprofile und Aspekte der modifizierten WH-Methode angesprochen.

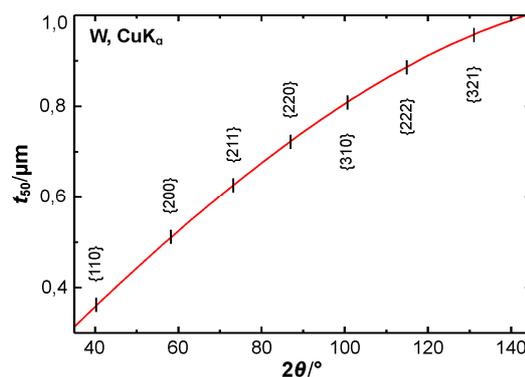
Seine hohe Dichte macht  $W$  zu einem effizienten Absorbermaterial [1]. Dieser Vorzug begrenzt die Informationstiefe von XRD auf oberflächennahe Regionen. Der Grad der tiefenabhängigen Absorption der ursprünglichen Intensität des Röntgenstrahls wird durch die Funktion

$$A = 1 - \exp\left(-\mu t \left[ \frac{1}{\sin(\omega)} + \frac{1}{\sin(2\theta - \omega)} \right]\right) \quad (22)$$

beschrieben [276] [Gl. 3.101], wobei  $t$  die Eindringtiefe ist und  $\mu$  den Material- und Wellenlängenspezifischen Schwächungskoeffizient repräsentiert. Daten zum Schwächungskoeffizient wurden aus dem in *Prince et al.* [307] [Tab. 4.2.4.3] tabellierten Massenschwächungskoeffizienten berechnet.

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

Die Faktoren  $\omega$  und  $2\theta$  entsprechen Einstrahlwinkel bzw. Beugungswinkel. Für die Bragg-Brentano Geometrie kann die Vereinfachung  $\omega = \theta$  vorgenommen werden. Wird als maximale Tiefe aus der Informationen über die Mikrostruktur entstammen, die Eindringtiefe definiert, bei dem die Strahlintensität auf die Hälfte vermindert ist ( $A = 0,5$ ), erlaubt Gl. 22 die Konstruktion eines Tiefenprofils. In Abb. 23 ist die Informationstiefe  $t_{50}$  für W bei Anwendung von CuK $\alpha$ 1-Strahlung über den Beugungswinkel  $2\theta$  aufgetragen. Für die in den Beugungsprofilen dominanten Reflexe {110}, {200} sowie {211} beträgt die Informationstiefe demnach: 0,36; 0,51 bzw. 0,63  $\mu\text{m}$ . Auch für den in der aktuellen Arbeit erfassten größten Beugungswinkel von  $135^\circ$  {321} sollte eine Informationstiefe von 1  $\mu\text{m}$  nicht überschritten werden. Damit muss dieser Untersuchungsmethode konstatiert werden, dass nur die oberflächennahen Bereiche mit der einfallenden Röntgenstrahlung wechselwirken. Daraus ergibt sich, dass Defekte hervorgerufen durch den Präparationsprozess im Allgemeinen als kritisch zu werten sind. Im Speziellen gilt dies jedoch für Reflexe, die unter kleinen Beugungswinkeln gefunden werden. Infolge der starken Walztextur werden in dieser Arbeit für 1,7WR – 4,1CR die Reflexe mit den höchsten Intensitäten unterhalb von  $80^\circ$  ( $2\theta$ ) beobachtet. Da für die Präparation der XRD-Proben nur ein elektrolytisches Polieren vorgenommen wurde, sollte eine Verformungsschicht ausgeschlossen werden können; wenn auch auf Kosten einer nicht optimalen Oberflächenbeschaffenheit. Vorversuche an 1,7WR zeigten jedoch, dass keine nennenswerten Unterschiede für ein Beugungsprofil einer geschliffen, mechanisch und elektrolytisch polierten Proben und einer Probe auftreten, dessen Oberflächen lediglich durch elektrolytisches Abtragen eingeebnet wurde.



**Abb. 23:** Abschätzung der Informationstiefe. Es ist die Eindringtiefe bei der die Strahlintensität auf 50 % des ursprünglichen Wertes abgefallen ist  $t_{50}$  über den Beugungswinkel  $2\theta$  aufgetragen. Werte gültig für die Kombination CuK $\alpha$ 1-Strahlung und W. Ergebnisse aus Gl. 22 nach Spieß et al. [276].

Die Ermittlung von Versetzungsdichten nach der modifizierten WH-Methode profitiert von einer hohen Anzahl an Datenpaaren während der Regression (FWHM, Beugungswinkel). Als Folge der hohen Symmetrie der kubischen Kristallstruktur weisen Beugungsprofile dieser Materialien jedoch eine verhältnismäßig niedrige Anzahl von Reflexen auf. Zusätzlich sollten die Reflexe in Hinblick auf das Intensitätsmaximum und der FWHM gewissen Anforderungen erfüllen: Langford [308] empfiehlt eine Reflexhöhe größer als 10k Impulse und eine FWHM, die etwa 5 – 10 Winkelsegmenten des Messintervalls entspricht. Wird das untere Intensitätslimit auf 10k Impulse festgelegt, verbleiben für den gesinterten Zustand sechs der sieben im Messbereich befindlichen Reflexe für eine Quantifizierung. Durch die Ausbildung von Vorzugsorientierungen während des Walzens ist nach der obigen Anforderung die Anzahl der Reflexe auf lediglich 2 (4,1CR) reduziert, sodass in dieser Ausarbeitung von der Forderung nach mindestens 10k Zählimpulsen Abstand genommen wurde. Wird das Maß nach Spieß et al. [276] von mehr als 4,5k Impulse an die Beugungsprofile angelegt, verbleiben mehr Reflexe in der Auswahl, z. B. fünf statt drei (2,9WR). Durch eine Absenkung auf 4,5k Zählimpulse wird jedoch für 3,3WR wenig (+1) und für 4,1CR kein Zuwachs an Datenpunkten erzielt. Als Folge wurde die Forderung auf 3k Impulse reduziert, sodass für 4,1CR die Berechnung der Regressionsgeraden

anhand von wenigstens vier Datenpunkten erfolge. Für die weiteren Materialien wurden fünf Datenpunkte oder mehr genutzt; siehe Kennzeichnung in Tab. 8. Die FWHMs, der nach dem Kriterium  $3k$ , ausgewählten Beugungsreflexe, sind in guter Übereinstimmung mit dem zweiten von *Langford* [308] aufgestellten Grenzwert von mehr als fünf Messschritten, wobei die in Tab. 8 aufgelisteten Ergebnisse bereits um die Instrumentenverbreiterung korrigiert sind. Damit steht eine für kubische Materialien typische Anzahl von Reflexen für die Auswertung der Versetzungsdichte zur Verfügung.

Die nach der modifizierten WH-Methode ermittelten mittleren Versetzungsdichten sind unabhängig von der Qualität des zu Grunde liegenden Beugungsprofils kritisch zu hinterfragen. Dies ist zum einen durch die Unbestimmtheit des Wilkens-Faktors begründet; siehe Gl. 20. *Ribárik et al.* [295, 309] spezifizieren den Wertebereich für  $M$  mit 1 – 2, sofern die Versetzungsdichte kleiner  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  oder größer als  $5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  ist. Der in dieser Ausarbeitung gewählte Wert  $\{2\}$  bedingt daher wahrscheinlich eine konservative Abschätzung der Versetzungsdichte. Weiterhin bedingt auch die Wahl der Variante der modifizierten WH-Methode bereits Annahmen zur Reflexform bzw. der Mikrostruktur. Werden mittels der ursprünglichen Variante [287], d. h. einfache Addition von Polynomen ersten Grades für Größeneffekt und Gitterverzerrung (Lorentz), und der abgewandelten Variante (Gauß) auf Basis einer geometrischen Summe [297], Ergebnisse erzielt, die sich im Maximum etwa durch einen Faktor 2 unterscheiden (bei der Analyse des selben Linienprofils), so resultiert die Annahme einer quadratischen Funktion [305] zu Versetzungsdichten, welche eine bis zwei Größenordnungen oberhalb dieser Region liegen. An dieser Stelle ist zu konstatieren, dass der Trend der ermittelten Versetzungsdichten (über dem Umformgrad) für alle der drei Ansätze eine sehr identische Entwicklung beschreibt. Daher werden die in dieser Arbeit ermittelten Versetzungsdichten nach *Mittermeijer et al.* [290] als semi-qualitative Ergebnisse aufgefasst, d. h. Unterschiede in der Versetzungsdichte, werden (vorsichtig) quantitativ interpretiert, die absoluten Wert jedoch rein qualitativ aufgefasst.

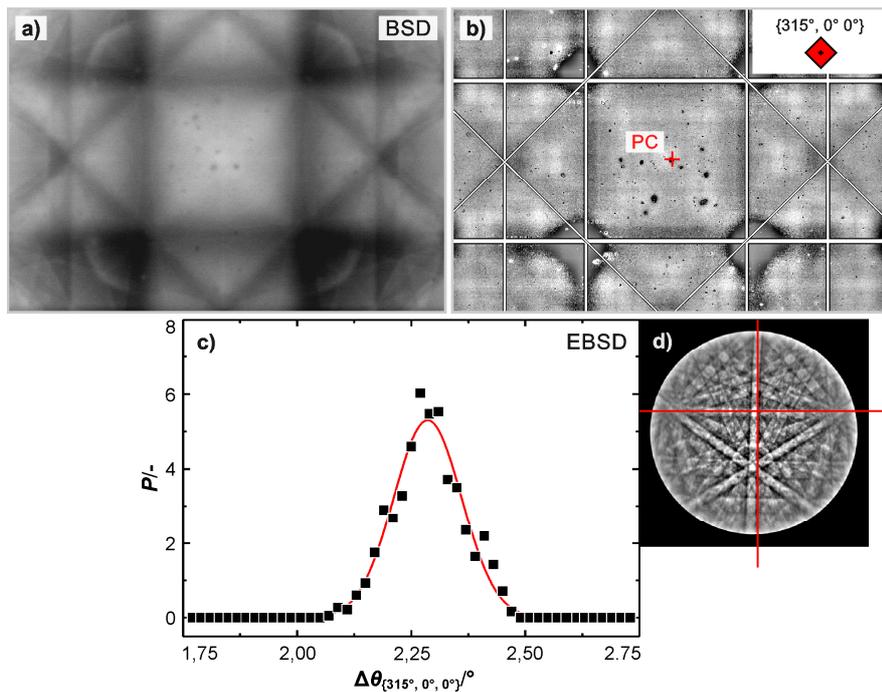
### 4.3.3 Electron Channeling Contrast Imaging unter Berücksichtigung der kristallographischen Orientierung der untersuchten Kristallregion

Versetzungsstruktur wurde mithilfe des SEM gestützten Verfahrens Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) dokumentiert. Dadurch konnten Nachteile umgangen werden, die mit den Anforderungen an Proben für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) einhergehen. Hier sind in erster Linie zu nennen: (i) eine komplexe und ungleichmäßige Herstellung [196] von Proben der Ebenen LS und TS mittels elektrolytischem Ausdünnen (Tenupol), oder alternativ (ii) eine überlagernde Stahlschädigung [310] nach der FIB-Präparation und (iii) eine wenige 10 nm dicke Probe [296], die ein hohes Verhältnis von Oberfläche zu Materialvolumen aufweisen und nicht zwingend Strukturen offenbart, die denen eines größeren Probenvolumens (*bulk specimen*) entsprechen. Das in dieser Arbeit eingesetzte SEM gestützten Verfahren ECCI erlaubt die Betrachtung von Versetzungen in nicht ausgedünnten Proben und beruht auf einer orientierungsabhängigen Intensitätsverteilung der rückgestreuten Elektronen (BSEs), durch welche die mit Versetzungen verbundenen Gitterverzerrung aus den bei hohen Vergrößerungen als konstant anzunehmenden Hintergrund hervortreten [311]. Werden die ECCI-Abbildungen um Orientierungsdaten aus EBSD-Messungen ergänzt (cECCI), können Vermutungen zum Linienvektor und ggf. über den Burgers-Vektor der Versetzung angestellt werden.

*Kalibration Detektorverbund BSE EBSD*

Die Anwendung von cECCI in der *low-tilt Variante*<sup>19</sup> setzt eine Kalibration des Signals des unter dem Polschuh befindlichen 4-Quadranten BSE-Detektor (4QBSD) hinsichtlich der Bildausrichtung voraus. Zu diesem Zweck wurde an einem Einkristall die Orientierung anhand eines *Electron channeling pattern* (ECP) auch pseudo K-Beugungsbild [311] via dem 4QBSD-Signal bestimmt und anschließend die Orientierung nochmals unter Verwendung von EBSD ermittelt. Aus beiden Orientierungen wurde die Missorientierung der Ergebnisse beider Systeme berechnet.

Während für die Abbildung eines EBSP lediglich ein sehr geringes Materialvolumen mit dem PE-Strahl wechselwirken muss [282], wird für die Beobachtung von ECPs ein großflächiger, möglichst defektfreier Kristallbereich benötigt. Mit dem Abrastern der Probe variiert der Einstrahlwinkel der PES zum Kristallgitter. Unter einem Winkel nahe des Bragg-Winkels jedoch leicht von diesem abweichend, wird ein Minimum der BSE-Intensität beobachtet [259]. Die Gesamtheit der Positionen mit niedriger BSE-Intensität bilden pseudo K-Linien; vgl. *Kamaladas et al.* [312]. Mit der Wahl der kleinsten einstellbaren Vergrößerungen variiert der Einfallswinkel des PE-Strahls zur Probe mit der abgerasterten Ortskoordinate größtmöglich (maximale Strahlablenkung durch die Scan-Spulen) und der darstellbare Ausschnitt des ECP wird maximiert [312]. Selbst unter diesen Bedingungen ist nur ein sehr begrenzter Ausschnitt des ECP abbildbar; siehe Abb. 24a. Bei bekannter Kristallorientierungen erlaubt das ECP jedoch einen Abgleich von Soll- zu Ist-Orientierung.



**Abb. 24:** Abgleich der Detektoren für BSE und EBSD. In (a) ist ein ECP des Ge-Einkristalls abgebildet (Mikroskop im depth of field column mode). Die Indizierung des ECP der  $\{100\}$ -Zone (analytic mode) mittels T.O.C.A. v2.3 ist in (b) demonstriert. Das Pattern Center (PC) ist äquivalent mit der Bildmitte der SEM-Abbildung. Die Breite der BSD-Abbildungen in (a) und (b) beträgt 2,3 mm. Diagramm (c) bildet die Häufigkeit  $P$  von Missorientierungen  $\theta$  der Orientierungsdaten des EBSD-Datensatzes in Bezug zu der in (b) bestimmten Orientierung  $\{315^\circ, 0^\circ, 0^\circ\}$  ab. Bild (d) zeigt ein EBSP zu den in (c) abgebildeten Daten.

Alle ECCI-Aufnahmen wurden mit einem FEG-SEM vom Typ MERLIN in der in Kap. 4.3.1 beschriebenen Konfiguration angefertigt. Die Kalibration des Verbunds aus BSE- und EBSD-Detektor, bzw. die Feststellung der Missorientierung der nach beiden Systemen ermittelten Orientierungen, erfolgte

<sup>19</sup> Für eine Gegenüberstellung von ECCI in der low-tilt (Bildaufnahme mittels 4QBSD) und ECCI in der high-tilt (Nutzung des FSD-Detektors zur Abbildung) Methodik sei auf *Zaefferer et al.* [259] verwiesen.

anhand eines Ge-Einkristall (CrysTec, Deutschland) mit einer nominell zu {001} planparallel verlaufenden Oberfläche. Für beste Strahlkonvergenz [259] [Tab. 3] und maximale Informationstiefe wurde die Beschleunigungsspannung auf 30 kV festgelegt. Der Strahlstrom betrug 2 nA. Nach der Ermittlung des z-Achsen abhängigen Verlaufs der BSE Intensität wurde der Arbeitsabstand zu 7 mm bestimmt. Bei der Aufnahme des ECP entsprach die Fokusebene der Probenoberfläche [312]. Es war die kleinstmögliche Vergrößerung eingestellt. Bei der Orientierungsbestimmung mittels EBSD wurden diese Strahlparameter beibehalten. Der EBSD-Arbeitsabstand betrug 14 mm. Die Kamera wurden mit einem 1×1 Binning betrieben. Es wurde eine Fläche des Ge-Einkristalls von 31×24 µm mit einer Schrittweite von 1 µm aufgenommen.

Nach der Aufnahme des ECP und der EBSPs wurden die Kristallorientierungen bestimmt. Die Indizierung der EBSPs erfolgt unmittelbar nach einem auf der Hough-Transformation beruhenden Verfahren. Die Auswertung des ECP erfolgte unter Zuhilfenahme von T.O.C.A. v2.3 [313] auf einer manuellen Weise. Hierbei wurde die Orientierung gesucht, welche die beste Überlagerung von ECP und simulierten K-Linien aufweist; vgl. Abb. 24b. Der Abgleich der so bestimmten Orientierung mit der gemittelten Orientierung aus der EBSD-Messungen ergab eine Abweichung von etwa 2° zwischen beiden Systemen. Die Analyse des in Abb. 24c dargestellten EBSP offenbart, dass diese Differenz in erster Linie auf eine Verdrehung des Azimuts zurückzuführen ist. Die Kenntnis hiervon erlaubt die Anpassung der mittels EBSD bestimmten Orientierungen für die Versetzungsanalyse.

#### *Entwicklung einer Untersuchungsmethode für UFG W*

Die Dokumentation von Versetzungen mittels ECCI stellt höchste Anforderungen an die Schliifqualität, da die ECCI-Abbildung in sehr oberflächennahen Bereichen generiert wird [259]. Im Einzelnen sind dies die Voraussetzung einer (i) ebenen Oberfläche, die selbst und auch das Materialvolumen unterhalb (ii) frei von präparationsinduzierten Defekten ist, und (iii) möglichst keine Oxidschicht bzw. anhafteten Filme aufweist. Die Anforderungen von ECCI an die Probenpräparation übertreffen die Voraussetzung für die Beobachtung von EBSPs bei Weitem.

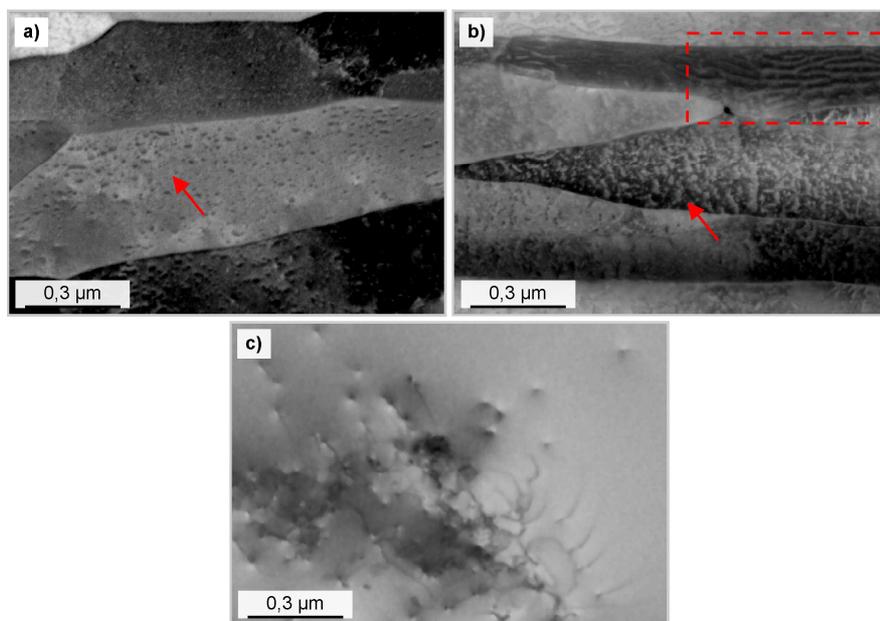
Ausgehend von der für EBSD entwickelten Methodik (Kap. 4.3.1) wurde für ECCI die Schliifpräparation um eine etwa 120 s andauernden Endpolitur unter Verwendung einer basischen Lösung mit kolloidalen SiO<sub>2</sub> (ATM Eposil F) erweitert. Hierdurch konnte die durch das elektrolytische Polieren hervorgerufene Passiv- bzw. Oxidschicht [260] abgetragen werden und der Versetzungscontrast merklich verbessert. In Vorversuchen konnte dieser Präparationsroutine die Erzielung einer sehr hohen Qualität der Abbildungen bescheinigt werden.

Die Anwendung von cECCI in der low-tilt Variante erfordert (i) die Lokalisierung eines repräsentativen Kornes in der ungeneigten Probenausrichtung, (ii) das Neigen der Probe zum EBSD-Detektor für die Bestimmung der kristallographischen Orientierung und (iii) das Verbringen der Probe in die ursprüngliche Position unter dem 4QBSD; inklusive der Rotationen, die für das Einnehmen der Zweistrahlbedingung erforderlich sind. Die erste Anwendung dieser Methodik an den gewalzten Materialien offenbarte erhebliche Schwierigkeiten bei der Beibehaltung des ausgewählten Kornes während des Transfers der Probe von der ECCI- in die EBSD- Position und umgekehrt, bzw. eine hohe Unsicherheit bei der Relokalisierung des gewählten Bereichs. Dieses Defizit war in erster Linie der UFG Mikrostruktur von 1,7WR – 4,1CR geschuldet. Ansätze über den Weg der Aufnahme einer EBSD-Karte der betreffenden Region (anstatt einer Punktanalyse) und der Korrelation von ECCI-Abbildung und EBSD-Karte waren infolge der starken Kontrastunterschiede im BSE-Bild ebenfalls nicht erfolgreich. Aus diesen Erkenntnissen wurde das Fazit gezogen, dass eine gesicherte Korrelation von ECCI und Informationen zur kristallographischen Orientierung ohne das Einbringen von Markierungen auf der Probe bei UFG Mikrostrukturen nicht umsetzbar ist. Daraus ergab sich das Erfordernis

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

der Entwicklung einer neuen Präparationsmethode, welche neben der Forderung der Beibehaltung der bereits erzielten hohen Schliifqualität auch das Einbringen von Orientierungsmarken beinhaltet.

Für die Generierung von Orientierungsmarken wurde eine FEG-SEM mit *Focused Ion Beam* (FIB) vom Typ AURIGA (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Deutschland) genutzt. Für das Einbringen von Markierung in der erfordernten Größenordnung eignet sich die Abscheidung von Pt aus einer mittels GIS (*gas injection system*) eingebrachtem Vorprodukt (*Precursor*) sowie das FIB-Sputtern mit  $\text{Ga}^+$  (*FIB milling*). In dieser Arbeit wurde der Ansatz des lokalen Abtrags mit dem fokussierten Ionenstrahl verfolgt. Zwei Arten von Markierungen wurden eingebracht; siehe Abb. 26: (i) größere „Fangmarken“ zur Auffindung des Probenbereiches. Hierfür wurden kreuzförmige Kennzeichnungen vorgenommen, die in etwa eine Kantenlänge von 10  $\mu\text{m}$  besaßen. Die Fangmarken (in Zeiss FIB control: *alignment mark*) wurden mit den Ionenstrahlparametern 30 kV, 4 nA und einer Strahlzeit von 120 s (pro Markierung) aus dem Probenmaterial herausgearbeitet. Die resultierende „Strichstärke“ betrug etwa 1  $\mu\text{m}$ . (ii) Für die spätere Identifizierung einzelner Körner in einer durch die Fangmarken gekennzeichneten Region wurde in dieser weiterhin ein feines Strichmuster erzeugt. Die Strichmarken hatten eine Länge und Abstand von jeweils 5  $\mu\text{m}$ . FIB-Sputtern des Linienmusters erfolgte für 180 s (pro Linie) mit den Parametern 30 kV und 500 pA. Hieraus gingen Gräben mit einer Breite von etwa 0,5  $\mu\text{m}$  hervor.

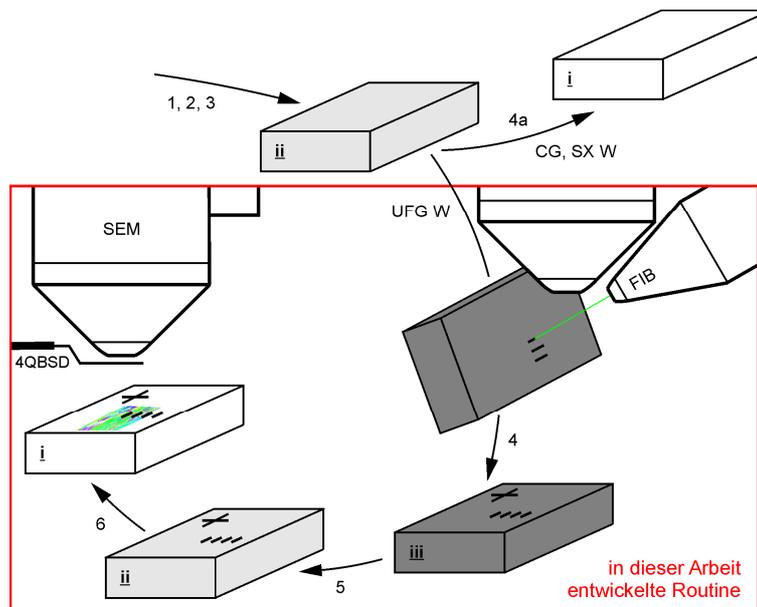


**Abb. 25:** Oberflächenschädigung nach FIB durch Bildeinzug. In Aufnahme (a) ist die Schädigung bei einem geringen (50 pA), in Bild (b) für einen hohen  $\text{Ga}^+$ -Strom (500 pA) gezeigt. Beide Zustände sind das Resultat von Kollisionen der  $\text{Ga}^+$  mit der Probe bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV. Die Pfeile weisen auf Bereiche mit einer für FIB typischen Schädigung mit Punktdefekten hin; vgl. *Horváth et al.* [310]. In Zustand (b) kann darüber hinaus die Existenz von scheinbar geordneten Strukturen beobachtet werden (rot umrandeter Bereich), die sich deutlich von den Punktdefekten unterscheiden. Nach erneutem elektrolytischem Abtragen und Endpolitur sind in (c) Versetzungen zu beobachten.

Die Erprobung der Handhabung einer mit Markierungen versehenen Probe bestätigte ein stark vereinfachtes Auffinden der ausgewählten Region nach einer Rotation des Probenstisches; auch bei nicht schrittweisem Anfahren der Positionen. Die Betrachtung der Probenregion im BSE-Detektor (Abb. 25) offenbarte jedoch eine hochgradige Strahlenschädigung durch das Bombardement mit  $\text{Ga}^+$  [314]; vgl. *Horváth et al.* [310] für eine Studie der Strahlenschäden in W nach der FIB-Präparation. Diese meist als Punktdefekte ausgeprägte Schädigung (Pfeil) überdeckt selbst nach einer Bestrahlung mit 30 kV, 50 pA (mehrere Bildeinzüge) den größten Teil der Versetzungsstrukturen; siehe Abb. 25a. Nach einer Erhöhung des Ionenstroms auf 500 pA hat die Defektdichte weiter zugenommen

und im rot umrandeten Bereich kann sogar die Ausbildung von scheinbar geordneten Strukturen beobachtet werden.

Das Abtragen der geschädigten Oberflächenschicht wurde durch ein elektrolytisches Polieren realisiert. Vorherige Versuche des Abtrags durch mechanische Polituren mit kolloidaler  $\text{SiO}_2$ -Lösung zeigten auf, dass die Schädigungstiefe bei einer Beschleunigung der  $\text{Ga}^+$  mit 30 kV die Möglichkeiten dieser Methode übersteigt. Die Polierdauer ist durch die basische Natur der Lösung begrenzt, da ein selektiver Ätzangriff beobachtet wird. Das elektrolytische Abtragen erfolgte mit dem in Kap. 4.3.1 beschriebenen Aufbau und Parametern. Nach sechs Pulsen mit je 5 s Dauer konnten keine verbleibenden Strahlenschäden erkannt werden. Gleichzeitig war die gute Sichtbarkeit der eingebrachten Markierungen weiterhin gegeben. Das mechanische Polieren mit kolloidaler  $\text{SiO}_2$ -Lösung (ATM Eposil F) wurde auch für die hier entwickelte Präparationsmethode nur für die Entfernung der mit dem elektrolytischen Polieren verknüpften Oxidschicht genutzt. Diese Endpolitur wurde für 120 s durchgeführt. Mit der hier dargelegten Routine konnten Schlitze der Ebene LS und TS hergestellt werden, die infolge der geringen Blechdicken bis jetzt kaum zugänglich für eine Studie der Versetzungsstruktur waren; vgl. Bonk [196]. Die eingebrachten Markierungen stellen eine signifikante Erleichterung für die Anwendung der cECCI Methode dar, ohne dass ein Verlust in der Abbildungsqualität eintritt.



**Abb. 26:** Probenpräparation für cECCI an UFG Materialien. Oben ist die Route für grobkörnige (CG) Materialien bzw. einkristallines (SX) W gezeigt. Die Route für solche Materialien umfasst (1) das Grob- und Feinschleifen sowie (2) mechanische Polieren mit Diamantsuspensionen, (3) das elektrolytische Abtragen (alle nicht dargestellt) und (4a) das Polieren mit kolloidaler  $\text{SiO}_2$ -Lösung. Die Routine im rot umrandeten Ausschnitt ist für UFG W neu entwickelt worden. Dies beinhaltet zusätzlich (4) das FIB-Sputtern der Markierungen, (5) ein erneutes elektrolytisches Abtragen, sowie (6) das Endpolieren.

In Abb. 26 ist die Methodik mit besonderer Aufmerksamkeit auf die eigens für diese Arbeit entwickelten Präparationsschritte verdeutlicht. Hierbei entsprechen die arabischen Zahlen dem jeweiligen Präparationsschritt, wobei (1 – 3) auf die nicht dargestellten Tätigkeiten (1) Grob- und Feinschleifen, (2) mechanisches Polieren mit Diamantsuspensionen, sowie (3) elektrolytisches Abtragen verweisen. Die römischen Ziffern und die Abstufung in den Einfärbungen sind ein Maß für die präparationsinduzierte Schädigung der Oberfläche und tieferliegende Regionen. Zustand (ii) repräsentiert den Schliff nach dem elektrolytischen Abtragen (Oberflächenschicht frei von Störungen) und der Versetzungs-contrast ist nur durch eine Oxidschicht beeinträchtigt. (4) Nach dem FIB-Sputtern der Orientierungsmarken ist die Schliffqualität schlecht und der Zustand (iii) erlaubt infolge dominierender Strahlenschädigung keine Beobachtung von Versetzungsstrukturen; vgl. Abb. 25a. (5) Nach einem erneuten

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

elektrolytischen Abtragen wird von Neuem eine Schliifqualität des Zustands (ii) erreicht. Der Zustand (i) kennzeichnet eine Schliifbeschaffenheit, die frei von Störungen und Schädigungen ist sowie keine Oxidschicht aufweist und wird nach dem Polieren mit kolloidaler SiO<sub>2</sub>-Lösung (6) bzw. (4a) erzielt. Zustand (i) erfüllt die zu Anfang dargelegten Anforderungen an die Schliifqualität für die Versetzungsabbildung mittels ECCI.

##### *Experimentelle Umsetzung*

Die Aufnahme der cECCI Abbildungen erfolgte unter Zuhilfenahme eines 4QBSD. Dabei wurde das Signal aller Quadranten invertiert, sodass für die im Ergebnisteil gezeigten Abbildungen gilt: Versetzungen erscheinen als schwarze Linien auf hellem Grund und nicht wie physikalisch zutreffend als weiße Linien in einem Bereich niedriger BSE-Intensität. Als Resultat wird hierdurch ein Bildkontrast erzielt, wie er aus Hellfeldabbildungen mittels TEM vertraut ist. Es wurde eine Beschleunigungsspannung von 30 kV gewählt, um die beste Strahlkonvergenz [259] [Tab. 3] und eine maximale Informationstiefe zu gewährleisten. Ein guter Kompromiss zwischen geringem Strahldurchmesser und hoher Signalintensität wurde bei einem Strahlstrom von 2 nA gefunden. Der Arbeitsabstand für ECCI betrug etwa 7 mm. Die Aufnahme der EBSD-Karten erfolgte ebenfalls mit 30 kV, 2 nA. Die Neigung des Probenstisches betrug 70° bei einem Arbeitsabstand von 14 mm. Das Wiederauffinden des vor dem Neigen ausgewählten Bereiches gelang mithilfe der feinen Strichmuster. Diese wurden auch für den Abgleich von EBSD-Karte und BSE-Übersichtsaufnahme genutzt.

Es kann sowohl rechnerisch gezeigt [315] als auch in Experimenten für die Schrauben- [316] bzw. Stufenversetzung [317] nachgewiesen werden, dass die Bedingung  $g \cdot b = 0$  als Kriterium für die Unsichtbarkeit einer Versetzung auch für ECCI gültig ist. Infolge der Unterschiede in der Konstruktion der Probenbühnen, die im SEM bzw. im TEM Anwendung finden, ist jedoch das Einstellen der Probenposition für das Auftreten des Unsichtbarkeitsfalls im SEM (nur Rotationen um z und einer festgelegten Achse, vergleichsweise große Hysterese in der Mechanik) mit großem Aufwand verbunden. In dieser Arbeit wird ein von dem Unsichtbarkeitskriterium abweichender Ansatz verfolgt. Dieser basiert auf dem Vergleich von erwarteter Projektionen der möglichen Versetzungslinien von Schraubenversetzungen und den in der ECCI-Abbildung dokumentierten Projektionen. Nach der Bestimmung der Kornorientierung mittels EBSD wurden mit T.O.C.A. v2.3 [313] die Polfigur generiert und auf Basis dieser die erwarteten Spuren der projizierten Versetzungslinien von  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen konstruiert. Diese wurden anschließend mit den beobachteten Versetzungslinien aus der ECCI-Aufnahme verglichen und auf Übereinstimmungen geprüft.

##### *Fehlerbetrachtung cECCI*

Nachfolgend sollen die mittels cECCI erzielbaren Ergebnisse zum Charakter einzelner Versetzungssegmente eingeordnet werden. Hierbei werden in erster Linie das abbildbare Probenvolumen und Problematiken bei der Ausrichtung der Proben adressiert.

Die Abbildung von Versetzungsstrukturen im TEM ist im Falle von W auf Proben mit einer maximalen Dicke<sup>20</sup> von etwa 150 nm limitiert (Funktion der Beschleunigungsspannung, siehe Gl. 23; etwa zwei Extinktionslängen durchstrahlbar). Infolge der Bildkräfte [181] können bis zu einem Oberflächenabstand von etwa 10 – 20 nm [259] mobile Versetzungen das Materialvolumen verlassen; auf beiden Flächen der TEM-Folie. Die in den ersten paar 10 nm vorzufindende Versetzungen repräsentiert damit nicht zwangsläufig die „wahre“ Struktur. Auch wenn die Abbildung von Versetzungen mittels ECCI keine Durchstrahlbarkeit der Probe voraussetzt, so ist der Tiefenbereich in dem mit ECCI Versetzungen beobachtet werden können ebenfalls begrenzt, und liegt typischerweise unterhalb von

---

<sup>20</sup> M. Klimenkov (KIT, Karlsruhe): Persönliche Kommunikation

100 nm [318]. *Wilkinson et al.* [315] berechneten für die Sichtbarkeit von oberflächennahen Versetzungen (auf Basis von Si und {220} als Beugungsvektor) als maximale Tiefe, aus der Versetzungen noch einen nennenswerten Beitrag zum Bildkontrast beitragen können, einen Wert, der dem fünffachen Betrag der Extinktionslänge (52 nm bei 40 kV) unter diesen Beugungsbedingungen entspricht. An Stahl mit kfz Kristallstruktur ermittelten *Gutierrez-Urrutia et al.* ebenfalls einen Wert von etwa fünf Extinktionslängen (13 nm bei 20 kV mit {111} als Beugungsvektor).

Auf Basis der Annahme von fünf Extinktionslänge als maximale Informationstiefe wird nachfolgend eine Abschätzung für die Sichtbarkeit von Versetzungen in  $W$  vorgenommen. Das Materialvolumen innerhalb der ersten Extinktionslänge trägt vorrangig zu dem Beugungskontrast bei. Die Extinktionslänge für ein gegebenes Material [319] [Tab. 7.2] und bekannten Beugungsbedingung kann nach *Reimer et al.* [319] [Gl. 13.4] über die Beziehung

$$\xi_{\text{hkl}} = \frac{\pi V_c \cos(\theta_{\text{hkl}})}{\lambda F_{\text{hkl}}} \quad (23)$$

bestimmt werden, wobei für die krz Elementarzelle gezeigt werden kann, dass der Strukturfaktor

$$F_{\text{hkl}} = 2 f_{\text{hkl}} \quad (24)$$

beträgt, also dem doppelten des Formfaktors für Elektronenbeugung (*atomic scattering amplitudes*) entspricht. Die Formfaktoren sind in *Prince et al.* [307] [Tab. 4.3.1.1] als Funktion des Beugungswinkels  $\theta_{\text{hkl}}$  tabelliert. Weiterhin enthält Gl. 23 das Volumen der Elementarzelle  $V_c$  und die Wellenlänge des PE-Strahls. Für eine Beschleunigungsspannung von 30 kV ergibt sich nach *Reimer et al.* [320] [Gl. 2.12] die Wellenlänge zu 0,007 nm; die relativistische Lösung entspricht in etwa der Lösung nach der Newton'schen Mechanik. Die für die oben genannten experimentellen Bedingungen konstruierbaren Verläufe sind in Anhang B, Abb. A8 dargestellt. Sowohl die Extinktionslänge als auch die Abschätzung der Informationstiefe sind gegen den Beugungswinkel aufgetragen. Für die gewählten Beugungsvektoren liegt die Extinktionslänge in einem Bereich von 10 – 30 nm und somit die geschätzte Informationstiefe für  $W$  in etwa um 100 nm (30 kV). Im Vergleich hierzu geben *Gutierrez-Urrutia et al.* [318] einen Richtwert von 80 nm (20 kV) für krz Fe an.

Die Charakterisierung von Versetzungssegmenten bezüglich des Aufweisens von Schraubencharakter wurde in dieser Arbeit durch den Vergleich von erwarteten Projektionen der Versetzungslinie und den tatsächlichen Spuren vorgenommen. Bei einer Übereinstimmung von erwartetem und beobachtetem Projektionspfad der  $\langle 111 \rangle$ -Richtung liegt die Vermutung nahe, dass das betreffende Versetzungssegment einen Schraubencharakter besitzt und die Annahme des Burgers-Vektor korrekt war. Es soll jedoch nicht unerwähnt bleiben, dass bei der angewandten Methodik ein Freiheitsgrad verbleibt. Da die ECCI-Aufnahme nur eine Projektion der Versetzungslinie darstellt (wie im TEM auch), ist streng genommen der Verlauf der Versetzungslinien im Materialvolumen unbekannt und dies auch bei der Bewertung der nach dieser Methodik bestimmten Ergebnisse zu würdigen. Es existieren rein geometrisch betrachtet für  $\Delta\alpha \rightarrow 0$ , mit  $\alpha$  als Winkel zwischen Oberfläche und Versetzungslinie und  $\Delta\alpha$  als Intervall, beliebig viele Lösungen, die Linie auf der Projektionsebene abzubilden; siehe Abb. 44, Kap. 5.3.2. Die Übereinstimmung von erwarteter und beobachteter Projektion besitzt daher keinen Beweischarakter, wie einer Analyse mit dem Kriterium  $g \cdot b = 0$  bescheinigt werden kann. Werden jedoch neben den geometrischen auch die physikalischen Gegebenheiten berücksichtigt, so reduziert sich die Gesamtmenge aller mathematischen Lösungen mit hoher Wahrscheinlichkeit auf die Linie, die parallel zur  $\langle 111 \rangle$ -Richtung verläuft. Die erzielbare Genauigkeit bei der Korrelation von beobachteten Versetzungslinien und erwarteten Verläufen unterliegt den in Kap. 4.3.1 aufgeführten Unsicherheiten bei der Indizierung von EBSPs in Regionen hoher Versetzungsdichte [321] sowie den Toleranzen in der Mechanik der Probenbühne.

## 4.4 Metallphysikalische Charakterisierung: Identifizierung des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität

Nach *Hartmaier et al.* [224] stimmt die Aktivierungsenergie des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität an der BDT-Temperatur mit der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie überein. Während die Aktivierungsenergie der Rissspitzenplastizität nicht für jede Verformungstemperatur direkt zugänglich ist, erlaubt die Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur eine Quantifizierung der Aktivierungsenergie unter Zuhilfenahme eines Arrhenius-Ansatzes. Mit dem Zweck die BDT-Temperatur als Funktion der Belastungsgeschwindigkeit beschreiben zu können, wurden Kampagnen an bruchmechanischen Versuchen durchgeführt, wobei pro Material die Ermittlung der BDT-Temperatur für mindestens drei Lastraten vorgenommen wurde. Im Ergebnis wurde für sechs Materialien 1,7WR – 4,1CR sowie 0AS die Arrhenius-Aktivierungsenergie des ratenlimitierenden Mechanismus bestimmt.

Die Diskussion der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien erfolgte im Kontext der von *Brunner* [201] und *Ziebart* [70] ermittelten Helmholtz-Energie der Aktivierung für das Gleiten der Schraubenversetzung bzw. die Bildung eines KPs. Wie in Kap. 2.1.4 dargelegt, erfordert dies die Reduzierung der Helmholtz-Energie der Aktivierung um den Betrag, welcher dem System in Form von mechanischer zugeführt wurde.

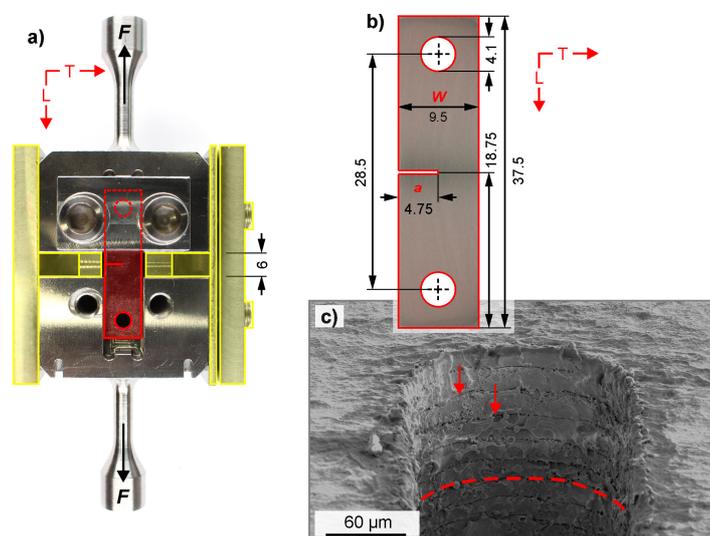
### 4.4.1 Bruchmechanikversuche

In Zugversuchen bestimmte BDT-Temperaturen sind stark von der Oberflächenbeschaffenheit der Proben beeinflusst [33]. Um einen Effekt der verschiedenen Oberflächenqualitäten der in dieser Arbeit geprüften Materialien möglichst auszuschließen, erfolgte die Bestimmung der Übergangstemperaturen anhand von Flachzugproben mit Randriss [215], im Folgenden als SE(T)-Probe bezeichnet. Die Probenentnahme erfolgt mittels elektroerosivem Schneiden (EDM). Sowohl die äußere Kontur, inklusive Kerbe, als auch die Bohrungen wurden mittels EDM gefertigt.

Es wurden ausschließlich SE(T)-Proben mit L-T Rissystem geprüft; vgl. Kap. 4.2, Abb. 16. Die Kerblänge betrug stets die Hälfte der Probenbreite. Die Proben aller Materialien entsprachen den in Abb. 27b gezeigten Maßen, wobei die Dicke durch die in Tab. 4, Kap. 4.4.1 notierten Blechstärken vorgegeben war, d. h. als Funktion des Umformgrades zwischen  $1,09 \pm 0,01$  mm (1,7WR) und  $0,11 \pm 0,01$  mm (4,1CR) variierte. Für 0AS wurden die Proben auf ein Nennmaß von 1,0 mm geschnitten. Das Nachmessen ergab ein Istmaß von  $1,02 \pm 0,01$  mm. Auf das Einbringen eines scharfen Anrisses mittels zyklischer Belastung verzichtet. Infolge des spröden Materialverhaltens von W ist dies eine allgemein akzeptierte Vorgehensweise. *Gludovatz et al.* [322] [Tab. 2] bietet eine Gegenüberstellung der verschieden Techniken zur Erzeugung von Anrissen im Kontext der Sprödigkeit von W. Rissausbreitung musste somit an der erodierten Oberfläche im Kerbgrund beginnen. Der Kerbgrund wurde nicht nachbehandelt und wies einen Radius von etwa  $75 \mu\text{m}$  auf. Eine SEM Studie ergab, dass der Kerbgrund in W mit kurzen, parallel verlaufenden Rissen dekoriert ist, die aller Wahrscheinlichkeit nach während des EDM-Schneidens thermisch induziert werden. Die Fronten dieser Sekundärrisse liegen innerhalb des Spannungsfelds der Kerbe. Eine SEM Aufnahme des Kerbgrundes ist in Abb. 27c gezeigt.

Die Prüfung der SE(T)-Proben wurde mittels des in Abb. 27a dargestellten Probenhalters vorgenommen. Dieser wurde nebst Montagevorrichtung speziell im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und bietet im Vergleich zu Vorgängermodellen eine Vielzahl von Vorteilen: (i) Die Kraft wird über eine Flächen-

pressung auf die Probe übertragen. Dadurch kann eine homogenere Krafteinleitung bzw. Spannungsverteilung in der Probe in der Nähe der Krafteinleitung erzielt werden, als dies durch die Verwendung einer formschlüssigen Verbindung realisiert werden könnte. (ii) Durch die großflächige Krafteinleitung wird die Verformung der Probe im Bereich des Probenkopfes infolge der Schwächung durch die Bohrung vermieden. In Vortests wurde dies in erster Linie bei der Prüfung von 4,1CR mit alter Halterkonstruktion als kritischer Punkt ausgemacht. Die Verformung im Bereich des Probenkopfes erforderte das Verlöten der Probe mit einer speziellen Probenaufnahme, die für jeden einzelnen Versuch vorbereitet werden musste; vgl. Nikolić et al. [120] [Abb. 3]. (iii) Weiterhin konnte bestätigt werden, dass durch das Klemmen der Proben, in Kombination mit einer freien Probenlänge zwischen der oberen und unteren Halterbaugruppe von lediglich 6 mm auf das Anbringen eines Beulschutzes verzichtet werden kann. (iv) Durch die Auslegung der Probenköpfe mit konusförmigen Übergang war beim Anfahren der Vorkraft eine automatische Zentrierung des Probenhalters in der Aufnahme der Prüfmaschine sichergestellt. Dies erlaubt ein Aufheizen, bzw. Abkühlen der Prüfkammer, ohne Verbindung von Probenhalter und unterem Zuggestänge. Im Ergebnis wird so sichergestellt, dass während des Anfahrens der Zieltemperatur keine kritischen Kräfte auf die Probe übertragen werden; ausgelöst durch einen Drift der Kraftmessdose bei kraft geregelter Steuerung, bzw. durch die thermische Längenänderung des Zuggestänges bei einem lagekontrollierten Halt. Der Formschluss Probenhalter-Prüfmaschine wurde erst nach der thermischen Stabilisierung der Kraftmessdose und Nullabgleich herbeigeführt. (v) Durch die Verwendung der Anschlussmaße der am Institut etablierten Zugversuchsproben mit kreisförmigen Querschnitt konnte auf bereits vorhandenen Prüfeinrichtungen zurückgegriffen werden. (vi) Die Verwendung der Montagevorrichtung erlaubte einen definierten und wiederholbaren Einbau der SE(T)-Proben in den Probenhalter. (vii) Die Montagehilfe ermöglicht die Herstellung der Klemmverbindung, ohne dass nennenswerten Kräfte auf die Probe übertragen werden.



**Abb. 27:** Experimenteller Aufbau der bruchmechanischen Versuche. In (a) ist Geometrie des Probenhalters und der Montagevorrichtung (gelb hervorgehobene Komponenten) gezeigt. Der Halter ist montiert (oben) und offen (unten) zur Verdeutlichung der Lage der rot umrandeten SE(T)-Probe abgebildet. Die Maße dieser sind in (b) ausgewiesen. Aufnahme (c) zeigt den Kerbgrund der mittels EDM hergestellten L-T Rissstartkerbe. Die Bildung multipler, parallel ausgerichteter Risse ist hervorgehoben. Der Kerbradius beträgt im Mittel etwa 75  $\mu\text{m}$ . Hinsichtlich technischer Zeichnungen für Halter und Montagevorrichtung siehe Anhang A.

Die Versuche wurden auf zwei Universalprüfmaschinen mit Spindeltrieb (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Deutschland) durchgeführt. Experimente im Bereich 220 – 570 K erfolgten auf ZwickRoell 1474 mit Klimakammer vom Typ SFL 3119-400 (Instron, U.S.A.) genutzt. Mit Ausnahme des gesinterten Zustands 0AS konnten mit dieser Gerätekonfiguration alle BDT-Temperaturen ermittelt werden. Die

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

Versuche mit Klimakammer erfolgten ohne Einsatz von Schutzgas. Das kleinstmögliche Temperaturintervall wurde auf 15 K festgelegt, also die Minimumdifferenz zwischen benachbarten Prüftemperaturen. Die Bestimmung der BDT-Temperaturen von 0AS setzte voraus auch Experimente bei Temperaturen oberhalb der Spezifikation der Klimakammer durchführen zu können. In diesen Fällen wurde eine ZwickRoell Z150 mit einem Hochtemperatur-Strahlungssofen (MAYTEC Mess- und Regeltechnik GmbH, Deutschland) verwendet. Die Versuche erfolgten unter Vakuum;  $\sim 3 \cdot 10^{-5}$  mbar. Die Minimumdifferenz im Prüfintervall wurde auf 25 K festgesetzt.

Die Prüfung erfolgte lagegeregelt. Dabei wurde die Traversengeschwindigkeit so gewählt, dass die resultierende Lastrate, je nach Versuchskampagne, etwa 0,01; 1,0 bzw. 100 MPa  $m^{0,5} s^{-1}$  betrug; zusätzlich 500 MPa  $m^{0,5} s^{-1}$  für 1,7WR.

Ausgehend von dem Maschinenschrieb {Kraft, Zeit, Verfahrensweg der Traverse} wurden unter Zuhilfenahme eines im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Python-Skripts sowohl die tatsächlich verwendeten Versuchsparameter kontrolliert als auch eine Vielzahl von Versuchsergebnissen automatisch bestimmt. Hinsichtlich der Versuchsparameter sind (i) die Nachrechnung der wahren Traversengeschwindigkeit sowie (ii) die Steigerungsrate der Spannungsintensität zu nennen. Die gemittelten wahren Raten des Anstiegs der Spannungsintensität bei linear-elastischem Verhalten sind in Tab. 12, Kap. 5.4.1 protokolliert. Als die wichtigsten Versuchsergebnisse für die Beurteilung des Materialverhaltens sind zu erwähnen: (i) – (iv) Die kritische sowie maximale Kraft, bzw. den kritischen und maximalen SIF. Nach *Tada et al.* [215] wurde der Geometriefaktor zu 2,85 gewählt. (v) Der Quotient aus maximaler und kritischer Kraft. (vi) Weiterhin wurden durch Integration der Fläche unter der Kraft-Weg Kurve der Betrag der dissipierten Energie bestimmt. Nach *Rice et al.* [323, 324] kann ebenfalls das J-Integral auf diese Weise erfasst werden. Sofern das Bruchereignis charakterisiert wird, entspricht das J-Integral der Näherungslösung [325]

$$J = \frac{U}{t(W - a_0)} \eta_{pl} \quad (25)$$

wobei  $U$  die dissipierte Energie (inklusive elastischem Anteil),  $t$  die Probendicke und  $W - a_0$  die Ligamentweite darstellen. Der Beiwert  $\eta_{pl}$  ist an den Probenotyp gebunden, vgl. ASTM E1820-20a [326]. Für den SE(T)-Probenotyp sind keine Angaben zum Beiwert bekannt<sup>21</sup>, sodass in dieser Arbeit die Ergebnisse als Quotient aus J-Integral und Korrekturfaktor dargestellt sind.

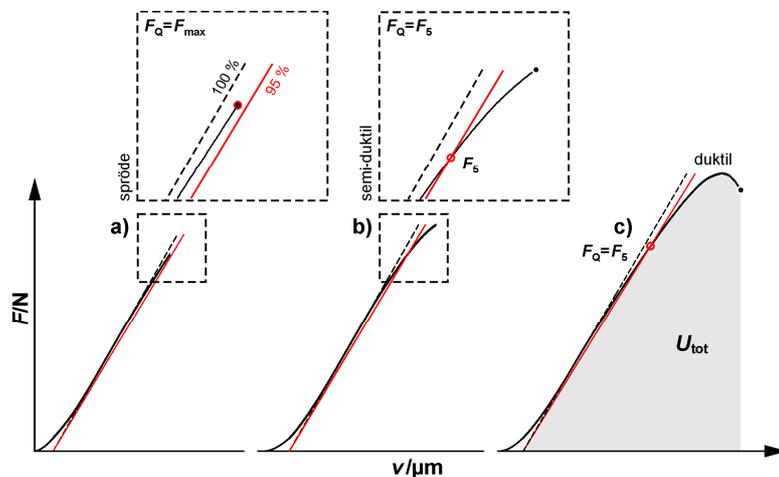
##### *Ermittlung der BDT-Temperaturen*

Soll die BDT-Temperatur aus experimentellen Daten ermittelt werden, kann aus einer Vielzahl von Kriterien gewählt werden. Bis heute besteht kein Konsens über die Definition und Herangehensweise bei der Ermittlung der BDT-Temperatur. Die Methodik variiert mit dem gewählten Prüfverfahren jedoch auch bei der Verwendung identischer Prüfmethoden. In dieser Arbeit wurden zwei Kriterien für die Bestimmung der BDT-Temperaturen ausgewählt. Im weiteren Verlauf daher auch zwei Übergangstemperaturen pro Versuchsreihe (Versuchsreihe: mehrere Experimente an einem Material bei gleicher Lastrate) ausgewiesen. Kriterium (i) basiert auf dem Materialverhalten jeder einzelnen Probe, während Kriterium (ii) auf dem Verlauf der dissipierten Energie aller Versuche beruht.

Der Klassifizierung nach *Schwalbe et al.* [327] [Abb. 3] folgend wurde für Kriterium (i) zwischen drei Materialantworten unterschieden. Diese drei Versuchsverläufe sind in Abb. 28 beschrieben: (i) Spröde: Das Risswachstum erfolge instabil und der Schrieb Kraft über Verfahrensweg ist in weiten Teilen linear. (ii) Semi-duktil: Der Bruch erfolgt als Folge von anfänglich im sehr begrenzten Umfang stabilen, nachfolgend instabilem Risswachstum. Der Messschrieb ist durch einen nennenswerten

<sup>21</sup> S. *Wurster* (Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft, Leoben, Österreich): Persönliche Kommunikation

nichtlinearen Verlauf gekennzeichnet. Als „nennenswert“ wurde das Schneiden der Kraft-Weg Kurve mit der 95 %-Tangente definiert. Diese Tangente entspricht dem 0,95-fachen der ermittelten Steigung im linear-elastischen Bereich und beginnt ebenfalls im Koordinatensystemursprung; vgl. ASTM E399 [221] [Abb. 7]. Nach Anderson [47] ist der Abfall der Probensteifigkeit um 5 % mit einer stabilen Rissverlängerung von etwa 2 % der Ligamentweite gleichzusetzen. (iii) Duktil: Die Probe zeigt über einen großen Bereich des Ligaments stabiles Risswachstum und der Messschrieb weist ein ausgeprägtes Maximum auf. Die nach diesem Schema eingruppierten Versuche wurden anhand ihrer kritischen Spannungsintensität über der Prüftemperatur aufgetragen. Die tiefste Prüftemperatur, bei der ausschließlich semi-duktiler oder duktiler Materialantworten (d. h. alle bei dieser Temperatur geprüften Proben zeigten mindestens 2 % stabiles Risswachstum) beobachtet wurden, entspricht der BDT-Temperatur nach Kriterium (i), bzw.: *Die BDT-Temperatur nach Kriterium (i) ist als die tiefste Prüftemperatur in der Testserie ohne sprödes Materialverhalten festgelegt.* Angelehnt an die Forderung nach einem Mindestmaß an stabilem Risswachstum wird Kriterium (i) im weiteren Verlauf als das *2%-Kriterium* bezeichnet.



**Abb. 28:** Klassifizierung des Materialverhaltens. In Anlehnung an die von Schwalbe et al. [327] [Abb. 3] vorgenommene Unterteilung wird beruhend auf dem Schrieb der Kraft  $F$  über den Fahrweg der Traverse  $v$  zwischen spröder, semi-duktiler und duktiler Materialantwort unterschieden. Es ist die Bestimmung der Kräfte  $F_{max}$ ,  $F_Q$  und  $F_s$  sowie die integrierte Fläche für die Berechnung der dissipierten Energie  $U_{tot}$  gezeigt. Die Bestimmung der Materialeigenschaften erfolgte automatisiert; Python-Skript auf Anfrage verfügbar.

Für die Festlegung der BDT-Temperatur nach Kriterium (ii) wurden entsprechend Gl. 25 die J-Integrale der Einzelversuche bestimmt und nach Testserien getrennt über der Prüftemperatur aufgetragen. Auf dieser Darstellungsform beruhend, wurde die Entwicklung des J-Integrals, hinsichtlich des Überganges von der Tieflage in die Hochlage, mit der Beziehung

$$J = \left( \frac{a+b}{2} \right) + \frac{a-b}{2} \tanh \left( \frac{T-c}{2m} \right) \quad (26)$$

angenähert [328] [Gl. 1]; vgl. auch Cao et al. [329] für einen Vergleich verschiedener mathematischer Ausdrücke zu diesem Zweck. Hierbei charakterisieren  $a$  und  $b$  das gemittelte Level der Hochlage bzw. der Tieflage. Zur Reduktion der Freiheitsgrade wurde die Tieflage auf  $5 \text{ J mm}^{-2}$  festgelegt. Dieser einheitliche Schätzwert deckt die Ist-Werte bei sprödem Materialverhalten für alle Materialien sinnvolle ab. Der Parameter  $m$  ist ein Maß für die Zunahme des J-Integrals im Übergangsbereich bzw. für die Breite des Übergangsbereiches. Der eingeklammerte erste Term ergibt den Wert des J-Integrals an der Mittellinie. Die Prüftemperatur  $T$ , bei dem der Verlauf des J-Integrals die Mittellinie schneidet, wird durch  $c$  angegeben. Die vorläufige BDT-Temperatur nach Kriterium (ii) entspricht  $c$ . Die finale Übergangstemperatur nach Kriterium (ii) entspricht der wirklich geprüften Temperatur, die

am nächsten an der vorläufigen BDT-Temperatur liegt. Kriterium (ii) wird im Folgenden als das *Mittellinienkriterium* bezeichnet.

##### *Fehlerbetrachtung Bruchmechanikversuche*

Nachfolgend wird der oben beschriebene experimentelle Aufbau einer detaillierten Betrachtung unterzogen. Dabei steht die Diskussion der Probenmaße, vor allem die geringen Dicken der verwendeten SE(T)-Proben und die Auswirkung auf den Spannungszustand im Fokus.

Zu Beginn dieser Fehlerbetrachtung soll der für die Bestimmung der kritischen Spannungsintensität gewählten Geometriefaktor überprüft werden, welcher ebenfalls die ausgewiesenen Lastraten beeinflusst. Der *Tada et al.* [215] zu entnehmende Wert von 2,85 gilt für SE(T)-Proben, bei denen die Kraft über eine Bohrung eingeleitet wird und bei denen der Quotient aus Abstand von Kerbe zu Bohrung in Bezug zur Probenweite mindestens {1} beträgt; frei Rotation um die Stifte im Zentrum der Bohrung in den Probenköpfen. Bei dem in Abb. 27 abgebildeten Probenhalter wird die Kraft jedoch über eine Klemmverbindung übertragen, die im Verhältnis zur Probenweite nahe an der Kerbe endet; Quotient von 0,32. Die Untersuchungen von *Yan* [330] [Tab. 1] über den Einfluss des Verhältnisses aus Abstand Bohrung – Kerbe zu Probenweite zeigen auf, dass mit abnehmendem Abstand der Geometriefaktor zunimmt. Für starre Klemmverbindungen, welche keine Rotationen am Probenkopf erlauben, sind in *Tada et al.* [215] deutlich kleinere Geometriefaktoren dokumentiert [215]. Ist der Quotient aus Abstand und Weite groß, geben *Blatt et al.* [331] [Tab. 1] hierzu in Übereinstimmung den Geometriefaktor mit 1,7 an. Vorversuche zeigten auf, dass ungeachtet der Klemmverbindung die SE(T)-Proben in Richtung der gekerbten Probenhälfte ausweichen können. Die Drehpunkte sind in diesem Fall nicht die Bohrungen an den Probenköpfen, sondern die Verbindung Probenhalter – Prüfmaschine. Daher ist die in *Blatt et al.* [331] für die Klemmverbindung definierte Bedingung von nicht erlaubter Rotation für den experimentellen Aufbau dieser Arbeit nicht zutreffend. Da keine abschließende Beurteilung vorgenommen werden kann, ob die Rotation frei erfolgen kann oder in welchem Umfang behindert wird, soll an dem Geometriefaktor von 2,85 festgehalten werden. Der möglicherweise hieraus resultierende Fehler ist für alle Materialien gleich und sollte sich somit nicht auf einen Vergleich dieser untereinander auswirken.

Ein Kriterium für die Einordnung des ermittelten kritischen SIF als ein geometrieunabhängiger Materialkennwert ist die Forderung nach vorherrschendem ebenen Dehnungszustand (EDZ). Für die Konformität mit dem Ansatz der linear-elastischen Bruchmechanik werden weiterhin gewisse Mindestdimensionen der Proben gefordert, welche die Risslänge und die Weite des Ligaments, betreffen. Die Einhaltung dieser Forderungen an die Geometrie der Proben kann durch die Anwendung der in Gl. 9, Kap. 2.2 dargelegten Bedingungen überprüft werden. Eine Umformulierung in die Schreibweise

$$K_Q^{\max}(T) = \sqrt{\frac{t}{2,5}} \sigma_{ys}(T) \quad (27)$$

erlaubt bei gegebener Probengeometrie die Konstruktion von Grenzkurven für die maximal erlaubte kritische Spannungsintensität als eine Funktion der Prüftemperatur, die über die Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze Eingang findet.

Die Konstruktion der Grenzkurven setzt Kenntnis über den Verlauf der Streckgrenze über der Prüftemperatur voraus. Die Ermittlung der Streckgrenze von W-Blechen mit ähnlicher Produktionshistorie zu dem Herstellprozess der Materialien dieser Arbeit war Gegenstand der Untersuchungen von *Lied et al.* [239]. Jedoch lag mit Zugversuchen bis 1073 K der Fokus in der Arbeit von *Lied et al.* [239] auf der Quantifizierung der Warmfestigkeit. In dem für die aktuelle Arbeit wesentlichen Temperaturbereich von 150 – 500 K war nur jeweils ein Datenpunkt für 300 K erfasst worden. Für eine

Beschreibung der Streckgrenze in dem angegebenen Temperaturbereich musste somit ein anderer Ansatz erdacht werden. Es wurde der von *Bonk et al* [195] gezeigte Umstand zum Vorteil genutzt, dass die für SX W geltende Formulierung aus Gl. 1, Kap. 2.1.3 auch für die Streckgrenze von polykristallinen Materialien übertragbar ist. Demnach ist auch die Streckgrenze von polykristallinen W über die Beziehung

$$\sigma_{ys} = \sigma^*(T, \dot{\epsilon}) + \sigma_a(E, \varphi) \quad (28)$$

abbildbar, wobei in diesem Fall  $\sigma^*$  der thermische Anteil der Streckgrenze ist und  $\sigma_a$  den athermischen Anteil, d. h. einen für das jeweilige Material konstanten Betrag repräsentiert. Der Verlauf der thermischen Komponente und der athermische Anteil können demnach unabhängig voneinander bestimmt und aus beiden Einzelwerten die Entwicklung der Streckgrenze über der Temperatur angenähert werden.

Anhand der in *Lied et al.* [239] [Abb. 3] veröffentlichten Ergebnisse wurde der athermische Anteil für die Materialien 1,7WR – 4,1CR abgeschätzt. Dafür wurden die Ergebnisse zur Streckgrenze von vergleichbar hergestellten W-Blechen für die Temperatur 800 K interpoliert. Die so abgeschätzten Beträge betragen demnach: 960 MPa (1,7WR), 1080 MPa (2,5WR), 1160 MPa (2,9WR), 1220 MPa (3,3WR) sowie 1340 MPa (4,1CR). Als Basis OAS dienten die Zugversuchsdaten von *Bonk et al.* [195] [Abb. 4]. Es wurde ebenfalls die Streckgrenze bei 800 K als Richtwert für den athermischen Anteil genommen und dieser zu 120 MPa bestimmt. Die Ausarbeitung einer mathematischen Formulierung für den Verlauf des thermischen Anteils als Funktion der Temperatur erfolgte anhand der in *Brunner et al.* [40] [Abb. 5] dokumentierten Entwicklung der kritischen Schubspannung von SX W. Dabei wurde der Verlauf zwischen 60 K und 550 K mit einer Parabelgleichung angenähert [194] [Abb. 4]. Zuvor waren die an W-Einkristallen mit Orientierung etwa in der Mitte des Standarddreiecks der stereographischen Projektion aufgenommenen kritischen Schubspannungen unter Berücksichtigung eines Schmid-Faktors von 0,5 umgerechnet worden; siehe *Gottstein* [181] [Abb. 6.31]. Als Zahlenwertgleichung formuliert, ergibt sich die Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze von W zu

$$\sigma_{ys} = (0,00366T^2 - 4,74T + 1893) + \sigma_a \quad (29)$$

wobei die Einheit der Spannungen MPa ist und die Temperatur für korrekte Ergebnisse in Kelvin einzusetzen ist.

Nach dieser Heranführung soll nun wieder die ursprüngliche Zielstellung in den Fokus gerückt werden: Der Konstruktion von Grenzkurven zur Beurteilung des Spannungszustands und Prüfung der Anwendbarkeit der linear-elastischen Bruchmechanik. Die auf Basis von Gl. 27 erzeugten Grenzkurven sind in Abb. 29 dargestellt und adressieren (i) die Eindringtiefe des ebenen Spannungszustandes (ESZ) im Verhältnis zur Probendicke und (ii) die Größe der plastischen Zone in Bezug zur Weite des Ligaments; beide als temperaturabhängige Größen. Die verwendeten Probendicken entsprechen den in Tab. 4 aufgelisteten Blechstärken. Die Ligamentweite beträgt stets 4,75 mm; vgl. Abb. 27b.

Zuerst werden die Grenzkurven in Abb. 29b betrachtet. Diese zeigen den Verlauf der maximalen Spannungsintensität unter Ausschöpfung des nach ASTM E399 [221] erlaubten Dickenanteils im ESZ auf. Entgegen der bereits festgestellten Zunahme des athermischen Anteils für hohe Umformgrade nehmen mit dem Fortschreiten des Walzprozesses die erlaubten kritischen SIF ab. Diese Abnahme ist der während des Walzens ebenfalls zu beachtenden Abnahme der Blechstärke zuzurechnen; Blechstärke identisch mit Probendicke. Vorab durchgeführte Versuche weisen darauf hin, dass für einen überwiegenden Teil der Versuche nicht von einem dominierendem EDZ ausgegangen werden kann. Lediglich bei niedrigen Prüftemperaturen sollte das Dickenkriterium eingehalten werden.

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

Die im Ergebnisteil gezeigten kritischen SIFs sind somit vorwiegend keine Materialkennwerte, sondern als scheinbare Bruchzähigkeit zu interpretieren.

Ebenfalls darf das Fehlen eines scharfen Anrisses infolge von Wechselbelastung nicht unterschätzt werden. Auf Basis der von *Palacios et al.* [332] [Abb. 11] gemachten Beobachtungen zum Einfluss des Kerbradius auf die ermittelte kritische Spannungsintensität kann für diese Ausarbeitung im Minimum von einer Überschätzung der Bruchzähigkeit um 30 % ausgegangen werden. In diesem Faktor ist der Anstieg des kritischen SIF durch den Spannungszustand nicht eingerechnet.

Die scheinbare Zunahme der Bruchzähigkeit durch einen Zuwachs des Anteils mit ESZ erreicht bei vollständiger Durchdringung der Probendicke vom ESZ sein Maximum. Die kritische Spannungsintensität bei dieser Zustand erreicht wird, kann unter der Annahme, dass die Näherungslösung für die Größe der plastischen Zone an der Probenoberfläche identisch zur Eindringtiefe des ESZ ist [222] [Abb. 86], über die Beziehung

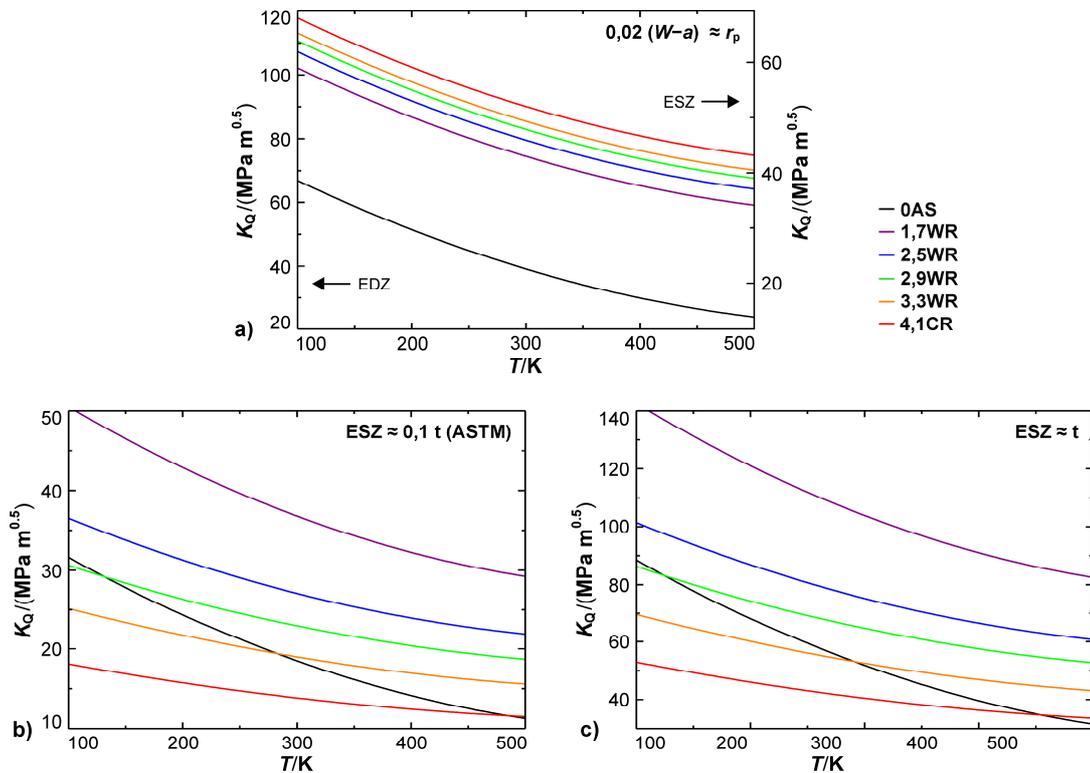
$$r_p = \frac{1}{x \pi} \left( \frac{K}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (30)$$

bestimmt werden [47], wobei für den ESZ gilt:  $x = 2$ ; im EDZ 6. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass der ESZ von beiden Probenseiten einwirkt. In Abb. 29c sind die so konstruierten Grenzkurven abgebildet und zeigen erwartungsgemäß zu Abb. 29b identische Verläufe, jedoch auf einem höheren Level. Dank diesen Berechnungen sind im Ergebnisteil dieser Arbeit drei Bereiche abgrenzbar: (i) Unterhalb der Kurven aus Abb. 29b: In diesem Bereich sind die ermittelten kritischen SIF als geometrieunabhängige, jedoch von dem Kerbradius beeinflusste Kenngröße, zu interpretieren. (ii) Zwischen den Grenzkurven von Abb. 29b und Abb. 29c: Die kritischen SIF in diesem Bereich unterliegen Änderungen im Spannungszustand und steigen mit zunehmender Anteil im ESZ. (iii) Oberhalb der Kurven aus Abb. 29c: Die Ergebnisse spiegeln eine scheinbare Bruchzähigkeit wieder. Eine weitere Zunahme der kritischen Spannungsintensität beeinflusst jedoch nicht den Spannungszustand.

Die Forderung in ASTM E399 [221] nach dominierenden EDZ entspricht der Vorgabe konservative und geometrieunabhängige Materialkennwerte zu ermitteln [222]. Liegt der Fokus der Experimente auf anderen Fragestellungen, ist die linear-elastische Bruchmechanik auch im ESZ anwendbar. Die Limits von diesem Ansatz werden erreicht, sobald die plastische Zone im Verhältnis zur Ligamentweite nennenswert ist [222], wobei nennenswert durch den aus Gl. 9, Kap. 2.2 ableitbaren Betrag definiert ist. Verläufe stellvertretend für die Grenze der linear-elastischen Bruchmechanik sind in Abb. 29a gezeigt. Im Kontrast zu den oben diskutierten Verläufen weisen die Grenzkurven untereinander lediglich eine Parallelverschiebung auf. Die Steigung der Kurven für eine beliebig zu wählende Temperatur ist für alle Materialzustände identisch. Darüber hinaus ist die Reihenfolge der Materialien in Hinblick auf die erlaubten kritischen Spannungsintensitäten invertiert. In Abb. 29b und Abb. 29c wies 4,1CR die niedrigsten Grenzwerte auf, in Abb. 29a ist dieses Material am längsten in Übereinstimmung mit der Anforderung. Dieses gegensätzliche Verhalten klärt sich nach Betrachtung der Probenmaße auf. Während für Abb. 29b und Abb. 29c die Probendicken in Gl. 27 Eingang fanden, ist das für Abb. 29a verwendete Maß die Ligamentweite. Diese war unabhängig vom Material für alle im Rahmen dieser Arbeit getesteten SE(T)-Proben identisch.

Wird für die Größe der plastischen Zone (EDZ) berechnet und auf die geforderte Mindestweite des Ligaments bezogen, beträgt der Anteil ohne linear-elastischen Materialverhalten im Ligament etwa 2 %. Wie anhand von Abb. 29b erläutert wurde, ist ein vorherrschender EDZ jedoch nicht in Übereinstimmung mit dem zu erwartenden experimentellen Spannungszustand und die Annahme von weitestgehend ESZ eher angemessen. Die Größe der plastischen Zone im ESZ übersteigt die Größe im EDZ um das Dreifache; vgl. Gl. 30. Unter Beibehaltung von 2 % der Ligamentweite als Zielgröße

werden unter Annahme von ESZ konservativere Werte für die erlaubte kritische Spannungsintensität ermittelt. Diese sind in Abb. 29a auf der rechten Ordinate aufgetragen und sind um den Faktor  $\sqrt{3}$  kleiner als die die Ergebnisse für den EDZ.



**Abb. 29:** Abschätzung der Grenzen der linear-elastischen Bruchmechanik. Es ist die kritische Spannungsintensität  $K_Q$  über die Temperatur  $T$  aufgetragen. In (a) ist der Verlauf der Grenzkurven für den Fall, dass die Ausdehnung der plastischen Zone  $r_p$  einen Anteil von etwa 2 % an der Ligamentweite  $(W - a)$  nicht übersteigen soll. Dies ist für die plastische Zone im ebenen Dehnungszustand (EDZ) als auch für den ebenen Spannungszustand (ESZ) aufgetragen. In (b) sind die Limits für die Einhaltung des EDZ gezeigt. In (c) sind die SIFs gezeigt, bei dem die Proben vollständig vom ESZ durchdrungen sind.

An dieser Stelle sei nochmals darauf hingewiesen, dass auch infolge des Verzichts auf einen scharfen Anriss die in dieser Arbeit ermittelten kritischen Spannungsintensitäten nicht konservativ sind und keinesfalls als Bruchzähigkeit der hier untersuchten Materialien angesehen werden dürfen; vgl. *Riedle* [42] [Tab. 6.2], *Palacios et al.* [332] [Abb. 11] und *Nikolić* [333] [Abb. 5]. Auch die ermittelten BDT-Temperaturen sind aller Wahrscheinlichkeit nach in Bezug zur angegebenen Lastrate nicht konservativ; siehe *Seigle et al.* [107] [Tab. 2], *Stephens* [118] [Abb. 3] und *Riedle* [42] [Abb. 6.53]. Weiterhin bestehen Unsicherheiten über den wirklichen Geometriefaktor des Messaufbaus. Das Ziel der Experimente ist jedoch nicht die Bestimmung der Bruchzähigkeit für die Auslegung von Komponenten, stattdessen die Anfertigung von Trends über der Prüftemperatur mit dem Zweck BDT-Temperaturen ableiten zu können.

#### 4.4.2 Berechnung der Erwartungswerte für die Gibbs-Energie der Aktivierung der Kinkenpaarbildung in hochreinem Wolfram

Die Identifizierung des ratenkontrollierenden Mechanismus anhand von Arrhenius-Aktivierungsenergien setzt Referenzwerte voraus. Mit Verweis auf *Schadler* [143] geben *Gumbsch et al.* [45] die Peierls-Barriere der Stufenversetzungen in SX W mit 0,2 eV an. Für die Kinkendiffusion in Schraubenversetzungen in W ermittelte *Ziebart* [70] eine Peierls-Energie von 0,2 eV. Dies ist eine Größenordnung geringer als die Peierls-Energie der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung mit 2,1 eV. [69, 70, 201]. Unterhalb der KT die Peierls-Barriere durch eine Addition von zur Verfügung stehender thermischer Energie und mechanischer Arbeit überwunden. Somit ist vor der Beurteilung von experimentellen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien zuerst die Helmholtz-Energie der Aktivierung um den Betrag der geleisteten mechanischen Arbeit zu reduzieren; nur die thermische Komponente weist eine Raten sensitivität auf.

Die für die Berechnung der Gibbs-Energie der Aktivierung herangezogene Formelsätze basieren auf den Arbeiten von *Seeger* [334] zum KPM. Es sind zwei Modelle zu unterscheiden [178]: (i) Das Elastic-Interaction (EI) Modell ist bei geringen effektive Schubspannungen, konkret zwischen KT und der sogenannten *Upper Bend (UB) Temperatur* gültig; vgl. Abb. 30a. (ii) Bei höheren effektiven Schubspannungen, wird also die UB-Temperatur unterschritten, überwiegt der Einfluss von kurzreichweitigen Wechselwirkungen zwischen den Kinken eines KP und die Annahmen für das EI-Modell sind nicht mehr zutreffend. Nach *Seeger* [334] ist in diesem Fall das Linienspannungsmodell (LT) zu verwenden. Soweit nicht abweichend angegeben, sind die für die Berechnungen benötigten Kennwerte der Arbeit von *Brunner* [201] entnommen und in Tab. 9 zusammengetragen.

##### *Berechnung der Gibbs-Energie der Aktivierung*

Nach Abb. 30 ist die Annahme von zwei klar ausgeprägten Kinken und somit die Anwendung des EI-Modells bis zu einer unteren Grenztemperatur von etwa 600 K bzw. einer effektiven Schubspannung von 110 MPa gerechtfertigt. In dem Bereich 600 – 800 K bzw. 0 – 110 MPa wechselwirken die Kinken langreichweitig in Form einer Coulomb-Beziehung [178]. Bei Anwendung des EI-Modells kann Gl. 2, Kap. 2.1.4 in die Form

$$\Delta G^{*EI} = \Delta F^* - 2\alpha\sqrt{\tau^*} \quad (31)$$

dargestellt werden, wobei  $\Delta F^*$  der Helmholtz-Energie der Aktivierung von zwei unabhängigen Kinken entspricht, die mit 2,1 eV einzusetzen ist. Der von der Helmholtz-Energie der Aktivierung zu subtrahierende Term entspricht der mechanischen Arbeit, wobei der Vorfaktor  $\alpha$  den Ausdruck

$$\alpha = \sqrt{\frac{h^3 b \gamma_0}{2}} \quad (32)$$

substituiert [194] [Gl. 12]. Hier repräsentiert  $h$  die Distanz eines Elementarschrittes, die Kinkenhöhe,  $b$  den Betrag des Burgers-Vektors; vgl. Abb. 4, Kap. 2.1.2. Der Vorfaktor der Linienspannung wird durch  $\gamma_0$  abgebildet [201] [Gl. 28]. Die in Gl. 31 ebenfalls benötigten Informationen über die Entwicklung der effektiven Schubspannung können Abb. 30a entnommen werden.

Wird in der Bildungsphase die Beziehung zwischen positiver und negativer Kinke durch die kurzreichweitigen Wechselwirkungen bestimmt, ist für eine Separation von thermischen die mechanischen Anteil der Bildungsenergie das LT-Modell zu verwenden [178]. Als Kriterium wird von *Brunner* [201] das Unterschreiten der UB-Temperatur definiert. Auch in dieser Arbeit der thermische Anteil der Helmholtz-Energie der Aktivierung in Regime (ii) und Regime (iii) unter Berücksichtigung der Beziehung

$$\Delta G^{*LT} = \Delta F^* - hb \sqrt{\frac{\gamma_d}{E_p''(h)}} \left[ 1 + \ln\left(\frac{\tilde{\tau}}{\tau^*}\right) \right] \tau^* + O(\tau^{*2}) \quad (33)$$

bestimmt worden [194] [Gl. 21]. In dieser ist  $E_p$  eine Funktion, die den Verlauf des Peierls-Potentials in Abhängigkeit von Position entlang der Gleitrichtung beschreibt. Für das Peierls-Potential sind verschiedene mathematische Beschreibungen entworfen worden; vgl. *Caillard et al.* [178] [Gl. 4.12] ff. In dieser Arbeit ist die Formulierung nach *Eshelby* [335] gewählt worden. Der in Gl. 33 geforderte Betrag der zweiten Ableitung des Peierls-Potentials an der Position  $h$ , wird bei Wahl des Eshelby-Potentials über den Ausdruck [178] [Gl. 4.27]

$$E_p''(h) = 2\sqrt{3}^3 b h^{-1} \tau_p \quad (34)$$

ermittelt, wobei die Peierls-Spannung  $\tau_p$  des betrachteten Materials bekannt sein muss. Experimentelle Daten für  $W$  sind hierzu von *Brunner* [201] [Tab. 2] abgeschätzt worden<sup>22</sup>. Ebenfalls der Wahl des Peierls-Potentials unterliegt die Konstante  $\tilde{\tau}$  [178]. Für das Eshelby-Potential geben *Caillard et al.* [178] [Gl. 4.27]

$$\tilde{\tau} = 12\sqrt{3} \tau_p \quad (35)$$

als Lösung an. Gleichermaßen neu und nicht mit dem zugehörigen Vorfaktor  $\gamma_0$  zu verwechseln ist die Linienspannung der Versetzung  $\gamma_d$ . Diese kann mithilfe der Konstanten  $\tilde{\tau}$  als

$$\gamma_d = \gamma_0 \left[ 1 + \ln\left(\frac{\tilde{\tau}}{\hat{\tau}^*}\right) \right]^{-2} \frac{\tilde{\tau}}{\hat{\tau}^*} \quad (36)$$

berechnet werden, wobei  $\hat{\tau}^*$  die effektive Schubspannung am UB beschreibt. Nach Abb. 30a wurde der Betrag auf 110 MPa festgelegt.

**Tab. 9:** Auflistung der verwendeten Größen für die Berechnungen der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung nach EI- und LT-Modell. Diese unterscheiden sich nach *Brunner* [201] für die verschiedenen Regime. Die zugehörigen Wertebereiche der effektiven Schubspannung  $\tau^*$  sind angegeben. Die benötigten Größen sind die Peierls-Energie  $\Delta F^*$  bzw. die Peierls-Spannung  $\tau_p$ , die Kinkenhöhe  $h$ , der Vorfaktor der Linienspannung  $\gamma_0$ ; vgl. Gl. 31 und Gl. 33.

Regime	$\tau^*$ MPa	$\Delta F^*$ eV	$\tau_p$ MPa	$h$ $10^{-10}$ m	$\gamma_0$ $10^{-10}$ N	$\xi$ -
(i)	110	2,06	-	4,65	9,55	-
(ii)	450	1,75	820	4,46	9,55	155
(iii)	$\tau_p$	1,27	980	3,15	9,55	186

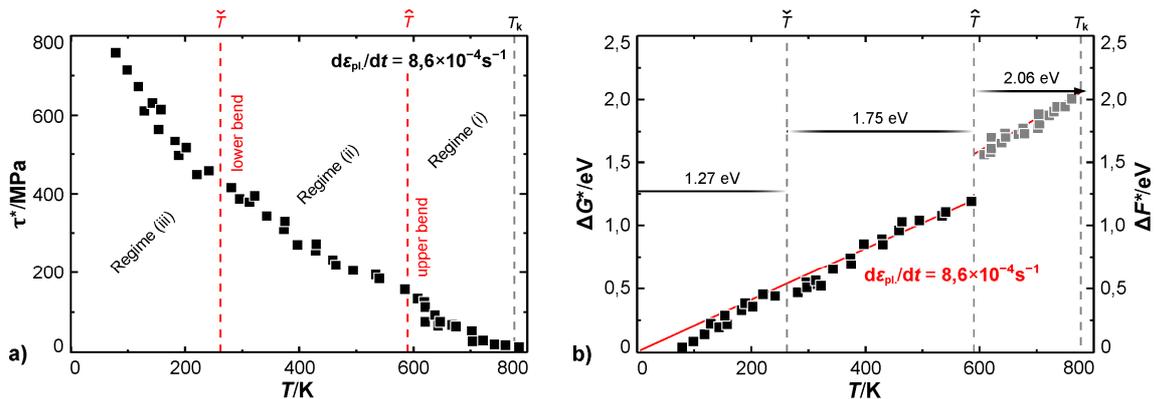
### Erwartungswerte für quasi-statische Belastung

In Abb. 30b ist der anhand des oben beschriebenen Formelsatzes berechnete Verlauf der Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung dargestellt. Zusätzlich ist die Helmholtz-Energie der Aktivierung über der Temperatur aufgetragen. Jeder Datenpunkt referenziert auf einen Messwert zur effektiven Schubspannung aus Abb. 30a. Ergebnisse für die Gibbs-Energie der Aktivierung, die unter Einsatz des EI-Modell gewonnen wurden, sind grau gekennzeichnet. Schwarze Datenpunkte weist auf die Subtraktion der mechanischen Komponente nach dem LT-Modell hin. Der Herangehensweise von *Brunner* [201] folgend, wurden neben unterschiedlichen Berechnungsansätzen auch eine stückweise Formulierung für den Verlauf der Helmholtz-Energien genutzt; in Regime

<sup>22</sup> Je nach Methode sind Unterschiede in der Peierls-Barriere in der Größenordnung von einigen 100 % keine Seltenheit. Werden mittels DFT-Rechnungen Peierls-Spannungen der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung für  $W$  im Bereich von 1700 MPa bis 2800 MPa gefunden [93, 336, 92], mittels BOP-Molekulardynamik sogar von 4300 MPa [337] liefern Extrapolationen der experimentell ermittelte Werte der CRSS deutlich niedrigere Ergebnisse im Bereich von 800 MPa bis 1200 MPa [127, 69, 338]; siehe auch *Rodney* [176], *Gröger et al.* [339] und *Proville et al.* [162].

#### 4 Experimentelle Methoden und Fehlerbetrachtung

(i) 2,1 eV, in Regime (ii) 1,75 eV und in Regime (iii) 1,27 eV. Der Verlauf der Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung in Abb. 30b offenbart eine Sprungstelle am Übergang von Regime (i) zu Regime (ii). Dieser Sachverhalt wird an dieser Stelle toleriert, jedoch im Ergebnisteil erneut aufgegriffen und diskutiert. Eine Folge der Sprungstelle ist die Unterteilung der Erwartungswerte in zwei Datensets in Vorbereitung auf die Berechnung von Ausgleichsgeraden durch Regression. Aus der Entwicklung des Phononenspektrums folgt, dass bei 0 K die Gitterschwingungen keine Energie für die Überwindung der Peierls-Barriere beitragen und damit die Überwindung dieser allein durch die mechanische Komponente zu erfolgen hat. Dies geht mit dem Verlust der Ratenabhängigkeit der plastischen Verformung einher. Transferiert auf die Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung kommt dies einem Verlauf durch den Koordinatenursprung gleich.



**Abb. 30:** Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung in W. Diagramm (a) zeigt die als Ausgangswerte benutzten effektiven Schubspannungen  $\tau^*$  über der Temperatur  $T$ ; Daten aus *Brunner et al.* [40]. In (b) sind die berechneten Gibbs-Energien der Aktivierung für die KP-Bildung  $\Delta G^*$  für die plastische Dehnrates  $d\varepsilon_{pl}/dt$  von  $8,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  aufgetragen.

#### Fehlerbetrachtung Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung

Im Unterschied zum Zugversuch ist bei der Verwendung von Bruchmechanikproben die plastischen Dehnraten nur schwierig zu bestimmen, da diese auf die Region unmittelbar vor der Risssspitze begrenzt ist und infolge der  $r^{-0.5}$  Abhängigkeit der Spannung vor der Risssspitze [222] [Gl. 27] zudem mit der Entfernung von der Risssspitze variiert; vgl. *Andresen* [340]. Gerade die plastische Dehnrates in der Prozesszone, also in dem Bereich der plastischen Zone, in der durch das Aufbrechen der Bindungen Rissverlängerung eintritt [47], ist für die Berechnung der Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung heranzuziehen. Mit der plastischen Dehnrates in der Einheit  $[\text{s}^{-1}]$  und der Rate für den Anstieg der Spannungsintensität in  $[\text{ksi inch}^{0.5} \text{ s}^{-1}]$  geben *Hahn et al.* [341] [Gl. B7] für die Dehnrates in der Prozesszone als Daumenregel die Formulierung

$$\dot{\varepsilon} \approx 10^{-3} \dot{K} \quad (37)$$

an, wobei die Beziehung mit einer Fehlertoleranz von 10 % auf  $[\text{s}^{-1}]$  und  $[\text{MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}]$  übertragen werden kann. Mit diesem Richtwert ist die mittlere der in dieser Arbeit aufgebrachten Lastraten in guter Näherung mit der plastischen Dehnrates der Referenzdaten von *Brunner et al.* [40]. In Zahlen ausgedrückt bedeutet dies: Mit geschätzt  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  entspricht die Dehnrates für die Belastung bei  $1 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$  in etwa der Referenz von  $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , wobei der zweite Wert als plastische Dehnrates zu verstehen ist. Da nach *Schwalbe* [222] vor der Risssspitze bereits bei sehr kleinen Spannungen die plastische Verformung dominiert, soll nachfolgend angenommen werden, dass in erster Näherung die plastische Dehnrates der totalen Dehnrates entspricht.

Die in Gl. 37 wiedergegebene Beziehung gilt für Bruchmechanikproben mit scharfem Anriss [341]. Als Folge des Fehlens eines Ermüdungsrisses wird diese Voraussetzung nicht von den in dieser Arbeit verwendeten SE(T)-Proben erfüllt, die lediglich mit einer Kerbe versehen sind. Mit der damit

einhergehenden Reduzierung der Spannungsüberhöhung an der Spitze der Kerbe ist auch die Dehnrate in der Prozesszone aller Wahrscheinlichkeit kleiner als durch Gl. 37 vermittelt wird; vgl. *Anderson* [47] [Gl. 2.10]. Als Konsequenz sind die BDT-Temperaturen der Lastrate  $1 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  ein erster guter Anhaltspunkt, um die ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien zuzuordnen. Die wirklichen BDT-Temperaturen für die plastische Dehnrate von  $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sollten nach den oben dargelegten Überlegungen etwas oberhalb der BDT-Temperaturen für  $1 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  angesiedelt und damit zwischen den Übergangstemperaturen für  $1 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  bzw.  $100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  verortet sein.



# 5

## Ergebnisse und Diskussion

### 5.1 Quantifizierung der Kontamination durch den Walzprozess und Bewertung der chemischen Zusammensetzung in Hinblick auf den Wechsel im Spröbruchverhalten

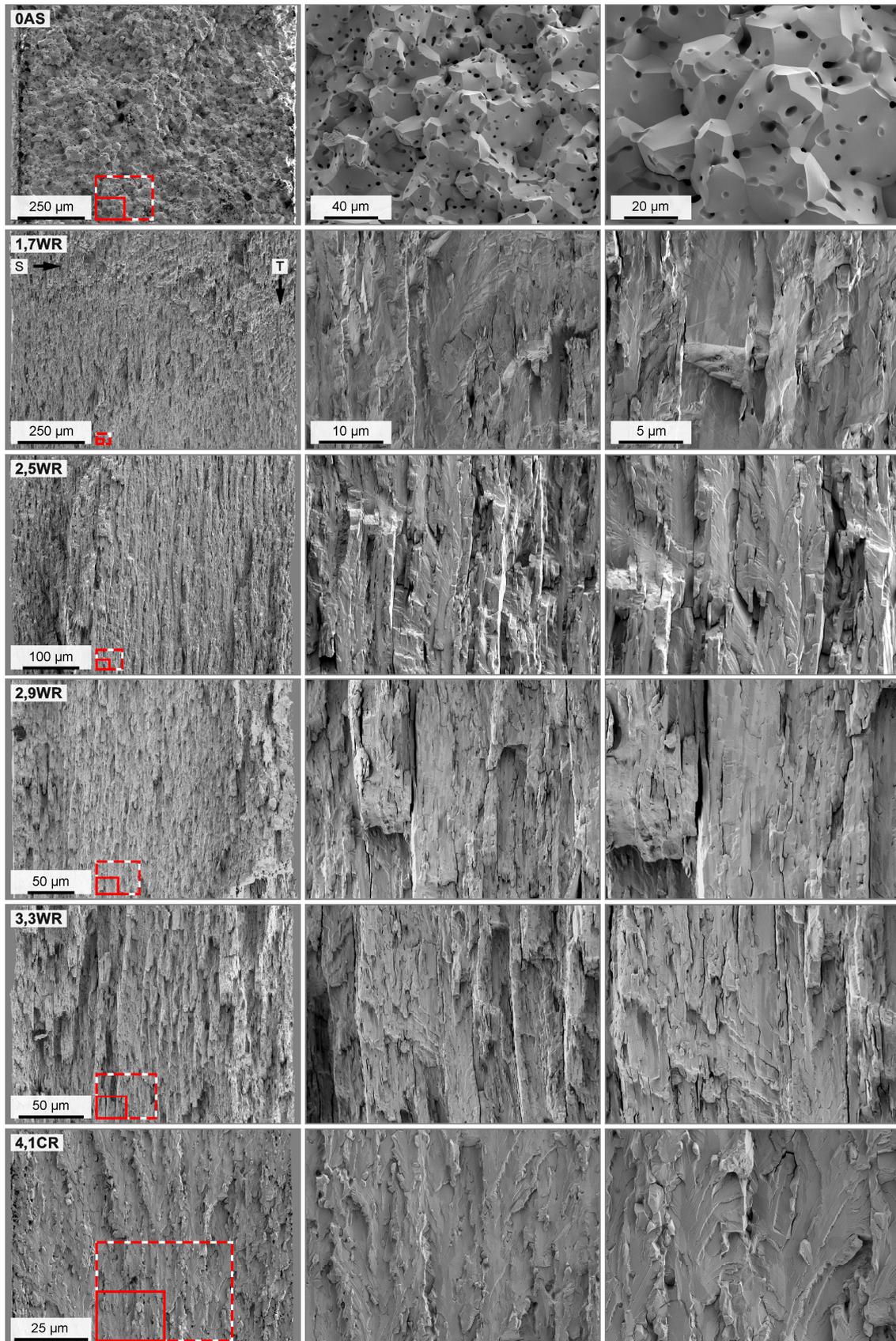
Eine hinsichtlich der Übergangstemperatur von W gewichtige Einflussgröße ist die chemische Zusammensetzung. Mit dem Ziel Modifizierungen der BDT-Temperaturen als Folge unterschiedlicher Fremdelementkonzentrationen möglichst zu minimieren, sind die gewalzten Materialien dieser Arbeit auf den gleichen Sinterling zurückzuführen. Die Ergebnisse der chemischen Analyse demonstrieren, dass mittels der angewandten Methodik Materialien produziert werden können, die bei verschiedenen Umformgraden eine gleichbleibende chemische Zusammensetzung aufweisen.

Vor allem interstitiell gelösten Fremdatomen wird in W eine versprödende Wirkung zugeschrieben; vgl. *Stephens* [127] [Abb. 7] und *Campbell et al.* [126] [Tab. 4]. Kontaminationen mit C und O im Umfang von einigen ppm haben das Potential erheblich auf das Materialverhalten einzuwirken [127] [Abb. 2]. Für die Beurteilung möglicher Auswirkungen auf die BDT-Temperaturen dieser Ausarbeitung, bedingt durch Variationen in der Zusammensetzung infolge einer Kontamination während des Walzprozesse, erfolgte eine chemische Analyse. Die Analyse umfasste die Dreifachbestimmung der Konzentrationen von 19 Elementen (C, N, O, Al, Si, P, S, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd und Pb). Die jeweiligen Gehalte sind in Tab. 10 ausgewiesen. Sowohl für die gesinterte Referenz 0AS als auch in den gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR liegt die Summenkonzentration der geprüften Elemente um 70 Gew.-ppm: 73,9 (0AS), 71,3 (1,7WR), 67,7 (2,5WR), 69,8 (2,9WR), 69,0 (3,3WR) und 72,4 (4,1CR); alle Angaben ebenfalls in Gew.-ppm. Die kumulierten Fremdelementkonzentrationen beinhalten entweder die einzelnen Fremdelementgehalte, welche detektiert werden konnten, oder aber die zugehörigen Nachweisgrenzen. Eine individuelle Betrachtung der Elemente fördert jedoch feststellbare Unterschiede zwischen 0AS und Gruppe der gewalzten Materialien zutage. Während in 0AS der Gehalt von Cr und Mn unterhalb der Nachweisgrenze liegt, und von Fe bei  $3,3 \pm 0,5$  Gew.-ppm, werden für die Materialien 1,7WR – 4,1CR erhöhte Konzentrationen festgestellt. Als typische Bestandteile von Walzenwerkstoffen wird ein Eintrag von Cr, Mn und Fe während des Heißwalzens als Ursache angenommen. Es sei jedoch darauf hingewiesen, dass 0AS und der Sinterling, welcher die Basis für die Garnitur 1,7WR – 4,1CR darstellt, nicht derselben Charge entstammen. Dies wird nach einer Analyse der Konzentrationen von V und Mo offenkundig. Für diese Elemente wird bei sortenreinen Produktionsbedingungen kein Eintrag während des Walzens erwartet. Zwischen 0AS und den gewalzten Materialien variiert der Gehalt von V gleichwohl um mehr als eine Größenordnung. Der Unterschied in der Kontamination mit Mo beträgt bei lediglich 70 Gew.-ppm als Summenkonzentration mehr als 10 Gew.-ppm. Diese Unterschiede beeinflussen jedoch

nicht den Gesamteindruck, dass die Materialien 1,7WR – 4,1CR hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung als quasi-identisch aufgefasst werden können. *Diese Feststellung beruht vor allem auf dem Sachverhalt, dass die als kritisch einzuschätzenden interstitiellen Elemente C, N und O nur in Ausnahmen oberhalb der Nachweisgrenzen liegen und keiner erkennbaren Entwicklung folgen: Auch aus der Entwicklung der Summenkonzentration wird zu der Interpretation gelangt, dass Warm- und Kaltwalzen zu keiner merklichen Kontamination führt.* Der konstante globale Gehalt an Fremdelementen erlaubt jedoch keine Aussage über den Umstand, ob der Einfluss der Fremdatome auf die BDT-Temperatur in allen Materialzuständen das gleiche Gewicht zuzumessen ist.

Das mechanische Verhalten ist neben der globalen Zusammensetzung auch von lokalen Konzentrationen bestimmt. Diesbezüglich ist in erster Linie die Dekoration von Versetzungen und Korngrenzen mit interstitiellen Fremdatomen anzuführen. Nach *Pan et al.* [145] [Abb. 3] ist in W die Triebkraft für die Segregation von Fremdelementen an die Korngrenzen größer als dies für des ebenfalls in der zitierten Studie untersuchte krz Refraktärmetallen Ta berichtet wird. *Korngrenzen in W agieren danach als starke Senken für Fremdatome. Konnten die Fremdatome einen nennenswerten Diffusionsweg zurücklegen, sollten die Korngrenzen in W eine stärkere Kontamination aufweisen, als dies durch Angaben zu den globalen Konzentrationen widerspiegelt wird. Die Gesamtfläche aller Korngrenzen und die kumulierte Länge der Versetzungslinie variiert für die Materialien dieser Arbeit fundamental; vgl. Tab. 11, Kap. 5.3. Für eine gegebene Fremdelementkonzentration ist somit auch der Grad der Dekoration der Korngrenzen und Versetzungen von der Dichte dieser Gitterdefekte abhängig. Dies könnte in UFG W sowohl der Kohäsion von Korngrenzen als auch der Versetzungsmobilität zum positiven gedeihen.* Eine niedrigere Belegungsdichte von kohäsionssenkenden Elementen auf Korngrenzen infolge einer hohen Korngrenzendichte, wird von *Wei et al.* [235] als mögliche Ursache für die überlegende Duktilität von W mit UFG Mikrostruktur bei RT ausgeführt.

In Abb. 31 sind Bruchflächen der Materialien 0AS und 1,7WR – 4,1CR zusammengestellt. Alle abgebildeten Bruchflächen repräsentieren Proben mit spröden Materialverhalten. Material 0AS weist bei Prüfung unterhalb der BDT-Temperatur ein interkristallines Bruchbild auf und entspricht damit dem in der Literatur für rekristallisierte oder schwach verformte Zustände beschriebenen primären Risspfad bei Sprödbbruch [31, 128, 322]. In klarer Abgrenzung hierzu dokumentieren die Bruchflächen von 1,7WR – 4,1CR eine vorherrschende transkristalline Rissausbreitung. Dies könnte als ein Beleg für den von *Wei et al.* [235] vorgeschlagenen Zusammenhang zwischen Korngrenzendichte und Belegungsdichte der Korngrenzen mit Fremdatomen gewertet werden. Bei den Überlegungen ist jedoch auch die durch das hochgradige Walzen erfolgte Modifikation der Kornmorphologie zu berücksichtigen. In Kap. 5.5.2 wird dieser Aspekt im Rahmen einer ausführlichen Diskussion gewürdigt. *Unabhängig von der Rolle der Fremdatome auf die Kohäsion der Korngrenze kann jedoch gefolgert werden, dass beim Sprödbbruch der Materialien 1,7WR – 4,1CR diesem Effekt kein Gewicht beizumessen ist: Der Sprödbbruch vollzieht sich in diesen Materialien bei Prüfung des L-T Rissystems stets transkristallin. Somit ist die in dieser Arbeit beobachtete verformungsinduzierte Reduktion der Übergangstemperatur nicht mit einer Zunahme der Kohäsion der Korngrenzen infolge einer niedrigen Belegungsdichte mit Fremdatomen zu erklären; präzise: die Reduktion der BDT-Temperatur zwischen Zustand 1,7WR und 4,1CR.* Der zweite Punkt, der bei einer Bewertung des Einflusses der chemischen Zusammensetzung auf die BDT-Temperatur zu berücksichtigen ist, sind die Wechselwirkungen der Fremdatome mit Versetzungen. Dieser Aspekt kann an dieser Stelle jedoch nicht substantiiert beurteilt werden.



**Abb. 31:** Bruchflächen nach sprödem Materialversagen. Es sind die Ergebnisse für 0AS und 1,7WR – 4,1CR zusammengestellt. In der linken Spalte ist stets die gesamte Probendicke abgebildet. Die roten Markierungen zeigen die Größe und Positionen der Detailaufnahmen an. Die vergrößerten Ausschnitte für 1,7WR – 4,1CR stellen die Bruchflächen bei einheitlicher Vergrößerung dar. Alle Proben waren mit dem L-T Rissystem versehen.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

**Tab. 10:** Chemische Zusammensetzung. Die Fremdelementgehalte sind in Gew.-ppm angegeben, wobei im Fall von Konzentrationen unterhalb der Nachweisgrenze diese ausgewiesen sind. Abweichungen in den Bestimmungsgrenzen zwischen 0AS und 1,7WR – 4,1CR können durch die zeitliche Differenz zwischen den Messreihen erklärt werden. Die ausgewiesenen Fehler referenzieren auf die Standardabweichung der dreifachbestimmten Konzentrationen. Die Summenkonzentration inkludieren entweder die gemessene Konzentration oder die Nachweisgrenze des betreffenden Elements. Angaben zu typischen Konzentrationen<sup>23</sup> sind der Messergebnissen beige gestellt.

Element	Typisch	0AS	1,7WR	2,5WR	2,9WR	3,3WR	4,1CR
C	6	< 5	10 ±1	< 5	< 5	< 5	7 ±3
N	1	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2
O	2	7 ±1	< 5	< 5	< 5	< 5	7 ±0,8
Al	1	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2
Si	1	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
P	-	< 2	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3
S	-	< 3	< 2	< 2	< 2	< 2	< 2
K	1	< 0,5	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Ca	-	< 2	1,1 ±0,1	1,3 ±0,2	2,0 ±0,3	1,2 ±0,1	1,5±0,1
V	-	0,89 ±0,01	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Cr	3	< 0,5	0,9 ±0,09	1,1 ±0,05	1,0 ±0,19	1,0 ±0,05	1,0 ±0,04
Mn	-	< 0,1	0,2 ±0,01	0,3 ±0,11	0,3 ±0,02	0,2 ±0,01	0,3 ±0,01
Fe	8	3,3 ±0,5	11 ±0,5	11 ±0,6	12 ±0,4	12 ±0,3	12 ±0,4
Ni	2	0,32 ±0,01	0,8 ±0,09	0,8 ±0,05	0,8 ±0,03	0,8 ±0,05	0,8 ±0,03
Cu	1	0,68 ±0,02	< 0,05	< 0,05	0,11	< 0,05	0,07 ±0,04
Zn	-	< 0,4	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Mo	12	34,2 ±1,1	21,6 ±0,3	22,5 ±0,3	23,0 ±1,0	23,1 ±0,8	22,1 ±0,2
Cd	1	< 0,05	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03
Pb	1	< 0,004	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03
Σ	-	73,9	71,3	67,7	69,8	69,0	72,4

<sup>23</sup> A. Hoffmann (Plansee SE, Reutte, Österreich): Persönliche Kommunikation bzw. Angaben auf Herstellerwebsite: <https://www.plansee.com/de/werkstoffe/wolfram.html>; abgerufen am 01.04.2021

## 5.2 Auswertung der Walztextur und Abgleich der ermittelten Mikrostrukturen mit Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie

Die BDT-Temperatur in SX W unterliegt dem Einfluss der kristallographischen Orientierung parallel zu der Hauptachse im Zugversuch [41] bzw. des gewählten Rissystems bei der Anwendung von Proben der Bruchmechanik [45]. In polykristallinen (PC) Materialien mit ausgeprägter Textur ist damit möglicherweise ein Beitrag der Ausbildung von Vorzugsorientierungen zu einer in der Modifikation der Mikrostruktur beruhenden verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur zu berücksichtigen. Exklusive 0AS besitzen alle Materialien dieser Arbeit eine starke Walztextur, welche von einer unvollständigen  $\alpha$ -Faser geprägt ist und in der ebenfalls eine Belegung der Komponenten der  $\gamma$ -Faser festzustellen ist. Stets wird die klar höchste Orientierungsdichte in 1,7WR – 4,1CR für oder in der Nähe der gedrehten Würfellage festgestellt. Ein Vergleich mit dem Intensitätsverlauf der XRD-Linienprofile weist darauf hin, dass die formal als Mikrostrukturen zu wertenden Ergebnisse dieser EBSD-basierten Untersuchung auch die Entwicklung der Makrotextur widerspiegeln sollten.

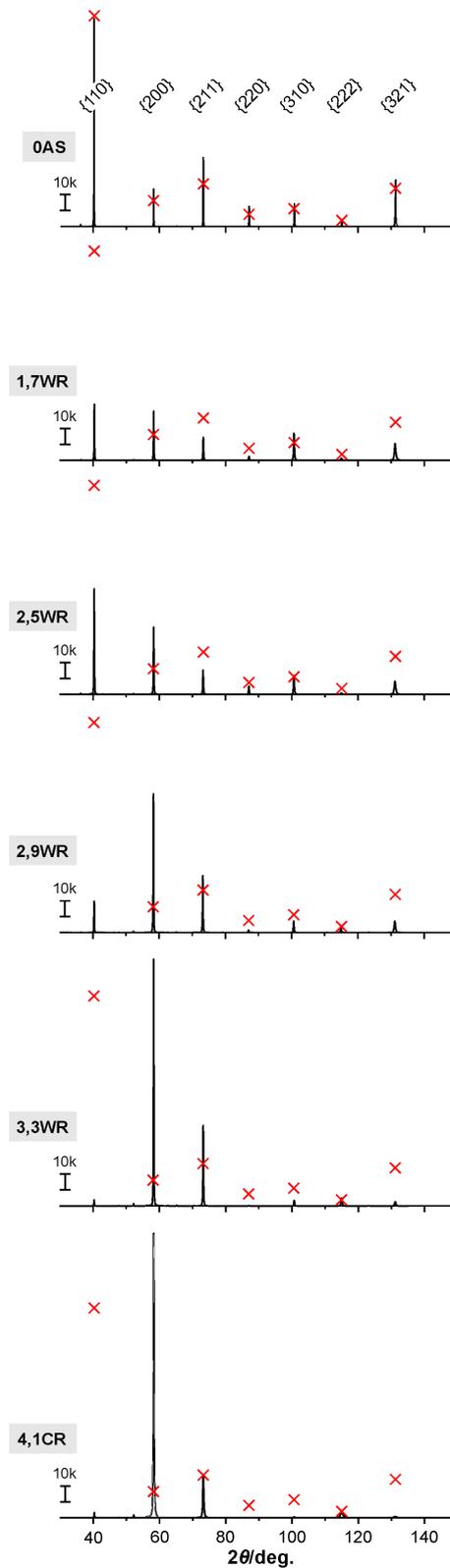
Die Verformungstextur von gewalzten W-Blechen ist durch  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser geprägt [342]. Ein erster Eindruck über die Modifizierung der Textur kann bereits aus den Linienprofilen der Röntgenbeugungsexperimente erlangt werden. Durch die Verwendung eines Diffraktometers mit Bragg-Brentano-Geometrie und die Bestrahlung der Oberfläche planparallel zur Walzebene sind die Beugungsvektoren stets parallel zur S-Richtung ausgerichtet. Die in Abb. 32 zusammengestellten Linienprofile bilden die Volumenhäufigkeit von Körnern mit entsprechender kristallographischer Orientierung ab, wobei die relativen Intensitäten der Reflexe zu berücksichtigen sind. An erster Position ist das Linienprofil von 0AS gezeigt. Unterhalb sind die Ergebnisse für 1,7WR – 4,1CR in einer ansteigenden Reihenfolge angeordneten. In allen Diagrammen sind neben der Entwicklung der Zählimpulse über den Beugungswinkel  $2\theta$  auch die Erwartungswerte der Intensitätsmaxima für ein PC Material mit regelloser Ausrichtung der einzelnen Körner angegeben. Der erforderliche Abgleich von relativer Intensitätsverteilung<sup>24</sup> und absoluten Intensitäten erfolgte anhand der Reflexintensität für  $\{110\}$  im Linienprofil von 0AS. In Abb. 32 sind die aus der relativen Intensitätsverteilung abgeleiteten Erwartungswerte als rote Kreuze eingezeichnet. Die Belegungen im Linienprofil von 0AS entsprechen im Wesentlichen den berechneten Erwartungswerten. Eine deutliche Diskrepanz wird jedoch für  $\{211\}$  identifiziert. Bei 41k gemessenen Zählimpulsen übersteigt der Messwert das erwartete Ergebnis um mehr als 10k Impulse; etwa dem 1,5-fachen des Erwartungswertes. Die Ursache hierfür, die in diesem Umfang nur für  $\{211\}$  beobachtet wird, kann auf Basis des XRD-Linienprofils nicht aufgeklärt werden. Auch nach der Wahl einer alternativen Referenz [1] [Abb. 1.7] verblieben die Unstimmigkeit hinsichtlich der Intensität dieses Beugungsreflexes.

Die Entwicklungen der Linienprofile weist auf eine fundamentale Verschiebung in den Volumenhäufigkeiten der einzelnen Kristallorientierungen während der hochgradigen Walzumformung hin. Der im gesinterten Zustand mit 130k Zählimpulsen maximal belegte  $\{110\}$ -Reflex ist nach log. 1,7 Warmumformung bereits signifikant in der Intensität reduziert; 0AS  $\rightarrow$  1,7WR. Für Material 1,7WR werden 35k Impulse gemessen. Damit besitzt in 1,7WR der Reflex  $\{110\}$  noch eine minimal höhere

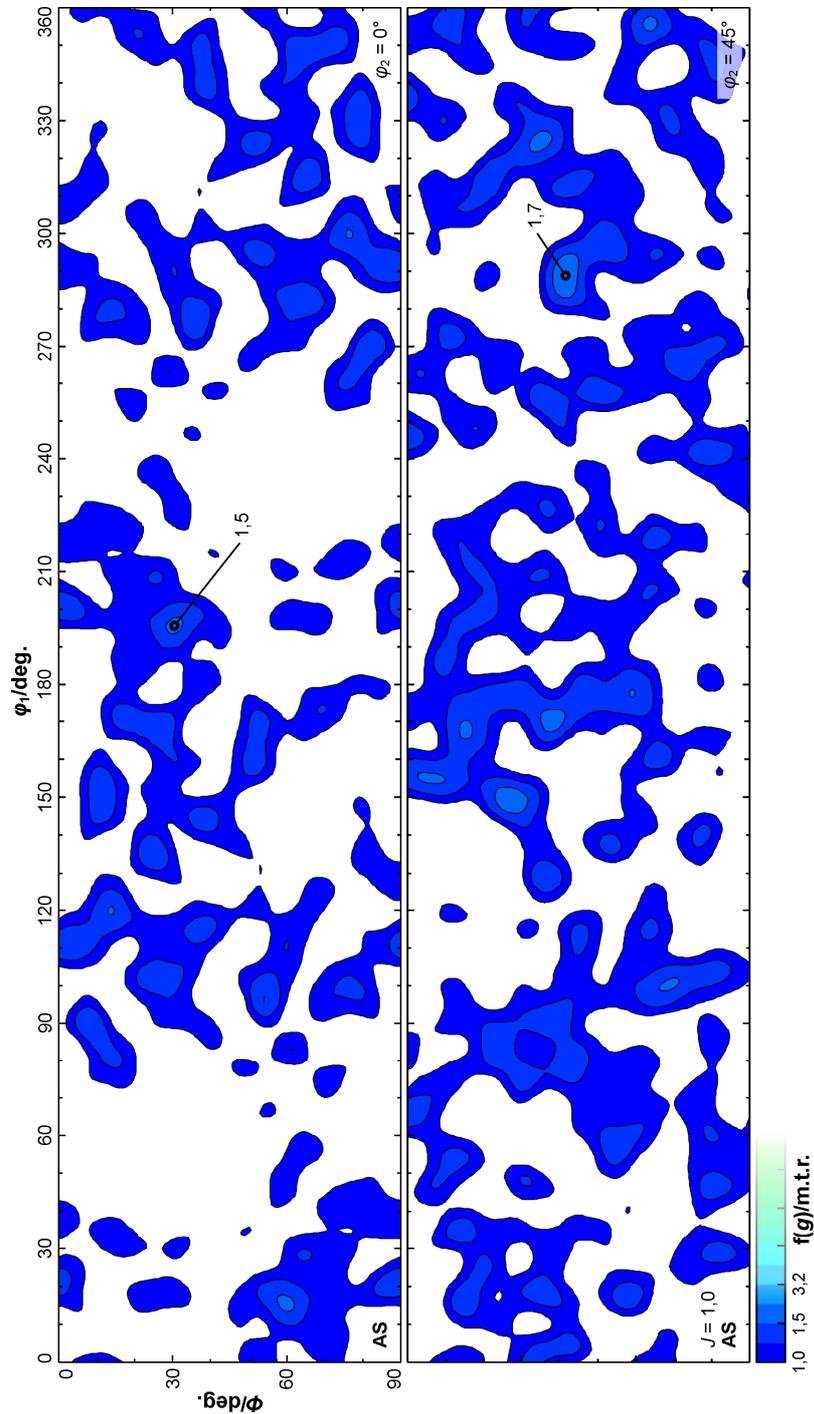
<sup>24</sup> Die Erwartungswerte wurden nach *Cullity et al.* [299] [Gl. 21] berechnet und anschließend normiert, wobei die für 0AS am Reflex  $\{110\}$  gemessenen Zählimpulse die Referenz bildete. Der Strukturfaktor beträgt im krz Kristallgitter zweimal den Atomformfaktor (atomic scattering factor). Daten zum Atomformfaktor sind aus *Paakkari et al.* [343] [Tab. 1] bzw. *Cullity* [299] [Anhang 10] entnommen. Ebenfalls *Cullity* [299] entstammen die Flächenhäufigkeitsfaktoren (multiplicity factors) und die Daten zum Winkelfaktor (Lorentz-polarization factor); siehe [299] [Anhang 11] und [299] [Anhang 12]. Die Temperaturfaktoren wurden nach Ref. [299] [Gl. 18] mit Daten aus Ref. [299] [Anhang 13] berechnet. Die Debye-Temperatur für W um 300 K ist *Jani* [200] [Abb. 2] entnommen. Atommasse von W aus *Cardarelli* [83] [Tab. A5]. Zusätzlich wurde die Abnahme der Brennfleckgröße mit zunehmendem Einstrahlwinkel geometrisch korrigiert; siehe Anhang B. Ergebnisse für CuK $\alpha$ 1-Strahlung mit einer Wellenlänge von 0,1540562 nm [299] [Anhang 7].

Intensität als  $\{211\}$ ; 35k zu 31k Zählimpulse; vgl. Tab. 8, Kap. 4.3.2. Entgegen des für  $\{110\}$  beobachteten Generaltrends führt der Produktionsschritt 1,7WR  $\rightarrow$  2,5WR nochmals zu einem ausgeprägten Anstieg der Intensität, der in erster Näherung einer Verdoppelung der Zählimpulse gleichkommt. In den nachfolgenden Warmwalzschritten fällt die Reflexhöhe auf 20k (2,9WR) und 3,8k (3,3WR) Zählimpulse ab, bevor ein Endwert von 3,0k Impulsen erreicht wird; 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR. *Damit ist während des Walzens etwa 98 % des Kristallvolumens mit einer  $\{110\}$ -Richtung parallel zu Beugungsvektor ausgelöscht worden.* Qualitativ kann dieser Befund auf die Mehrzahl der Beugungsreflexe übertragen werden. Mit Ausnahme von  $\{200\}$  und  $\{211\}$  sind in Material 4,1CR die Reflexe weitestgehend in den Hintergrund zurückgedrängt. Während der letztgenannte Bragg-Reflex eine uneinheitliche Entwicklung durchläuft (starke Reduktion der Intensität von 0AS zu 1,7WR; in 2,5WR nahezu unverändert zu 1,7WR; starker Anstieg in den Produktionsschritten 2,5WR  $\rightarrow$  2,9WR und 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR; 4,1CR Abfall auf etwa 50 % des Niveaus von 3,3WR) wird für  $\{200\}$  eine kontinuierliche Zunahme der Intensität verzeichnet. Ausgehend von 23k Zählimpulsen in 0AS steigt die Intensität von  $\{200\}$  über die Zwischenschritte 31k (1,7WR), 43k (2,5WR), 87k (2,9WR) und 155k (3,3WR) auf einen finalen Wert von 180k (4,1CR) Zählimpulsen an. Damit entspricht die Reflexintensität von  $\{200\}$  für 4,1CR dem 7,8-fachen des Ergebnisses für die gesinterte Referenz. Mit dem Ziel einer besseren Einordnung der Dominanz des Volumenanteils der Kristalle mit Orientierungen von Typ  $\{001\}\langle uvw \rangle$  in Material 4,1CR sind nachfolgend die Zählimpulse der drei Reflexe mit den höchsten Intensitäten im Linienprofil von 4,1CR genannt:  $\{200\}$ : 180k,  $\{211\}$ : 28k und  $\{222\}$ : 3,9k. *Nach dieser Exkursion kann bereits festgehalten werden, dass (i) in 0AS die Verteilung der Körner hinsichtlich ihrer kristallographischen Orientierungen weitestgehend regellos ist und (ii) spätestens ab Zustand 3,3WR die Textur sehr scharf ausgeprägt seien muss.* Bei Kenntnis über die typische Walztextur in krz Metallen im Allgemeinen [342] und für W im Speziellen [237], wird aus den Linienprofilen von 1,7WR – 4,1CR auf eine hohe Orientierungsdichte die gedrehte Würfellage  $\{001\}\langle 110 \rangle$  geschlossen; bei gleichzeitiger Existenz einer  $\gamma$ -Faser, also von Kristallorientierungen vom Typ  $\{111\}\langle uvw \rangle$ . Da Linienprofile nur die Häufigkeiten von Richtungen wiedergeben, sind Aussagen zu möglichen Orientierungsdichten mit einem vorfinalen Charakter versehen.

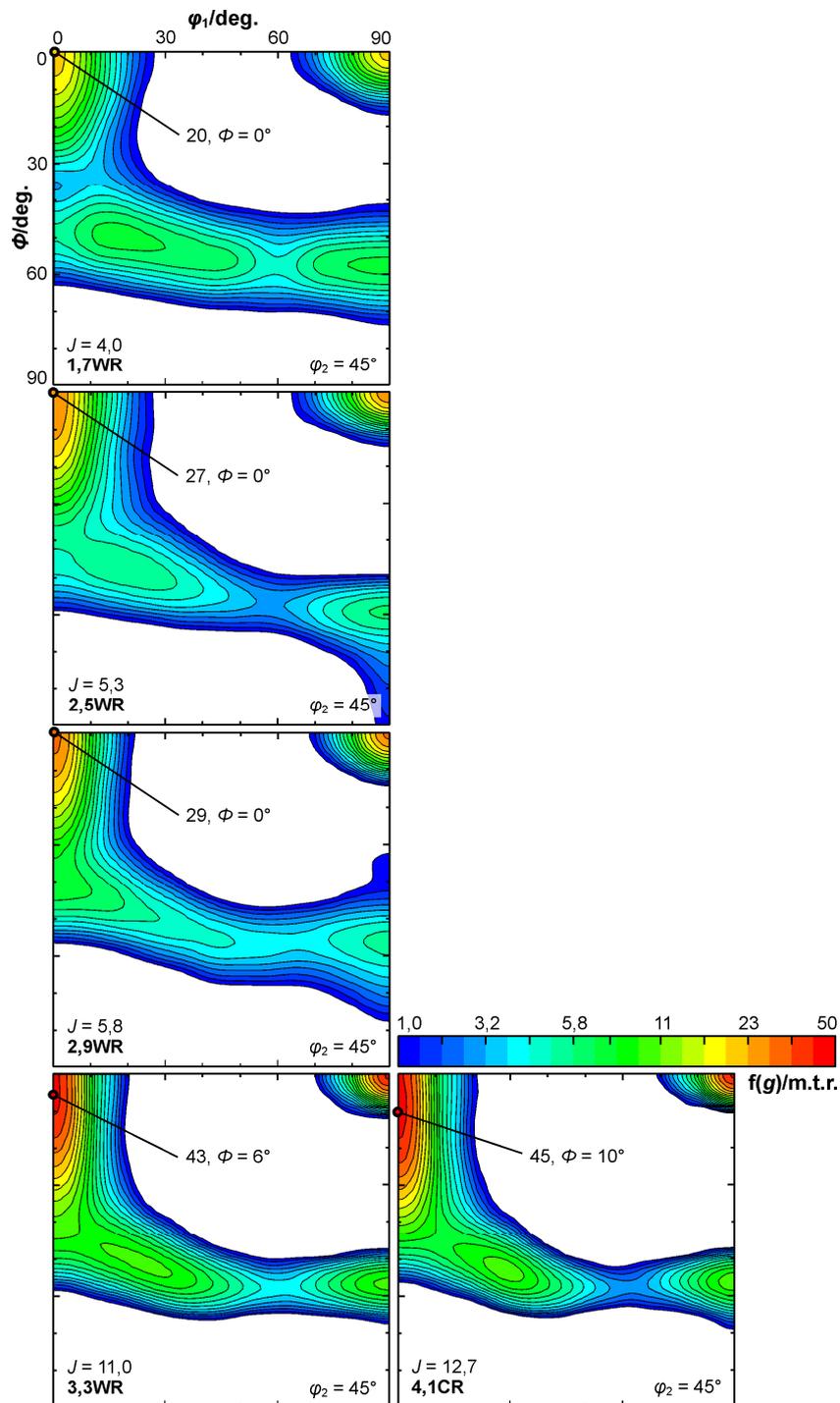
Mittels EBSD wird die Orientierung eines beprobten Kristallvolumens direkt gemessen [266]. Aus der Summe aller Orientierungen im Datensatz wird in einem nachfolgenden Arbeitsschritt schließlich die Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) errechnet. In Abb. 33 sind Schnitte der ODF für Material 0AS gezeigt. Den Position in den Schnitten sind bestimmte Kristallorientierung  $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$  im Probenkoordinatensystem zuzuordnen; Nomenklatur nach *Bunge* [273]; für weiterführende Erläuterungen siehe Abb. 17, Kap. 4.3.1. Die Orientierungsdichte wird über den in Abb. 33 angegebenen Farbcode abgelesen, wobei dieser bereits auf die Intensitäten der gewalzten Materialien abgestimmt ist. In den Schnitten sind nur Orientierungsdichten oberhalb von 1 m.t.r. hervorgehoben. Von den in Kap. 4.3.1 erläuterten Beschneidungen des Euler-Raumes ist für 0AS nur die Reduktion auf die Grenzen  $\varphi_1 \{0 - 360^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\varphi_2 \{0 - 90^\circ\}$  anzuwenden, da nicht davon ausgegangen werden kann, dass die Textur von 0AS eine Probensymmetrie aufweist. Lediglich die Redundanz von Orientierungen infolge von kubischer Kristallsymmetrie liegt gesichert vor; siehe *Engler et al.* [266] [Tab. 2.3]. In Abb. 33 sind zwei Schnitte des Euler-Raums abgebildet; bei  $\varphi_2 = 0^\circ$  sowie  $45^\circ$ . Aus der Verteilung der Orientierungsdichte im Schnitt  $\varphi_1 \{0 - 360^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\varphi_2 = 0^\circ$  werden keine Vorzugsorientierungen oder Muster ausgemacht. Die maximale Orientierungsdichte wird zu 1,5 m.t.r. bestimmt. Im Wesentlichen hat dies auch für den Schnitt  $\varphi_2 = 45^\circ$  Bestand. Eine stichprobenartige Untersuchung der Orientierungen mit leicht erhöhter Häufigkeiten gibt keine Hinweise auf einen Zusammenhang zwischen diesen und der oben beschriebenen Abweichung zwischen Mess- und Erwartungswert für



**Abb. 32:** Entwicklung der XRD-Linienprofile mit Beugungsvektoren parallel zur S-Richtung. Es sind die Zählimpulse über den Beugungswinkel  $2\theta$  aufgetragen. Die eingezeichneten Maßbalken repräsentieren 10k Impulse. Die untere Begrenzung des Maßbalkens befindet sich auf der Höhe von 10k Zählimpulsen. Mit roten Kreuzen sind weithin die nach *Cullity et al.* [299] berechneten Erwartungswerte für  $W$  mit regellos verteilten Kornorientierungen eingetragen. Ergebnisse für  $\text{CuK}\alpha 1$ -Strahlung.



**Abb. 33:** Schnitte der Orientierungsverteilungsfunktion für den gesinterten Zustand 0AS. Es sind die Schnitte  $\varphi_1 \{0 - 360^\circ\}$ ,  $\varphi \{0 - 90^\circ\}$  des Euler-Raumes für die Positionen  $\varphi_2 = 0^\circ$  und  $\varphi_2 = 45^\circ$  abgebildet. Schwarze Linien repräsentieren Linien gleicher ODF Intensität (Iso-Linien). Weiterhin ist der Texturindex  $J$  angegeben. Die Einfärbung der Orientierungsdichte  $f(g)$  ist auf die Ergebnisse der gewalzten Materialien abgestimmt. Darstellung der ODF-Intensität als Vielfaches der Intensität bei einer regellosen Verteilung der Kristallorientierungen (m.t.r., multiples times random).



**Abb. 34:** Präsentation der Walztextur anhand von Schnitten der Orientierungsverteilungsfunktion. Es sind die ODFs  $f(g)$  für die Schnitte  $\phi_2 = 45^\circ$  des reduzierten Euler-Raumes  $\phi_1 \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\phi \{0 - 90^\circ\}$  gezeigt. Schwarze Linien repräsentieren Positionen gleicher Orientierungsdichte (Iso-Linien). Es sind der Texturindex  $J$  und die Orientierung mit der höchsten Orientierungsdichte ausgewiesen. Für die Positionen der wichtigsten Kristallorientierungen siehe Abb. 17, Kap. 4.3.1, bzw. Bunge [273] [Abb. 2.20] bezüglich einer weiterführenden Übersicht. Relative Änderungen der ODF-Intensität (Zunahmen) des Maximums pro Umformgrad: 0AS  $\rightarrow$  1,7WR: 11,8 m.t.r.; 1,7WR  $\rightarrow$  2,5WR: 8,8 m.t.r.; 2,5WR  $\rightarrow$  2,9WR: 2,5 m.t.r.; 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR: 35 m.t.r.; 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR: 2,5 m.t.r.

{211} im XRD-Linienprofil des gesinterten Zustands. Damit ist diese Unregelmäßigkeit aller Wahrscheinlichkeit nach in der Kornstatistik begründet. Die Körner in 0AS sind um mehr als eine Größenordnung größer als in den übrigen Materialien; siehe Tab. 11, Kap. 5.3. Bei gleicher Brennfleckgeometrie beruht das Linienprofil von 0AS auf der geringsten Kornstatistik. Eine finale Aufklärung dieses Sachverhalts ist auf Basis der aktuell zur Verfügung stehenden Daten jedoch nicht möglich. *Unabhängig hiervon soll herausgestellt werden, dass 0AS in Relation zu den nachfolgend besprochenen ODFs der gewalzten Zustände die Anforderungen an eine texturfreie Referenz erfüllt. Dieses Urteil wird durch den Texturindex<sup>25</sup> (TI) von 0AS bestärkt. Mit 1,0 nimmt der TI einen Wert an, der für ein texturfrees Material erwartet wird; vgl. Bunge [273] [Gl. 4.210].*

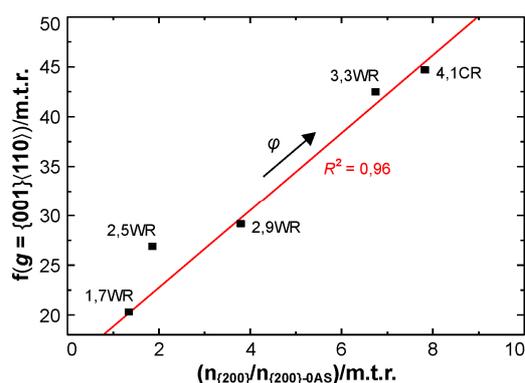
Aus Tab. 5, Kap. 4.3.1 kann abgelesen werden, dass die Polfiguren von 1,7WR – 4,1CR auch ohne das Erzwingen von Probensymmetrie bei der Berechnung der ODF annähernd eine ideale orthotrope Symmetrie aufweisen. Somit kann die Berechnung der ODFs unter Vorgabe von orthotroper Symmetrie begründet werden. Eine Konsequenz der orthotropen Probensymmetrie ist die Reduktion des hinreichenden Euler-Raumes zur Darstellung aller Orientierungen bzw. der Äquivalente auf den Bereich  $\varphi_1 \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\Phi \{0 - 90^\circ\}$ ,  $\varphi_2 \{0 - 90^\circ\}$ . Die für eine Beurteilung der Walztextur von krz Metallen benötigten Komponenten sind typischerweise in dem Schnitt des Euler-Raumes bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  enthalten. In Abb. 34 ist dieser Schnitt für die ODFs von 1,7WR – 4,1CR dargestellt. Zusätzlich sind die TIs angegeben. Obwohl der TI für 1,7WR mit 4,0 noch verhältnismäßig moderat ist, kann die für gewalzte krz Metalle typische Fasertextur aus  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser klar identifiziert werden; siehe Raabe *et al.* [342, 345–348] für eine Übersicht zu den Verformungs- und Rekristallisationstexturen von krz Metallen. Die  $\alpha$ -Faser weist im Vergleich zur  $\gamma$ -Faser eine etwas höhere Orientierungsdichten auf. Dies gilt im Besonderen für die gedrehte Würfellage {001}{110}, die in 1,7WR die Komponente mit maximaler Orientierungsdichte darstellt. Die  $\alpha$ -Faser ist nach log. 1,7 Warmumformung bereits unvollständig und endet bei etwa  $\Phi = 60^\circ$ , d. h. etwa am Schnittpunkt von  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser. Dies ist insofern abweichend zu den von Raabe [342] [Abb. VII-31ff] charakterisierten W-Blechen mit 60 bzw. 70 % Dickenreduktion (somit Umformgrad 0,9 bzw. 1,2), als dass beide eine vollständige, bis zu {110}{110} reichende,  $\alpha$ -Faser besitzen. Ob dieser Widerspruch durch die niedrigere Walztemperatur von etwa 800 K oder den geringeren Umformgrad in der Studie von Raabe [342] hervorgerufen wird, kann an dieser Stelle nicht substantiiert entschieden werden.

Eine hohe Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage ist ein charakteristisches Attribut der Texturen von gewalzten W-Blechen [237]. Für die Zustände 2,5WR und 2,9WR wird mit zunehmendem Umformgrad eine leichte Steigerung der Intensität dieser Orientierung ausgemacht; von 20 m.t.r. (1,7WR) auf 29 m.t.r. für 2,9WR. Im Gegensatz hierzu ist der Walzschnitt 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR mit einem Sprung der Orientierungsdichte auf 43 m.t.r. verbunden. Bei einer relativen Betrachtung der Änderung ist dieser Sprung umso deutlicher ausgeprägt; 35 m.t.r. pro Umformgrad. Weiterhin wird für 3,3WR erstmals beobachtet, dass die Komponente maximaler Orientierungsdichte nicht exakt mit der gedrehten Würfellage zusammenfällt. Stattdessen ist die Ebene {001} um etwa  $6^\circ$  aus der Walzebene herausrotiert; unter Beibehaltung der kristallographischen Richtung  $\langle 110 \rangle$  parallel zur Walzrichtung; vgl. Darstellung der Rotationen bzw. der Lagen der kubischen Einheitszelle in Abb. 17, Kap. 4.3.1. Diese Abweichung wird durch den finalen Kaltwalzschnitt 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR nochmals verstärkt. Raabe *et al.* [346] [Abb. 5] berichten für hochgradig kaltgewaltes  $\alpha$ -Fe eine Verschiebung der Komponente höchster Orientierungsdichte von der gedrehten Würfellage hinzu {112}{110}. Die

<sup>25</sup> Texturindex (TI) nach Bunge [273] [Gl. 4.210ff]: Es kann gezeigt werden, dass eine regellose Verteilung der Kristallorientierungen in einem TI  $J$  von 1,0 resultiert. Dies entspricht auch eigenen Untersuchungen (unveröffentlicht) an anderen W-Sinterwerkstoffen im Rahmen der in Dürrschnabel *et al.* [344] auszugweise dargestellten Studie. Im Falle eines Einkristalls (und ohne Messfehler) gilt:  $J \rightarrow \infty$ , Liegt ein statistischer Fehler bei der Orientierungsbestimmung im Bereich von  $0,1^\circ$ , wird der TI im Bereich um 80 gefunden (eigene Daten zu SX Ge).

in dieser Arbeit ab 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR beginnende Rotation um die Walzrichtung könnte den Beginn einer gleichartigen Entwicklung in W kennzeichnen. Für 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR ist keine nennenswerte Zunahme der Orientierungsdichte des Maximums festzustellen. Tatsächlich wird für die gedrehte Würfellage ein leichter Rückgang der ODF-Intensität beobachtet. Insgesamt führt auch der Kaltwalzschrift zu einem Anstieg der Schärfe der Textur, wie der Anstieg des TI von 11,0 auf 12,7 belegt. Diese Gegensätzlichkeit ist wahrscheinlich mit dem fortgesetzten Zerfalls der  $\gamma$ -Faser zu erklären, die in einem zunehmenden Maße auf die  $\{112\}\{110\}$  Komponente reduziert wird.

In Abb. 18, Kap. 4.3.1 konnte anhand der Symmetrie von Polfiguren bzw. in Abb. 19 durch die Extrapolation des wahren TI und dem Vergleich mit dem ermittelten TI, die hohe Aussagekraft der berechneten ODFs belegt werden. Nach Engler *et al.* [266] ist eine mittels EBSD gemessene ODF als Mikrotextur klassifiziert. Mikrotexturen beschreibt nicht zwingend repräsentativ die Orientierungsverteilung des gesamten Probenmaterials, geben stattdessen die lokale Ausprägung von Vorzugsorientierungen in einem Fragment der Probe wieder. Mit Abb. 35 wird ein Versuch unternommen, Indizien für eine mögliche Diskrepanz zwischen Mikro- und Makrotextur zu gewinnen. Die Entwicklung der Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage (EBSD) ist gegen dem Vielfachen der XRD-Zählimpulse für  $\{200\}$  aufgetragen. Das Vielfache entspricht dem Multiplum der Zählimpulse des Reflexes  $\{200\}$  für 0AS. Aufgrund des wesentlich größeren mit dem Röntgenstrahl wechselwirkenden Materialvolumens werden mittels XRD ermittelte ODFs als Makrotextur eingeordnet [266]. *Zwischen dem Kennwert der Mikrotextur und den Ergebnissen der Röntgenbeugung wird eine starke Korrelation gefunden. Die lineare Trendlinie beschreibt für vier aus fünf Datenpunkten den Zusammenhang akkurat. Dies wird durch ein Bestimmtheitsmaß von 0,96 bestätigt. Lediglich der Datenpunkt für Material 2,5WR liegt etwas abseits der Trendlinie. Die Zunahme der Orientierungsdichte und der XRD-Zählimpulse mit ansteigendem Umformgrad vollzieht sich somit auf eine identische Weise. Wird dieses Ergebnis auf die weiteren Texturkomponenten übertragen, kann die Aussage getätigt werden, dass die in dieser Arbeit aus EBSD-Daten berechneten ODFs auch für die Bewertung der Entwicklung der Makrotextur geeignet sind.* Die in Abb. 34 präsentierten Schnitte können somit auch für eine Einschätzung der Textur in weiten Teilen des Materialvolumens herangezogen werden. Dies ist Voraussetzung für eine Analyse des Beitrags der Textur zu der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in W, die in Kap. 5.5.1 erfolgt.



**Abb. 35:** Vergleich von Intensitäten aus EBSD- und XRD-Experimenten. Es ist die Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage  $f(g)$  über dem Vielfachen der XRD-Zählimpulse (in Bezug auf die Intensität für 0AS) am Reflex  $\{200\}$  aufgetragen.

### 5.3 Beschreibung der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur in Hinblick auf mit Korngrenzen oder Versetzungen verknüpften Eigenschaften

Die Übergangstemperatur von W ist elementar von der Produktionshistorie determiniert. Dies wird mit der Modifikation der Mikrostruktur erklärt. Im Zentrum des Interesses stehen hierbei die Wechselwirkungen der Versetzungen mit Korngrenze und die Korngrenze als Barriere für das Versetzungsgleiten. Zwischen BDT-Temperatur und mittlerer Korngröße wird häufig eine Art von Hall-Petch (HP) Beziehung berichtet [25]. Die nachfolgend erörterten Eigenschaften in Bezug auf Korngrenzen und Versetzungen bilden das Fundament der späteren Diskussion des Beitrags der UFG Mikrostruktur zur Raumtemperaturduktilität von W.

#### 5.3.1 Korngröße, Korngrenzendichte und -charakter

Die mikrostrukturelle Kenngrößen sind in dieser Ausarbeitung vorrangig aus EBSD-Datensätzen abgeleitet. Für 1,7WR – 4,1CR wurden sowohl die Entwicklung entlang der LS- als auch die TS-Ebenen charakterisiert. Die Analyse von 0AS beruht auf den Ergebnissen einer Schliffebene. Für 0AS wird mit Abstand die größte mittlere Korngröße und damit einhergehend die geringste Korngrenzendichte gefunden. Nach dem hochgradigen Walzen besitzen 1,7WR – 4,1CR UFG Mikrostrukturen<sup>26</sup>. Die Kornmorphologie ist stark anisotrop, wobei parallel zur S-Richtung die Abstände zwischen Korngrenzen am geringsten sind. Entlang der Walzrichtung sind die Körner stark gestreckt. In einem geringeren Ausmaß gilt dies auch für die T-Richtung. Die Analyse der Korngrenzen fördert zutage, dass mit zunehmendem Umformgrad der Anteil von Großwinkelgrenzen (HABs) auf Kosten der Kleinwinkelgrenzen (LABs) wächst. Die Häufigkeit der CSL-Grenzen  $\Sigma 3$  –  $\Sigma 25$  ist in hochgradig gewalztem UFG W zu vernachlässigen.

In Abb. 36 ist ein erster Ausblick auf die mikrostrukturellen Modifikationen gegeben, die aus dem hochgradigen Warm- und Kaltwalzen resultieren. Es sind Ausschnitte aus den EBSD-Datensätzen zu 0AS und 1,7WR – 4,1CR gezeigt. Die Mikrostrukturen der gewalzten Materialien sind für die Schliffebene LS abgebildet. Der Grad der plastischen Verformung steigt mit abnehmender Position entlang der vertikalen Achse der Zusammenstellung. Die obere Zeile beinhaltet die Mikrostruktur des gesinterten Zustands. Die Karten entlang der horizontalen Achse repräsentieren jeweils einen Zustand. Ganz links sind die Mikrostrukturen in einer Vergrößerung abgebildet, welche ermöglicht einen repräsentativen Eindruck zu erlangen. Die mittlere und rechte Spalte zeigen Detailansichten. Die Vergrößerung der Abbildungen nimmt von links nach rechts zu. Die mit höherer Vergrößerung abgebildeten Bereiche sind in den Übersichtskarten (links) markiert. In der linken und mittleren Spalte sind die Mikrostrukturen durch die für jeden Messpunkt ermittelte kristallographische Richtung parallel zur Walzrichtung wiedergegeben. Die Zuordnung der Richtung erfolgt über den Farbcode der inversen Polfigur (IPF). Die Karten rechte Spalte bilden die KAM (Kernel Average Misorientation) jedes Messpunkts ab. Mit der mittleren Vergrößerung beginnend, sind Korngrenzen als schwarze (HABs) bzw. weiße Linien (LABs) eingezeichnet.

Nach dem Sintern ist die Verteilung der Kornorientierungen regellos. Die Körner weisen eine isotrope Morphologie auf und sind frei von Farbgradienten. Die Aufnahme der Mikrostruktur von 0AS vermittelt einen sehr homogenen Gesamteindruck. Der mittlere Abstand der HABs beträgt 18,9  $\mu\text{m}$  und

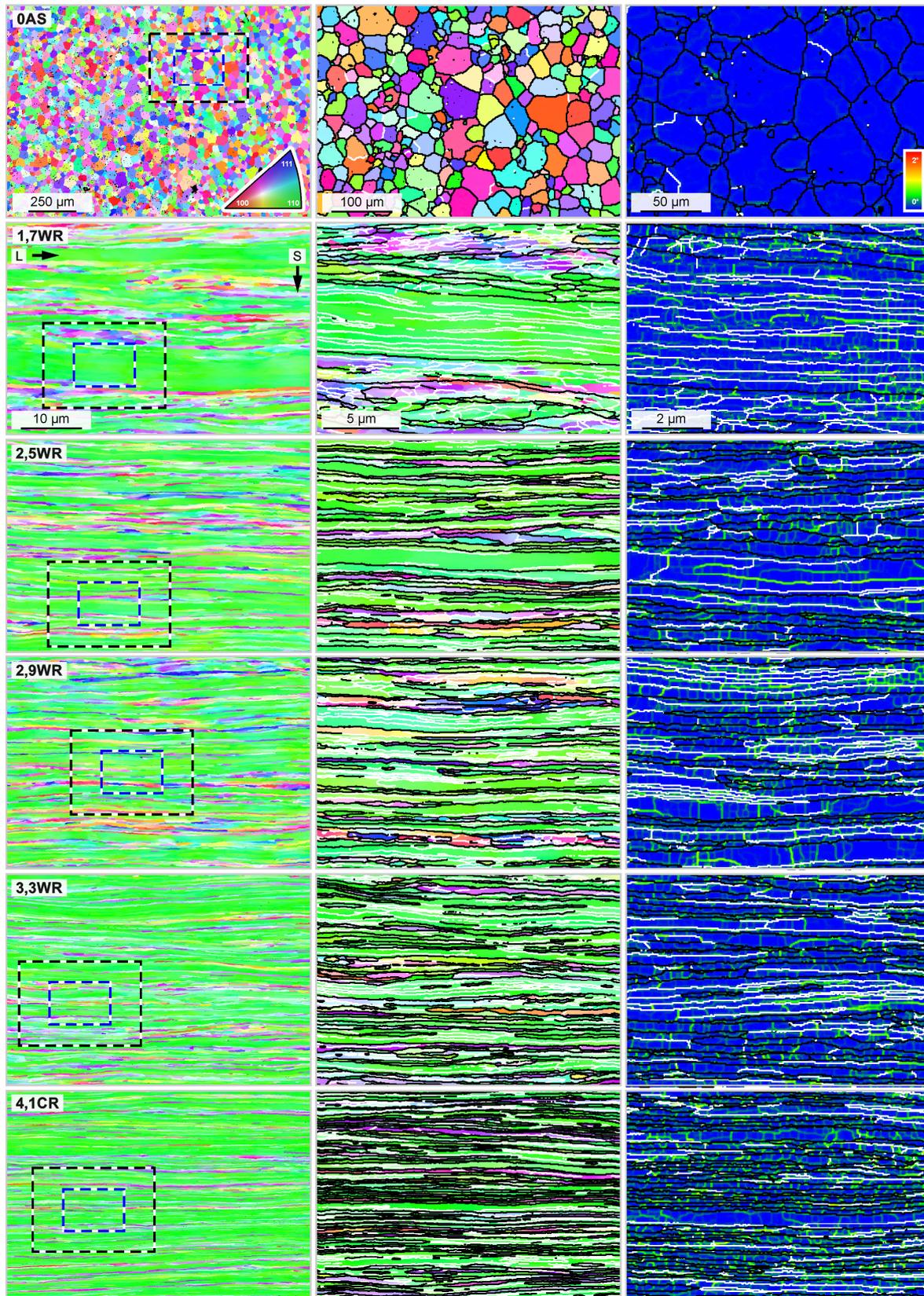
<sup>26</sup> Für die Einteilung von Materialien in die Klasse UFG existiert kein einheitliches Schema. In der Regel werden Materialien mit mittleren Korngrößen unterhalb von 1  $\mu\text{m}$  [349] bzw. 0,5  $\mu\text{m}$  [245] als UFG beschrieben. In dieser Ausarbeitung wird für Materialien mit mittleren Korndimensionen kleiner als 1  $\mu\text{m}$  die Bezeichnung UFG gebraucht.

kann als Korndurchmesser, also als isotrope Eigenschaft, behandelt werden. Die Trennung der einzelnen Kristallbereiche erfolgt in aller Regel entlang HABs. Die Existenz von Subkörnern wird nur selten beobachtet. In der Folge bilden LABs von der Länge aller Grenzen mit einer Missorientierung größer als  $2^\circ$  weniger als 8 % ab, wobei der wahre Anteil nochmals geringer ausfallen dürfte. Diese Annahme beruht auf der Oberflächentopologie der Probe für 0AS infolge der Porosität. Auch die KAM-Karte spricht gegen Subkornstrukturen nach dem Sintern. Die Porosität kann anhand Abb. 36 gewählten Darstellungen nicht beurteilt werden, Sinterporen sind jedoch nach dem Studium der Bruchflächen in Abb. 31, Kap. 5.1 elementarer Bestandteil der Mikrostruktur von 0AS. Dies demonstriert auch das Ergebnis zur spezifischen Dichte. Diese beträgt  $93,0 \pm 0,5 \%$ , wobei eine Dichte von  $19,25 \text{ g cm}^{-3}$  als Bezugsgröße gewählt wurde [1] [Tab. 1.8]. Untersuchungen des heißgewalzten Zustands ergeben, dass nach diesem Produktionsschritt die Poren geschlossen sind. Daher findet der Aspekt der spezifischen Dichte bei den Betrachtungen zu 1,7WR – 4,1CR keine Erwähnung.

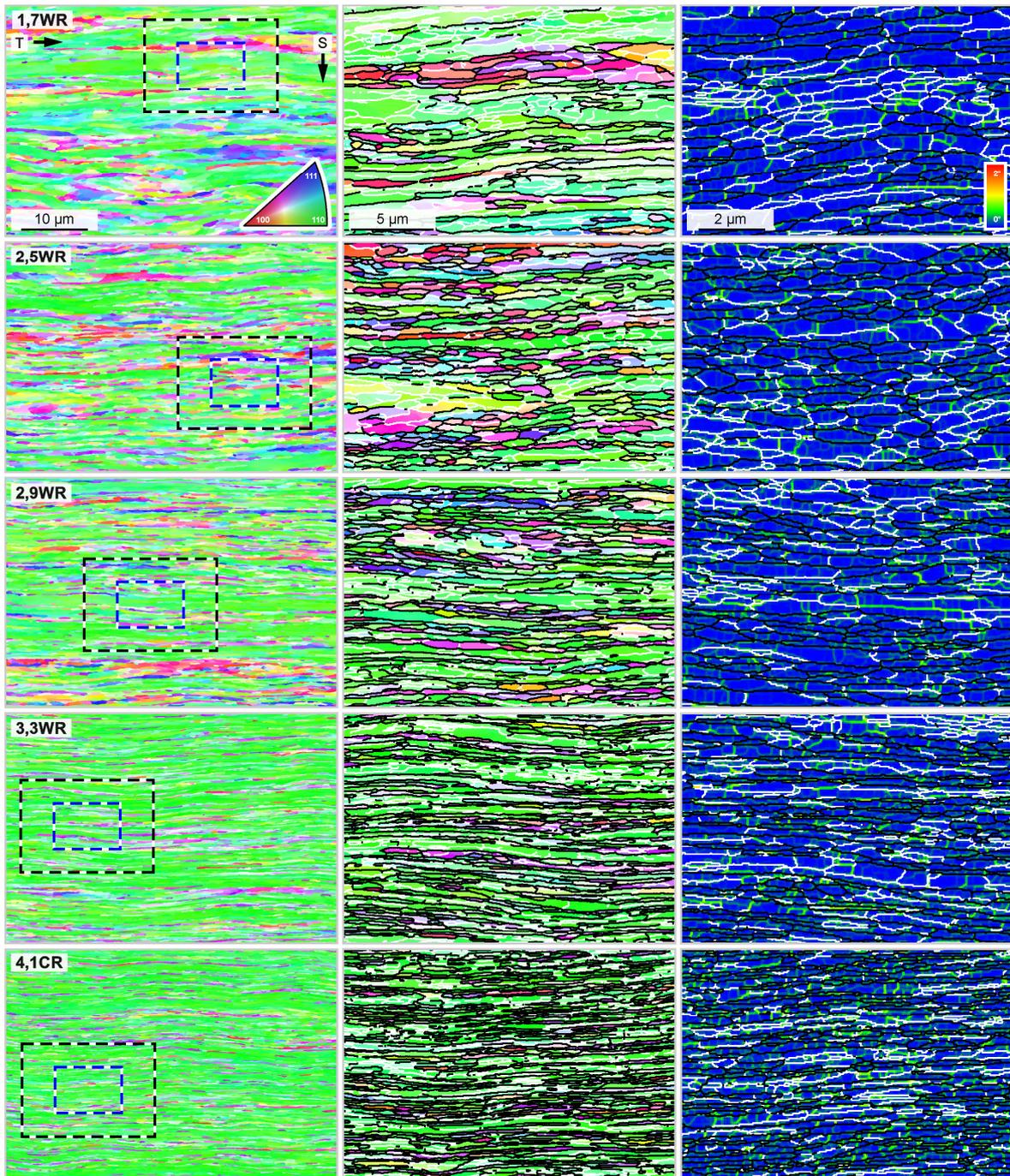
Die Kornmorphologie in Material 1,7WR ist stark anisotrop. Entlang der Walzrichtung sind die Körner lang gestreckt, in der S-Richtung begrenzt. Weiterhin ist die Mikrostruktur von 1,7WR durch eine Zeiligkeit inhomogen. Die Mikrostruktur ist von Orientierungsbändern geprägt, in denen ausschließlich Orientierungen der  $\alpha$ -Faser vorliegen;  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ . Ein solches Orientierungsband und benachbarte Regionen mit eher regellosen Kornorientierungen sind in Abb. 36 (Mitte, rechts) bei höheren Vergrößerungen dargestellt. Charakteristisch für das gewählte Orientierungsband ist die Abwesenheit von HABs. Der Abstand zwischen der oberen und unteren Begrenzung beträgt etwa  $5 \mu\text{m}$ , und ist damit ein Vielfaches größer als der mittlere Abstand von  $0,82 \mu\text{m}$  zwischen den HABs entlang der S-Richtung. Hinsichtlich der Verteilung von LABs hinterlässt 1,7WR einen wesentlich homogeneren Eindruck. Dies gilt im Besonderen für die Orientierungsbänder: Entlang der S-Richtung entsprechen die Distanzen zwischen HABs und LABs im Orientierungsband mit  $0,37 \mu\text{m}$  in erster Näherung dem globalen Mittel. Auch anhand des KAM können keine signifikanten Unterschiede in der Subkornstruktur der verschiedenen Bereiche ausgemacht werden. Mit zunehmendem Umformgrad wird die Zeiligkeit abgebaut. Nach dem Walzschrift 1,7WR  $\rightarrow$  2,5WR ist die Höhe der Orientierungsbänder bereits deutlich reduziert. Generell sind die charakteristischen Abstände entlang der S-Richtung in 2,5WR in Bezug auf Material 1,7WR reduziert. Der mittlere Abstand zwischen HABs entlang der S-Richtung ist von  $0,82$  auf  $0,51 \mu\text{m}$  gesunken. Der Abstand zwischen allen Grenzen größer  $2^\circ$  beträgt in 2,5WR  $0,27 \mu\text{m}$ ; von  $0,37 \mu\text{m}$  für 1,7WR. Das Seitenverhältnis der Körner entlang der Walzrichtung hinsichtlich der S-Richtung hat zugenommen; vgl. Tab. 11. Die für 1,7WR  $\rightarrow$  2,5WR beschriebenen Entwicklungen setzen sich mit zunehmendem Umformgrad fort und die Mikrostrukturen sind zunehmend von einem lamellaren Aufbau geprägt. Nach Beendigung des Warmwalzens beträgt der mittlere Abstand zwischen HABs entlang der S-Richtung  $0,31 \mu\text{m}$  und bei der Berücksichtigung aller Grenzen wird ein Abstand von  $0,19 \mu\text{m}$  ermittelt. Das Seitenverhältnis L zu S beträgt für 3,3WR 8,3 und ist in erster Näherung unabhängig von dem Fakt, ob die Korn- oder Subkornmorphologie beschrieben werden soll.

Für 4,1CR wurde von Zustand 3,3WR ausgehend ein zusätzliches Kaltwalzen ausgeführt. Die für Materialien mit hohem Umformgrad bekannte lamellare Kornstruktur ist voll ausgebildet; vgl. *Hansen et al.* [350]. In dieser verlaufen HABs vorwiegend parallel zur Walzrichtung und sind durch kurze, parallel der S-Richtung ausgerichtete Segmente mit meist geringer Missorientierung verbunden. Der kaltgewalzte Zustand besitzt eine mittlere Korn- und Subkorngröße entlang der S-Richtung von  $0,26 \mu\text{m}$  bzw.  $0,16 \mu\text{m}$  und stellt damit in dieser Ausarbeitung für beide Eigenschaften das Minimum dar. Die Anisotropie der Kornabmessungen folgt einem entgegengesetzten Trend. Bezogen auf den mittleren Abstand der HABs entlang der S-Richtung nimmt die Kornstreckung entlang der L-Richtung in 4,1CR ihr Maximum an. Die mittlere Korngröße entlang der Walzrichtung entspricht 12-mal der Korngröße parallel zur S-Richtung.

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abb. 36:** Entwicklung der Mikrostruktur mit zunehmendem Umformgrad (LS). Die Karten in der linken und mittleren Spalte geben die kristallographische Richtung der Körner entlang der Walzrichtung wieder. Die rechte Spalte zeigt KAM-Karten hinsichtlich der direkten Nachbarn. Die Maßbalken in der Abbildung für 1,7WR gelten für alle Materialien. Die Positionen der Detailaufnahmen sind in den Übersichtskarten (links) angegeben. Schwarze Linien repräsentieren HABs, weiße LABs. Für die Darstellung der KAM wurde ein dreistufiger Kuwahara-Filter angewendet, vgl. Refs. [351, 352].



**Abb. 37:** Entwicklung der Mikrostruktur mit zunehmendem Umformgrad (TS). Es gelten die Hinweise zu Abb. 36.

**Tab. 11:** Zusammenstellung von Mikrostrukturkennwerten. In den ersten vier Zeilen sind Angaben zu der statistischen Anzahl  $n$  von Körnern und Subkörnern in den EBSD-Datensätzen zu finden. Danach folgen ausgewählte Mikrostruktureigenschaften. Die Variablen  $\bar{d}_S$  repräsentieren die mittlere Korngröße in der S-Richtung. Es ist zwischen den Abständen zwischen HABs und allen Grenzen oberhalb von  $2^\circ$  Missorientierung zu unterscheiden. Die in Klammern angegeben Korngrößen entsprechen den vermuteten wahren Korngrößen, die um den Einfluss der EBSD-Schrittweite auf die Korngröße korrigiert wurden; vgl. Abb. 20a, Kap. 4.3.1. Die Seitenverhältnisse der Körner und Subkörner entlang der L-Richtung und T-Richtung sind als  $r_{L|S}$  und  $r_{T|S}$  geben, wobei diese als Vielfaches der Abmessungen parallel zur S-Richtung ausgedrückt sind. Die Korngrenzendichte wird durch die Variable  $\bar{S}_V$  beschrieben. Die Anteile der Korngrenzen vom Typ LAB und HAB werden durch die Variablen  $x_{LAB}$  bzw.  $x_{HAB}$  beschrieben, wobei in dem Anteil der HABs die CSL-Grenzen  $x_{CSL}$  inkludiert sind. Angaben zum Fehler beruhen auf der Standardabweichung zwischen den Mittelwerten der einzelnen EBSD-Datensätze; vgl. Tab. 6, Kap. 4.3.1. Auch für den Anteil der CSL-Grenzen  $\Sigma 3 - \Sigma 25$  sind zwei Werte angegeben. Der Anteil (an allen Grenzen  $2^\circ - 62,8^\circ$ ) in der jeweils ersten Zeile wird bei der Anwendung des Brandon-Kriterium ( $\Sigma^{-1/2}$ ) [353] ermittelt. Für die Werte in Klammern wurde nach Humphreys [271] der Toleranzbereich ( $\Sigma^{-5/6}$ ) gewählt.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

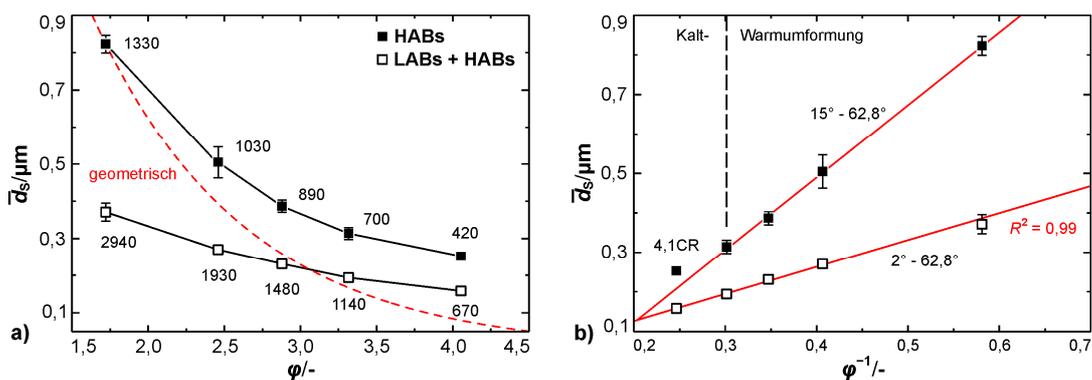
Kennwert	0AS	1,7WR	2,5WR	2,9WR	3,3WR	4,1CR
$n_{HAB} /-$ (LS)	33102	2759	4848	7080	9840	10512
$n_{HAB} /-$ (TS)		3704	7921	11429	15444	20725
$n_{LAB} /-$ (LS)	37471	13559	16913	20000	25806	26667
$n_{LAB} /-$ (TS)		18265	27682	32129	40404	52632
$\bar{d}_{S,HAB} / \mu m$ (LS)	20,08 ±0,17	0,811 ±0,021	0,547 ±0,051	0,397 ±0,023	0,312 ±0,016	0,255 ±0,005
$\bar{d}_{S,HAB} / \mu m$ (TS)	-	0,835 ±0,026	0,462 ±0,033	0,376 ±0,010	0,315 ±0,016	0,249 ±0,012
$\bar{d}_{S,HAB} / \mu m$ ( $\Sigma$ LS, TS)	-	0,823	0,505	0,387	0,314	0,252
$\bar{d}_{S,all} / \mu m$ (LS)	18,88 ±0,17	0,382 ±0,016	0,272 ±0,017	0,236 ±0,011	0,201 ±0,004	0,159 ±0,002
$\bar{d}_{S,all} / \mu m$ (TS)	-	0,360 ±0,032	0,268 ±0,003	0,226 ±0,005	0,187 ±0,013	0,157 ±0,004
$\bar{d}_{S,all} / \mu m$ ( $\Sigma$ LS, TS)	-	0,371 (0,365)	0,270 (0,261)	0,231 (0,222)	0,194 (0,184)	0,158 (0,147)
$r_{L S,HAB} /-$ (LT)	1,0	4,31	5,77	7,76	7,65	12,2
$r_{T S,HAB} /-$ (LT)	-	3,32	3,65	5,21	5,17	6,77
$r_{L S,all} /-$ (LT)	1,0	4,28	6,48	7,51	8,25	12,0
$r_{T S,all} /-$ (LT)	-	3,19	3,97	4,68	5,25	6,09
$\bar{S}_{v,LAB} / \mu m^{-1}$ (LS)	0,0066 ±0,0005	2,246 ±0,077	2,313 ±0,153	2,162 ±0,122	2,178 ±0,130	2,625 ±0,135
$\bar{S}_{v,LAB} / \mu m^{-1}$ (TS)	-	2,343 ±0,216	1,967 ±0,160	2,151 ±0,080	2,497 ±0,174	2,569 ±0,111
$\bar{S}_{v,HAB} / \mu m^{-1}$ (LS)	0,1082 ±0,0014	1,96 ±0,08	2,93 ±0,30	3,64 ±0,23	4,39 ±0,16	5,49 ±0,15
$\bar{S}_{v,HAB} / \mu m^{-1}$ (TS)	-	2,01 ±0,08	3,20 ±0,17	3,88 ±0,08	4,68 ±0,39	5,70 ±0,29
$\bar{S}_{v,all} / \mu m^{-1}$ (LS)	0,0999 ±0,0005	4,21 ±0,11	5,25 ±0,24	5,80 ±0,22	6,56 ±0,14	8,12 ±0,03
$\bar{S}_{v,all} / \mu m^{-1}$ (TS)	-	4,35 ±0,26	5,16 ±0,04	6,03 ±0,14	7,17 ±0,59	8,58 ±0,27
$x_{LAB} /-$ (LS)	0,085 ±0,005	0,534 ±0,012	0,441 ±0,038	0,373 ±0,021	0,332 ±0,020	0,323 ±0,019
$x_{LAB} /-$ (TS)	-	0,538 ±0,028	0,381 ±0,034	0,357 ±0,010	0,348 ±0,003	0,311 ±0,028
$x_{HAB} /-$ (LS)	0,915 ±0,004	0,466 ±0,010	0,559 ±0,029	0,627 ±0,019	0,668 ±0,016	0,677 ±0,016
$x_{HAB} /-$ (TS)	-	0,462 ±0,022	0,619 ±0,028	0,643 ±0,009	0,652 ±0,003	0,689 ±0,015
$x_{CSL} /-$ (LS)	0,115 ±0,001 (0,025 ±0,001)	0,051 ±0,003 (0,009 ±0,001)	0,062 ±0,009 (0,009 ±0,002)	0,069 ±0,003 (0,010 ±0,001)	0,071 ±0,005 (0,011 ±0,001)	0,080 ±0,008 (0,013 ±0,002)
$x_{CSL} /-$ (TS)	-	0,050 ±0,004 (0,008 ±0,002)	0,068 ±0,006 (0,010 ±0,002)	0,072 ±0,005 (0,012 ±0,002)	0,071 ±0,001 (0,011 ±0,001)	0,083 ±0,004 (0,014 ±0,001)

Mit abnehmender Korngröße steigt der erwartete systematische Fehler bei der Bestimmung dieser Kenngröße. Dieser ist auf dem für alle gewalzten Materialien einheitlichen EBSD-Messraster zurückzuführen und in der Tatsache bedingt, dass mit abnehmender Korngröße die Anzahl der Messpunkte pro Korn zurückgeht; vgl. Abb. 20, Kap. 4.3.1. Bei einem mittleren Korngrenzenabstand von  $0,16 \mu\text{m}$  (HABs + LABs) für 4,1CR und einer Schrittweite des Messrasters von  $40 \text{ nm}$  liegen zwischen Korngrenzen im Mittel lediglich 4 Messpunkte. Nach *Humphreys* [271] [Abb. 9] sollte unter diesen Randbedingungen die wahre Korngröße um 7 % geringer ausfallen als der gemessene Wert. Absolut bedeutet dies eine Reduktion von  $0,158 \mu\text{m}$  auf  $0,147 \mu\text{m}$ . Bei einem linearen Umgang ist dieser Unterschied zu vernachlässigen.

In Abb. 37 sind die Mikrostrukturen der gewalzten Materialien entlang der Schlifffebene TS gezeigt. Die Organisation und die Darstellungsmethoden sind zu Abb. 36 identisch. *Die IPF- und KAM-Karten sind in Einklang mit den oben getätigten Aussagen zur verformungsinduzierten Entwicklung der Mikrostruktur. Dies wird für alle Materialien anhand der in Tab. 11 zusammengefassten Ergebnisse zum mittleren Abstand über HABs und LABs (entlang der S-Richtung) auch quantitativ evident. Die Ergebnisse, die für die LS-Schlifffebene bestimmt wurden, sind als identisch mit den Resultaten auf Basis der Ebene TS zu bewerten.* Konkret bedeutet dies, dass für ein gegebenes Material das arithmetische Mittel der einen Schlifffebene in der Spannweite einer Standardabweichung des Ergebnisses der zweiten Schlifffebene liegt. Dies ist ein deutlicher Hinweis hinsichtlich der Wertigkeit der Ergebnisse zu den hier diskutierten Mikrostrukturkennwerten; vgl. Tab. 6, Kap.4.3.1 für Angaben zur Kornstatistik. Die Überschneidung der beiden Mittelwerte bei der Variation um eine Standardabweichung kann hinsichtlich des mittleren Abstandes zwischen HABs entlang der S-Richtung auch für die Mehrzahl der Materialien bestätigt werden. Lediglich für Material 2,5WR wird ein größerer Unterschied der Mittelwerte festgestellt; vgl. Tab. 11 Auch die Standardabweichung ist größer als für die restlichen Datensätze. Dies ist aller Wahrscheinlichkeit nach mit der noch nicht vollständig erfolgten Auflösung der Orientierungsbänder zu begründen. Erwartungsgemäß werden bei anderen Mikrostruktureigenschaften systematische Unterschiede der Ergebnisse zu den Schlifffebenen LS und TS identifiziert. Hier sind vordringlich zu nennen: (i) Der Grad der Anisotropie der Kornmorphologie und (ii) die Korngrenzendichte als hiervon abhängige Größe. Auch auf der Schlifffebene TS wird eine starke Anisotropie der Korndimensionen für 1,7WR – 4,1CR erkannt. Ein Vergleich mit den Seitenverhältnissen in der LS-Ebene zeigt jedoch, dass das Seitenverhältnis der Körner hinsichtlich der Walzrichtung (L) mit einer höheren Rate wächst, als dies quer zur Walzrichtung vorstättengeht, vgl. Tab. 11. In 1,7WR beträgt der Quotient der Korngrößen L zu T 1,3. Die Streckung in 4,1CR ist entlang der Walzrichtung nicht ganz doppelt so stark ausgeprägt, als quer zur Walzrichtung. *Nach diesem ersten Überblick soll festgehalten werden, dass (i) die Homogenität der Mikrostrukturen mit zunehmendem Umformgrad zunimmt und spätestens mit 3,3WR als hoch zu bewerten ist. (ii) Die Körner nehmen eine lamellare Morphologie an. (iii) Bezüglich der Korngröße entlang der S-Richtung wird festgestellt, dass die Materialien 1,7WR – 4,1CR als ultrafeinkörnig (UFG) zu klassifizieren sind.*

In Abb. 38a ist die Entwicklung des mittleren Abstands von Korngrenzen entlang der S-Richtung als Funktion des Umformgrades aufgetragen. Die Ergebnisse sind sowohl für die exklusive Betrachtung der HABs (schwarze Datenpunkte) als auch bei Berücksichtigung von HABs und LABs (offene Symbole) dargestellt. Für beide Ansätze wird eine nichtlineare Entwicklung beobachtet. Konkret sinkt die Effizienz der Reduktion der Korngröße mit dem Umformgrad, wie aus der Abnahme der Steigung der Verbindungslinien ersichtlich wird. Im ersten dokumentierten Walzschritt 1,7WR → 2,5WR wird eine Reduktion des mittleren Abstands zwischen HABs entlang der S-Richtung um  $0,32 \mu\text{m}$  ( $0,40 \mu\text{m}$ ) erzielt, wobei der in Klammer genannte Wert pro Einheitsumformgrad gerechnet ist. Die im Kaltwalzschritt 3,3WR → 4,1CR vollbrachte Reduktion beträgt lediglich  $0,06 \mu\text{m}$  ( $0,08 \mu\text{m}$ ), geht also nur mit 20 % der Effizienz von 1,7WR → 2,5WR vorstättend. Die Abnahme der Subkorngröße

entlang der S-Richtung ist bei Betrachtung der gleichen Walzschriffe wesentlich geringer. In der Konsequenz erfolgt eine Annäherung von Korn- und Subkorngröße mit Zunahme der plastischen Verformung. In Abb. 38a gibt eine dritte Trendlinie den Verlauf der geometrischen Korngröße wieder, der aus der Abnahme der Blechdicke prognostiziert werden kann, sollte die Anzahl der Körner über der Blechdicke unverändert bleiben. Diese Trendlinie ist rot hervorgehoben und mit der Korngröße von Material 1,7WR als Startbedingung verknüpft. *Der Vergleich der geometrischen Referenz mit der tatsächlich gemessenen Entwicklung führt zu der Feststellung, dass mit den Walzschriffen 1,7WR → 2,5WR bis 3,3WR → 4,1CR nicht eine Zunahme der Anzahl der Körner entlang der Blechdicke einhergeht, wie dies für den Prozess der Kornfragmentation erwartet wird; vgl. Hansen et al. [278]. Stattdessen kommt es zu einem fortgesetzten Verlust an Körnern in der Blechdicke.* Die statistische Anzahl der Körner ist an den Datenpunkten vermerkt. Diese Entwicklung ist wahrscheinlich auf die Umformgrade der Materialien zurückzuführen. Nes [354] [Abb. 4] berichtet sowohl für kfz als auch krz Metalle, dass mit einem Umformgrad von eins beginnend die Abnahme der Korngröße entlang der S-Richtung pro Umformgrad eine Verlangsamung widerfährt; vgl. Gil Sevillano et al. [355] [Abb. 3.22] für Details zu den von Nes [354] diskutierten Studien. Hughes et al. [356] [Abb. 17] berichten für hochgradig kaltgewalztes Ni, dass diese Verlangsamung bereits unterhalb eines Umformgrades von eins zu einer Nettoabnahme der Anzahl der Körner in der Blechdicke führt.



**Abb. 38:** Entwicklung Korngröße in der S-Richtung. In (a) sind die mittleren Korngrößenabstände  $\bar{d}_s$  parallel zu der S-Richtung über dem Umformgrad  $\phi$  aufgetragen. Die Abstände zwischen HABs und die mittleren Abstände zwischen allen Grenzen größer als  $2^\circ$  Misorientierung sind separat ausgewiesen. Die Zahlen an den Datenpunkten geben die Anzahl der Körner bzw. Subkörner wieder, die statistisch in der Blechdicke zu finden sind. Die rote Strichlinie zeigt die Entwicklung, die für den mittleren Abstand zwischen HABs zu erwarten ist, sofern die Anzahl der Körner über der Blechdicke konstant ist; vgl. Humphreys et al. [357] [Abb. 14.11]. In (b) sind die Korn- und Subkorngrößen über den Kehrwert des Umformgrades dargestellt. Auftragung für (b) in Anlehnung an Nes [354] [Abb. 4]. Alle Datenpunkte beruhen auf den Mittelwerten aus den Ergebnissen zu den Schlifffebenen LS und TS; vgl. Tab. 11.

In dem Bericht von Nes [354] [Abb. 4] wird ferner ausgeführt, dass oberhalb eines Umformgrades von etwa zwei die Abnahme der Subkorngröße invers proportional zu dem Umformgrad verläuft. Diese Beobachtung aufgreifend sind in Abb. 38b die mittleren Abstände zwischen allen Grenzen über dem Kehrwert des Umformgrades aufgetragen. Die Entwicklung der offenen Symbole ist nahezu ideal linear, wie das hohe Bestimmtheitsmaß unterstreicht. *Damit kann in dieser Ausarbeitung die von Nes [354] gefundene Beziehung auch für W-Bleche in dem Verformungsbereich log. 1,7 – 4,1 bestätigt werden. Weiterhin fällt auf, dass der Wechsel von Warmumformung auf Kaltumformung vor 3,3WR → 4,1CR in keiner sichtbaren Modifikation des Trends resultiert. Es wird geschlussfolgert, dass unter Warm- und Kaltwalzbedingungen die Abnahme der Subkorngröße in erster Linie durch den Grad der plastischen Verformung kontrolliert wird und die Walztemperatur eine untergeordnete Rolle einnimmt.* Die Existenz eines invers-proportionalen Zusammenhanges kann in weiten Teilen auch für die Entwicklung des mittleren Abstandes zwischen HABs nachgewiesen werden. Datenpunkte, die auf Korngrenzen vom Typ HAB referenzieren sind in Schwarz dargestellt. Im Unterschied zu dem Trend der Subkorngröße können nur für die warmgewalzten Zustände 1,7WR – 3,3WR über

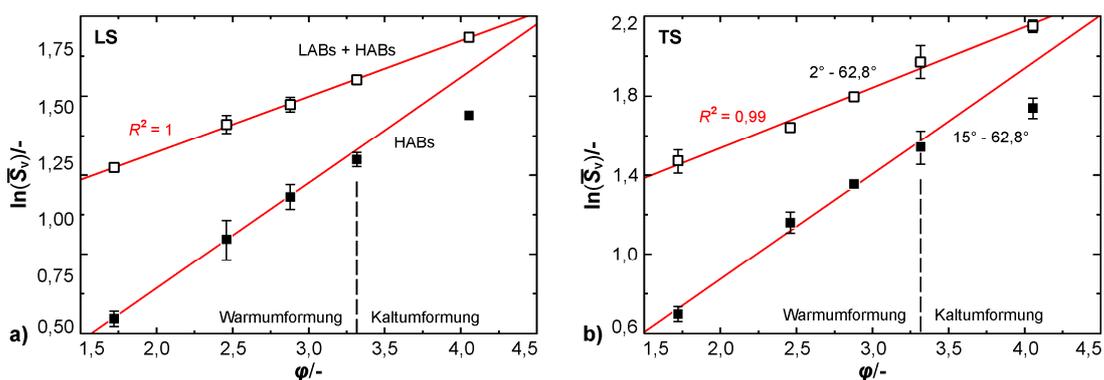
eine gemeinsame Trendgerade beschrieben werden. Die gemessene Korngröße für 4,1CR weicht deutlich von dem Erwartungswert ab, da die Reduktion in dem Kaltwalzschrift 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR geringer ausfällt als dies durch die extrapolierte Trendlinie widergespiegelt wird. Dieser Sachverhalt ist auf den ersten Blick nicht nachzuvollziehen, da sich die Entwicklung der Größe der Subkörner als elementare Bestandteile der Körner vollständig linear vollzieht.

Eine weitere mikrostrukturelle Kenngröße, vor dessen Hintergrund im späteren Verlauf dieser Ausarbeitung die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur in W diskutiert wird, ist die Korngrenzendichte. Bei der Ableitung aus einem (2D) EBSD-Datensatz entspricht die Korngrenzendichte der Länge aller Korngrenzen in der untersuchten Fläche bezogen auf ebendiese. In Abb. 39 ist die Entwicklung der Korngrenzendichte über dem Umformgrad dargestellt, wobei *Gil Sevillano et al.* [355] [Abb. 3.1] folgend, die Korngrenzendichten logarithmiert wurden. Diagramm (a) gibt die Entwicklung in der Schliffebene LS wieder. Abbildung (b) beruht auf den Datensätzen der TS-Ebene. In Abweichung zu dem Umgang mit den Korngrößen entlang der S-Richtung sind infolge der unterschiedlichen Kornstreckungen entlang bzw. quer der Walzrichtung die Korngrenzendichten für LS und TS als unabhängige Größen zu behandeln. Bei logarithmischer Auftragung der Ergebnisse zu der LS-Ebene schreitet die Entwicklung der Korngrenzendichte HAB + LAB in einer ideal linearen Weise voran. Das Bestimmtheitsmaß beträgt 1,0. Auch für die Zunahme der Korngrenzendichte in der TS-Ebene ist die Annahme einer logarithmischen Entwicklung zutreffend. Die Aufreihung der offenen Datenpunkte, welche die Korngrenzendichte aller Grenzen mit einer Missorientierung größer als  $2^\circ$  repräsentieren, variiert jedoch minimal entlang des Verlaufs der Ausgleichsgeraden. *Der Wechsel der Walztemperatur spiegelt sich in der Entwicklung der Korngrenzendichte nicht wider. Damit kann äquivalent zur Korngröße festgehalten werden, dass der Anstieg der Korngrenzendichte HAB + LAB unter den beschriebenen Verformungsparametern durch den Umformgrad kontrolliert wird.* Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass die Aussage in dieser Bestimmtheit nur bei der Berücksichtigung aller Grenzen valide ist. Werden nur HABs hinsichtlich ihrer Dichte ausgewertet, kann zu Beginn ebenfalls eine logarithmische Entwicklung bescheinigt werden. Dies gilt für die Ergebnisse 1,7WR – 3,3WR, wobei für Material 3,3WR bereits eine leichte Differenz von dem Verlauf der linearen Trendlinie auftritt. Diese Abweichung wird insbesondere in Abb. 39a identifiziert (LS), aber auch die Entwicklung in Abb. 39b (TS) lässt diese Vermutung zu. Zweifelsfrei wird durch Extrapolation eine Überschätzung des Messwerts nach dem Walzschrift 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR getätigt. Der Datenpunkt für 4,1CR liegt ein Vielfaches einer Standardabweichung unterhalb der aus den Ergebnissen für 1,7WR – 3,3WR gebildeten Trendlinie. Die Diskrepanz zwischen Erwartungswert und Messwert nach dem Kaltwalzen ist unabhängig von der untersuchten Schliffebene und kann sowohl aus den Ergebnissen der LS- als auch TS-Ebene abgelesen werden.

*Damit kann für die Korngrenzendichte der HABs eine mit der Entwicklung der Korngröße HAB vergleichbare Symptomatik konstatiert werden: Die für alle Grenzen beständig und präzise erfüllten Zusammenhänge sind bei Materialien mit verhältnismäßig niedrigem Umformgrad auch für die HABs übertragbar, verlieren jedoch nach dem Walzschrift 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR ihre Gültigkeit.* Die Änderung der Walztemperatur als Quelle dieses Phänomens wird an dieser Stelle jedoch als unwahrscheinlich angesehen. Eine mehr wahrscheinlichere Erklärung für die Abweichung der mikrostrukturellen Entwicklung im Walzschrift 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR ist das Phänomen der Koaleszenz (grain coalescence). Beim Auftreten von Koaleszenz verschmelzen unabhängige Elemente; konkret Körner, also Bereiche mit verschiedenen Kristallorientierungen. Koaleszenz von Körnern beruht auf der Ausbildung einer scharfen Textur. Durch die Rotation der Körner hinzu wenigen Vorzugsorientierungen können zwei durch eine HAB getrennte Kristallbereiche nach der Umformung eine geringere Missorientierung aufweisen, als im Ausgangszustand vorgelegen hat. Wird der gewählte Grenzwinkel von  $15^\circ$  unterschritten, kommt es per Definition zu der Verschmelzung dieser Körner und Ausprägung einer

Korngränze vom Typ LAB. Nach *Humphreys et al.* [357] sind durch Koaleszenz eher HABs als LABs betroffen, d. h. die Auslöschung bzw. Transformation von Korngränzen sollte zuerst in der Entwicklung der HABs nachzuweisen sein. Dies ist in Einklang mit den auf Basis von Abb. 38b und Abb. 39 erörterten mikrostrukturellen Entwicklungen.

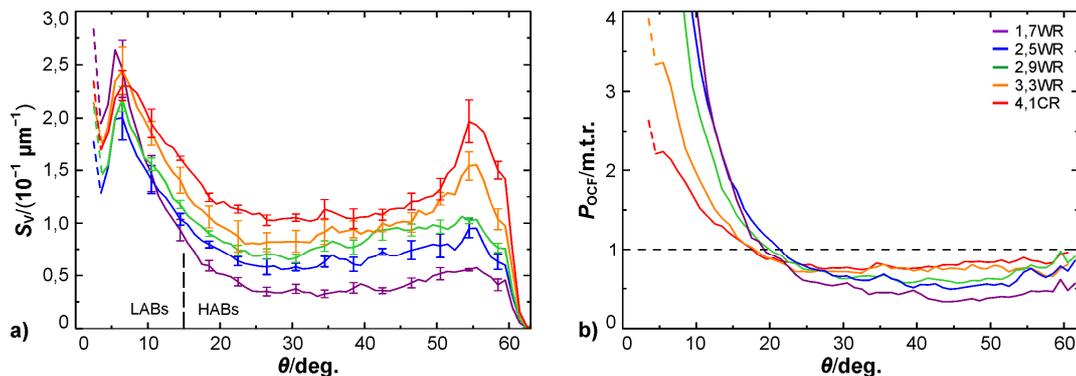
Auch in Abb. 40a ist die Korngränzendichte das Analyseobjekt. Im Unterschied zu den vorherigen Betrachtungen ist diese winkelaufgelöst dargestellt, wobei jeweils pro 1°-Intervall kumuliert wurde. Jede Kurve repräsentiert einen Verformungszustand. Auf eine Abbildung des gesinterten Zustand wird an dieser Stelle verzichtet, da sich die Schrittweiten der EBSD-Messraster für 0AS und 1,7WR – 4,1CR um mehr als eine Größenordnung unterscheiden; vgl. Tab. 6, Kap. 4.3.1. Die Verteilung für 0AS sollte dem Ergebnis für regellos verteilte Kornorientierungen bei kubischer Kristallstruktur nach *Mackenzie* [358] [Abb. 2] entsprechen. Die Flächen unter den Kurven entsprechen den zuvor besprochenen absoluten Korngränzendichten, wobei die Integrationsgränzen auf die betrachteten Korngränzen abzustimmen sind. Allen gewalzten Materialien kann eine wesensgleiche Verteilungsfunktion bescheinigt werden, die zwei lokale Maxima enthält. Das globale Maximum ist stets im LAB-Regime lokalisiert und mit 7° Missorientierung in erster Näherung in der Position unveränderlich. Die Belegung der Fraktion höchster Korngränzendichte folgt in Hinblick auf den Umformgrad keinem erkennbaren Trend. Dieses Urteil wird durch die Feststellung untermauert, dass die Reihenfolge der Materialien bei aufsteigender Nennung der Belegung in den Schlifffebenen LS und TS variiert. Die Korngränzendichte rechts des LAB-Maximums lassen jedoch einen Einfluss des Umformgrades erkennen. Dieser äußert sich in dem Sachverhalt, dass (i) die Korngränzendichte im hinteren LAB-Regime bzw. im erweiterten Übergang zu HAB-Regime mit dem Umfang der plastischen Verformung ansteigt. Dies ist mit der Kumulation von Versetzungen in den Korngränzen zu erklären [359]. (ii) Es wird ferner erkannt, dass im HAB-Regime die Kurven, dem Umformgrad folgend, gestapelt angeordnet sind. (iii) Die Korngränzendichten für 1,7WR kann bei einer ersten Betrachtung für Winkel größer 25° über eine horizontale abgebildet werden. Erst nach weiterer Verformung gewinnt das HAB-Maximum an Schärfe und tritt ab 3,3WR deutlich aus dem Hintergrund hervor. Für 4,1CR erreicht das HAB-Maximum annähernd die Intensität, die für die höchstbelegte Fraktion im LAB-Regime gemessen wird. Im Unterschied zu der Mackenzie-Verteilung [358] wird für 1,7WR – 4,1CR das Maximum im HAB-Regime nicht bei 45° Missorientierung gefunden, sondern ist konstant bei 54° lokalisiert.



**Abb. 39:** Entwicklung der Korngränzendichte. In (a) und (b) ist die Entwicklung der mittleren  $\bar{S}_v$ -Korngränzendichte über dem Umformgrad  $\varphi$  aufgetragen, jedoch für die Schlifffebenen LS und TS getrennt. Es sind die Korngränzendichten der HABs (Missorientierungen größer 15°; schwarze Symbole) und die Korngränzen aller Gränzen größer als 2° (HABs + LABs; offene Symbole) ausgewiesen. Art der Auftragung in Anlehnung an *Gil Sevillano et al.* [355] [Abb. 3.1].

Nach der Sichtung der Ergebnisse zu den Anteilen von LABs und HABs fällt auf, dass mit zunehmendem Umformgrad eine Verschiebung zugunsten der HABs eintritt. In 1,7WR ist mit 46 % HABs das Verhältnis von HABs zu LABs weitestgehend ausgeglichen. Nach dem Kaltwalzen wird der Spitzenwert von knapp 70 % HABs erzielt. Dies spiegelt den in vorherigen Arbeiten berichteten Trend

wider, dass HABs die Mikrostruktur von hochgradig umgeformtem W dominieren [140, 360]. Es ist dabei für die in dieser Arbeit untersuchten Materialien unerheblich, ob die Schliﬀebene planparallel LS oder TS ausgerichtet war. In Tab. 11 sind Variationen der Anteile der Korngrenzen zwischen den Ebenen erst in der dritten Nachkommastelle zu identifizieren. Dies führt zu der interessanten Feststellung, dass das Verhältnis der Anteile von HABs zu LABs isotrop ist, obwohl die Auswertung auf der Korngrenzendichte beruht, die infolge der Anisotropie der Kornmorphologie eine von der Wahl der Schliﬀebene beeinflusste Kenngröße darstellt.



**Abb. 40:** Verteilung der Korngrenzendichte. In (a) ist die Korngrenzendichte  $S_V$  über der Missorientierung  $\theta$  aufgetragen. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichung der Ergebnisse der verschiedenen Datensätze, die auf der Schliﬀebene TS gemessen wurden; für das gleiche Material. Diagramm (b) bildet die OCF ab. Es ist die Häufigkeit der Korngrenzen  $P$  mit dem Winkel  $\theta$  in Bezug auf eine der Mackenzie-Verteilung [358] entsprechenden Mikrostruktur gezeigt, die um den Einfluss der Textur reduziert wurde. Ein für die Erstellung der ODDFs genutztes Python-Skript ist auf Anfrage verfügbar. Die Breite der Fraktionen beträgt in beiden Diagrammen  $1^\circ$ . In (a) sind die Fehlerbalken für eine verbesserte Lesbarkeit jedoch nur alle  $2^\circ$  eingezeichnet.

In Abb. 40b ist die Orientation Correlation Function<sup>27</sup> (OCF) jeweils eines der Materialien 1,7WR – 4,1CR gezeigt. Es ist die normierte Häufigkeit von Grenzen über der Missorientierung dieser aufgetragen. Die OCF ist als eine um die Textur reduzierte korrelierte Missorientierungsverteilungsfunktion (MODF) zu interpretieren [266]. Die OCF gibt die Belegung der Winkelfraktionen als ein Vielfaches der Belegung der Referenzverteilung als Funktion der Missorientierung wider. Die Referenzverteilung entspricht der MODF eines Materials mit regellos verteilten Kornorientierungen; vgl. *Mackenzie* [358] [Abb. 2]. Aus der angewendeten Datenaufbereitung folgt, dass die OCF eines Materials ohne Textur und idealisierten experimentellen Bedingungen mit einer bei 1 m.t.r. horizontal verlaufenden Trendlinie korrespondiert. Für die gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR trifft dies erwartungsgemäß nicht zu. Stattdessen wird in erster Näherung ein als hyperbolisch zu beschreibender Verlauf der OCFs beobachtet. Für kleine Missorientierungen wird analog zu Abb. 40a eine starke Zunahme der Häufigkeit festgestellt. Mit ansteigendem Umformgrad schwächt sich diese Tendenz jedoch ab. Der hyperbolische Verlauf ist aller Wahrscheinlichkeit nach in der Subkornstruktur begründet. Subkörner werden nicht durch das Modell von *Mackenzie* [358] abgebildet. Die Häufigkeit von Korngrenzen im LAB-Regime ist daher in der Mackenzie-Verteilung gering und strebt für kleine Missorientierungen gegen null [358] [Abb. 2]. Die verformungsinduzierte Entwicklung der Subkornstruktur ist vermutlich auch für den Rückgang der Häufigkeit verantwortlich, der für die Funktionswerte der OCF für kleine

<sup>27</sup> Die OCF entspricht dem Quotienten aus der sogenannten korrelierten Missorientierungsverteilungsfunktion (correlated Misorientation Distribution Function, MODF) und der nicht korrelierten MODF, welche in dieser Ausarbeitung in Anlehnung an *Engler et al.* [266] als ODDF für Orientation Difference Distribution Function abgekürzt wird. Die MODF gibt Auskunft über die Verteilung von Missorientierungen zwischen direkt unmittelbar benachbarten Punkten des Messrasters hinsichtlich ihrer Häufigkeit. Die ODDF zeigt die Missorientierungsverteilung jedes Messpunkts mit allen anderen Messpunkten des Datensatzes unabhängig von der lateralen Position; siehe *Engler et al.* [266] [Abb. 9.20] für eine ausführlichere Erklärung. Die ODDFs der Materialien 1,7WR – 4,1CR sind in Ref. [361] [Abb. 11] veröffentlicht worden. Anders als bei MODF und ODDF ist die Fläche unterhalb der OCFs nicht für alle Materialien identisch.

Missorientierungen mit ansteigendem Grad der plastischen Verformung beobachtet wird. In hochumgeformtem W sind HABs die dominierenden Korngrenzen. Statistisch ist in 4.1CR ein Korn in weniger Subkörner zergliedert, als dies für die weniger verformte Zustände festgestellt wird; vgl. hierzu das Verhältnis der Anzahl von Subkörnern zu Körnern in Abb. 38a.

Rechts des hyperbolischen Funktionsverlaufs folgen die OCFs weitestgehend der Referenz, verlaufen jedoch etwas unterhalb des Erwartungswerts von 1 m.t.r. Der als Plateau bezeichnete Abschnitt beginnt um  $30^\circ$  und erstreckt sich bis zur maximalen Missorientierung. Je höher der Umformgrad der Materialien ist, desto mehr entspricht der Funktionsgraph der Referenzlinie. Charakteristisch für alle OCFs in Abb. 40b ist der Verlust des Maximums im HAB-Regime, welches die Verteilungsfunktionen der Korngrenzendichte in Abb. 40a auszeichnet. Damit kann die hohe Häufigkeit von Korngrenzen mit einer Missorientierung von  $54^\circ$  klar der Walztextur zugeordnet werden und ist nicht etwa auf die Ausbildung spezieller Verformungsstrukturen zurückzuführen. Ein Studium der Verläufe der  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser im Euler-Raum führt zu der Erkenntnis, dass die Komponenten der  $\gamma$ -Faser zu der gedrehten Würfellage die bewusste Missorientierung von  $54^\circ$  aufweisen; vgl. Abb. 17, Kap. 4.3.1 sowie *Bunge* [273] [Abb. 2.20]. Die herausgestellte Korngrenzendichte im HAB-Regime ist somit auf die hohe Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage zurückzuführen, die mit benachbarten Kristallbereichen der  $\gamma$ -Faser, dieses Charakteristikum in der MODF hervorrufen.

Die in Abb. 40b gezeigten OCFs erlauben weiterhin einen Einblick in die Thematik der Koinzidenzgitter (Coincidence Site Lattice, CSL) Grenzen. Diese werden oft mit einer geringeren Belegungsdichte der Fremdatome und im Vergleich zu zufälligen HABs mit einer höheren Kohäsion in Verbindung gebracht [362]. Über die hier betrachteten CSL-Grenzen vom Typ  $\Sigma 3 - \Sigma 25$  kann die Bedeutung der CSL-Grenzen anhand der kumulierten Anteile in Tab. 11 abgeschätzt werden. Die ausgewiesenen Anteile spiegeln die Länge der  $\Sigma 3 - \Sigma 25$  Grenzen in Bezug auf die Länge aller Korngrenzen mit Missorientierungen größer  $2^\circ$  wider. Für die Festlegung der Winkeltoleranz, d. h. um welchen Betrag die gemessene Missorientierung von dem geometrischen Ideal [362] [Tab. 2.1] abweichen darf, wurden zwei Kriterien angewendet. (i) Das Brandon-Kriterium [353]; vgl. hierzu auch *Randle* [362] [Gl. 2.7]. Dieses ist durch den Ausdruck  $\Sigma^{-1/2}$  und  $15^\circ$  als Konstante charakterisiert und findet im Allgemeinen zur Identifizierung von CSL-Grenzen Anwendung. *Sharma et al.* [363] konnten jedoch demonstrieren, dass im erlaubten Toleranzfeld für die  $\Sigma 3$ -Grenze einen nennenswerten Anteil von nichtkohärenten Korngrenzen inkludiert, sofern das Brandon-Kriterium angewendet wird. Nichtkohärente Grenze sind jedoch per Definition keine CSL-Grenzen. Mit dieser Begründung wurden für Ansatz (ii) die erlaubten Winkeltoleranzen eingeschränkt. *Humphreys* [271] bzw. *Randle* [362] folgend, wurde die Formulierung  $\Sigma^{-5/6}$  bei unveränderter Konstante genutzt. Die nach diesem Vorgehen bestimmten Anteile sind in Tab. 11 in Klammern ausgewiesen und sollten ein konservatives Ergebnis darstellen. Nach dem Brandon-Kriterium sind in den gewalzten Materialien 5 – 8 % aller Grenzen CSLs. Der gesinterte Zustand liegt mit einem Anteil von etwa 12 % leicht über dieser Region. Nach *Priester* [364] und *Randle* [362] sind dies typische Werte, die in Materialien mit regellos verteilten Kornorientierungen erwartet werden können. Wird ein Material mit Fasertextur als Referenz gewählt, liegen die festgestellten Häufigkeiten sogar unterhalb der Erwartungswerte [364] [Tab. 11.2]. Wird der enger tolerierte Ansatz gewählt sinken die Anteile der CSL-Grenzen auf ungefähr 1 % ab. Analog zu den Anteilen der LABs und HABs soll auch für die Anteile der CSL-Grenzen herausgestellt werden, dass die Untersuchungen der LS- und TS-Ebenen zu identischen Ergebnissen führen, der Anteil isotrop ist.

Obwohl die Gesamtanteile der  $\Sigma 3 - \Sigma 25$  Grenzen keinen Hinweis auf eine besondere Häufung von CSLs geben, kann die Möglichkeit einer stark überproportionalen Belegung einer speziellen CSL-Grenze nicht ausgeschlossen werden. Eine Häufung dieser Art sollte jedoch in Abb. 40b durch eine

Spitze im Verlauf der OCF zu erkennen sein; bei einer Missorientierung, die mit einer CSL-Grenze verknüpft ist. Wie bereits zuvor beschrieben, verlaufen die Funktionsgraphen im HAB-Regime von Abb. 40b vorwiegend horizontal, also parallel zur Referenzlinie und ohne Anzeichen für eine gesteigerte Häufigkeit von bestimmten Korngrenzen. Eine scheinbare Ausnahme wird für den Winkel  $60^\circ$  gefunden. An dieser Position zeigen die Graphen 1,7WR – 4,1CR eine leichte Spitze in dem ansonsten als glatt zu bewertenden Verlaufs der OCFs bei großen Missorientierungen. Eine Missorientierung von  $60^\circ$  wird für die  $\Sigma 3$ -Grenze gefunden [362] [Tab. 2.1]. Es ist jedoch an dieser Stelle zu erwähnen, dass (i) diese Spitze sehr gering ist. (ii) Von größer Bedeutung ist der Befund zu werten, dass  $\Sigma 3$ -Grenzen in EBSD-Datensätzen von Materialien mit krz Kristallstruktur auch aus einer fehlerhaften Lösung bestimmter EBSPs herrühren können [365, 366]. Ergebnisse von hochgradig gewalztem W, die mit dem in dieser Arbeit verwendeten Messsystem erlangt wurden, waren in der Vergangenheit stark von sogenannter Pseudosymmetrie betroffen; vgl. hierzu die Berichte von *Reiser et al.* [236] [Abb. 9] und *Bonk et al.* [238] [Abb. 5]. Durch Anhebung der Anzahl der bei der Indizierung der EBSPs berücksichtigten K-Bänder und Anpassung der Parameter der Hough-Transformation konnte die Fehlerquote zu den vorherigen Arbeiten signifikant reduziert werden. Es wird angenommen, dass die in Abb. 40b erkennbare  $\Sigma 3$ -Spitze jedoch weiterhin auf die fehlerhafte Indizierung weniger EBSPs zurückzuführen ist als in der Mikrostruktur begründet ist. Damit bekräftigt auch dieser zweite Blick auf die Thematik der CSL-Grenzen den Eindruck, dass in hochgradig warm- und kaltgewalzten W-Materialien mit UFG Mikrostruktur CSL-Grenzen keine exponierte Stellung einnehmen. Die Schlussfolgerungen, die in Bezug auf die CSL-Grenzen, aber auch auf die restlichen in diesem Kapitel beschriebenen verformungsinduzierten Mikrostrukturmodifikation hinsichtlich einer Reduktion der BDT-Temperatur getroffen werden können, sind in Kap. 5.5.2 ausgeführt.

### 5.3.2 Versetzungsdichte und -struktur

Für die Charakterisierung der Folgen der plastischen Verformung auf die Versetzungsdichte und die Geometrie der Versetzungen sind sowohl indirekte als auch direkte Methoden angewendet worden. Die Entwicklung der Versetzungsdichte über den Umformgrad wurde unter Zuhilfenahme der modifizierten Williamson-Hall (WH) Auftragung analysiert. Änderungen in der Versetzungsstruktur konnten mittels ECCI abgebildet werden. In Kombination mit Orientierungsinformationen aus EBSD-Messungen wurde der kristallographische Verlauf von Segmenten der Versetzungslinien abgeschätzt (cECCI). Nach besten Wissen ist diese Arbeit die erste, in der cECCI an UFG Mikrostrukturen erfolgreich angewendet wurde. Die Ergebnisse der XRD-Experimente zeigen eine Dreiteilung der Versetzungsdichte: (i) Der gesinterte Zustand 0AS besitzt die niedrigste Versetzungsdichte, (ii) gefolgt von den warmgewalzten Materialien 1,7WR – 3,3WR und (iii) dem Zustand nach Kaltwalzen 4,1CR. Die Gruppen sind jeweils durch etwa eine Größenordnung voneinander getrennt. Kaltwalzen ruft weiterhin eine Modifikation der Versetzungsstruktur hervor. Dominieren in den warmgewalzten Zuständen unregelmäßig geformte Versetzungslinien, ist die Mikrostruktur in 4,1CR durch gerade verlaufende Versetzungssegmente geprägt, welche höchstwahrscheinlich reinen Schraubencharakter besitzen.

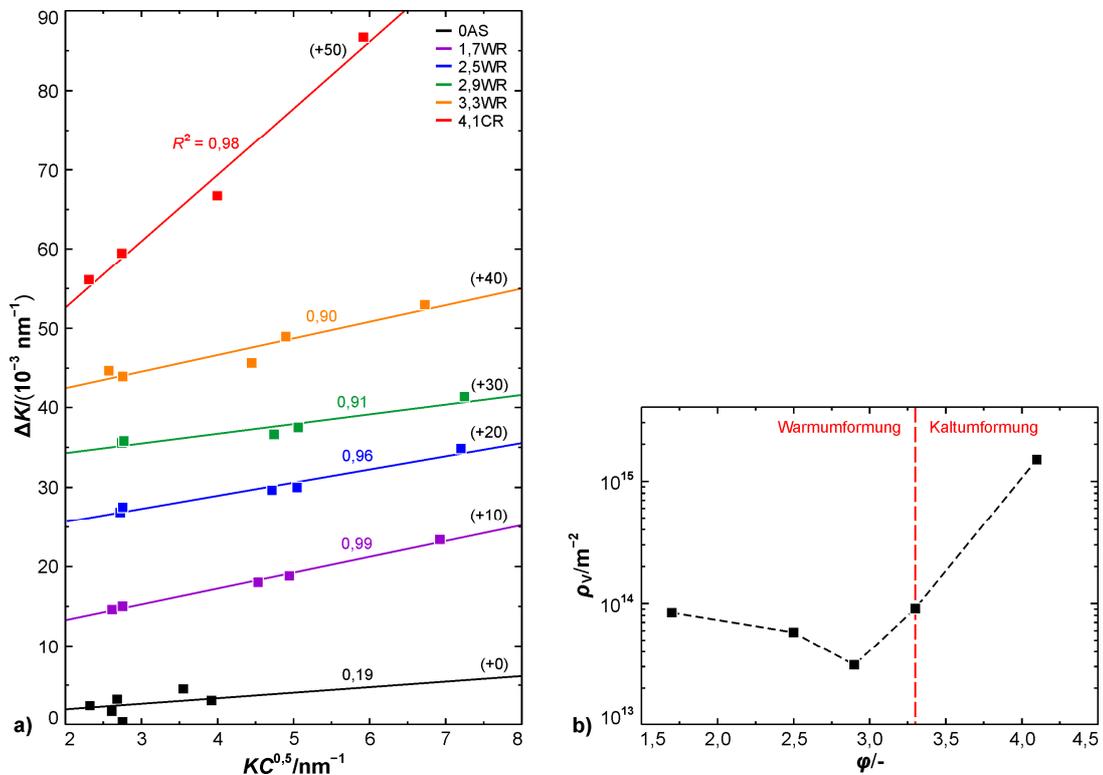
Mit dem Ziel der Abbildung der Entwicklung der Versetzungsdichte sind XRD-Linienprofile aufgenommen worden; siehe Abb. 32, Kap. 5.2. In Abb. 41a sind die Halbwertsbreiten (FWHMs) über den zugehörigen Bragg-Winkeln eingetragen, wobei (i) beide als Größen des reziproken Raumes ausgedrückt sind und (ii) die so konvertierten Bragg-Winkel, mit dem zuvor mittels Regression bestimmten Kontrastfaktoren multipliziert wurden; modifizierte WH-Auftragung nach *Ungar et al.* [287] [Abb. 2]. (iii) Die FWHMs sind um das Geräteprofil korrigiert. Es sind in Abb. 41a nur Reflexe aufge-

führt, die am Maximum wenigstens 3k Zählimpulse aufweisen. Dieser verhältnismäßig niedrig ange-setzte Grenzwert ist eine Maßnahme, trotz der scharfen Walztextur, möglichst viele FWHMs bei der Berechnung der Regressionsgeraden zu berücksichtigen. Nach der modifizierten WH-Methode ist die Versetzungsdichte proportional zu der Steigung der Ausgleichsgeraden. Für eine bessere Les-barkeit sind in Abb. 41a die Datenpunkte der gewalzten Materialien entlang der y-Achse verschoben; für ein gegebenes Material um einen konstanten Betrag. Die Verschiebung der FWHMs (im rezipro-ken Raum) zu größeren Beträgen erfolgte um die in Klammern angegeben Zahlenwerte. Für 1,7WR – 4.1CR werden mit dem iterativen Ansatz der Bestimmung der Kontrastfaktoren in erster Näherung lineare Aufreihungen der Datenpunkte erzeugt. Dies reflektieren auch die Bestimmtheitsmaße, die zu 0,90 – 0,99 bestimmt wurden. Ein konträres Bild kann für 0AS gezeichnet werden: Mit einem Bestimmtheitsmaß von lediglich 0,19 ist die aus der Regressionsgeraden berechnete Versetzungs-dichte von  $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  nicht verlässlich. Dies demonstriert auch der Vergleich mit Literaturdaten. Für W im vollständig rekristallisierten Zustand sind Versetzungsdichten in der Region um  $1 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$  dokumentiert [29, 367]; ebenfalls nach dem WH-Ansatz bestimmt. Da das Sintern von W in der Regel mit Temperaturen oberhalb von 2000 K verknüpft ist und für mehrere Stunden andauert [1], ist davon auszugehen, dass umgeformt und rekristallisierte Zuständen vergleichbare Versetzungsdichten wie gesintertes W besitzen. Die fehlgeschlagene Anpassung der Kontrastfaktoren für 0AS ist wahr-scheinlich in der niedrigen Versetzungsdichte begründet. Im Ergebnis sind die Reflexverbreiterungen nur schwach ausgeprägt und experimentelle Fehler wirken sich überproportional stark aus.

Für 1,7WR – 4,1CR gelten die für 0AS vorgebrachten grundlegenden Zweifel an der Aussagekraft der mittels der modifizierten WH-Methode ermittelten Versetzungsdichte nicht. Ein Vergleich der in dieser Arbeit dokumentierten Versetzungsdichten mit Ergebnissen, die auf einer identischen Daten-basis beruhen, jedoch nach verwandten Ansätzen bestimmten wurden, zeigt, dass die absoluten Ergebnisse auch von dem gewählten Variante beeinflusst sind; vgl. *Ungar et al.* [287] [Gl. 5], [300] [Gl. 11] und [305] [Gl. 9] für verschiedenen Varianten der modifizierten WH-Methode. Daher sollen im Weiteren weniger die absoluten Versetzungsdichten diskutiert und stattdessen die Unterschiede untereinander in den Vordergrund gerückt werden. Die Entwicklung der Versetzungsdichte durch den Walzprozess ist in Abb. 41b über dem Umformgrad dargestellt. Es wird eine anfängliche Reduk-tion der ermittelten Versetzungsdichte beobachtet, die für Material 2,9WR in einem Minimum mün-det. Mit dem Walzschritt 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR wird jedoch eine Zunahme der Versetzungsdichte erzielt, sodass die Versetzungsdichte in 3,3WR vergleichbar mit 1,7WR ist. Es wird die Vermutung geäußert, dass die Ursache für die Abnahme der Versetzungsdichte während der Warmumformung in Zusam-menhang mit einer Zunahme der Triebkraft für Erholungs- und Rekristallisationsprozesse steht. Mit dem Anstieg des Umformgrades ist eine Beschleunigung der Kinetik von Defektausheilung und Korneubildung zu erwarten [368].

Kaltwalzen ruft eine Zunahme der Versetzungsdichte um etwa eine Größenordnung hervor. Damit besitzt 4,1CR klar die höchste Versetzungsdichte aller hier untersuchten Materialien. Die Verset-zungsdichte von  $1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  ist in einer ähnlichen Region, die *Hepp* [369] [Tab. 5.16] für gezogene W-Drähte angibt. Auch *Oh et al.* [367] und *Ren et al.* [141] finden in XRD- und TEM-Untersuchungen an kaltgewalzten W-Materialien vergleichbare Versetzungsdichten. Mit dieser nochmaligen Steige-rung um eine Größenordnung kann eine Dreiteilung der Materialien dieser Arbeit hinsichtlich ihrer Versetzungsdichten vorgenommen werden. Der gesinterte Zustand besitzt eine um eine Größenord-nung, vermutlich jedoch eher um zwei Größenordnungen, niedrigere Versetzungsdichte als die Gruppe 1,7WR – 3,3WR. Die warmgewalzten Materialien weisen ihrerseits im Mittel eine Verset-zungsdichte auf, die ebenfalls eine Größenordnung niedriger ist als nach dem Kaltwalzen. Es liegt

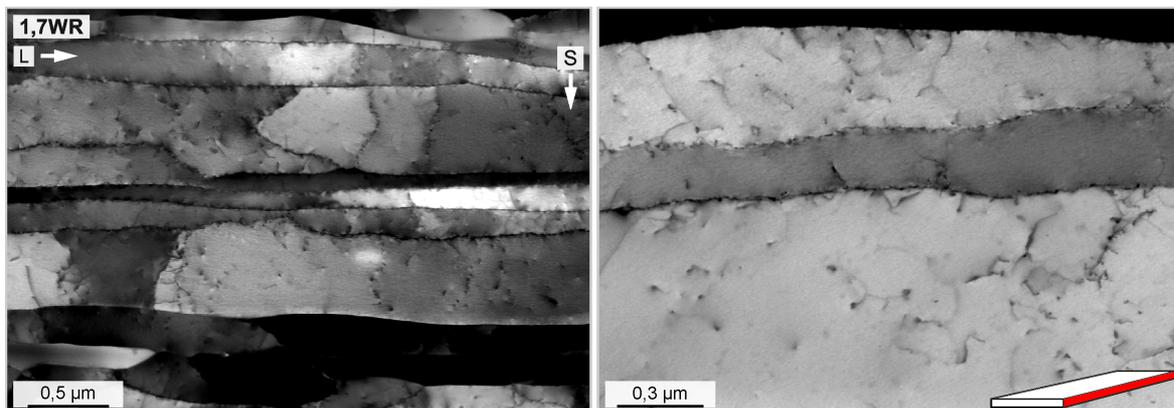
der Schluss nahe, dass die Versetzungsdichte in hochgradig umgeformtem W durch die Verformungstemperatur des letzten Produktionsschrittes kontrolliert wird und weniger von dem Umfang der plastischen Verformung.



**Abb. 41:** Entwicklung der Versetzungsdichte. In (a) sind in der modifizierten WH-Auftragung die FWHMs im reziproken Raum  $\Delta K$  über den Bragg-Winkel  $K$  und Kontrastfaktor  $C$  aufgetragen. Mit dem Ziel einer verbesserten Anschaulichkeit sind die Datenpunkte der gewalzten Materialien hinsichtlich der FWHM parallel verschoben. Die Steigung der Trendgeraden ist hier von nicht beeinflusst. Die in Klammer eingefasste Zahl gibt Auskunft über den Betrag, um den die Parallelverschiebung erfolgte. In (b) ist die Entwicklung der Versetzungsdichte  $\rho_v$  über dem Umformgrad  $\phi$  aufgetragen.

Ein direkter Eindruck über die Versetzungsstrukturen wurde mittels ECCI erlangt. Diese Abbildungsmethode wurde gewählt, da ECCI die Beobachtung von Versetzungen an in klassischer Weise präparierten metallographischen Schliften via SEM-BSD erlaubt. Die Präparation von TEM-Proben für die Ebenen höchsten Interesses (hier: LS und TS) konnte in einer früheren Studie nicht mit der angestrebten Abbildungsqualität realisiert werden [196]. Ansätze beruhend auf dem elektrolytischen Dünnen (TenuPol) wurden durch die geringen Blechstärken (1,0 – 0,1 mm) erschwert. Auf der anderen Seite waren mittels FIB herausgearbeitete TEM-Lamellen durch das Bombardement mit  $\text{Ga}^+$  in einem Grad durch Punktdefekte geschädigt, der keine Beobachtung von Versetzungen erlaubte; vgl. Ref. [310] [Abb. 2] und Abb. 25, Kap. 4.3.3. In Abb. 42 ist die Versetzungsstruktur von 1,7WR in der Ebene LS gezeigt. Der physikalische Kontrast wurde bei den Aufnahmen invertiert, sodass ein Versetzungskontrast äquivalent zu TEM-Hellfeldabbildungen erzielt wird. In Hinblick auf die Kornstruktur werden die bereits mittels EBSD ermittelten Charakteristika bestätigt: Die Körner sind in der S-Richtung in ihrer Ausdehnung begrenzt und entlang der Walzrichtung langgestreckt. Die Körner in 1,7WR besitzt weiterhin eine vergleichsweise heterogene Substruktur. Kleinere Körner existieren neben Körnern mit größeren Abmessungen, die eine ausgeprägte Subkornstruktur aufweisen. Bei höherer Vergrößerung können in den Subkorn Grenzen individuelle Versetzungen ausgemacht werden. In Abb. 42b haben die Versetzungslinien eine unregelmäßige, zufällige Morphologie. Eine hohe Anzahl von Durchstoßpunkten weist auf einen nennenswerten Anteil von Versetzungen hin, die unter diesen Bedingungen nicht als Linie abgebildet werden.

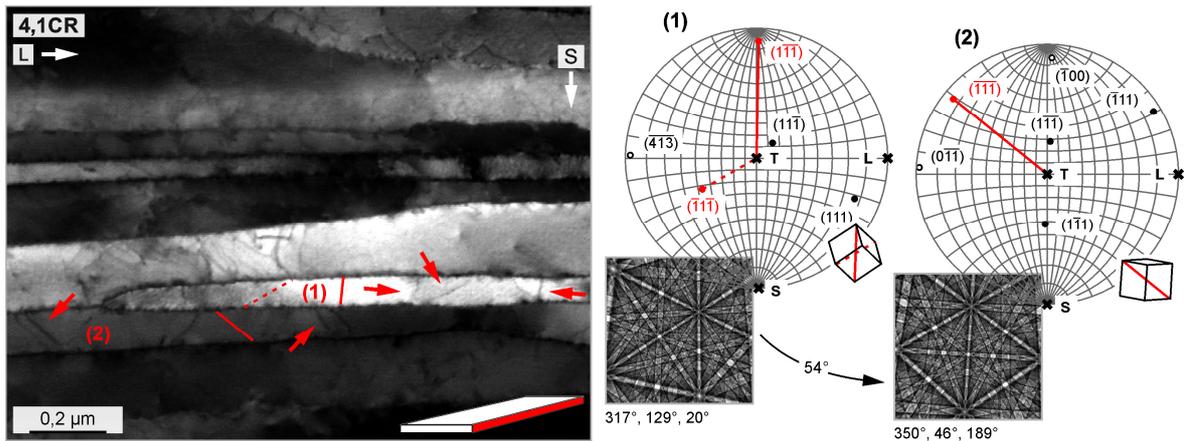
Für Material 4,1CR wird eine zu 1,7WR differente Mikrostruktur festgestellt. In dem in Abb. 43 dargestellten Ausschnitt besitzen alle Körner ein hohes Seitenverhältnis und eine Subkornstruktur in der Ausprägung von 1,7WR existiert nicht. Ein lamellarer Eindruck wird vermittelt. Versetzungsgrenzen bzw. individuelle Versetzungen in Grenzen sind nicht wahrzunehmen, stattdessen sind die Korngrenzen scharf von dem Korninneren abgegrenzt. Innerhalb einzelner Körner sind Kontrastwechsel auffällig, da in deren Nähe keine Versetzungsansammlungen oder -grenzen identifiziert werden können. Dies kann als ein Hinweis gewertet werden, dass nach dem Kaltwalzen Eigenspannungen verbleiben; mehr als dies nach dem Warmwalzen wahrnehmbar ist. Generell sind in Abb. 43 die Bereiche, in dem die Beugungsbedingungen eine Beobachtung von Versetzungen ermöglichen, limitiert. Ein Korn nahe der Zweistrahlbedingung ist in Abb. 43 mit (1) markiert und vermutlich durch eine LAB von einem größeren, oberhalb lokalisierten Kornvolumen abgetrennt. Korn (1) besitzt die Euler-Winkel  $\{317^\circ, 129^\circ, 20^\circ\}$  und befindet sich damit annähernd auf dem idealen Verlauf der  $\gamma$ -Faser; vgl. Abb. 17, Kap. 4.3.1. Dies verdeutlicht die Lage der in Abb. 43 eingezeichneten Elementarzelle für diese Orientierung. Eine kristallographische Ebene von Typ  $\{111\}$  ist in erster Näherung planparallel zur Walzebene ausgerichtet. In Korn (1) wird eine Häufung von Versetzungen wahrgenommen, dessen Versetzungslinien eine gerade Form besitzen und über ihre gesamte Länge unter einem konstanten Neigungswinkel verlaufen. Diese Versetzungen beginnen und enden an horizontal ausgerichteten, parallel zu der Walzrichtung verlaufenden Korngrenzen und erstrecken sich entlang der S-Richtung über die gesamte Korngröße. Auch in dem benachbarten Korn (2) liegen Versetzungslinien dieser Form von überproportional oft vor. Mittels EBSD-Punktanalyse ist die Kristallorientierung zu  $\{350^\circ, 46^\circ, 189^\circ\}$  bestimmt worden. Die Elementarzelle demonstriert, dass diese Orientierung der  $\alpha$ -Faser zugerechnet werden kann und sich nahe der gedrehten Würfellage befindet. Ein leichtes Defizit bei der Planparallelität der  $\{001\}$ -Ebene hinsichtlich der Walzebene wird vernachlässigt. Es erscheint wenig wahrscheinlich, dass die gehäufte Beobachtung von Versetzungslinien mit geradem Verlauf ein Artefakt einer speziellen Orientierung bzw. Beugungsbedingung darstellt und stattdessen ein Charakteristikum von 4,1CR ist.



**Abb. 42:** Subkorn- und Versetzungsstruktur in 1,7WR. Die ECCI-Abbildungen sind mit invertiertem Kontrast dargestellt; helle Körner befinden sich in Beugungsbedingung oder in der Nähe dieser. Die untersuchte LS-Ebene ist in der Übersicht verdeutlicht. Abbildung aus Ref. [370].

Gerade Versetzungssegmente sind auch für SX W dokumentiert [78, 186, 371] und stehen damit nicht zwingend mit der UFG Mikrostruktur von 4,1CR in Verbindung. Auch ist dieses Phänomen nicht auf W beschränkt, sondern ebenfalls für  $\alpha$ -Fe [372] und SX Mo [114] beschrieben. Alle aufgeführten in-situ TEM-Studien haben gemein, dass die plastische Verformung bei Temperaturen erfolgte, die der Kaltumformung zuzurechnen sind; in der Regel RT. *Stephens et al.* [78] und *Tabata et al.* [371] konnten bereits früh zeigen, dass aus einer Kaltumformung resultierende, gerade Versetzungsseg-

mente in W entlang  $\langle 111 \rangle$ -Richtungen verlaufen. Damit ist der Linienvektor parallel zum dominierenden Burgers-Vektor in W ausgerichtet. Dies identifiziert diese Segmente als reine Schraubenversetzungen. Kubin [183] erklärt das Auftreten von geraden Schraubenversetzungen mit der eingeschränkten Mobilität der Schraubenversetzung in krz Metallen unterhalb der KT. Unterhalb der KT können die Segmente, die einen Stufen- bzw. gemischten Charakter aufweisen, in gleicher Zeit eine deutlich größere Wegstrecke zurücklegen als Schraubensegmente [373]. Die unterhalb der KT weiterhin sehr mobilen Versetzungen ohne Schraubencharakter eilen den verbundenen Schraubenversetzungen voraus. Dabei hinterlassen die mobilen Segmente eine gerade Versetzungslinie, welche Schraubencharakter besitzt.



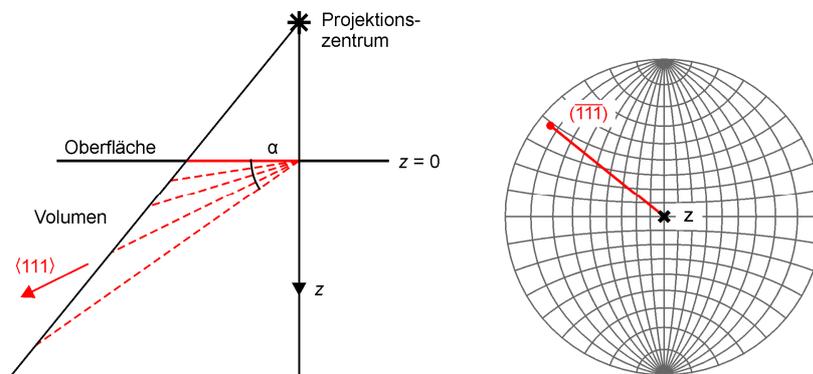
**Abb. 43:** cECCI an 4,1CR. ECCI-Abbildung mit invertierten physikalischen Kontrast. Rechts sind für die Körner (1) und (2) die Polfiguren dargestellt. Die beiden mittels EBSD gemessenen Orientierungen sind durch die Abbildung der Einheitszelle verdeutlicht. Die rot eingezeichneten Linien entsprechen den Pfaden, unter denen die Projektion von Versetzung mit einem Linienvektor parallel zur  $\langle 111 \rangle$ -Richtung sichtbar sein sollten. Pfeile weisen auf Versetzungssegmente hin, die parallel zu den konstruierten Pfaden verlaufen. Abbildung aus Ref. [370]. EBSPs mittels Bruker ESPRIT DynamicS generiert.

Nachfolgend wird ein Versuch unternommen, aufzuklären, ob der an kaltverformten Einkristallen abgeleitete Befund auf kaltgewalztes UFG W übertragen werden kann. Hierbei ist das Ziel, in Kombination mit EBSD die kristallographische Richtung zu bestimmen, entlang der die geraden Versetzungssegmente verlaufen. Nach bestem Wissen stellt diese Arbeit die erste Untersuchung dar, in der cECCI auf UFG W erfolgreich angewendet werden konnte.

In Abb. 43 sind die Polfiguren der mit (1) und (2) markierten Kristallbereiche gezeigt. Für die Verifikation des Schraubencharakters der geraden Versetzungssegmente sind unter Zuhilfenahme der Polfiguren die Spuren konstruiert worden, die Versetzungslinien parallel zur  $\langle 111 \rangle$ -Richtung als Projektionen hinterlassen. Die Projektionen wurden durch das Verbinden der Durchstoßpunkte mit dem Projektionszentrum generiert und sind auszugswise in den Polfiguren als rote Linien eingezeichnet. Infolge der zuvor vorgenommenen Kalibration von EBSD-Kamera und BSE-Detektor sollten  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen in der ECCI-Abbildung unter den konstruierten Neigungswinkeln erscheinen. Für eine bessere Einschätzung der Neigungswinkel ist ein Übertrag der Spuren aus den Polfiguren in die ECCI-Abbildung vorgenommen worden. In Korn (1) werden für zwei der konstruierten Neigungswinkel gerade Versetzungslinien gefunden. Diese Versetzungen sind in Abb. 43 mit Pfeilen markiert. Auch für Korn (2) wird eine gute Übereinstimmung zwischen mehreren Versetzungslinien und einer erwarteten Spur gefunden. Dies kann als ein starker Hinweis dafür gewertet werden, dass (i) gerade Versetzungssegmente in UFG W einen reinen Schraubencharakter besitzen und (ii) die Form der Versetzungslinien eher mit der Reduktion der Walztemperatur zu erklären ist als mit dem hohen Umformgrad.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Formal ist eine Versetzungslinie, die in Übereinstimmung mit der konstruierten Spur einer Versetzungslinie parallel  $\langle 111 \rangle$  verläuft, kein Beleg für die Vermutung, dass beide Linienvektoren vom selben Typ sind. Dies ist der zweidimensionalen Abbildung einer räumlichen Geometrie im SEM geschuldet. Mit ECCI sind nur die Projektionen von Versetzungslinien im Kristallvolumen zugänglich. Eine Quantifizierung des wahren räumlichen Verlaufs der Versetzungslinie ist in der Regel nicht möglich. Der Winkel zwischen Versetzungslinie und Probenoberfläche bleibt unbestimmt. Ein infinitesimales Winkelinkrement resultiert in beliebig vielen mathematischen Lösungen für eine projizierte Spur. Diese Problematik ist in Abb. 44 verdeutlicht. Korn (2) aus Abb. 43 bildet die Grundlage für die als Beispiel eingeführte Situation. Neben der Polfigur ein Querschliff der untersuchten Probe skizziert. Anhand der Richtung  $z$  wird der Zusammenhang zwischen der in der ECCI-Abbildung beobachteten Projektion der Versetzungslinie und dem Querschliff deutlich. Beträge von  $z$  größer null beschreiben eine Position unterhalb der Probenoberfläche. Die im Querschliff entlang der Oberfläche verlaufende rote Linie entspricht der Projektion einer Versetzungslinie. Alle unter den Winkeln  $\alpha$  eingezeichneten Strichlinien sind gültige Lösungen für die Quelle dieser Projektion. Entgegen der Mathematik verlaufen Versetzungslinien in realen Kristallen in der Regel parallel zu den dichtestgepackten Richtungen; also  $\langle 111 \rangle$  im krz Gitter [181]. Es wird gefolgert, dass aus dem in Abb. 44 gezeigten Satz von Strichlinien nur die Lösung die wahren Gegebenheiten beschreibt, die parallel zu  $\langle 111 \rangle$  verläuft. Die oben vorgebrachte Einschränkung hinsichtlich der Aussagekraft der angewendeten Methodik ist damit eher theoretischer Natur. Somit gilt weiterhin, dass die in Material 4,1CR vorgefundenen geraden Versetzungslinien aller Wahrscheinlichkeit nach reinen Schraubencharakter besitzen.



**Abb. 44:** Projizierter und wahrer Verlauf von Versetzungslinien. Es sind Beispiele für das Auftreten einer Versetzungslinie in einer ECCI-Abbildung hinsichtlich des räumlichen Verlaufs der Versetzungslinie im Kristall gezeigt. Der Winkel  $\alpha$  entsteht zwischen der Probenoberfläche und dem wahren Verlauf der Versetzungslinie. Auf Höhe der Koordinate  $z = 0$  verläuft die Probenoberfläche.

## 5.4 Charakterisierung des Spröd-duktil-Übergangs hinsichtlich des ratenkontrollierenden Prozesses der Plastizität am BDT durch Betrachtung der Arrhenius-Aktivierungsenergien

Hochgradig umgeformte W-Materialien sind hinsichtlich ihrer Verformbarkeit bei RT konventionell hergestellten Zuständen weit überlegen. Einhergehend mit einer BDT-Temperatur unter RT, kann durch das Einstellen einer UFG Mikrostruktur sogar stabiles Risswachstum bei RT erreicht werden [239, 240]. Stand 2021 besteht kein Konsens über den Mechanismus, der den BDT in UFG W kontrolliert. Experimentelle Arbeiten bringen sowohl Argumente für das Gleiten der Schraubenversetzung [180, 196, 244, 245] als auch die Bewegung der Stufenversetzung [140, 141] vor. Ferner werden für UFG Materialien auch Versetzungs-Korngrenzen-Wechselwirkungen als ratenlimitierender Prozess der plastischen Verformung diskutiert [180]. Im Zentrum der nachfolgenden Betrachtungen steht die Entwicklung der Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur mit zunehmendem Umformgrad und abnehmender Korngröße. Anhand von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien werden Schlussfolgerungen zur Natur des ratenlimitierenden Prozesses gezogen.

### 5.4.1 Verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur und Betrachtung des Einflusses der Wahl der experimentellen Methodik

Der positive Einfluss der Umformung auf die BDT-Temperatur von W ist wohlbekannt [1]. Die Fortsetzung dieser Tendenz konnte in dieser Arbeit für das UFG Regime bestätigt werden. Zu dem Zeitpunkt der experimentellen Untersuchungen stellte die Übergangstemperatur des kaltgewalzten UFG Materials 4,1CR mit 210 K die niedrigste für W mit technischer Reinheit dokumentierte BDT-Temperatur dar. Bei RT und selbst bei Prüftemperaturen deutlich unterhalb wurde bei quasi-statischer Versuchsführung stabiles Risswachstum beobachtet.

Hinsichtlich der Bestimmung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien wurde die Versuchsplanung so angelegt, dass pro Material die Übergangstemperatur bei drei Lastraten bestimmt wird. Diese Zielvorgabe konnte für fünf der sechs Materialien erfolgreich umgesetzt werden, d. h. jeweils drei Messreihen ermöglichten eine zuverlässige Ermittlung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. Lediglich nach der Auswertung der Datenlage zu 1,7WR wurde die Entscheidung getroffen, die Aufnahme einer zusätzlichen vierten Messreihe zu forcieren. *Zwei Ansätze wurden für die Ermittlung der BDT-Temperaturen parallel verfolgt; siehe Erläuterungen in Kap. 4.4.1: (i) Für das 2%-Kriterium wurde jeder Versuch als einer der Kategorien spröde, semi-duktil, oder duktil zugehörig klassifiziert. Die BDT-Temperatur der jeweiligen Messreihe entspricht nach dem 2%-Kriterium der niedrigsten Prüftemperatur ohne spröden Versuch. (ii) Die Auswertung nach dem Mittellinienkriterium beruht auf einem angenäherten Verlauf des J-Intergrals über der Prüftemperatur. Dabei findet die Einzelklassifizierung der Versuche keine Berücksichtigung. Die BDT-Temperatur nach dem Mittellinienkriterium entspricht der Prüftemperatur, die dem Schnittpunkt von angenähertem Verlauf und dem Mittelwert aus Hoch- und Tieflage am nächsten kommt. Im Ergebnis liegen in dieser Ausarbeitung pro Messreihe, also pro Material (6) und Lastrate (je 3 – 4), zwei unabhängig voneinander bestimmte BDT-Temperaturen vor.*

#### *BDT-Temperaturen (i); 2%-Kriterium*

In Abb. 45 sind die Ergebnisse der Bruchmechanikversuche nach dem 2%-Kriterium dargestellt. Es ist die kritische Spannungsintensität über der Prüftemperatur aufgetragen. Jeder Datenpunkt repräsentiert ein Experiment. Die Gestalt des jeweiligen Datenpunktes spiegelt die Klassifizierung des

Versuchs wider: (i) Sprödes Materialverhalten wird durch gefüllte Symbole, (ii) semi-duktilen durch mit Diagonalstrichen versehene Quadrate und (iii) duktilen Materialverhalten durch offene Symbole signalisiert. Die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium der jeweiligen Messreihe ist durch eine rote Linie gekennzeichnet. Zusätzlich ist in Rot ein Übergangsbereich ausgewiesen. Dieser umfasst das Temperaturfenster zwischen BDT und der niedrigsten Prüftemperatur, für die semi-duktilen oder duktilen Materialverhalten beobachtet wurde. In Abb. 45 sind die Ergebnisse aller Messreihen dieser Arbeit zusammengestellt; exklusive der für 1,7WR zusätzlich aufgenommenen vierten Messreihe; siehe Abb. A11, Anhang C. Entlang der Horizontalen befinden sich die Messreihen für ein Material. Dabei steigt die Lastrate von links nach rechts an. Mit der vertikalen Position in der Zusammenstellung wechselt das untersuchte Material. In der ersten Zeile ist 0AS Inhalt. In den nachfolgenden Zeilen sind die Ergebnisse zu 1,7WR – 4,1CR abgebildet. Dabei nimmt absteigend der Umformgrad zu. Geprüftes Material und die aufgebrachte nominelle Lastrate sind jedem Diagramm über eine jeweils oben links positionierte Bezeichnung zu entnehmen. Über den alphanummerischen Code wird das Material identifiziert. Der Wert nach dem Trennstrich gibt Auskunft über die Lastrate ( $\text{MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ ) der Messreihe.

*Nach einem ersten Studium der Diagramme in Abb. 45 können bereits drei elementare Feststellungen getroffen werden: (i) Im Gesamttrend sinken die BDT-Temperaturen mit zunehmendem Umformgrad der Materialien; unabhängig von der betrachteten Lastrate. Dies belegt, dass die bei moderater Umformung von W dokumentierte Tendenz einer Reduktion der BDT-Temperatur auch für hohe Umformgrade Bestand hat. (ii) Mittels hochgradigem Warm- und Kaltwalzen können in W BDT-Temperaturen unterhalb von RT realisiert werden; bei quasi-statischer Belastung und Nutzung von gekerbten Proben. Dies bedeutet stabiles Risswachstum bei RT in W (monolithisch und technisch rein), nachfolgend über den Begriff der Raumtemperaturduktilität zum Ausdruck gebracht. (iii) Unabhängig vom Umformgrad ist für alle Materialien eine Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur zu identifizieren. Eine Steigerung der Lastrate geht mit einer Verschiebung des BDT zu höheren Temperaturen einher. Es wird gefolgert, dass selbst bei W mit Raumtemperaturduktilität der BDT bzw. der ratenlimitierende Prozess der Rissspitzenplastizität am BDT thermisch aktiviert ist.*

Auf Basis der Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium soll nachfolgend die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur studiert werden. Im Generaltrend ist diese unabhängig von der Wahl der betrachteten Lastrate. Die Erörterungen werden daher auf die Übergangstemperaturen der nominellen Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  eingeschränkt, d. h. auf die Diagramme der mittleren Spalte von Abb. 45. Mit 850 K besitzt 0AS die höchste Übergangstemperatur aller im Rahmen dieser Arbeit geprüften Materialien. Ein Vergleich mit Literaturdaten zu gesinterten W [8–11] zeigt, dass 850 K am unteren Ende des dokumentierten Bereiches angesiedelt ist. In der Mehrzahl der Berichte wird für den BDT im quasi-statischen Fall eine Temperatur um 1100 K genannt [8, 9, 11]. Lediglich *Faleschini et al.* [10] [Abb. 1] geben mit 900 K einen mit dieser Ausarbeitung vereinbaren Wert an. Alle Übergangstemperaturen der zitierten Studien beruhen auf bruchmechanischen Experimenten. Für 1,7WR-1,0 wird eine signifikant niedrigere BDT-Temperatur ermittelt. Mit 450 K entspricht die Reduktion ungefähr einer Halbierung des Ergebnisses zum gesinterten Zustand bei dieser Lastrate. Für die in der Produktionshistorie nachfolgenden Materialien 2,5WR, 2,9WR und 3,3WR fallen die verformungsinduzierten Reduktionen der BDT-Temperatur minder stark aus. Nach dem letzten Walzschritt der Warmumformung, repräsentiert durch 3,3WR, beträgt die Übergangstemperatur 320 K. Obwohl die vom Produktionsschritt 0AS → 1,7WR ausgelöste Reduktion der BDT-Temperatur in den nachfolgenden Warmwalzschritten nicht in diesem Umfang aufrechterhalten werden kann, sind die erzielten Ergebnisse mit 350 K (2,5WR) und 320 K (2,9WR, 3,3WR) vergleichsweise niedrig. Bereits Material 1,7WR liegt mit 450 K unterhalb des aus Literaturdaten bestimmten Temperaturfensters zu moderat umgeformten W-Materialien von 500 – 850 K [10, 16–23, 34]. Zur Relativierung

sei erwähnt, dass in dem Temperaturfenster auch Übergangstemperaturen von spannungsfrei-geglühte Materialien enthalten sind.

Erst nach dem Kaltwalzen 3,3WR → 4,1CR wird mit 110 K nochmals eine signifikante Reduktion der BDT-Temperatur festgestellt. Bei Anwendung des 2%-Kriteriums wird aus 4,1CR-1,0 eine BDT-Temperatur von 210 K ermittelt. Unter den gewählten Randbedingungen besitzt 4,1CR damit eine Übergangstemperatur unterhalb von RT. Stabile Rissausbreitung bei RT und selbst bei 190 K war zum Zeitpunkt der Experimente für W-Materialien ohne Re beispiellos. In der Zwischenzeit konnten *Lied et al.* [239] [Abb. 1] durch einen auf log. 4,7 gesteigerten Umformgrad (davon 3,3 durch Warm- und 1,4 durch Kaltwalzen) nochmals tiefere Übergangstemperaturen erzielen. Dabei kam ein vergleichbarer experimenteller Aufbau zum Einsatz. *Diese BDT Temperaturen demonstrieren eindrücklich, dass W entgegen seines Charakters als extrem sprödes Material auch plastische Verformbarkeit bei RT aufweisen kann. Der Schlüssel für die Realisierung dieser Transformation liegt in einer hochgradigen Umformung.*

#### *BDT-Temperaturen (ii); Mittellinienkriterium*

In Abb. 46 ist die Entwicklung des J-Integrals über der Prüftemperatur dargestellt. Die Angaben zum J-Integral beruhen infolge fehlender Instrumentierung hinsichtlich des Risswachstums auf der Summe aus elastischer und dissipierter Energie beim Eintreten des Bruches. Analog zu Abb. 45 beinhaltet jedes Diagramm die gesammelten Ergebnisse einer Messreihe, die durch das geprüfte Material und die Lastrate charakterisiert ist. Die BDT-Temperatur nach dem Mittellinienkriterium ist in durch eine rote Linie markiert; in Grau ebenfalls die Ergebnisse für das 2%-Kriterium.

Nach Durchführung einer Fehlerbetrachtung kann nicht sichergestellt werden, dass die Versuche stets in den Grenzen der linear-elastischen Bruchmechanik erfolgen. Zu den Auswirkungen auf die nach dem 2%-Kriterium abgeleiteten BDT-Temperaturen kann keine Angabe gemacht werden. Nachfolgend werden die Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium bzw. Mittellinienkriterium abgeglichen. Die oben herausgestellten Feststellungen, also (i) die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur, (ii) das Erzielen von Raumtemperaturduktilität nach hochgradiger Warm- und Kaltumformung und (iii) die für UFG W verifizierbare Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur hat nach der Auswertung der Messreihen mit dem Mittellinienkriterium weiterhin Bestand. Darüber hinaus kann ergänzt werden: (iv) Auch nach dem Mittellinienkriterium beträgt die Differenz der Übergangstemperaturen zwischen 0AS und 1,7WR mehr als 400 K. (v) Die umfangreiche Reduktion der BDT-Temperatur durch Kaltwalzen wird bestätigt. (vi) Die nach dem 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium ermittelten BDT-Temperaturen sind vergleichbar. Für die Materialien dieser Arbeit sind beide Ansätze ohne Unterschied für eine zutreffende Bestimmung von Übergangstemperaturen geeignet. Die BDT Temperaturen in Tab. 12 offenbaren, dass in acht von 19 Messreihen die Anwendung von 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium zu einem identischen Ergebnis führt; vor dem Hintergrund der Existenz eines Temperaturintervalls<sup>28</sup>. Dies betrifft die Messreihen: 0AS-100; 1,7WR-1,0; 1,7WR-100; 2,5WR-100; 2,9WR-0,01; 2,9WR-1,0; 3,3WR-0,01 und 4,1CR-100. In weiteren neun Fällen beträgt der Unterschied zwischen Mittellinienkriterium und 2%-Kriterium nur einen Schritt des gewählten Temperaturintervalls: 0AS-1,0; 1,7WR-0,01; 2,5WR-0,01; 2,5-1,0; 2,9WR-100; 3,3WR-1,0; 3,3WR-100; 4,1CR-0,01 und 4,1CR-1,0. Nur für 0AS-0,01 und 1,7WR-500 unterliegen die Übergangstemperaturen in einem größeren Maße dem Bestimmungskriterium. Im letztgenannten Fall beträgt die Differenz 25 K. Für 0AS-0,01 wird mit 80 K die mit Abstand größte Diskrepanz festgestellt

<sup>28</sup> Das Prüfintervall für die Messreihen, die auf ZwickRoell 1474 mit Klimakammer durchgeführt wurden, beträgt 15 K und betrifft alle gewalzten Materialien. Der BDT von 0AS liegt außerhalb des Prüfbereiches der Klimakammer und die Experimente wurden auf ZwickRoell Z150 mit Strahlungsöfen durchgeführt. In diesem Fall beträgt das Temperaturintervall 25 K; vgl. Kap. 4.4.1.

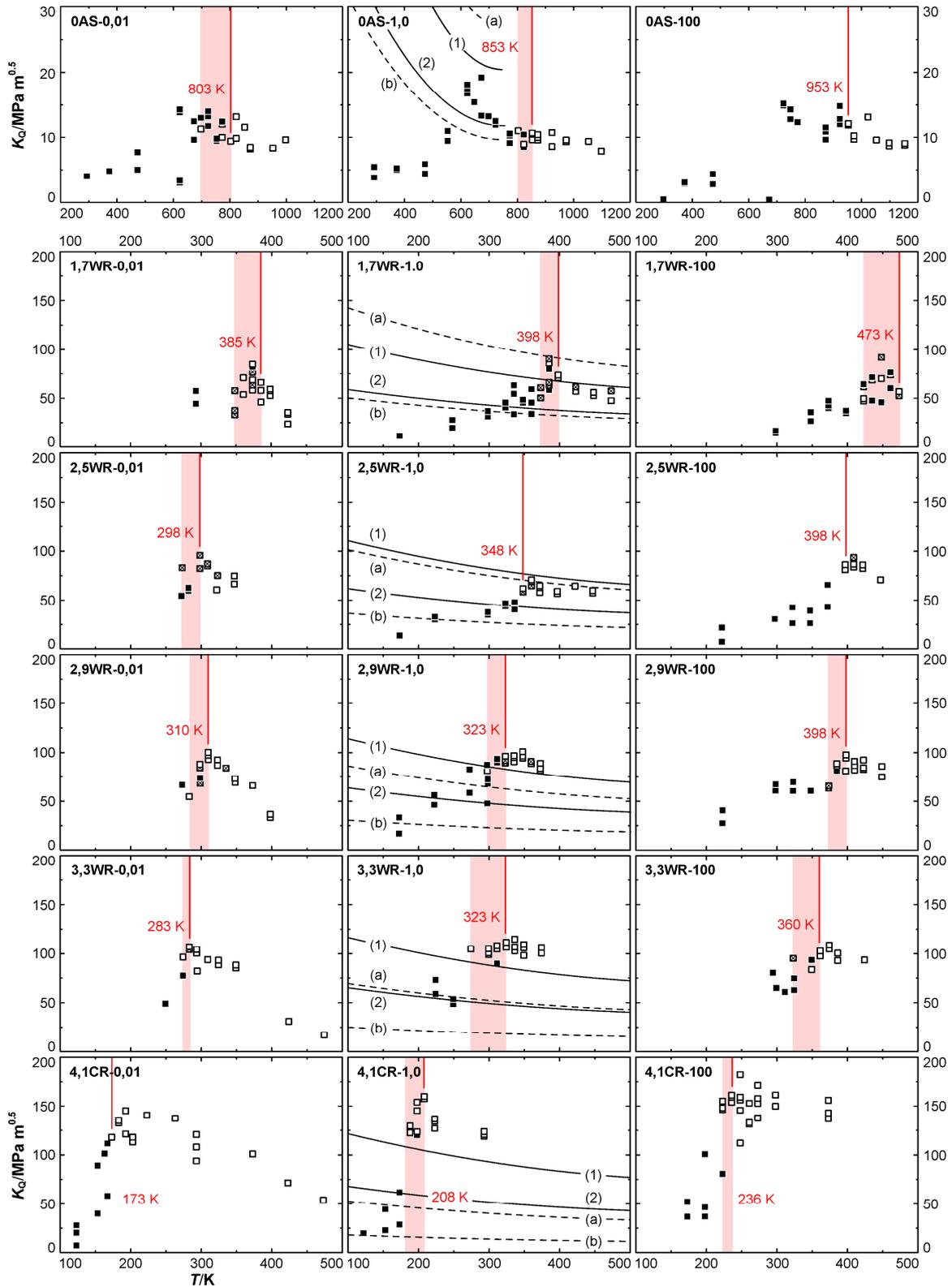
und es liegt die Vermutung nahe, dass eines der beiden Kriterien durch einen Ausreißer negativ beeinflusst ist. Ein Ausreißer ist jedoch weder in Abb. 45 noch Abb. 46 für OAS-0,01 zweifelsfrei zu identifizieren. Werden die Verläufe von J-Integral und kritischer Spannungsintensität individuell betrachtet, entsprechen die BDT-Temperaturen der Entwicklung der jeweiligen Kenngröße über der Prüftemperatur weitestgehend dem Eindruck, der auch in den anderen Messreihen gewonnen wird. Weiterhin liegt die BDT-Temperatur nach dem Mittellinienkriterium für OAS-0,01 innerhalb des in Abb. 46 grau eingezeichneten Übergangsbereiches. Dies wird in allen Messreihen festgestellt, in denen das Mittellinienkriterium zu einer niedrigeren BDT-Temperatur führt als das 2%-Kriterium.

### *BDT-Temperaturen (iii); kombinierter Ansatz*

Für aussagekräftige BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien ist eine akkurate Bestimmung der BDT-Temperaturen eine essentielle Voraussetzung. Ein kombinierter Ansatz aus den Übergangstemperaturen beide Kriterien verspricht den Einfluss von Ausreißern abzuschwächen. In Vorbereitung dessen sind die Differenzen zwischen 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium auf einen methodischen Einfluss zu überprüfen.

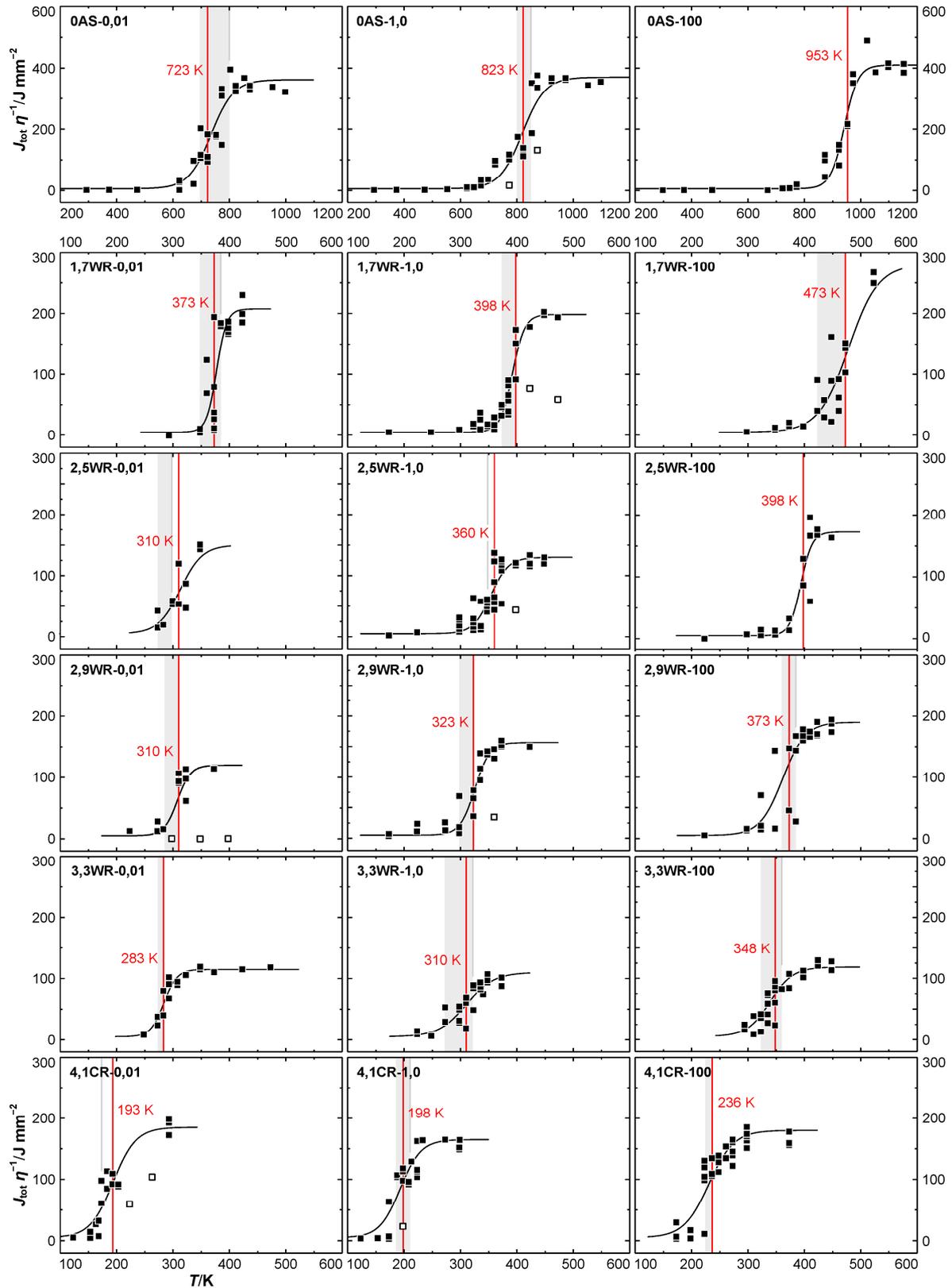
Für die Messreihen OAS-0,01; OAS-1,0; 1,7WR-0,01; 1,7WR-500; 2,9WR-100; 3,3WR-1,0; 3,3WR-100 und 4,1CR1,0 wird mit dem Mittellinienkriterium eine niedrigere BDT-Temperatur bestimmt als nach dem 2%-Kriterium: Für die 2,5WR-0,01; 2,5WR-1,0 und 4,1CR-0,01 ist es umgekehrt. *Zusammengefasst führen in acht Fällen die Anwendung von 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium zu identischen Ergebnissen, in weiteren acht Messreihen ist die Übergangstemperatur nach dem Mittellinienkriterium geringer und dreimal wird mit dem 2%-Kriterium eine tiefere BDT-Temperatur ermittelt. Somit liegen keine klaren Belege für einen methodischen Unterschied in den ermittelten Übergangstemperaturen vor.* Es kann jedoch vermutet werden, dass die Anwendung des 2%-Kriteriums mit leicht höheren BDT-Temperaturen verknüpft ist. Diese Annahme beruht auf einer theoretischen Betrachtung der statistischen Natur der Kennwerte im Übergangsbereich [47] [Anhang 5a]. Als Folge der Spröbruchwahrscheinlichkeit im Übergangsbereich, nimmt mit der Anzahl der Experimente auch die Wahrscheinlichkeit zu, dass bei einer gegebenen Prüftemperatur sprödes Materialverhalten auftritt. Statistisch gesehen kann davon ausgegangen werden, dass mit zunehmendem Probenumfang die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium zu höheren Temperaturen strebt. Die Ergebnisse auf Basis des Mittellinienkriteriums sollten weniger sensitiv auf Ausreißer reagieren; eine gewisse Anzahl an Experimenten vorausgesetzt. Ein einzelner spröder Versuch am oberen Ende des Übergangsbereichs verändert den Verlauf der Näherungskurve nicht maßgeblich und damit auch nicht die BDT-Temperatur nach dem Mittellinienkriterium. Aufgrund des individuellen Charakters bei der Betrachtung der Versuchsergebnisse nach dem 2%-Kriterium kann jedoch ein einzelner Ausreißer das Ergebnis nach diesem Ansatz maßgeblich modifizieren. *Es soll als Fazit dieser Exkursion festgehalten werden, dass (i) die vermutete methodische Abweichung mit maximal einem Intervallschritt klein ist und, (ii) dass dieser Effekt im Verhältnis zum statistischen Einfluss vernachlässigbar ist. Dies ebnet den Weg, die Ergebnisse von 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium in einem kombinierten Ansatz zu nutzen.*

Der kombinierte Ansatz beruht auf den in Abb. 48a, Kap. 5.4.3 gezeigten Regressionsgeraden in der Arrhenius-Auftragung. Es ist die Ist-Lastrate über dem Kehrwert der zugehörigen BDT-Temperatur aufgetragen. Für den kombinierten Ansatz wurden die Regressionsgeraden anhand der Datenpaare aus dem 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium vereint ermittelt. Aus den resultierenden Geradengleichungen wurden die BDT-Temperaturen des kombinierten Ansatzes für die nominellen Lastraten zurückgerechnet; siehe Tab. 12. *Übergangstemperaturen nach dem kombinierten Ansatz sind hinsichtlich der einzelnen Ergebnisse auf Basis von 2% oder Mittellinienkriterium zu bevorzugen. Als Argumente sind hierfür anzuführen: (i) Die BDT-Temperaturen nach dem kombinierten Ansatz sind*



**Abb. 45:** BDT-Temperaturen (i); 2%-Kriterium. Es ist die kritische Spannungsintensität  $K_Q$  über der Prüftemperatur  $T$  aufgetragen. Gefüllte Datenpunkte repräsentieren sprödes, offene mit Diagonalen versehene Symbole semi-duktilen und offene Symbole duktilen Materialverhalten. Rote Linien repräsentieren die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium. Der in Rot gekennzeichnete Übergangsbereich entspricht der Spanne von der niedrigsten Temperatur, bei der erstmals semi-duktilen oder duktilen Materialverhalten beobachtet werden konnte, bis zur BDT-Temperatur. Schwarze Grenzkurven zeigen die Spannungsintensität für die Kriterien: (1) Der Radius der plastischen Zone im ESZ beträgt 2 % der Ligamentweite; (2) gleiches Kriterium jedoch für den EDZ berechnet; (a) die Probendicke ist vollständig vom ESZ durchdrungen; und (b) der EDZ überwiegt; vgl. Kap. 4.4.1.

## 5 Ergebnisse und Diskussion



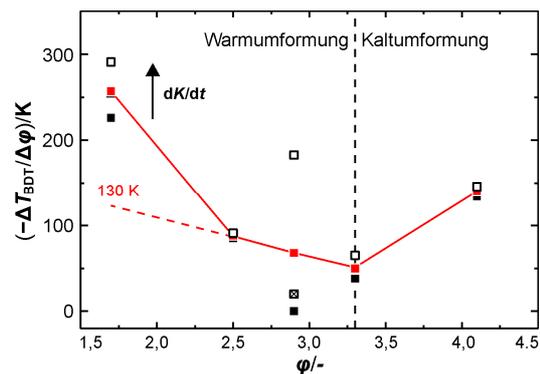
**Abb. 46:** BDT-Temperaturen (ii); Mittellinienkriterium Es ist der Quotient aus J-Integral und Beiwert  $J_{\text{tot}} \eta_{\text{pl}}^{-1}$  über der Temperatur  $T$  aufgetragen. Die in den Diagrammen oben links angegebene Bezeichnung gibt Auskunft über das geprüfte Material und die angewendete nominelle Lastrate der Messreihe. Die schwarze Kurve entspricht der angenäherten Entwicklung. Offene Symbole blieben bei der Regression unberücksichtigt. Die roten Linien kennzeichnen die BDT-Temperaturen nach dem Mittellinienkriterium. Die parallel hierzu angeordneten grauen Linien referenzieren auf die BDT-Temperaturen nach dem 2%-Kriterium. Für die Ergebnisse der Messreihe 1,7WR-500 siehe Anhang C, Abb. A11.

bezüglich der Abweichung zwischen Soll- und Ist-Lastrate korrigiert, also für die Nominalrate rückgerechnet. (ii) Jede Ausgleichsgerade beruht auf mindestens sechs Datenpunkten. Ausreißer werden als Resultat zu einem gewissen Grad ausgeglichen.

Die Vorteile der Anwendung des kombinierten Ansatzes werden nach der Betrachtung der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in Abb. 47 deutlich. War der anhand Abb. 45 und Abb. 46 diskutierte Gesamttrend noch eindeutig, so wird zum Teil für einzelne Walzschritte eine hiervon abweichende Entwicklung beobachtet; vgl. für das 2%-Kriterium 2,5WR-0,01 → 2,9WR-0,01; 2,5WR-100 → 2,9WR-100 und 2,9WR-1,0 → 3,3WR-1,0 sowie für das Mittellinienkriterium den Walzschritt 2,5WR-0,01 → 2,9WR-0,01. Diese Anomalien werden durch die Anwendung des kombinierten Ansatzes eliminiert. In Abb. 47 ist die Reduktion der Übergangstemperatur auf die Änderung des Umformgrades normiert und über dem kumulierten Umformgrad aufgetragen. Die normierten Reduktionen sind für die Lastraten 0,01 (schwarze Quadrate); 1,0 (offene Symbole mit Diagonalen) und 100 MPa m<sup>0,5</sup> s<sup>-1</sup> (offene Quadrate) eingetragen. Die Datenpunkte der einzelnen Lastraten ordnen sich naturgemäß in einer aufsteigenden Reihenfolge an, d. h. die kleinste Änderung der BDT-Temperatur wird für die Belastungsrate von 0,01 MPa m<sup>0,5</sup> s<sup>-1</sup> ermittelt, danach folgen die Ergebnisse zu den Raten 1,0 und 100 MPa m<sup>0,5</sup> s<sup>-1</sup>. Für vier der fünf Produktionsschritte stellt sich dieses Dreipunktmuster gleichförmig dar. Für den Produktionsschritt 2,5WR → 2,9WR wird jedoch eine starke Streuung der Datenpunkte beobachtet. Dies kann durch eine Mittelwertbildung kompensiert werden. Die gemittelten relativen Reduktionen für die drei Belastungsraten sind in Rot eingetragen. Aus dem Verlauf der Mittelwerte kann abgelesen werden, dass die Effizienz der Duktilisierung sowohl von dem Umformgrad als auch von der Walztemperatur bestimmt ist. Hinsichtlich der Reduktion der Übergangstemperatur können drei Trends abgeleitet werden: (i) Die Reduktion ist kontinuierlich. (ii) Bei gleichbleibender Verformungstemperatur (hier Warmwalzen) ist die pro Umformgrad erzielte Reduktion der BDT-Temperatur mit ansteigendem kumuliertem Umformgrad rückläufig. (iii) Zumindest bei hohen Umformgraden übersteigt der Gewinn durch Kaltwalzen um ein Vielfaches die Reduktion, die mittels Warmwalzen erzielt wird.

Mit zunehmendem Umformgrad kann eine kontinuierliche Verringerung der BDT-Temperatur konstatiert werden. Mit einer absoluten Differenz von 440 K stellt die Reduktion infolge der Umwandlung 0AS → 1,7WR den Maximalwert dieser Ausarbeitung dar. Diese Aussage gilt auch für die normierte Reduktion, die in diesem Produktionsschritt 260 K pro Umformgrad beträgt. Mit weiter zunehmender Warmumformung ist die Abnahme der BDT-Temperatur weiterhin klar in Abb. 47 zu identifizieren, beträgt jedoch im Vergleich zu den oben angeführten 440 K für 1,7WR → 2,5WR lediglich 70 K. Ein Vergleich absoluter Reduktionen erscheint jedoch infolge der Unterschiede in den Änderungen des Umformgrades der einzelnen Walschritte nicht zielführend. Die normierte Reduktion durch den Walzschritt 1,7WR → 2,5WR beträgt 90 K und liegt damit deutlich näher an dem Wert von 260 K aus dem ersten Walzschritt. Es muss jedoch festgehalten werden, dass die Effizienz der Duktilisierung mit ansteigendem Umformgrad rückläufig ist. Die Reduktion der BDT-Temperatur pro Änderung im Umformgrad beträgt für 1,7WR → 2,5WR etwa ein 30 % des Betrages der für 0AS → 1,7WR ermittelt wurde. Die Tendenz einer abnehmenden Effizienz setzt sich in den weiteren Warmwalzschritten fort. Die in Tab. 12 aufgelisteten BDT-Temperaturen weisen für 2,5WR → 2,9WR sowie 2,9WR → 3,3WR eine Reduktion der Übergangstemperatur um 30 K bzw. 20 K aus. Jedoch ist mit log. 0,4 die Änderung im Umformrad in diesen beiden Schritten nochmals geringer. Dies relativiert in einem gewissen Umfang die doch sehr geringen absoluten Temperaturdifferenzen, die mit diesen Walzschritten verknüpft sind. Werden diese auf die Änderung des Umformgrades normiert, ergeben sich Reduktionen um 70 K bzw. 50 K. Eine mögliche Erklärung für die abnehmende Effizienz in der Reduktion der BDT-Temperatur ist die verformungsinduzierte Zunahme der Dichte von Gitterdefekten und damit verbunden ein Anstieg der Triebkraft für Erholung bzw. Rekristallisation [237, 368].

Während 1,7WR  $\rightarrow$  2,5WR, 2,5WR  $\rightarrow$  2,9WR und 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR in erster Linie die Mikrostruktur durch Warmwalzen modifizieren (und die Blechdicke; siehe Erörterungen zum Spannungszustand in Kap. 5.4.2), sind bei der Überführung von 0AS zu 1,7WR weitere Faktoren zu berücksichtigen: (i) Die Produktionshistorie von 1,7WR umfasst neben dem als Umformgrad ausgewiesenen Umfang an Warmumformung, einen zusätzlichen, dem Warmwalzen vorgelagerten Schritt der Heißumformung; siehe Abb. 15, Kap. 4.1. Die durch das Heißwalzen erwirkte Dickenreduktion ist nicht in dem ausgewiesenen Umformgrad abgebildet. (ii) Infolge des Verschließens der Sinterporen ist mit Heißwalzen ebenfalls eine Zunahme der relativen Dichte verbunden. In Abb. 31, Kap. 5.1 ist die Bruchfläche von 0AS nach interkristallinem Sprödbruch gezeigt. Eine Vielzahl von Sinterporen entlang der Korngrenzen wird erkannt. Diese Poren verringern die Kontaktfläche von benachbarten Körnern. In der Konsequenz ist die Kohäsion der Körner untereinander herabgesetzt. Schwerwiegender als die Minderung der kraftübertragenden Fläche sollte sich jedoch die Kerbwirkung der Poren auf das Materialverhalten auswirken [374]. Spannungsüberhöhungen an Korngrenzen führen bereits bei niedrigen Spannungsintensitäten zu einer Überschreitung der Kohäsion der Korngrenze. Unter diesen Gesichtspunkten ist aller Wahrscheinlichkeit nach ist der oben ausgewiesene Wert von 260 K als verformungsinduzierte Reduktion pro Umformgrad für 0AS  $\rightarrow$  1,7WR nicht konservativ. Der Beitrag der mikrostrukturellen Modifikationen als Konsequenz der Warmumformung zu der Reduktion der Übergangstemperatur muss wesentlich geringer angesetzt werden.



**Abb. 47:** Normierte Reduktion der BDT-Temperatur. Es ist die Reduktion der Übergangstemperatur nach dem kombinierten Ansatz, bezogen auf die hierfür aufgewendete Umformung  $\Delta T_{BDT}/\Delta\varphi$ , über dem kumulierten Umformgrad  $\varphi$  aufgetragen. Die geschlossenen Symbole nehmen Bezug auf eine Belastungsrate von 0,01, die offenen mit Diagonalen auf 1,0 und die offenen Quadrate auf  $100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ . Die Mittelwerte sind in Rot eingezeichnet. Die rote Strichlinie stellt eine Extrapolation der Entwicklung 2,5 – 3,3 dar.

In Abb. 47 wird eine Herangehensweise präsentiert das Gewicht der mikrostrukturellen Modifikationen bei der Reduktion der BDT-Temperatur in 0AS  $\rightarrow$  1,7WR von dem Beitrag des Verschließens der Poren isoliert zu betrachten. Diese beruht auf der Rückwärtsextrapolation des Trends in der Entwicklung der normierten Reduktionen auf Basis der drei Warmwalzschritte 1,7WR  $\rightarrow$  2,5WR, 2,5WR  $\rightarrow$  2,9WR und 2,9WR  $\rightarrow$  3,3WR. Die Verlängerung der Trendlinie bis log. 1,7 ist als Strichlinie ausgeführt. Nach dieser Herangehensweise wird für die normierte Reduktion der BDT-Temperatur im Walschritt der Betrag der Mikrostruktur auf 130 K festgelegt. Nach dem hier postulierten Ansatz der Rückwärtsextrapolation ist somit die Hälfte der Reduktion Verschiebung der Übergangstemperatur zwischen 0AS und 1,7WR auf die Heißumformung und hier in erster Linie auf das Verschließen der Sinterporen zurückzuführen. Aufgrund der Streuung der normierten Reduktionen der einzelnen Lastraten für den Produktionsschritt 2,5WR  $\rightarrow$  2,9WR ist dem hier erklärten Zahlenwert von 130 K mit einer gewissen Skepsis entgegenzutreten. Zwei Argumente lassen jedoch die vorgenommene Abschätzung zu dem Gewicht einzelner Modifikationen hinsichtlich der Reduktion der BDT-Temperatur bedeutsam erscheinen: (i) Die extrapolierte Trendgerade erfährt durch eine Exklusion des Walschrittes 2,5WR  $\rightarrow$  2,9WR keine wesentliche Änderung. (ii) Parallel zu dieser Arbeit wurde die

Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur eines Materials untersucht, welches von der Verformungshistorie 1,7WR entspricht jedoch nach dem Walzen bei 2300 K, 1 h rekristallisiert wurde. In ersten Näherung entspricht der Zustand 2300 K, 1 h damit 0AS abzüglich der Sinterporen; vgl. Ref. [29] [Tab. 1]. Für den rekristallisierten Zustand wird aus Ref. [29] [Tab. 3] eine gemittelte BDT-Temperatur von 650 K errechnet. Wird nun ein Gedankenexperiment vollzogen, welches darauf beruht, dass Zustand 1,7WR anstatt aus einem gesinterten Zustand aus Material 2300 K, 1 h hervorgegangen sei und hierbei ausschließlich log. 1,7 Warmumformung aufgewendet wurde, wird als verformungsinduzierte Reduktion 2300 K, 1 h  $\rightarrow$  1,7WR eine absolute Differenz in der BDT-Temperatur von 210 K berechnet. Hieraus folgt eine normierte Reduktion der Übergangstemperatur von etwa 120 K. Dieses Ergebnis liegt überraschend nahe an dem durch Extrapolation abgeschätzten Beitrag des Warmwalzens zur Reduktion der Übergangstemperatur in Schritt 0AS  $\rightarrow$  1,7WR von 130 K pro Umformgrad. Dies kann als Indiz gewertet werden, dass im Hinblick auf die Dickenreduktion durch Heißwalzen das Gewicht der Mikrostrukturänderung bei der Reduktion der BDT-Temperatur gering ist und der Beitrag des Heißwalzens primär mit der Entfernung der Sinterporen verknüpft ist.

**Tab. 12:** BDT-Temperaturen und BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. Es sind die Übergangstemperaturen  $T_{BDT}$  nach dem 2%-Kriterium (i), Mittellinienkriterium (ii), und kombinierten Ansatz (iii) aufgelistet. Die in den Spaltenüberschriften hochgestellten Werte geben die Soll-Lastrate für die ausgewiesenen BDT-Temperaturen an. Nach dem gleichen Schema wird in den Spalten der Ist-Lastraten  $dK/dt$  verfahren. Die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien  $E_A$  sind für die Kriterien bei der Bestimmung der Übergangstemperatur getrennt ausgewiesen. Das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  entstammen aus der Regression.

Mat.	Krit.	$dK/dt^{0,01}$ /MPa m <sup>0,5</sup> s <sup>-1</sup>	$T_{BDT}^{0,01}$ /K	$dK/dt^{1,0}$ /MPa m <sup>0,5</sup> s <sup>-1</sup>	$T_{BDT}^{1,0}$ /K	$dK/dt^{100}$ /MPa m <sup>0,5</sup> s <sup>-1</sup>	$T_{BDT}^{100}$ /K	$E_A$ /eV	$R^2$ /-
0AS	(i)	0,0067 ±0,0009	803	0,93 ±0,11	853	83,2 ±10,6	953	4,04 ±0,71	0,97
	(ii)	0,0070 ±0,0010	723	0,98 ±0,12	823	83,2 ±10,6	953	2,42 ±0,06	0,99
	(iii)	nominell	752	nominell	848	nominell	971	<b>2,65 ±0,53</b>	<b>0,86</b>
1,7WR	(i)	0,0090 ±0,0004	385	1,00 ±0,06	398	101,2 ±14,5	473	1,24 ±0,29	0,90
	(ii)	0,0090 ±0,0003	373	1,00 ±0,06	398	101,2 ±14,5	473	1,31 ±0,17	0,97
	(iii)	nominell	367	nominell	415	nominell	477	<b>1,27 ±0,14</b>	<b>0,93</b>
2,5WR	(i)	0,0213 ±0,0019	298	1,08 ±0,04	348	120,2 ±13,3	398	0,87 ±0,12	0,98
	(ii)	0,0216 ±0,0016	310	1,10 ±0,10	360	120,2 ±13,3	398	1,01 ±0,20	0,96
	(iii)	nominell	299	nominell	344	nominell	404	<b>0,92 ±0,10</b>	<b>0,95</b>
2,9WR	(i)	0,0121 ±0,0010	310	1,03 ±0,06	323	120,8 ±4,4	398	0,98 ±0,36	0,89
	(ii)	0,0121 ±0,0010	310	1,03 ±0,06	323	97,4 ±9,3	373	1,31 ±0,39	0,92
	(iii)	nominell	299	nominell	336	nominell	382	<b>1,09 ±0,20</b>	<b>0,88</b>
3,3WR	(i)	0,0072 ±0,0009	283	1,18 ±0,04	323	78,8 ±11,6	360	1,06 ±0,04	0,99
	(ii)	0,0072 ±0,0009	283	1,25 ±0,07	310	107,4 ±3,0	348	1,25 ±0,10	0,99
	(iii)	nominell	284	nominell	316	nominell	356	<b>1,12 ±0,10</b>	<b>0,97</b>
4,1CR	(i)	0,0172 ±0,0004	173	1,08 ±0,11	208	116,5 ±12,9	236	0,48 ±0,09	0,97
	(ii)	0,0159 ±0,0020	193	1,10 ±0,11	198	116,5 ±12,9	236	0,70 ±0,27	0,87
	(iii)	nominell	177	nominell	203	nominell	239	<b>0,54 ±0,10</b>	<b>0,88</b>

Von der Problematik einer sich ändernden Porosität und eines unbekanntem Verformungsbetrags durch Heißwalzen ist das Kaltwalzen unbeeinflusst. Die Reduktion der BDT-Temperatur durch die Kaltumformung 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR beträgt 110 K. Damit ist die Entwicklung der BDT-Temperatur im Regime der Kaltumformung von dem Trend der warmgewalzten Materialien abgekoppelt. *Die rückläufige Effizienz bei der Duktilisierung mit ansteigendem Umformgrad steht nach der Absenkung der Walztemperatur unterhalb der KT einer Steigerung von 50 K auf 140 K pro Umformgrad gegenüber*

*und ist damit mehr als doppelt so hoch wie in den vorherigen Warmwalzschritten. Dies demonstriert, dass Kaltwalzen auch bei hohen Umformgraden eine effiziente Duktilisierung von W ermöglicht.* Ob die erzielbare Reduktion der BDT-Temperatur mit zunehmendem Kaltumformgrad ebenfalls in eine Sättigung übergeht oder durch die Verlangsamung der Erholungskinetik eine kontinuierliche Tendenz aufweist, kann anhand der für diese Arbeit produzierten Garnitur von W-Blechen nicht aufgeklärt werden.

Die Studie von *Lied et al.* [239] umfasst neben warmgewalzten Materialien auch zwei kaltgewalzte W-Bleche mit 3,7 bzw. 4,7 als Umformgrad, wobei der höherumgeformte Zustand auf dem geringer umgeformten Material basiert. Die zugehörigen BDT-Temperaturen bei einer Lastrate von  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  betragen 220 K und 190 K. Die Auswertung der verformungsinduzierten Reduktionen der BDT-Temperatur [239] [Abb. 1] in Bezug auf die Änderungen des Umformgrades liefert Anhaltspunkte, dass fortgesetztes Kaltwalzen auch einem Rückgang der Effizienz unterworfen ist. Aus den Angaben von *Lied et al.* [239] [Abb. 1] wird für den ersten Kaltwalzschritt nach der Warmumformung eine normierte Reduktion der Übergangstemperatur von 175 K pro Umformgrad ermittelt. Dies übertrifft das Ergebnis von 140 K für 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR. Es sei an dieser Stelle jedoch darauf hingewiesen, dass im Schritt 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR eine Änderung im Umformgrad von 0,8 erfolgt und in der zitierten Studie von *Lied et al.* [239] das erste Kaltwalzen auf eine Änderung im Umformgrad von 0,4 begrenzt ist. Dadurch könnte das Ergebnis für 3,3WR  $\rightarrow$  4,1CR in dieser Arbeit bereits einer Art der Glättung unterworfen sein. In dem finalen Kaltwalzschritt mit einem Umfang von  $\log. 1,0$  konnten *Lied et al.* [239] die BDT-Temperatur lediglich um 30 K weiter verringern. Dieser Rückgang in der Effizienz ist vermutlich weniger mit dynamischen Erholungsprozessen zu erklären als mit der Annäherung an die Sättigungskorngröße für W, die von *Pippan et al.* [375] mit etwa  $0,10 \mu\text{m}$  angegeben wird. *Lied et al.* weisen als mittlere Korngröße nach dem zweiten Kaltwalzen  $0,11 \text{ nm}$  aus. Eine Diskussion der Sättigungskorngröße wird in Kap. 5.5.3 vorgenommen.

### *Fehlerbetrachtung BDT-Temperaturen*

Durch den Verzicht auf die Einbringung eines scharfen Anrisses liegen die Übergangstemperaturen dieser Arbeit tiefer, als dies aller Voraussicht nach für Proben mit Ermüdungsriss beobachtet würde; vgl. *Riedle* [42] [Abb. 6.53].

Per Definition bedingt die Anwendung der linear-elastischen Bruchmechanik eine im Verhältnis zu der Ligamentweite vernachlässigbare Größe der plastischen Zone und die Erfüllung der Forderung, dass die Spannung im Ligaments deutlich kleiner als die Streckgrenze ist [47]. Auf Basis des in ASTM E399 [221] festgelegten Anteils der Ligamentweite außerhalb der plastischen Zone wurden Verläufe der kritischen Spannungsintensität berechnet bei denen die Gültigkeitsgrenze erreicht wird; vgl. Abb. 29, Kap. 4.4.1 für mehr Details. Die Grenzkurven sind in Abb. 45 jeweils in den Diagrammen der mittleren Lastrate eingezeichnet. Damit ein Versuch der Forderung nach vorherrschendem linear-elastischem Materialverhalten im Ligament entspricht, darf die experimentell ermittelte kritische Spannungsintensität nicht den Wert der Grenzkurve an der jeweiligen Prüftemperatur übersteigen. An dieser Stelle werden nur die Verläufe mit arabischer Nummerierung betrachtet. Beide sind in Abb. 45 als durchgezogene Linien ausgeführt, wobei (1) auf die Größe der plastischen Zone im EDZ beruht und (2) für eine Probe im ESZ angenommen wird. Die zugrundeliegende Ligamentweite ist dabei konstant. Im ESZ beträgt nach erster Näherung der Radius der plastischen Zone dreimal dem Radius im EDS; vgl. Gl. 30 in Kap. 4.4.1. Im Ergebnis verläuft (1) ausnahmslos oberhalb von (2).

Die Analyse des Spannungszustands in den Proben am BDT empfiehlt Kurve 2 für eine konservative Bewertung der Materialantwort im Ligament. Unter vorherrschende ESZ ist für 0AS zu konstatieren, dass Experimente in der Nähe der BDT-Temperatur das in ASTM E399 definierte Limit für die Plastifizierung im Ligament überschreiten. Für 1,7WR – 4,1CR ist Grenzkurve 2 signifikant zu höheren

kritischen Spannungsintensitäten verschoben. Innerhalb der Gruppe der gewalzten Materialien fällt der Anstieg mit etwa  $10 \text{ MPa m}^{0.5}$  Differenz zwischen 1,7WR und 4,1CR jedoch geringfügig aus. Die kritischen Spannungsintensitäten am BDT von 1,7WR – 4,1CR, unterliegt einer wesentlich stärkeren Zunahme mit Fortschreiten der Umformung. Aus Abb. 45 kann in etwa eine Verdoppelung abgelesen werden; von ungefähr  $70 \text{ MPa m}^{0.5}$  für 1,7WR auf  $150 \text{ MPa m}^{0.5}$  für Material 4,1CR. *Es ist somit naheliegend, dass auch für die gewalzten Materialien eine Verletzung des Kriteriums des vorherrschenden linear-elastischen Materialverhaltens begangen wird.* In dieser Arbeit sind somit die Kennwerte, die auf den Ansätzen der linear-elastischen Bruchmechanik beruhen kritisch zu hinterfragen. Dies trifft nicht auf die nach dem 2%-Kriterium ermittelten Übergangstemperaturen zu, wie der Vergleich der Ergebnisse von 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium ergab.

#### 5.4.2 Der Einfluss des ebenen Spannungszustands in Hinblick auf die Positionen der experimentell bestimmten Übergangstemperaturen

Mit dem Unterschreiten einer Grenzdicke unterliegen im Experiment ermittelte kritische Spannungsintensität einem Geometrieinfluss. Ursache hierfür ist ein wachsender Anteil der Probendicke in dem der ebene Spannungszustand (ESZ) vorherrscht. Diesen scheinbaren Bruchzähigkeiten wohnt nicht die Wertigkeit einer Materialkenngröße inne und sind im Kern nicht konservativ [47]. Ungleich umfangreicher Kenntnisse über Einflussgrößen hinsichtlich der kritischen Spannungsintensität [376], sind Studien, die in Hinblick auf die Fragestellung nach dem Einfluss des Spannungszustands auf die BDT-Temperatur konzipiert wurden, nicht bekannt. Aus Abschätzungen zur Eindringtiefe des ESZ folgt, dass an den Übergangstemperaturen für 1,7WR – 4,1CR die Proben vollständig vom ESZ durchdrungen sind. Damit sollte die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur zwischen diesen Materialien von dem Einfluss des Spannungszustands losgelöst zu beurteilen sein.

Die Beurteilung des Spannungszustands erfolgte anhand der in Abb. 45 eingezeichneten Strichlinien. Im Bereich oberhalb von Kurve (a) ist die Probendicke vollständig vom ESZ durchdrungen. Unterhalb von (b) dominiert der EDZ; vgl. Abb. 29, Kap. 4.4.1. Daraus ergibt sich, dass Kurve (a) stets oberhalb von (b) verläuft. Zuerst werden die experimentellen kritischen Spannungsintensitäten in Relation zu Kurve (b) betrachtet. Die Datenpunkte von 0AS befinden sich im Bereich der Übergangstemperatur etwas oberhalb von (b). Damit ist nicht auszuschließen, dass die Ergebnisse für 0AS am BDT keinem Geometrieinfluss unterliegen. *Den kritischen Spannungsintensitäten der gewalzten Materialien ist mit Sicherheit eine Abhängigkeit von der Probendicke zu attestieren. Die Datenpunkte für 1,7WR – 4,1CR liegen am BDT signifikant oberhalb der Verläufe der Kurven vom Typ (b). Dies trifft auch auf viele Versuche mit spröder Materialantwort zu. Als dominierender Spannungszustand am BDT kann für die Experimente somit nicht der EDZ vorausgesetzt werden. Eine mögliche Folge ist, dass die ermittelten BDT-Temperaturen, neben der Verschiebung des BDT durch den Verzicht auf das Einbringen eines Ermüdungsrisses, mit einem weiteren Fehler behaftet sind; dem Effekt eines überproportional starken ESZ.* Es muss dem Verdacht Raum gegeben werden, dass die Übergangstemperaturen in dieser Arbeit durch einen vorherrschenden ESZ nochmals zu niedrigeren Werten verschoben sind. Dies gilt insbesondere für 1,7WR – 4.1CR. Dieser Verdacht betrifft die Aussagekraft der ermittelten BDT-Temperaturen im absoluten Kontext. In dieser Ausarbeitung werden jedoch in erster Linie die verformungsinduzierten Verschiebungen der Übergangstemperatur untersucht, also die relative Änderung der Übergangstemperatur in Relation zu weniger oder stärker umgeformten Materialien.

*Es wird postuliert, dass auch nur in dem Fall einer Änderung im Spannungszustand ein möglicher Einfluss auf die Differenz der BDT-Temperatur zweier Materialien zu diskutieren ist. Zwischen den*

Kurven (b) und (a) wechselt der Spannungszustand von „vom EDZ kontrolliert“ zu „vollständig vom ESZ durchdrungen“. Änderungen der kritischen Spannungsintensität oberhalb von (a) oder unterhalb von (b) sollten keine Änderung im Spannungszustand hervorrufen. Für 1,7WR und 2,5WR entspricht die kritische Spannungsintensität an der Übergangstemperatur ungefähr dem Funktionswert von Kurve (a). Mit zunehmendem Umformgrad wird ein Anstieg des kritischen SIF an der Übergangstemperatur beobachtet. Ausgelöst durch die fortlaufend reduzierte Blechdicke ist parallel hierzu (b) zu immer tieferen Werten verschoben. In der Konsequenz übersteigen die kritischen Spannungsintensitäten der Materialien 2,9WR – 4,1CR an den zugehörigen BDT-Temperaturen klar den Verlauf der Kurve (a). Es kann somit für 2,9WR – 4,1CR auf einen vollständigen ESZ am BDT geschlossen werden und für 1,7WR sowie 2,5WR auf einen sehr hohen Anteil der Probendicke im ESZ. *Der Spannungszustand am BDT für die gewalzten Bleche ist damit einheitlich von ESZ dominiert. Die Reduktion der Übergangstemperatur 1,7WR → 4,1CR, inklusive den hierzwischen liegenden Materialien, sollte daher losgelöst von der Änderung der Blechdicken diskutiert werden können. Hieraus folgt, dass die in Abb. 47, Kap. 5.4.1 quantifizierten verformungsinduzierten Reduktionen der Übergangstemperatur in der Modifikation der Mikrostruktur begründet sind.*

Eine Parallelstudie<sup>29</sup> zum Effekt einer Änderung der Probendicke auf die experimentell festgestellte BDT-Temperatur untermauert die Hypothese einer konstanten BDT-Temperatur bei unverändertem Spannungszustand. Bei identischer Lastrate wurden drei Materialien auf ihre Übergangstemperatur geprüft. Zuvor wurden Abschnitte eines W-Blechtes auf 0,6 und 0,3 mm Dicke geschliffen, bzw. bei der Originalstärke von 1,0 mm belassen. Diese Materialien wiesen somit eine identische Mikrostruktur auf, variierten jedoch in der Materialstärke. Die ermittelten BDT-Temperaturen betragen mit abnehmender Probendicke: 393, 398 und 373 K; vgl. Abb. A12, Anhang C. Maximum und Minimum der Übergangstemperatur befinden sich damit innerhalb einer Schrittweite des Prüflintervalls von 25 K und weichen somit in einem Umfang voneinander ab, der vorbehaltlos statistischen Effekten zugeordnet werden kann. Unabhängig von der Materialstärke waren alle Proben an der jeweiligen BDT-Temperatur vollständig vom ESZ durchdrungen. Somit stützt dieses Ergebnis die Schlussfolgerung, dass bei unverändertem Spannungszustand die Übergangstemperatur keinem Einfluss der Probendicke unterliegt. Vor dem Hintergrund der in dieser Arbeit durch Warm- und Kaltwalzen erzielten Reduktion der BDT-Temperatur um 215 K ist auch für den Fall der Existenz einer mit der Probendicke begründbaren Verschiebung um 25 K, dieser Effekt geringfügig. Die zuvor getätigte Schlussfolgerung zur Kontrolle der Mikrostruktur bei der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur ist somit weiterhin valide.

Der Datensatz zum Round Robin Test „Euro Fracture Toughness“ [377] enthält Ergebnisse zur Bruchzähigkeit von 22NiMoCr37 bei verschiedenen Prüftemperaturen für C(T)-Proben mit verschiedenen Dicken. *Neale* [100] schlussfolgert, dass Unterschiede in den BDT-Temperaturen von Messreihen an Proben mit verschiedener Dicke keine eindeutige Ursache-Wirkung-Korrelation erlauben und statistisch begründbar sind. Informationen zum Spannungszustand werden nicht gegeben. Aus dem Kontext eines Round Robin Tests zur Bruchzähigkeit erscheint es jedoch sicher, dass unter allen Prüfbedingungen der Forderung aus ASTM E399 [221] nach dominierenden EDZ entsprochen wurde und daher der Aspekt des Spannungszustands unerwähnt geblieben ist. Somit liefern auch die Ergebnisse der Datenanalyse von *Neale* [100] nur Argumente für die Sichtweise, dass eine Variation der Probendicke bei unverändertem Spannungszustand nicht die im Experiment ermittelte BDT-Temperatur modifiziert. Daher kann in dieser Ausarbeitung keine substantielle Aussage zum Einfluss eines wechselnden Spannungszustands auf die Übergangstemperatur getroffen werden.

---

<sup>29</sup> Publikation in Bearbeitung; Auszug der Ergebnisse in Anhang C.

### 5.4.3 Entwicklung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Identifikation des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität

Der BDT und der ratenbestimmende Prozess der Rissspitzenplastizität an der BDT-Temperatur besitzen identische Arrhenius-Aktivierungsenergien [224]. Die Kenntnis über den Umfang der Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur erlaubt somit eine Identifikation des ratenlimitierenden Mechanismus der plastischen Verformung. Zum ersten Mal wird mit dieser Arbeit der Nachweis erbracht, dass auch in UFG W die BDT-Temperatur einer Ratenabhängigkeit unterliegt. Parallel zur Reduktion der Übergangstemperatur bewirkt die fortgesetzte Umformung eine Abnahme der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie. Mit  $2,65 \pm 0,53$  eV besitzt OAS die mit Abstand höchste BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie. Für die BDTs der warmgewalzten Materialien 1,7WR – 3,3WR werden Arrhenius-Aktivierungsenergien um 1 eV ermittelt. Kaltwalzen senkt diese auf  $0,54 \pm 0,10$  eV. Ein Vergleich der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien mit den Erwartungswerten der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung zeigt eine hohe Übereinstimmung zwischen beiden Kenngrößen. Es wird gefolgert, dass mit hoher Wahrscheinlichkeit das thermisch aktivierte Gleiten der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung auch den BDT in UFG W kontrolliert.

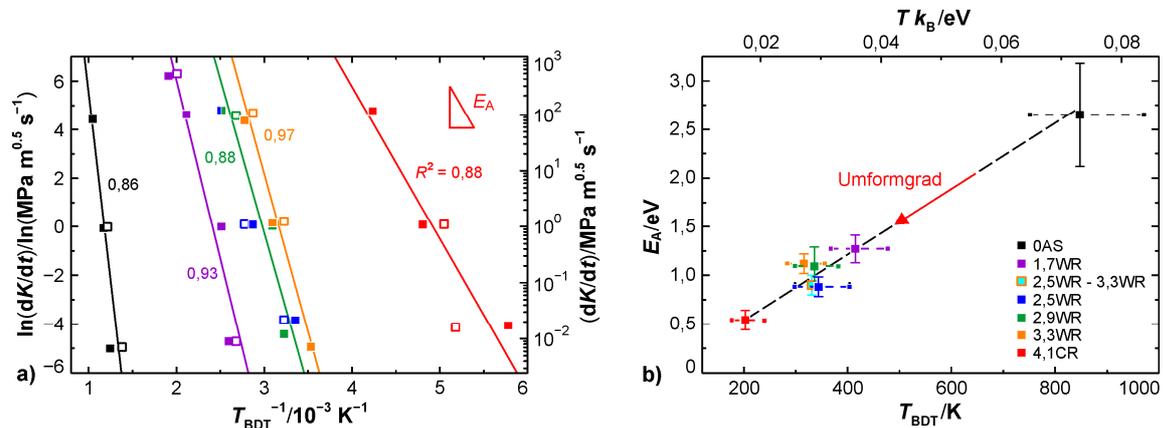
Aus Tab. 12, Kap. 5.4.1 geht hervor, dass die Übergangstemperaturen aller von dieser Arbeit erfassten Materialien von der Lastrate beeinflusst sind. Selbst für W mit Raumtemperaturduktilität (4,1CR) kann ein eindeutiger Trend belegt werden: Von 177 K steigt die BDT-Temperatur bei einer Steigerung der Lastrate um jeweils zwei Größenordnungen auf 203 K und 239 K an. Diese Ratenabhängigkeit ist unabhängig vom angewendeten Kriterium, das zur Bestimmung der Übergangstemperatur herangezogen wurde. Von *Németh et al.* [230] war die Übergangstemperatur von UFG W als eine von der Dehnrate unbeeinflusste Eigenschaft beschrieben worden. Erstmals kann mit dieser Arbeit die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von UFG W quantifiziert und eingeordnet werden.

In Abb. 48a sind die Lastraten und die jeweils resultierenden BDT-Temperaturen in der Arrhenius-Auftragung dargestellt, wobei gefüllte Datenpunkte die Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium repräsentieren und offenen Symbole auf den Ergebnissen des Mittellinienkriteriums basieren. Die Lastraten entsprechen den Ist-Werten in der Umgebung der BDT-Temperaturen. Die in Abb. 48a eingezeichneten Regressionsgeraden beruhen auf den Datenpunkten beider Kriterien; kombinierter Ansatz. In Tab. 12, Kap. 5.4.1 sind die individuellen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien für 2%-Kriterium bzw. Mittellinienkriterium erfasst. Werden die Positionen der Datenpunkte in Abb. 48a analysiert, ist unter Berücksichtigung der Arrhenius-Auftragung in erster Näherung allen Materialien der erwartete lineare Zusammenhang zwischen Lastrate und Übergangstemperatur zu bescheinigen. Die Bestimmtheitsmaße für den kombinierten Ansatz betragen 0,86 – 0,97. In der Einzelbetrachtung sind die Bestimmtheitsmaße nochmals leicht gesteigert. Unterschiede im Bestimmtheitsmaß können für 1,7WR und 4,1CR ausgemacht werden, wobei für das warmgewalzte Material die Ergebnisse nach dem Mittellinienkriterium enger der Arrhenius-Beziehung folgen und für den kaltgewalzten Zustand die Datenpunkte auf Basis des 2%-Kriteriums mehr diesen Zusammenhang abbilden. In diesem Kontext soll auch auf den nichtlinearen Charakter der Abszisse hingewiesen sein, der sich insbesondere auf die Darstellung der BDT-Temperaturen der Messreihe 4,1CR-0,01 auswirkt; vgl. Abb. 48a rote Symbol rechts unten. Der visuelle Eindruck ist zweckmäßig (i) einen erheblichen Einfluss des Bestimmungskriteriums auf die BDT-Temperatur und (ii) eine starke Abweichung der Übergangstemperatur von 4,1CR-0,01 hinsichtlich der Regressionsgeraden zu vermitteln. Ein Blick auf die absoluten Zahlen verdeutlicht jedoch, dass mit 173 K für das 2%-Kriterium und 193 K für das Mittellinienkriterium beide Ansätze lediglich eine Differenz von 20 K aufweisen. Der Unterschied zwischen der BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium und dem Durchgang der Regressionsgerade beträgt lediglich 4 K. Im Hinblick auf den experimentellen Charakter dieser Arbeit kann somit allen

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Materialien im quasi-statischen Ratenfenster die Einhaltung einer Arrhenius-Beziehung bescheinigt werden. Dies ebnet den Weg für die Ermittlung von validen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien.

Nachfolgend werden die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien beruhend auf den kombinierten Ergebnissen von 2%- und Mittellinienkriterium betrachtet. Damit wird dem anhand Abb. 47, Kap. 5.4.1 demonstrierten Umstand Rechnung getragen, dass eine Zusammenführung der BDT-Temperaturen und Ist-Lastraten beider Kriterien geeignet erscheint, den statistischen Fehler abzuschwächen.



**Abb. 48:** BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. In (a) sind die logarithmierten Lastraten  $dK/dt$  über dem Kehrwert der zugehörigen BDT-Temperaturen  $T_{\text{BDT}}$  aufgetragen. Es sind die Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium (gefüllte Symbole) und dem Mittellinienkriterium (offene Symbole) eingetragen. Die gezeigten Regressionsgeraden referenzieren auf den kombinierten Ansatz. In (b) sind BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien  $E_A$  nach dem kombinierten Ansatz über der jeweiligen BDT-Temperatur  $T_{\text{BDT}}$  bei einer Lastrate von  $1,0 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$  bzw. über dem Produkt aus Temperatur  $T$  und Boltzmann Konstante  $k_B$  dargestellt. Die seitlichen Antennen zeigen die Variation der BDT-Temperaturen bei Änderung der Lastrate auf 0,01 bzw. 100  $\text{MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$ . Die Fehlerbalken basieren auf den Ergebnissen der Regression. Der Datenpunkt in Cyan ist ein gemitteltes Ergebnis für die Zustände 2,5WR; 2,9WR und 3,3WR:  $0,90 \pm 0,10 \text{ eV}$  bei 331 K.

In Abb. 48b sind die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien über der Übergangstemperatur aufgetragen. Die Fehlerbalken beruhen auf der Regression. Der Zentrumspunkt spiegelt die BDT-Temperatur für die Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$  wider. Die horizontalen Antennen zeigen die Ratenabhängigkeit der BDT-Temperaturen in dem Bereich  $0,01 - 100 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$  an. Für 0AS wird eine BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von  $2,65 \pm 0,53 \text{ eV}$  berechnet. Mit einer Übergangstemperatur von 850 K bei  $1,0 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$  erfolgt der BDT in einer Region, in der bei dieser Lastrate die KT erwartet wird. Für hochreines SX W (5N) berichten *Brunner et al.* [69] [Abb. 6] eine KT von ungefähr 800 K. Unter Berücksichtigung der höheren Konzentration an Fremdatomen bei technischer Reinheit (4N; vgl. Tab. 10, Kap. 5.1) und der daraus resultierenden Zunahme der Peierls-Energie [124, 191] tritt bei gleichbleibender Lastrate eine Verschiebung der KT zu höheren Temperaturen ein. Eine Extrapolation der von *Brunner* [201] [Abb. 4] für Regime (i) angegebenen Geradengleichung zu der oberen Grenze der Summe von  $2,1 \text{ eV}$  [201] und des von *Hull et al.* [124] genannten Regimes von  $0,2 - 0,5 \text{ eV}$  als Beitrag der Wechselwirkung der Versetzung mit Fremdatomen ergibt eine abgeschätzte KT für W mit technischer Reinheit von 950 K; siehe Abb. 49. *Christian* [191] gibt einen ähnlichen Bereich von  $0,3 - 0,5 \text{ eV}$  an, der als Folge von Verunreinigungen zur Peierls-Energie des Reinetalls hinzu zu addieren ist. Speziell für C in W geben *Sell et al.* [6] die Wechselwirkungsenergie mit  $0,87 \text{ eV}$  an. Die mechanisch geleistete Arbeit bei der Überwindung der Peierls-Barriere an der BDT-Temperatur von 0AS dürfte damit dennoch als geringfügig zu bezeichnen sein. Dies gestattet bei Tolerierung eines kleinen Fehlers in diesem speziellen Fall eine Gleichsetzung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Helmholtz-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung. Damit fällt die Peierls-Energie für die KP-Bildung der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung in dieser Ausarbeitung mit  $2,65 \pm 0,53 \text{ eV}$  etwa um  $0,5 \text{ eV}$  höher aus als in *Ziebart* [70] und *Brunner* [201]. Diese Schlussfolgerung wird durch experimentelle Ergebnisse zur Dehnratensensitivität von UFG W mit technischer Reinheit

gestützt [244]. In den Daten zur Gibbs-Energie der Aktivierung von *Kappacher et al.* [244] [Abb. 6] kann ab ungefähr 800 K die Ausbildung eines Plateaus beobachtet werden. Dies impliziert, dass oberhalb dieser Prüftemperatur der mechanische Anteil bei der Überwindung der Peierls-Barriere als geringfügig angesehen werden kann. Wird der Mittelwert aller Gibbs-Energien der Aktivierung aus *Kappacher et al.* [244] [Abb. 6] oberhalb von 800 K gebildet, wird als Resultat  $2,6 \text{ eV} \pm 0,15 \text{ eV}$  erhalten. Dieser Mittelwert ist weitestgehend deckungsgleich mit der approximierten Peierls-Energie (4N) dieser Arbeit von  $2,65 \pm 0,53 \text{ eV}$ . Ebenfalls nach der Bestimmung der Dehnraten- und Temperatursensitivität der Fließspannung beziffert *Bonk*<sup>30</sup> für ein äquivalent zu 4,1CR produziertes W-Blech die Gibbs-Energie der Aktivierung um 800 K auf  $2,89 \text{ eV}$ ; vgl. Ref. [196] [Abb. 4.30ff]. *Nach theoretischer Betrachtung und Sichtung der experimentellen Ergebnisse kann an dieser Stelle festgehalten werden, dass in Bezug auf hochreines W für Materialien mit technischer Reinheit ein Anstieg der Peierls-Energie zu erwartet ist. Die in dieser Ausarbeitung abgeschätzte Peierls-Energie für die KP-Bildung um  $2,6 \text{ eV}$  ist in guter Übereinstimmung mit Studien auf Grundlage der Dehnratensensitivität und korrespondiert mit den in der Literatur etablierten Bereichen nach der Addition der Energie der Versetzungs-Fremdatom-Wechselwirkung.*

In Bezug auf die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien von 1,7WR – 4,1CR wird von einer untergeordneten Bedeutung der chemischen Zusammensetzung ausgegangen. In Abb. 48b wird für die Gruppe der gewalzten Materialien neben der in Kap. 5.4.1 beschriebenen Reduktion der BDT-Temperatur auch eine parallel hierzu erfolgende Verringerung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien beobachtet. Diese Tendenz ist nicht nur hinsichtlich OAS klar zu identifizieren, auch für die gewalzten Materialien untereinander. Mit steigendem Umformgrad sinkt im Generaltrend sowohl die Übergangstemperatur als auch die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie. Für die in Abb. 48b eingetragenen Datenpunkte wird in erster Näherung ein linearer Zusammenhang zwischen Übergangstemperatur und BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie ausgemacht. Vor dem Hintergrund, dass die Temperatur als eine Form von thermischer Energie aufgefasst werden kann, ist dies ein nachvollziehbares Resultat.

Aus der Verteilung der Datenpunkte zu den gewalzten Materialien in Abb. 48b können drei Gruppen entworfen werden: (i) Die Materialien 2,5WR – 3,3WR liegen nahe beieinander. (ii) Aus der Gruppe der warmgewalzten Materialien ist 1,7WR etwas abgesetzt. (iii) In deutlicher Entfernung von 1,7WR – 3,3WR ist der Datenpunkt zu 4,1CR lokalisiert. Der BDT von Material 1,7WR ist mit einer Arrhenius-Aktivierungsenergie von  $1,27 \pm 0,14$  verbunden. Dies entspricht 48 % des Ergebnisses für OAS und stellt in dieser Ausarbeitung relativ sowie mit  $-1,38 \text{ eV}$  auch absolut die umfangreichste Reduktion der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie hinsichtlich des vorausgehenden Zustands dar. Im Vergleich zu 1,7WR besitzen 2,5WR; 2,9WR und 3,3WR nochmals leicht reduzierte BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. Wie bereits für die Übergangstemperaturen festgestellt, sind auch die Ergebnisse zu den BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in dieser Gruppe untereinander sehr ähnlich. Auch ist die Tendenz einer abnehmenden BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie in der Gruppe 2,5WR – 3,3WR nicht nachweisbar. Material 2,5WR besitzt für eine Lastrate von  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  den BDT nach dem kombinierten Ansatz bei einer Temperatur von 344 K und eine BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von  $0,92 \pm 0,10 \text{ eV}$ . Für 2,9WR werden die Werte 336 K und  $1,09 \pm 0,20 \text{ eV}$ , für 3,3WR 316 K und  $1,12 \pm 0,10 \text{ eV}$  ermittelt. Die kollektive Betrachtung von 2,5WR – 3,3WR mit dem Ziel der Ableitung einer gemeinsamen Übergangstemperatur sowie BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie führt zu 331 K und  $0,90 \pm 0,10 \text{ eV}$  als Gruppenergebnis. Dieses Gruppenergebnis ist in Abb. 48b in Cyan eingetragen und in unmittelbarer Nähe der Trendlinie. Im weiteren Verlauf dieser Ausarbeitung wird hinsicht-

<sup>30</sup> S. *Bonk* (KIT, Karlsruhe): Persönliche Kommunikation

lich der Diskussion der Materialien 2,5WR – 3,3WR auf diese Gruppenergebnisse referenziert. Deutlich von den warmgewalzten Materialien ist die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von 4,1CR abgehoben. Das Gruppenergebnis als Referenz genommen, beträgt die Reduktion auf  $0,54 \pm 0,10$  eV etwa 60 % diesem und lediglich 20 % der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von 0AS. *Mit zunehmendem Umformgrad wird immer weniger thermische Energie für die Aktivierung des ratenlimitierenden Prozesses der Rissspitzenplastizität am BDT aufgewendet.*

Die verformungsinduzierte Abnahme des thermischen Beitrags bei der Aktivierung der Rissspitzenplastizität am BDT ist jedoch nicht mit einer generellen Zunahme der Wahrscheinlichkeit der Überwindung der Peierls-Barriere pro Versuch zu interpretieren; vgl. Gl. 3, Kap. 2.1.4. Parallel zur Verringerung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie ist auch die Reduktion der Übergangstemperatur zu berücksichtigen. Aus dem in Abb. 48b in erster Näherung linearen Zusammenhang beider Größen kann eine Trendlinie mit konstanter Steigung entworfen werden. *Da die Steigung proportional zum Arrhenius-Exponenten ist bzw. die Steigung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie über dem Produkt aus Temperatur und Boltzmann-Konstante dem Arrhenius-Exponenten entspricht, ist auch die Wahrscheinlichkeit der erfolgreichen Überwindung der Peierls-Barriere pro Versuch an den BDT-Temperaturen der verschiedenen Materialien vergleichbar; Änderungen des präexponentiellen Faktors seien zu vernachlässigen. Dieses Ergebnis ist plausibel, da die Ausgleichsgerade in Abb. 48b die BDT-Temperaturen bei identischer Lastrate beschreibt. Die in erster Näherung konstante Wahrscheinlichkeit kann als ein erstes Indiz gegen einen grundlegenden Wandel beim ratenlimitierenden Prozess gewertet werden: Einen gewissen Fehler tolerierend, kann konstatiert werden, dass eine unveränderte Lastrate keine Korrektur der Nettorate der KP-Bildung bedarf.*

#### *Verifikation der Kinkenpaarbildung als ratenkontrollierender Prozess*

Es ist als Arbeitshypothese formuliert, dass die KP-Bildung als einer der grundlegenden Prozesse des Gleitens der krz Schraubenversetzung nach dem KPM den BDT in UFG W kontrolliert. Eine Überprüfung dieser Annahme auf Basis der mit dem BDT verknüpften Arrhenius-Aktivierungsenergie setzt Kenntnis über den Erwartungswert voraus. Hierzu ist der Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung (unter Verwendung der Daten aus den Experimenten von *Brunner* [201] an hochreinem SX W) nachgerechnet worden; vgl. Kap. 4.4.2. Nur die Gibbs-Energie der Aktivierung, also der thermische Beitrag bei der Überwindung der Peierls-Barriere, ist zeitkritisch [191]. Damit ist die Gibbs-Energie der Aktivierung als die Quelle der Verschiebung der Übergangstemperatur bei Variation der Lastrate anzusehen und bildet folglich die Referenz für die zuvor besprochenen BDT-Arrhenius Aktivierungsenergien.

In Abb. 49 sind die gemessenen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien und der berechnete Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung über der BDT-Temperatur bzw. Verformungstemperatur aufgetragen. Dabei sind die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien und die Trendlinien für den Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung sowie die BDT-Temperatur und Verformungstemperatur auf jeweils gemeinsamen Achsen aufgetragen. Die Gibbs-Energie der Aktivierung ist bei konstanter Verformungstemperatur in erster Näherung eine Funktion der im Experiment aufgezwungenen plastischen Dehnrates; bei gegebenem Material. Der über durchgezogene Geraden abgebildete Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung beruht auf den von *Brunner* [201] für SX W mit hoher Reinheit ausgewiesenen Ergebnissen für die plastische Dehnrates  $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; vgl. *Glebovsky et al.* [197] [Tab. 1] hinsichtlich der chemischen Charakterisierung. Im Kontrast zur ratenabhängigen Gibbs-Energie der Aktivierung ist die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie auf dem ersten Blick losgelöst von der Wahl der Lastraten, sofern hierdurch kein Wechsel des ratenkontrollierenden Mechanismus eintritt. Die ratenabhängige Natur der Datenpunkte, welche die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in Abb. 49 repräsentieren, äußert sich in der Verschiebung der zugehörigen

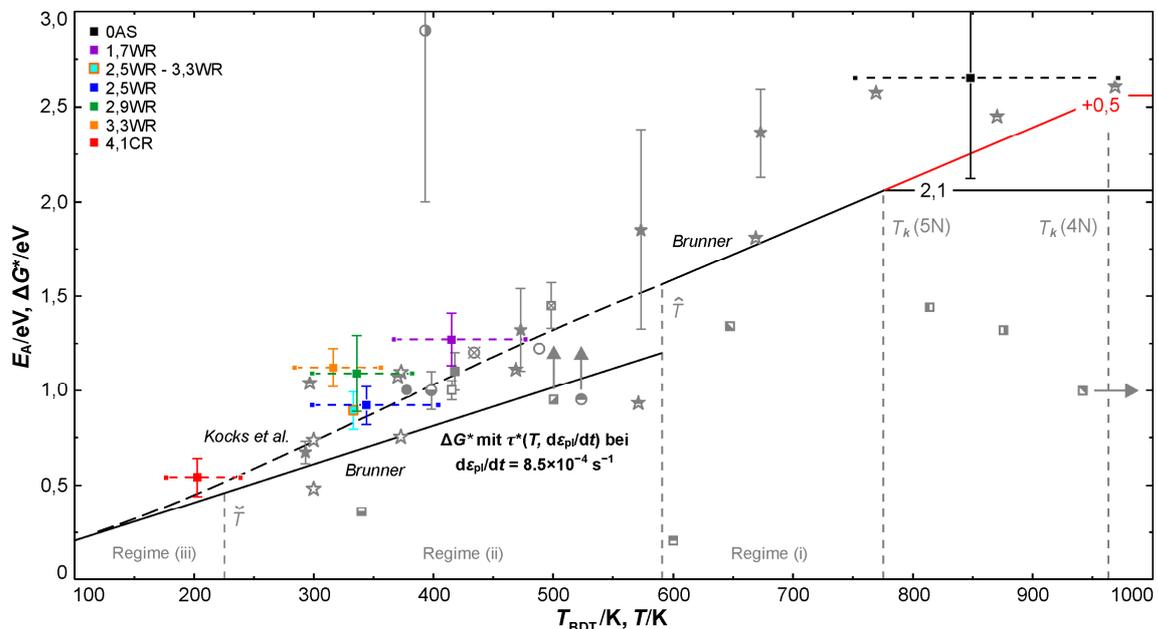
Übergangstemperatur bei konstanter Arrhenius-Aktivierungsenergie. *Für einen aussagekräftigen Vergleich von Mess- und Erwartungswerten sind die Lastraten aufeinander abzustimmen. Konkret sind die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien an den BDT-Temperaturen einzutragen, die sich bei der plastischen Dehnradeinstellung, für welche die Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung berechnet wurde.* In dieser Arbeit erfolgte die Ermittlung der BDT-Temperaturen anhand von bruchmechanischen Experimenten. Durch die Lokalisierung der plastischen Verformung auf den Bereich unmittelbar vor der Rissspitze ist die plastische Dehnrade nicht direkt zugänglich. Für eine Diskussion der Einflussgrößen, die bei der Einschätzung der wahren Dehnrade in der Prozesszone zu beachten sind; vgl. Kap. 4.4.2. Den Angaben von *Hahn et al.* [341] [Gl. B7] folgend, ist die Lastrate, die der plastischen Dehnrade von *Brunner* [201] entspricht mit  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  approximiert worden. Weitere experimentelle Einflussgrößen beachtend wird präzisiert, dass für das Einstellen einer plastischen Dehnrade in der Prozesszone von  $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  wahrscheinlich eine Lastrate etwas oberhalb von  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  anzusetzen ist. Somit sind in dieser Ausarbeitung formal die ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien auf einer Horizontalen zwischen den BDT-Temperaturen für  $1,0$  und  $100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  anzutragen. Es wird davon ausgegangen, dass die korrekte Position klar näher an dem Datenpunkt für  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  liegt. Die Verschiebung der BDT-Temperatur mit Änderung der Lastrate auf  $0,01$  und  $100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  ist durch die an den Datenpunkten eingezeichneten waagerechten Antennen angezeigt. Da keine exakte Lösung spezifiziert werden kann, bilden die Übergangstemperaturen der Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  die Grundlage der nachfolgenden Betrachtungen.

Der Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung ist in Abb. 49 durch schwarze durchgezogene Geraden repräsentiert. Aus dem Wechsel von der Anwendung des LT- zum EI-Modell resultiert an der Upper Bend (UB) Temperatur bei ungefähr  $600 \text{ K}$  eine Sprungstelle in dem Erwartungswert. Für Temperaturen oberhalb der KT nimmt die Gibbs-Energie der Aktivierung einen Plateauwert äquivalent der Peierls-Energie an. Unter den in *Brunner* [201] [Tab. 1] gewählten Randbedingungen wird die KT in SX W mit hoher Reinheit zu  $775 \text{ K}$  bestimmt. Die in dieser Arbeit ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien sind in Abb. 49 als farbige Datenpunkte eingetragen, bzw. das Ergebnis für OAS in Schwarz. Wie bereits oben andiskutiert, entspricht die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von OAS mit  $2,65 \pm 0,53 \text{ eV}$  der erwarteten Peierls-Energie von hochreinem W (5N) bei Addition von  $0,5 \text{ eV}$  als Effekt der reduzierten Reinheit. Als Folge der Zunahme der Peierls-Energie für W mit technischer Reinheit (4N) ist auch die KT zu höheren Werten verschoben. Dies wird durch eine Verlängerung der Trendlinie bis zum Schnittpunkt mit der angepassten Peierls-Barriere von  $2,6 \text{ eV}$  abgebildet. Die so angepasste KT für 4N ist um  $960 \text{ K}$  gelegen. Die für die Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  ermittelte Übergangstemperatur des gesinterten Zustands OAS liegt somit etwa  $100 \text{ K}$  unterhalb der angepassten KT und die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie übersteigt um ungefähr  $0,40 \text{ eV}$  den Erwartungswert.

Für die Materialien mit einer BDT-Temperatur unterhalb der KT sollte der Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die Gibbs-Energie der Aktivierung zu vernachlässigen sein [244] [Abb. 6]. Dies betrifft in dieser Ausarbeitung 1,7WR – 4,1CR, also alle gewalzten Zustände. Als erstes Material aus dieser Gruppe wird für 4,1CR die Lage der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie mit der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung verglichen. Mit einer BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von  $0,54 \pm 0,10 \text{ eV}$  ist der rote Datenpunkt in Abb. 49 nur wenig oberhalb der Referenzlinie nach *Brunner* [201] positioniert. Die Differenz „Soll“ zu „Ist“ beträgt  $0,13 \text{ eV}$  und kann durch die experimentelle Natur dieser Arbeit erklärt werden. *Damit ist nach einer isolierten Betrachtung des Ergebnisses für UFG W mit Raumtemperaturduktilität festzuhalten, dass aller Wahrscheinlichkeit nach (i) die Rissspitzenplastizität auch während eines Versuchs unterhalb von RT durch die KP-Bildung limitiert ist, und (ii) dass auch die UFG Mikrostruktur nicht zu einem Wechsel des Mechanismus führt,*

der den BDT kontrolliert. Diese Feststellungen sollen jedoch einstweilig noch mit einem Fragezeichen versehen werden, da die warmgewalzten Materialien im Trend von der Referenzlinie nach Brunner [201] abweichen und vor einer finalen Bewertung eine Klärung der Gründe hierfür angestrebt wird.

Wird der Verlauf der Datenpunkte für 1,7WR – 4,1CR linear angenähert ergibt sich nach Abb. 48b mit der Reduktion der Übergangstemperatur auch eine Abnahme der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie. In Hinblick auf die als Geradengleichung beschreibbare Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung in Regime (ii) und (iii) wird jedoch eine Differenz in der Steigung beider Kenngrößen ausgemacht. Aus Abb. 49 geht hervor, dass im Trend die Differenz zwischen den Erwartungswerten beruhend auf Brunner [201] und den gemessenen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien mit der Temperatur zunimmt. Dabei sind die BDT-Arrhenius Aktivierungsenergien zu höheren Werten verschoben. Während die Differenz zwischen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Gibbs-Energie der Aktivierung für 4,1CR nur 0,13 eV beträgt, wird für den Gruppenwert 2,5WR – 3,3WR bereits ein Unterschied von 0,24 eV und für 1,7WR von 0,43 eV festgestellt. Der letztgenannte Betrag stellt ein Vielfaches des kalkulierten Fehlers dar.



**Abb. 49:** Vergleich von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien und Gibbs-Energie der Aktivierung. Es sind die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien  $E_A$  nach dem kombinierten Ansatz und ihren jeweiligen BDT-Temperaturen  $T_{BDT}$  und die Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung  $\Delta G^*$  über der Temperatur  $T$  aufgetragen (beide Kenngrößen für eine approximierete plastische Dehnrate  $d\varepsilon_{pl}/dt$ , die den Experimenten von Brunner *et al.* [40] entspricht). Farbige und schwarze Quadrate sind BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien dieser Arbeit. Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung: Schwarze durchgezogene Linie entsprechend der Arbeit von Brunner [201], vgl. Kap. 4.4.2. Für die Berechnung der schwarzen Strichlinie nach dem Ansatz von Kocks *et al.* [378] siehe Gl. 38. Literaturdaten in Grau. Gibbs-Energien der Aktivierung: Bonk [196]: Sterne, gefüllt; Kappacher *et al.* [244]: Sterne, halb gefüllt; Rose *et al.* [39]: Sterne, offen. BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien, wobei Kreise auf Versuche an Zugproben bzw. Biegebalken und Quadrate auf Bruchmechanikversuche verweisen: Abernethy *et al.* [242]: Quadrat, diagonal oben rechts gefüllt; Ast *et al.* [232]: Quadrat, untere Hälfte gefüllt; Bonnekoh *et al.* [28]: Quadrat, diagonal unten links gefüllt; Chilton *et al.* [229]: Kreis, offen mit Diagonalen; Giannattasio *et al.* [11, 43]: Kreis, untere Hälfte gefüllt; Quadrate, offen, offen mit Diagonalen und gefüllt; Harmon [24]: Kreis, offen; Magnusson *et al.* [228]: Kreis, gefüllt; Németh *et al.* [241]: Kreis, rechte Hälfte gefüllt; Oude Vrielink *et al.* [379]: Kreis, obere Hälfte gefüllt; Riedle [42] und Gumbsch *et al.* [45]: Quadrat, obere Hälfte gefüllt; Rupp *et al.* [244]: Quadrate, linke Hälfte gefüllt; Quadrate, rechte Hälfte gefüllt; Tarleton *et al.* [105]: Quadrat, rechte Seite gefüllt, siehe auch Tab. 13 und Tab. 14. Für eine Beschreibung der Referenzlinien nach Brunner [201] und Kocks *et al.* [378] siehe Gl. 39.

**Tab. 13:** BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in W. Neben Informationen zum experimentellen Aufbau ist die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie  $E_A$  angegeben. Die ausgewiesenen Übergangstemperaturen  $T_{BDT}$  sind für eine Dehnrage von  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (Probengeometrien ohne Kerbe oder Anriss) bzw. die Lastrate von  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  (Experimente an gekerbten bzw. ange-rissenen Proben) inter- und zum Teil extrapoliert worden. In der ersten Spalte ist das Symbol ausgewiesen, welches den jeweiligen Eintrag in Abb. 49 repräsentiert.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Definition BDT-Temperatur	$T_{BDT}$ /K	$E_A$ /eV
<i>Abernethy et al.</i> [231] ■	einkristallin; bestrahlt: Dosis von 1,67 dpa bei 1173 K in High Flux Reaktor Petten; vor Bestrahlung technisch rein; nach der Bestrahlung wird 1,2 Gew.-% Re als Transmutationsprodukt festgestellt	4P-Biegebalken; EDM Kerbe; {100}{001} Riss-system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität; SEM-Analyse der Bruchflächen	1150 extrapoliert	0,99; 2019
<i>Ast et al.</i> [232] ■	einkristallin	Mikrobiegebalken; FIB-Kerbe; {100}{001} Riss-system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität; Auswertung des J-integrals; BDT-Temperatur in Mikroproben niedriger als in makroskopischen Proben [232]; Möglicherweise ist die Nukleation von Versetzungen an den freien Oberflächen für diesen Effekt verantwortlich [380]	340 interpoliert	0,36; 2018
<i>Bonnekoh et al.</i> [29] ■	polykristallin; rekristallisiert; Blech, gewalzt; technisch rein	SE(T); EDM-Kerbe L-T Rissssystem	2%-Kriterium	850	1,34 ±0,04; 2020
<i>Chilton et al.</i> [229] ⊗	polykristallin; rekristallisiert; Stab, gesintert	Zugprobe; nicht gekerbt	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	430	1,2*; 1969
<i>Giannattasio et al.</i> [11] ●	polykristallin; 99,99 % rein	4P-Biegebalken; nicht gekerbt	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	400 interpoliert	1,0 ±0,1; 2010
<i>Giannattasio et al.</i> [43] ■	polykristallin; feinkörnig; 99,99 % rein	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	420 interpoliert	1,1 ±0,1; 2007
<i>Giannattasio et al.</i> [11] ⊗	polykristallin; heißverformt; technisch rein	4P-Biegebalken; EDM Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	500 interpoliert	1,45 ±0,12; 2010
<i>Giannattasio et al.</i> [43] □	einkristallin; wie gewachsen	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe; {100}{001} Riss-system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	415 interpoliert	1,0 ±0,04; 2007
<i>Harmon</i> [24] ○	polykristallin; rekristallisiert	Zugprobe; nicht gekerbt	Temperatur, bei der die Brucheinschnürung 1 % übersteigt	490 interpoliert	1,2*; 1960
<i>Magnusson et al.</i> [228] ●	polykristallin; wie verformt; Stab, rundgehämmert	Zugprobe; nicht gekerbt	Temperatur, bei der sich die Kurve (Brucheinschnürung) erstmals auf einen spröden Wert einpendelt	380 interpoliert	1,0; 1957

\* *Chilton et al.* [229] und *Harmon* [24] finden in ihren Studien eine Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur, ohne jedoch diese in Form einer BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien auszuweisen. Diese sind im Rahmen dieser Arbeit berechnet worden.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

**Tab. 13 (Fortsetzung):** BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in W.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Definition BDT-Temperatur	$T_{BDT}$ /K	$E_A$ /eV
Németh <i>et al.</i> [230] ①	polykristallin; rekristallisiert; technisch rein	4P-Biegebalken; nicht gekerbt	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	400 interpoliert	2,9; 2015
Oude Vrielink <i>et al.</i> [379] ☉	Simulation; polykristallin	Simulation der Kristallplastizität; Gewählte Peierls-Energie 1,75 eV	Temperatur an der die Bruchdehnung 1 % überschreitet	520	0,91; 2020
Riedle Gumbsch <i>et al.</i> [42, 45] ■	einkristallin; hochrein	3P-Biegebalken; angerissen; {110}{110} Riss-system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	600 extrapoliert	0,2; 1995
Rupp <i>et al.</i> [233] ■	polykristallin; wie gewalzt; Stab, gesintert und gewalzt; technisch rein	3P-Biegebalken; EDM-Kerbe poliert; C-R Rissystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	875 interpoliert	1,32; 2011
Rupp <i>et al.</i> [233] ■	polykristallin; wie gewalzt; Stab, gesintert und gewalzt; technisch rein	3P-Biegebalken; EDM-Kerbe poliert; R-L Rissystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	810 interpoliert	1,44; 2011
Tarleton <i>et al.</i> [105] ■	Simulation; einkristallin	Simulation der Spannungsintensität vor einer Risspitze mittels DDD; Gewählte Peierls-Energie 1,75 eV	tiefste Temperatur bei der die Bruchbedingung nicht erreicht wird	648 interpoliert	0,95; 2009

**Tab. 14:** Gibbs-Energien der Aktivierung für W aus Dehnratenwechselversuchen. Es sind die experimentellen Randbedingungen beschrieben und das Symbol hinsichtlich der Zusammenstellung Abb. 49 ausgewiesen. Die Ergebnisse aus der Studie von Brunner *et al.* [69, 201] sind in Abb. 49 nicht als Einzelwerte sondern als Trendlinie wiedergegeben.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Experimentelle Parameter
Bonk <i>et al.</i> [195, 196] ★	ultrafeinkörnig; wie gewalzt; Blech, warm- und kaltgewalzt; technisch rein	Zugversuche; Zugachse parallel zur Walzrichtung	RT bis 800 K; Dehnratenprung bei 2 %; Dehnratenprung von $1 \times 10^{-3}$ auf $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und zurück; Gibbs-Energien der Aktivierung berechnet für $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ; 2018
Brunner <i>et al.</i> [69, 201] —	einkristallin; hochrein (5N)	Zugversuche und Spannungsrelaxation; Easy-Glide Orientierung	50 bis 800 K plastische Dehnraten von $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; 2000
Kappacher <i>et al.</i> [244] ★	polykristallin; ultrafeinkörnig; wie verformt; Scheibe, verformt mittels High-Pressure Torsion (HPT); technisch rein	Nanoindentierungen	RT bis 1073 K; Dehnratenprung nach 300 nm Verschiebung; Dehnratenprung von $4 \times 10^{-1}$ zu $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ und zurück; Gibbs-Energien für $0,4 \text{ s}^{-1}$ berechnet; 2021
Rose <i>et al.</i> [39] ☆	einkristallin	Zugversuche; verschiedene Orientierungen	300 K und 373 K; Dehnratenprung bei 0,2 und 6 %; Dehnraten von $4 \times 10^{-2}$ bis $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; Gibbs-Energien der Aktivierung berechnet für $4,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; 1962

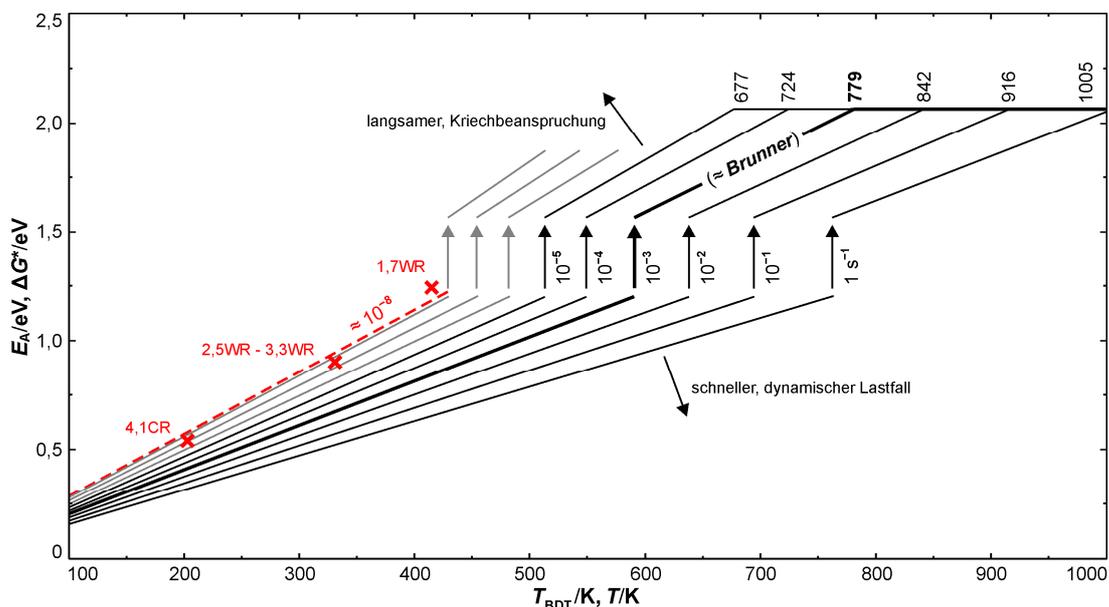
Die Tendenz einer Divergenz zwischen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Gibbs-Energie der Aktivierung mit dem Anstieg der Temperatur könnte einer fehlerhaften Einschätzung der plastischen Dehnrates an der Risspitze zugrunde liegen. *Die Wahl einer zu schnellen plastischen Dehnrates bei der Berechnung der Erwartungswerte resultiert in einer mit zu geringer Steigung versehenen Trendlinie für die Gibbs-Energie der Aktivierung. Bei konstantem Fehler in der Wahl der plastischen Dehnrates folgt mit Zunahme der Temperatur ein Anstieg der Differenz zwischen dem Messwert und Erwartungswert.* Es ist bereits ausgeführt worden, dass mit dem Ziel einer exakten Übereinstimmung der plastischen Dehnrates im Experiment und der Datenbasis für die Berechnung des Verlaufs der Gibbs-Energie [201] mutmaßlich in Abb. 49 die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien leicht rechts der Übergangstemperaturen für  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  einzutragen sind. Von der Seite der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien betrachtet bedeutet dies, dass die Gibbs-Energien der Aktivierung für eine etwas zu hohe plastische Dehnrates ausgewiesen sind, sofern ein Vergleich mit den Datenpunkten für  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  vorgenommen werden soll. Damit ist die oben getätigte Aussage hinsichtlich einer etwas zu schnelle Referenzdehnrates in Übereinstimmung mit der in Abb. 49 beobachtbaren Tendenz.

Die Abweichung zwischen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Gibbs-Energie der Aktivierung ist für  $1,7\text{WR} - 3,3\text{WR}$  zum Teil erheblich. In Abb. 50 ist der Versuch unternommen worden, die Differenzen zwischen Mess- und Erwartungswerten vor dem Hintergrund einer unpräzisen Einschätzung der plastischen Dehnrates in der Prozesszone zu erklären. Unter Zuhilfenahme der Kennwerte aus Brunner [201] sind Verläufe der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung konstruiert worden, welche die Ratenabhängigkeit des thermischen Beitrags widerspiegeln. Für die Konstruktion des Kennlinienfeldes wurde sich die von Hollang *et al.* [147] [Abb. 10] an SX Mo getätigte Beobachtung zunutze gemacht, dass die KT sogenanntes Arrhenius-Verhalten zeigt. In der gleichen Publikation [147] können auch Anhaltspunkte über die Beziehung zwischen KT und UB-Temperatur gefunden werden. An der UB-Temperatur tritt nach Brunner [201] ein Sprung in der Gibbs-Energie der Aktivierung der KP-Bildung auf. Aus den Daten von Hollang *et al.* [147] [Abb. 11] kann abgeleitet werden, dass die UB-Temperatur eines gegebenen Materials als ratenunabhängiger Faktor der KT ausgedrückt werden kann. In SX Mo mit hoher Reinheit (5N) beträgt dieser 0,82; in SX W (5N) 0,75; vgl. Ref. [201] [Abb. 1]. Da zwischen KT und UB-Temperatur eine lineare Abhängigkeit besteht, folgt auch die UB-Temperatur einer Arrhenius-Beziehung.

In Abb. 50 ist die Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung über der Verformungstemperatur für plastische Dehnrates zwischen  $1 \times 10^{-8}$  und  $1 \text{ s}^{-1}$  dargestellt. Die Konstruktion gestaltete sich wie folgt: (i) Die Verschiebung der KT und UB-Temperatur in Bezug auf die Positionen  $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  wurden bestimmt. (ii) Die Gibbs-Energie der Aktivierung an der KT entspricht der Peierls-Energie und ist unabhängig von der Dehnrates. Auch die die Gibbs-Energien der Aktivierung die mit der UB-Temperatur verknüpft ist, wurde als konstant festgelegt. Dies kann mit dem Sachverhalt begründet werden, dass die effektiven Schubspannung am UB in SX Mo ebenfalls konstant ist [147] [Abb. 11]. (iii) Die so berechneten Datenpunkten wurden Brunner [201] folgend mit Geraden verbunden, welche unabhängig von der Dehnrates bei (0 K, 0 eV) einen gemeinsamen Schnittpunkt besitzen. In der Theorie lassen sich nach diesem Vorgehen Verläufe der Gibbs-Energie der Aktivierung für beliebige Dehnrates konstruieren. Bei materialphysikalischer Betrachtung ist jedoch das valide Kennlinienfeld auf einem ausgewählten Bereich zu begrenzen. Dieser wurde in dieser Ausarbeitung anhand der Ergebnisse von Hollang *et al.* [147] zu SX Mo definiert, welche plastische Dehnrates von  $5,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  bis  $1,7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  abdecken. Das Maximum ist zwei Größenordnungen geringer als die Dehnrates von  $1 \text{ s}^{-1}$ , welche das Kennlinienfeld in Abb. 50 zum dynamischen Regime abgrenzt. Es kann an dieser Stelle jedoch davon ausgegangen werden, dass sich der Arrhenius-Zusammenhang über das gesamte quasi-statische Regime erstreckt. Trendlinien des quasi-statischen

Regimes sind in Abb. 50 in Schwarz gezeichnet. Die von *Hollang et al.* [147] als Minimum gewählte plastische Dehnrates ist mit  $5,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  bereits deutlich niedriger als die untere Grenze des quasi-statischen Regimes, die *Meyers* [12] [Abb. 12.2] auf  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  festlegt. In der Arrhenius-Auftragung für SX Mo wird jedoch auch die KT für  $5,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  durch die Fortsetzung des linearen Trends aus dem quasi-statischen Regime korrekt prognostiziert [147] [Abb. 10]. Es darf daher davon ausgegangen werden, dass die plastische Verformung bei dieser Dehnrates weiterhin von der KP-Bildung kontrolliert ist. Für  $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , die das Kennlinienfeld nach links abschließende Dehnrates, ist somit keine signifikante Abweichung von den Zusammenhängen im quasi-statischen Regime zu erwarten.

Für die Diskussion eines möglichen Fehlrteils in Hinblick die angenommene Wechselbeziehung zwischen Anstieg der Spannungsintensität und der plastischen Dehnrates in der Prozesszone sind in Abb. 50 die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien der Zustände 1,7WR, 2,5WR – 3,3WR und 4,1CR an den jeweiligen Übergangstemperaturen bei Belastung mit  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  eingezeichnet. Sowohl die Datenpunkte als auch die abgeleitete Trendlinie sind rot hervorgehoben. Für die Bestimmung der Regressionsgeraden ist ein Durchgang im Koordinatenursprung festgelegt worden. Die Trendlinie verläuft geringfügig oberhalb der Kennlinie, welche die Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung bei einer plastischen Dehnrates von  $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  repräsentiert. In Kap. 4.4.2 war auf Basis der Beziehung aus *Hahn et al.* [341] [Gl. B7] die plastische Dehnrates in der Prozesszone für die Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  mit ungefähr  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  eingeschätzt worden. Mit Blick auf diese Prognose suggeriert die Steigung der roten Regressionsgerade ein Irrtum im Umfang von fünf Größenordnungen. Zwar ist bereits in Kap. 4.4.2 ausgeführt worden, dass die direkte Übernahme der Lösung von *Hahn et al.* [341] wahrscheinlich die wahre Dehnrates in der Prozesszone überschätzt, jedoch ist diese Aussage vor dem Hintergrund einer Toleranz im Rahmen einer Größenordnung zu verstehen. In diesem Kontext wurde der Verzicht auf einen scharfen Anriss, Unsicherheiten bei der Wahl des Geometriefaktors, sowie das Gleichsetzen von totaler und plastischer Dehnrates angesprochen. Nach besten Wissen sollte jedoch die Differenz keinen Umfang von fünf Größenordnungen aufweisen.



**Abb. 50:** Einfluss der plastischen Dehnrates auf die Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung. Es ist die Gibbs-Energie der Aktivierung  $\Delta G^*$  über der Verformungstemperatur  $T$  aufgetragen. Die schwarze Linie mit erhöhter Strichstärke entspricht in etwa der Referenz nach *Brunner* [201]. Von links nach rechts steigt die Dehnrates um eine Größenordnung an. Schwarze Linien kennzeichnen quasi-statische Belastung [12] [Abb. 12.2]. Graue Linien zeigen die Verläufe für Dehnrates unterhalb des quasi-statischen Bereiches; hier Kriechbeanspruchung. Die rote Strichlinie ist die Regressionsgerade aus den BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien der Materialien 1,7WR, 2,5WR – 3,3WR und 4,1CR unter der Vorgabe, dass die Ausgleichsgerade den Koordinatenursprung bei 0 K schneidet.

Mit  $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  als am nächsten zur Regressionsgerade gelegene Kennlinie spiegelt diese Lösung für die Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  eine Dehnraterate wider, welche mindestens drei, eher vier Größenordnungen zu niedrig ist. Diese Schlussfolgerung wird durch eine Einordnung der Dehnraterate von  $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  bekräftigt. Meyers [12] [Abb. 12.2] definiert quasi-statische Versuchsführung als eine Belastung in dem Fenster  $1 - 1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . *Die nach Abb. 50 ermittelte Dehnraterate von  $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  ist typisch für Zeitstandversuche [381] und nicht mit der Versuchsführung dieser Arbeit in Einklang zu bringen. Es wird gefolgert, dass die in Abb. 49 beobachtete Unterschätzung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien durch die Referenzlinie nicht alleinig durch ein Fehlurteil bei der Prognose der wahren plastischen Dehnraterate in der Prozesszone zu begründen ist.* Aus dieser Aussage sollte andererseits nicht geschlossen werden, dass ein Beitrag einer zu niedrig eingeschätzten wahren Dehnraterate in Gänze zu verwerfen ist.

Der Methodik von Seeger [194] folgend, basiert der in Abb. 49 gezeigte Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung in Regime (i) auf der Anwendung des EI-Modells sowie in Regime (ii) und (iii) auf Berechnungen im Rahmen des LT-Modells. Den Ausführungen von Kiener et al. [180] [Gl. A12] zum ratenlimitierenden Prozess der plastischen Verformung von krz Metallen kann entnommen werden, dass das LT-Modell in dem Temperaturfenster 35 – 80 % der KT keine Anwendung finden sollte<sup>31</sup>. Für die plastische Dehnraterate  $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und der damit verknüpften KT von 775 K umfasst das ungültige Temperaturfenster 230 K – 620 K. In erster Näherung sind damit alle Berechnungen für die Gibbs-Energie der Aktivierung in Regime (ii) betroffen und die in Abb. 49 eingezeichneten durchgezogene schwarze Trendlinie in diesem Bereich muss als Referenz in Zweifel gezogen werden. Dies gilt ebenso für die korrespondierenden Abschnitte der Trendlinien in Abb. 50. In der Konsequenz sind damit die vorherigen Aussagen zu den Differenzen zwischen erwarteten und festgestellten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien für 1,7WR – 3,3WR zu revidieren. Die BDT-Temperaturen dieser Materialien sind allesamt Regime (ii) zuzuordnen.

Eine finale Beurteilung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien hinsichtlich der Kontrolle der KP-Bildung erfordert in Regime (ii) gültige Referenz. In Abb. 49 sind als Resultat maximaler Recherchebemühungen neben den Ergebnissen dieser Arbeit eine Vielzahl weiterer BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus vorherigen Studien angegeben. Datenpunkte, die auf dem Literaturstudium beruhen sind in Grau ausgeführt. *Mit Abb. 49 ist erstmals eine aussagekräftige Übersicht zu experimentelle BDT-Arrhenius Aktivierungsenergien geschaffen worden; für W im Speziellen und nach besten Wissen ebenso für krz Metalle. Die Einzigartigkeit der Datenaufbereitung für Abb. 49 beruht auf der Berücksichtigung des Faktums, dass die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien mit den jeweiligen Übergangstemperaturen verknüpft sind, welche mit der Lastrate für die Berechnung des Verlaufs der Gibbs-Energie der Aktivierung korrespondieren. Dafür sind für die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus der Literatur ratenangepasste Übergangstemperaturen ermittelt worden. Dies erfolgte mittels Inter- oder Extrapolation der in den Studien dokumentierten Übergangstemperaturen.* In Abb. 49 zeigen kreisförmigen Datenpunkten an, dass in der betreffenden Arbeit ein Probestyp ohne Anriss oder Kerbe verwandt wurde. Diese BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien sind an der jeweiligen Übergangstemperatur eingetragen, die statistisch mit der Dehnraterate  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  einhergeht. Bruchmechanisch gewonnene Ergebnisse werden durch quadratische Symbole repräsentiert. Nach der Näherungslösung von Hahn et al. [341] [Gl. B7] sind die Ergebnisse der zweiten Gruppe an den Übergangstemperaturen eingezeichnet, die nach der Normierung der Lastrate auf  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$

<sup>31</sup> Das EI-Modell ist nur bei niedrigen effektiven Schubspannungen (bis etwa 5 % der Peierls-Spannung) und das LT-Modell führt erst bei verhältnismäßig hohen Beträgen (ab ungefähr 30 % der Peierls-Spannung) zu validen Ergebnissen. In dem Zwischenbereich, dem Bereich der moderaten effektiven Schubspannungen 5 – 30 % der Peierls-Spannung, stellen sich beide Modelle als ungeeignet heraus. Werden diese effektiven Schubspannungen als Temperaturen ausgedrückt, ist das LT-Modell erst bei Verformungen unterhalb 30 % der KT anwendbar; das EI-Modell erst oberhalb von 80 % der KT.

berechnet wurden. *Die Verknüpfung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus Zug- und Biegeversuchen mit den Ergebnissen aus Bruchmechanikversuchen ist als ein weiteres Alleinstellungsmerkmal dieser Ausarbeitung hervorzuheben.* Eine Diskussion von möglichen Fehlerquellen bei der Umrechnung zwischen dem Anstieg der Spannungsintensität und der Dehnrates erfolgte in Kap. 4.4. Neben den Geraden nach Brunner [201] enthält Abb. 49 auch einzelne Datenpunkte, welche die Gibbs-Energien der Aktivierung für verschiedene W-Materialien an der jeweiligen Verformungstemperatur wiedergeben. Diese Datenpunkte sind als Symbole mit Sternkontur ausgeführt. Die Berechnung der Gibbs-Energie der Aktivierung erfolgte nach der Feststellung der Dehnraten- und Temperatursensitivität der CRSS unter den gewählten Verformungsbedingungen; vgl. Ref. [73] [Gl. 4.63]. Kurzbeschreibungen dieser Studien sind in Tab. 14 dargereicht. Im Hinblick auf die für Abb. 49 angestrebte Vereinheitlichung der Dehnrates zu  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sind die Ergebnisse von Bonk [196] ohne Konvertierung zu übernehmen. Auch die Ergebnisse von Rose *et al.* [39] sollten bei direkter Übernahme nur mit einem vernachlässigbaren Fehler behaftet sein. Die Dehnrates ist im Bericht von Rose *et al.* [39] mit  $4,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  angegeben. Eine größere Differenz wird in Bezug auf die Ergebnisse aus Kappacher *et al.* [244] erwartet. In der angeführten Studie wurden die Gibbs-Energien der Aktivierung für die Dehnrates von  $0,4 \text{ s}^{-1}$  berechnet<sup>32</sup>. Die Umrechnung einer Gibbs-Energie der Aktivierung aus der Literatur für eine gewählte Dehnrates (analog zu dem Vorgehen für die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien) ist in der Regel nicht zu realisieren. Für diese Vorhaben wären detaillierte Kenntnisse über die Verläufe von Dehnrates- und Temperatursensitivität der CRSS erforderlich. Vor diesem Hintergrund ist den Datenpunkten von Kappacher *et al.* [244] ein geringeres Gewicht bei der Bewertung der Gesamtsituation entgegenzubringen.

*Nach diesen Vorarbeiten wird mit Abb. 49 die bislang umfangreichste Datensammlung zum BDT in W präsentiert. Hierdurch können mehrere essentielle Befunde abgeleitet werden: (i) Im Temperaturbereich 220 – 600 K befinden sich sowohl die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien dieser Arbeit als auch die überwiegende Mehrzahl der Ergebnisse aus fremden Studien in einem gemeinsamen Streuband. (ii) Es wird kein Effekt der experimentellen Methode ausgemacht. Sowohl die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus Arbeiten mit Zugproben oder Biegebalken (ohne Kerbe oder Anriss; Kreissymbole) als auch die Ergebnisse auf Basis von bruchmechanischen Experimenten (Quadrate) zeichnen ein konsistentes Bild. (iii) Die Gibbs-Energien der Aktivierung (Symbole mit Sternkontur) fügen sich zumeist in das gemeinsame Band der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien ein. (iv) Das Band zwischen 220 – 600 K weist die eindeutige Tendenz auf, mit steigender Temperatur von der bisher als Referenz ausgelegten Trendlinie nach Brunner [201] abzuweichen. (v) Nach der Betrachtung von Abb. 49 erscheint die mit „Brunner“ gekennzeichnete zweigeteilte Entwicklung inklusive des Sprungs der Gibbs-Energie der Aktivierung wenig wahrscheinlich.*

Der Sprung in dem Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung an der UB-Temperatur soll als wichtiger Kritikpunkt an dem bisher betrachteten Referenzverlauf nochmals hervorgehoben werden. Nach Brunner [201] ist sowohl mit dem UB als auch Lower Bend eine Änderung der Peierls-Energie verknüpft. Diesbezügliche Interpretationen von Seeger [382, 383] sind nach heutiger Kenntnislage jedoch kritisch zu hinterfragen. Hier ist in erster Linie der postulierte Wechsel der Ebene der KP-Bildung und die Transformation des Versetzungskerns zu nennen. Es wird in dieser Arbeit die Position vertreten, dass die KP-Bildung in W und damit das Gleiten der Schraubenversetzung ausschließlich auf den kristallographischen Ebenen vom Typ {110} erfolgt; vgl. Refs. [172, 187]. Gleitlinien entlang {112}-Ebenen sind zufolge Srivastava *et al.* [187] auch durch das Gleiten auf {110}-Ebenen zu erklären. Marichal *et al.* [188] gelang es experimentell eine direkte Korrelation zwischen dem Gleiten

<sup>32</sup> J. Kappacher (Montanuniversität Leoben, Leoben): Persönliche Kommunikation

auf {110}-Ebenen und der Ausbildung von {112}-Gleitlinien zu dokumentieren. Damit spricht vieles für die vom Šesták *et al.* [384] [Abb. 14] vorgebrachte Vermutung, dass in krz Metallen zwischen der realen atomistischen und der scheinbaren mikroskopischen Gleitebene zu differenzieren ist.

Mit der Disqualifizierung des LT-Modells in Regime (ii) fehlt eine gültige Referenz vor dessen Hintergrund die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien hinsichtlich der KP-Bildung als postulierter ratenlimitierender Mechanismus der plastischen Verformung diskutiert werden kann. Um dieses Defizit zu umgehen werden nachfolgend die BDT-Arrhenius Aktivierungsenergien in Regime (ii) vor dem Hintergrund eines phänomenologischen Ansatzes von Kocks *et al.* [378] [Gl. 43w] betrachtet; vgl. auch Po *et al.* [385]. Dieser Alternativansatz gibt die Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung in der Form

$$\Delta G^* = \Delta F^* \left[ 1 - \left( \frac{\tau^*}{\tau_p} \right)^p \right]^q \quad (38)$$

wieder, wobei  $\Delta F^*$  die Helmholtz-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung ist und der Spannungsquotient das Verhältnis von effektiver Schubspannung  $\tau^*$  zur Peierls-Spannung  $\tau_p$  ausdrückt. Bei der Wahl der Exponenten sind nach Frost *et al.* [386] [Gl. 2.8] die Wertebereiche  $0 < p \leq 1$  und  $0 \leq q \leq 2$  einzuhalten. Laut den Ausführungen von Kocks *et al.* [378] [Abb. 43-7] sind die Exponenten mit der Geometrie der Peierls-Barriere in Verbindung zu bringen. Dieser Zugang wird an dieser Stelle jedoch nicht weiterverfolgt, stattdessen wird das Ziel verfolgt unter Einhaltung der Wertebereiche mittels Gl. 38 einen harmonischen Übergang zwischen Regime (iii) und (i) zu schaffen. Dies erscheint sowohl durch das Fehlen von Hinweisen auf einen Wechsel im KPM als auch nach der Analyse von Abb. 49 im Hinblick auf die Lage der Datenpunkte in Regime (ii) geboten. Nach Frost *et al.* [386] [Abb. 2.3] kann bezüglich der Exponenten nicht ein Exponentenpaar als die vollumfänglich passende Lösung erwartet werden. Eines der in [386] [Abb. 2.3] studierten Exponentenpaare mit guter Fitqualität ist  $p = 1$ ,  $q = 2$ . Werden diese Werte in Gl. 38 eingesetzt und weiterhin die Ergebnisse von Brunner [201] zur Helmholtz-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung sowie zur Peierls-Spannung in SX W angewendet, kann ein kontinuierlicher Übergang zwischen den Graden nach dem LT- und dem EI-Modell realisiert werden und ist in Abb. 49 als schwarze Strichlinie wiedergegeben. Die hierfür benötigte Entwicklung der effektiven Schubspannung wurde in Anlehnung an Gl. 29, Kap. 4.4.1 über eine Parabelfunktion der Temperatur beschrieben; vgl. Abb. A10, Anhang B. Die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien sowie die einzelnen Datenpunkte der Gibbs-Energie der Aktivierung werden durch diese neue Trendlinie sehr gut abgebildet. Es wird daher vorgeschlagen in zukünftigen Arbeiten zur Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in W den hier für Regime (ii) erarbeiteten Verlauf des Erwartungswertes als Referenz<sup>33</sup> zu erheben. Dadurch ergibt sich eine stückweise Definition der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung. Als Zahlenwertgleichung kann diese als

$$\Delta G^* = \begin{cases} 30,6 \times 8,617 \times 10^{-5} T & \text{Regime (i)} \\ 2,1 \left[ 1 - \left[ \frac{(28,8 - 0,029T)^2}{980} \right]^1 \right]^2 & \text{Regime (ii)} \\ 24 \times 8,617 \times 10^{-5} T & \text{Regime (iii)} \end{cases} \quad (39)$$

ausgedrückt werden, wobei die Temperatur  $T$  in [K] einzusetzen ist und das Ergebnis der Gibbs-Energie der Aktivierung  $\Delta G^*$  in [eV] ausgegeben wird.

<sup>33</sup> In der verwendeten Formulierung ist die Zahlwertgleichung nur für eine Dehnrates von  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  valide, bzw. für Belastungen, die mit einer ähnlichen Dehnrates verknüpft sind.

Mit dem neuen Referenzverlauf für die Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung sind auch die Bewertungen der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien der Materialien 1,7WR – 3,3WR zu revidieren. Die Korrelation zwischen den experimentellen Ergebnissen und dem Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung ist nun auch für diese Materialien evident. Generell sinkt die Differenz zwischen Mess- und Erwartungswert. Für den Gruppenwert 2,5WR – 3,3WR sinkt die Abweichung von 0,24 eV auf 0,08 eV; für 1,7WR sogar um 0,29 eV. Betrug die Differenz zu der Trendlinie nach *Brunner* [201] noch 0,43 eV, ist mit nun 0,14 eV der Unterschied in dem Bereich eines tolerierbaren Fehlers. *Den BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aller warmgewalzten Materialien kann nun ohne Vorbehalte eine gute Übereinstimmung mit der Gibbs-Energie der Aktivierung für die KP-Bildung bescheinigt werden. Damit stützen nun auch Ergebnisse von 1,7WR – 3,3WR die bereits für 4,1CR getätigte Aussage, dass in UFG W die KP-Bildung den BDT kontrolliert bzw. den ratenlimitierenden Prozess der Risspitzenplastizität an der Übergangstemperatur darstellt. Die Vermutung über einen Wechsel im Mechanismus ist zumindest für die in dieser Arbeit untersuchten UFG Materialien mit hoher Sicherheit zurückzuweisen.*

### *Falsifikation der Stufenversetzung als ratenkontrollierender Prozess*

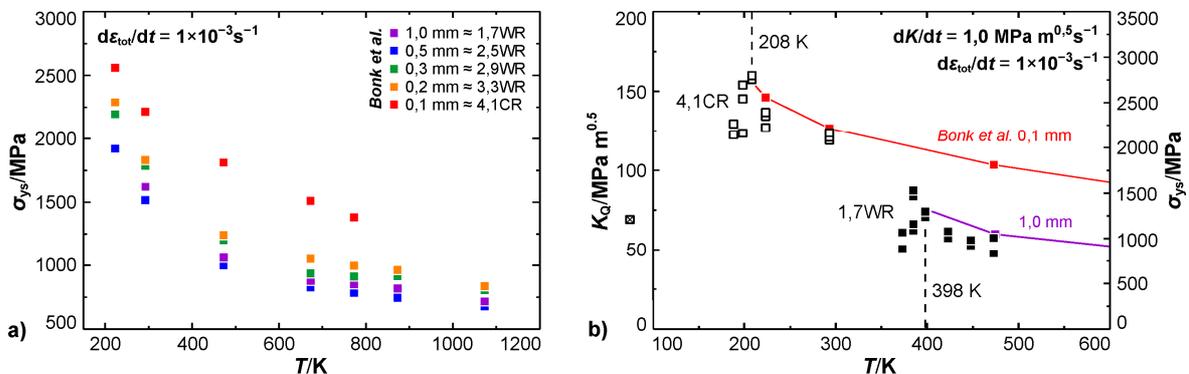
Die auf die Arbeitshypothese hin ausgerichtete Methodik hat starke Argumente für die Korrektheit dieser hervorgebracht. Nachfolgend wird überprüft, ob Anhaltspunkte gefunden werden können, die für einen von der Bewegung der Stufenversetzung kontrollierten BDT in UFG W sprechen.

*Das Gleiten der Stufenversetzung ist in krz Metallen ebenso wie die Bewegung der Schraubenversetzung thermisch aktiviert [387]. Die dennoch hohe Mobilität der Stufenversetzung in W [143] ist mit einer signifikant niedrigeren Peierls-Barriere erklärt [163].* Diese wird übereinstimmend mit 0,2 eV angegeben [45, 70]. Wird die für die Konstruktion der Kennlinien in Abb. 50 angewendete Methodik genutzt, die Temperatur zu bestimmen, ab der Stufenversetzungen sich W athermisch verhalten, wird für quasi-statische Bedingungen etwa 70 K als Lösung berechnet. Dieses Ergebnis liegt deutlich oberhalb der 10 K, die *Duesbery et al.* [388] für den Übergang thermisch-athermisch ausweisen. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass diese 10 K für Mo berechnet wurden. Wird der präexponentielle Faktor aus den Ergebnissen von *Brunner* [201] für SX W und die Peierls-Energie für die Kinkendiffusion in SX Mo [147] [Tab. 3] als Berechnungsgrundlage genutzt, entspricht die gefundene Temperatur für den Übergang thermisch-athermisch in dem von *Hollang et al.* [147] studiertem SX Mo mit 11 K praktisch dem Ergebnis von *Duesbery et al.* [388]. Diese Übereinstimmung kann als Beleg dafür gewertet werden, dass 70 K eine bessere Abschätzung des thermisch-athermisch Übergangs der Stufenversetzung in W darstellt, als dies ursprünglich erwartet werden konnte.

Unter der Voraussetzung, dass der ratenlimitierende Prozess der Risspitzenplastizität identisch mit dem Mechanismus ist, der homogenen plastische Verformung im Zugversuch kontrolliert, müsste ein Wechsel von der Schrauben- zur Stufenversetzung auch in der Entwicklung der Temperatursensitivität der Streckgrenze für UFG W abzulesen sein, deutlich von dem für SX W oder grobkörnigen Zuständen bekannten Bild abweichen. Konkret wird erwartet, dass (i) der Schnittpunkt mit der Ordinate bei 0 K bei signifikant geringeren Spannungen erfolgt. (ii) Der in erster Näherung lineare Verlauf der Streckgrenze im athermischen Regime endet anstatt um 800 K bei 70 K; vgl. Abb. 5, Kap. 2.1.3. In diesem Fall wäre die typischerweise mit der KP-Bildung assoziierte KT mit dem thermisch-athermisch Übergang der Stufenversetzung verknüpft.

*Bonk et al.* [195] [Abb. 4] haben in dem Temperaturfenster 200 – 1100 K die Entwicklung der Streckgrenzen für UFG W anhand von Zugversuchen ermittelt. Die Ergebnisse sind in Abb. 51a wiedergegeben und referenzieren auf Materialien, welche analog zu den Materialien 1,7WR – 4,1CR produzierten wurden. Aus den Verläufen geht klar hervor, dass auch in UFG W die Streckgrenze mit dem Unterschreiten einer Temperatur um 800 K zunimmt. Damit ist die Entwicklung der Streckgrenze in

UFG W in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen für SX W [40]; siehe Ref. [195] [Abb. 4] für eine direkte Gegenüberstellung beider Materialklassen. Bei dieser Aussage ist die Parallelverschiebung des athermischen Anteils zu berücksichtigen. *Es kann somit als bewiesen angesehen werden, dass in den von Bonk et al. [195] untersuchten UFG Materialien der thermische Charakter der Streckgrenze sich bereits unterhalb von 800 K ausbildet und dieser Effekt nicht erst um 70 K einsetzt. Dies ist ein weiteres Argument gegen einen Wechsel im ratenlimitierenden Prozess der plastischen Verformung in UFG W.* Wolfram mit von der Stufenversetzung kontrollierter Plastizität müsste bis 70 K ähnlich zu dem für kfz Metalle beobachteten Materialverhalten reagieren, da bei Verformungen oberhalb dieser Temperatur kein thermischer Anteil existieren sollte. *Damit kann für W festgehalten werden, dass das Auftreten eines BDT bei einer Temperatur oberhalb von 70 K nicht mit der Bewegung der Stufenversetzung in Zusammenhang steht.* Zwar ist die für 4,1CR ermittelte Übergangstemperatur von ungefähr 200 K im Kontext von W extrem niedrig, jedoch vermutlich mehr als 100 K oberhalb des thermisch-athermischen Übergangs der Stufenversetzung. Dies ist ein weiterer Beleg für die postulierte Konstanz im ratenkontrollierenden Mechanismus des BDT in UFG W.



**Abb. 51:** Vergleich von kritischer Spannungsintensität und Streckgrenze. In (a) ist die Streckgrenze  $\sigma_{ys}$  in weitestgehend äquivalent zu dem Materialien dieser Arbeit produzierte W-Blechen über der Temperatur  $T$  dargestellt. Eigene Darstellung nach Daten aus *Bonk et al.* [195] [Abb. 4]. In (b) ist die Entwicklung der kritischen Spannungsintensität  $K_Q$  für die Zustände 1,7WR und 4,1CR gezeigt und die die Streckgrenzen für die Materialien 1,0 mm und 0,1 mm als Trendlinie übertragen worden. Der Umrechnungsfaktor zwischen beiden Achsen beträgt  $17,5 \text{ m}^{-0,5}$  bzw.  $0,057 \text{ m}^{0,5}$ ; vgl. auch Ref. [361].

Diese Sichtweise wird durch Abb. 51b weiter untermauert. Es ist die Entwicklung der kritischen Spannungsintensität für 1,7WR und 4,1CR und der Verlauf der Streckgrenze für die entsprechenden Materialien von *Bonk et al.* [195] in einem Diagramm kombiniert. Es sind nur die kritischen Spannungsintensitäten für Versuche mit semi-duktilen bzw. duktilen Materialverhalten abgebildet. In dieser Darstellung wird ein hoher Grad der Übereinstimmung zwischen beiden Trends erkannt. Diese Exkursion mit dem Fokus auf die zu erwartenden Randbedingungen einer von der Stufenversetzung limitierten plastischen Verformung verdeutlicht, dass neben den vielfältigen positiven Befunden für die Bewegung der Schraubenversetzung auch negative Ergebnisse gefunden werden können, die gegen eine von der Stufenversetzung kontrollierten plastischen Verformung am BDT sprechen. *Ein weiteres Mal werden die Spekulationen über einen Wechsel im ratenkontrollierenden Mechanismus des BDT durch das Einstellen einer UFG Mikrostruktur in W zurückgewiesen.*

## 5.5 Identifikation von Korrelationen zwischen der Reduktion der BDT-Temperatur und der Entwicklung der Textur sowie verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur

Nach der Beurteilung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien kontrolliert das Gleiten der  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung den BDT in UFG W. Somit beruht die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur inklusive dem Erzielen von Raumtemperaturduktilität nicht auf einem Wechsel des ratenlimitierenden Prozesses der plastischen Verformung. Stattdessen sollte die Reduktion der Übergangstemperatur mit Modifikationen mikrostruktureller Natur infolge der hochgradigen Warm- und Kaltumformung in Verbindung zu bringen sein. Aufgrund der Tatsache, dass der ratenkontrollierende Prozess des BDT in SX W, grob- und feinkörnigem W, sowie UFG W identisch ist, sollte eine geeignete Formulierung es ermöglichen, die Reduktion der BDT-Temperatur auf Basis eines gewählten Satzes von Mikrostruktureigenschaften abzubilden.

Hinsichtlich dieses Zieles steht die Entwicklung der Korngröße im Zentrum der Betrachtungen. Die positive Wirkung einer Kornfeinung hinsichtlich einer Verbesserung der Übergangstemperatur ist nicht nur für W, sondern für krz Refraktärmetalle [107] [Abb. 8] im Allgemeinen sowie für ferritische Stähle [389] [Abb. 2] bekannt. Über den Einfluss der Textur und der Versetzungsdichte liegen nach besten Wissen bisher keine systematischen experimentellen Studien vor; vgl. Tab. 1, Kap. 2.1.

### 5.5.1 Prüfung eines Zusammenhanges mit der Walztextur

In SX W ist die Übergangstemperatur von der Kristallorientierung [41] parallel zur Symmetrieachse der Zugprobe bzw. bei der Verwendung von bruchmechanischen Proben durch die Wahl des Rissystems [45] beeinflusst. Die Spanne zwischen dem Minimum und dem Maximum der BDT-Temperatur beträgt etwa 100 – 175 K [41, 45]. Damit ist die Frage nach einem möglichen Einfluss der Textur auf die Übergangstemperatur in einem PC Zustand verknüpft, vor allem in stark texturierten Materialien. Auf Basis der in dieser Arbeit gesammelten Ergebnisse kann die Frage nach dem „ob“ nicht abschließen geklärt werden. In Bezug auf die beobachtete Reduktion der BDT-Temperatur von mindestens 400 K, wird jedoch geschlossen, dass ein eventuell vorhandener Beitrag der Textur im Verhältnis zu den Folgen der mikrostrukturellen Modifikationen geringfügig ausfällt.

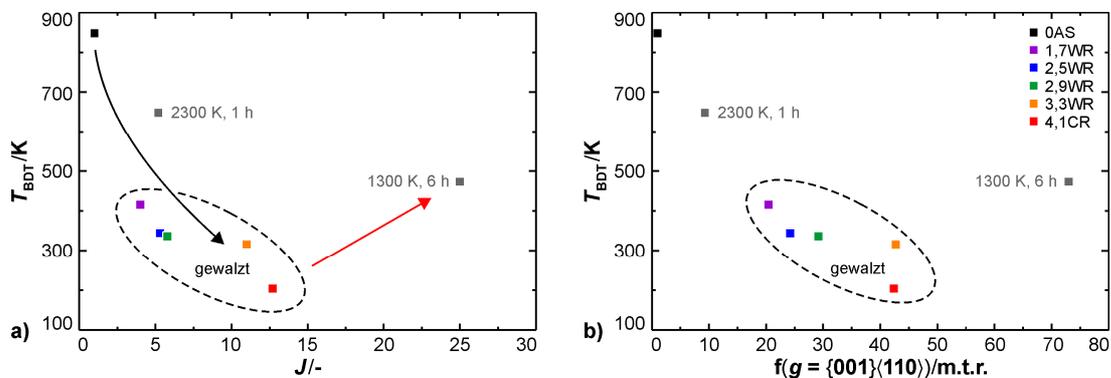
In Abb. 52 sind die BDT-Temperaturen der studierten Materialien über der Textur aufgetragen. Die Übergangstemperaturen referenzieren hierbei auf die Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ . Es werden zwei Ansätze verfolgt: In (a) wird die Schärfe der Textur durch den globalen Parameter Texturindex (TI) abgebildet. Die Auftragung in (b) beruht auf der Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage  $\{001\}\langle 110 \rangle$ ; vgl. Abb. 17b, Kap. 4.3.1. Werden die TIs der Materialien 0AS und 1,7WR – 4,1CR betrachtet, kann ein klarer Trend identifiziert werden. Der gesinterte Zustand weist mit 1 und 850 K sowohl den geringsten TI als auch das Maximum der BDT-Temperatur auf. Die Gruppe der gewalzten Materialien besitzt im Vergleich hierzu höhere TIs und reduzierte Übergangstemperaturen. Diese Entwicklung ist auch innerhalb der Gruppe 1,7WR – 4,1CR zu beobachten. Mit zunehmendem Umformgrad steigt der TI und die BDT-Temperatur sinkt kontinuierlich: (4,0; 415 K), (5,3; 344 K), (5,8; 336 K), (11,0; 316 K) und (12,7; 205 K). Die Auftragung der BDT-Temperatur über der Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage in Abb. 52b vermittelt eine ähnliche Tendenz. Erwartungsgemäß besitzt Material 0AS eine Orientierungsdichte um 1 m.t.r. Bis 3,3WR steigt mit zunehmendem Umformgrad die Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage an. Gleichzeitig erfolgt eine Reduktion der Übergangstemperatur: (20 m.t.r.; 415 K), (27 m.t.r.; 344 K), (29 m.t.r.; 336 K) und (43 m.t.r.; 316 K). Mit dem Kaltwalzschritt 3,3WR → 4,1CR geht ebenfalls eine Reduktion der BDT-Temperatur

einher, die Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage ist jedoch im Vergleich zu 3,3WR (43 m.t.r.; 316 K) leicht rückläufig (42 m.t.r.; 205 K). Dieser Widerspruch zu der Entwicklung des TI im letzten Walzschritt ist mit der Verschiebung des Maximums der Orientierungsdichte entlang der  $\alpha$ -Faser zu erklären; vgl. Abb. 34, Kap. 5.2. Werden nur die bisher beschriebenen Ergebnisse berücksichtigt, kann zu der Schlussfolgerung gelangt werden, dass die Reduktion der Übergangstemperatur (i) mit der Schärfe der Walztextur korreliert und (ii) ein gewichtiger Kausalzusammenhang zwischen beiden Materialeigenschaften nicht ausgeschlossen werden kann. Werden jedoch auch die Resultate für wärmebehandelte Materialien aus Parallelstudien mit in Betracht gezogen, sind diese beiden Aussagen nicht aufrecht zu halten.

Ergebnisse zu wärmebehandeltem W sind in Abb. 52 als graue Datenpunkte aufgeführt. Dabei ist (i) ein rekristallisiertes Material auf der Grundlage von 1,7WR, nachträglich gegläht bei 2300 K für eine Dauer von 1 h [29], und (ii) ein Zustand auf Basis von 4,1CR enthalten [390]. Der letztgenannte Zustand wurde bei 1300 K für 6 h wärmebehandelt und zeigt mikrostrukturelle Änderungen, die mit einer erweiterten Form der Erholung erklärt werden. In erster Linie sind die Ergebnisse zu Material 1300 K, 6 h ausschlaggebend für die Auffassung, dass die in dieser Arbeit beobachtet verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur von W unabhängig von der Ausbildung der Walztextur zu interpretiert ist. Mit einem TI von 25,0 und einer Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage von 73 m.t.r. zeigt Material 1300 K, 6 h mit Abstand die schärfste Textur. Die Verschärfung der Textur durch den Prozess der erweiterten Erholung geht jedoch mit einem ausgeprägten Anstieg der BDT-Temperatur einher [390] [Abb. 3]. Bei der Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  beträgt die Differenz zwischen den Zuständen wie gewalzt und gegläht etwa 270 K. Mit 470 K wird nach der Wärmebehandlung sogar eine höhere Übergangstemperatur gefunden als für Material 1,7WR (400 K) unter diesen Verformungsbedingungen.

Ein weiteres Indiz, dass die starke Walztextur auf die in dieser Ausarbeitung untersuchten Reduktion der Übergangstemperatur einen als gering zu gewichteten Einfluss besitzt, geben die absoluten Differenzen der BDT-Temperaturen. Hierbei sei darauf hingewiesen, dass nach der Rekristallisation weiterhin die Walztextur in niedriger Intensität festgestellt wird. Hinsichtlich des TI ist die Textur von 2300 K, 1 h vergleichbar mit den warmgewalzten Materialien 1,7WR – 2,9W. Die Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage fällt hierzu jedoch etwas ab und ist mit 9 m.t.r. in der Mitte zwischen einer regellosen Orientierungsverteilung und 1,7WR (20 m.t.r.) verortet. Der Unterschied in der BDT-Temperatur zwischen Material 2300 K, 1 h und 4,1CR beträgt jedoch 450 K, vgl. Ref. [29] [Tab. 3]; zwischen OAS und 4,1CR sogar 650 K, auch wenn hierbei aller Wahrscheinlichkeit nach der Aspekt der Sinterporen zu berücksichtigen ist. Die Variationsspanne der BDT Temperatur 450 – 650 K steht dem an Einkristallen ermittelten Umfang der Abhängigkeit der Übergangstemperatur von der Orientierung bzw. vom Rissystem entgegen. Zuerst soll das konservativere Ergebnis von 450 K in Hinblick auf die Arbeit von *Riedle* [42] zu den BDT-Temperaturen an angerissenen W-Einkristallen mit verschiedenen Rissystemen diskutiert werden, wobei als Notation (Rissebene)[Rissfront] gilt. Die Lastrate ist von *Riedle* [42] mit  $0,04 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  angegeben und damit signifikant niedriger als  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ , also die Lastrate, auf der die in Abb. 52 enthaltenen BDT-Temperaturen beruhen. Dies geleitet zu der Feststellung, dass die von *Riedle* [42] berichteten Unterschiede in der BDT-Temperatur niedriger ausfallen als Ergebnisse, die unter identischen Randbedingungen bei der Lastrate von  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  ermittelt würden. Die Analyse der Übergangstemperaturen in Tab. 12, Kap. 5.4.1 für die Belastungen  $0,01$  und  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  zeigt auf, dass der Fehler in der Differenz der Übergangstemperaturen mit etwa 10 % zu beziffern ist. Dieser ist formal zu den Temperaturdifferenzen aus *Riedle* [42] aufzuaddieren. Aufgrund des experimentellen Charakters dieser Ausarbeitung wird hierauf jedoch verzichtet und nachfolgend die Originalergebnisse diskutiert. *Riedle* [42] berichtet für die Rissysteme (100)[011] und (011)[0 $\bar{1}$ 1] ein Minimum der BDT-Temperatur. Bei

Prüfung des (100)[001]-System wurde die höchste aller Übergangstemperatur ermittelt. Die Differenz zwischen Maximum und Minima wird mit 100 K angegeben. Etwa in der Mitte von maximaler und niedrigster BDT-Temperatur ist das Ergebnis für das Risssystem (110)[001] lokalisiert. Das (110)[001]-Risssystem bildet die Situation in der Mehrzahl der Körner in 1,7WR – 4,1CR ab, sofern das L-T Risssystem geprüft wird; vgl. Abb. 58, Kap. 5.5.2. Damit steht eine Reduktion der BDT-Temperatur als mögliche Folge der Textur von etwa 50 K, der in Kap. 5.4.1 beschriebenen Verschiebung von 650 K gegenüber, bzw. der Differenz zwischen Material 2300 K, 1 h und 4,1CR von 450 K. Ein ähnliches Fazit kann vor dem Hintergrund der Ergebnisse von *Garlick* [41] gezogen werden, die unter Zuhilfenahme von Zugversuchen an SX W ermittelt wurden. Die Dehnrates der Zugversuche betrug  $1,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Nach der Näherungsformel von *Hahn et al.* [341] entspricht diese einem Äquivalent um  $0,15 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ ; vgl. Kap. 4.4.2. Bezüglich der betrachteten Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  fallen damit auch die Differenzen in der BDT-Temperatur aus *Garlick* [41] geringfügig zu klein aus. Der Fehler ist jedoch kleiner als 10 % einzuschätzen. *Garlick* [41] beziffert den Einfluss der Orientierung des W-Einkristalls auf die BDT-Temperatur mit 175 K. Einkristalle der mit (110)-Richtung parallel zu der Zugachse besitzen die niedrigste und (100)-Proben die höchste Übergangstemperatur [41] [Abb. 2]. Auch die Art des BDT, ob scharf ausgeprägt oder als breiter Übergangsbereich ausgeführt, ist im Zugversuch von der Probenorientierung beeinflusst. In der bruchmechanischen Studie von *Riedle* [42] [Abb. 6.49] ist ein solcher Effekt nicht beschrieben. *Summa summarum kann die Sichtweise vertreten werden, dass die für 1,7WR – 4,1CR gefundene Korrelation zwischen der Ausprägung der Textur und der Übergangstemperatur mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht auf einem Kausalzusammenhang zurückzuführen ist. Sowohl die Walztextur als auch die Reduktion der Übergangstemperatur sind direkte Folgen der plastischen, ohne die Existenz eines maßgeblichen Zusammenhangs.*



**Abb. 52:** Korrelation zwischen der BDT-Temperatur und Textur. In (a) ist die Übergangstemperatur  $T_{BDT}$  über dem Texturindex  $J$  aufgetragen. In (b) ist die BDT-Temperatur über der Orientierungsdichte  $f(g)$  der gedrehten Würfellage dargestellt. Alle BDT-Temperaturen sind nach dem kombinierten Ansatz bestimmt und mit der Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  verknüpft. Die BDT-Temperaturen der wärmebehandelten Materialien sind unter Anwendung eines experimentellen Aufbaus bestimmt worden, der identisch mit dem in dieser Arbeit verwendeten Aufbau ist; vgl. Refs. [29, 390].

Als ein weiteres Argument für die oben vertretene Sichtweise wird die Studie von *Zhao et al.* [391] vorgebracht. In dieser wurde das Zugversuchsverhalten von W-Drähten im gezogenen und wärmebehandelten Zustand verglichen. Durch die Wärmebehandlung 1900 K, 0,5 h erfuhr die Textur der Drähte nur eine geringfügige Modifikation, jedoch versagten die geglühten Proben bei RT im linear-elastischen Anstieg. Im gezogenen Zustand und nach 1273 K, 3 h konnte noch ein ausgeprägter plastischer Bereich beobachtet werden [391] [Abb. 11]. Durch die Wärmebehandlung ist der BDT von unterhalb RT auf eine Temperatur oberhalb verschoben worden. *Nach aktueller Datenlage kann kein finales Urteil über den Einfluss der Textur hinsichtlich der BDT-Temperatur gebildet werden. Für den gleichen Typ von Textur ist jedoch kein signifikanter Effekt zu erwarten.*

## 5.5.2 Korrelationen mit der Korngröße und Korngrenzendichte sowie Diskussion des Charakters der Korngrenzen

Im Kontext der plastischen Verformbarkeit von Materialien steht in der Mehrzahl der Diskussion zu Korngrenzen die Begrenzung der freien Weglänge als Behinderung von Versetzungsgleiten im Mittelpunkt. In dieser Ausarbeitung wird fernerhin die Rolle von Korngrenzen als bevorzugter Ort der Nukleation von Versetzungen mit in die Überlegungen einbezogen. Es sind verschiedenen Ansätze hinsichtlich ihrer Fähigkeit untersucht worden, auf Basis der Eigenschaften von Korngrenzen belastbare BDT-Temperaturen vorauszusagen. Die Adaption einer Formulierung aus einer kürzlich veröffentlichten DDD-Studie zum Einfluss von Versetzungsquellen und Hindernissen in der Umgebung der Risspitze erlaubt bei bekannter Mikrostruktur sowohl eine präzise Vorhersage des BDT in verformtem W als auch die Möglichkeit die Materialanisotropie abzubilden. Die Kombinierbarkeit der experimentellen Ergebnisse mit Simulationen spricht dafür, dass die BDT-Temperatur in UFG W von der Verteilung von Korngrenzen in Bezug auf die Lage von Rissfront und Rissebene bestimmt wird. Werden im Rahmen der Mikrostrukturanalyse zu den HABs auch die LABs berücksichtigt, wird ein Optimum der Qualität der prognostizierten BDT-Temperaturen erzielt.

Bevor eine detaillierte Untersuchung hinsichtlich des Einflusses der Korngrenzen auf die BDT-Temperatur begonnen wird, sei die heute im Kontext des Bruchverhaltens vermehrt diskutierte Rolle der CSL-Grenzen angesprochen [136, 137]. *Mikhailovskij et al.* [134] konnten in Experimenten an W-Bikristallen für CSL-Grenzen einen höheren Widerstand gegen das Versagen identifizieren als dies für Korngrenzen mit etwas abweichenden Missorientierungen beobachtet wurde. Wird das Brandon-Kriterium [353] für die Ermittlung herangezogen, liegt der Anteil von CSL-Grenzen  $\Sigma 3 - \Sigma 25$  für die gewalzten Materialien dieser Arbeit in dem Bereich 5 – 8 %; in Bezug auf allen Korngrenzen mit einer Missorientierung oberhalb von  $2^\circ$ . Nach *Priester* [364] sind dies typische Werte, die in Materialien mit regellos verteilten Kornorientierungen erwartet werden können. Wird die starke Walztextur der Materialien 1,7WR – 4,1CR berücksichtigt, liegen die gefundenen Häufigkeiten für CSL-Grenzen sogar unterhalb der Erwartungswerte [364] [Tab. 11.2]. Wird weiterhin in Betracht gezogen, dass das Brandon-Kriterium nicht konservativ ist [363] und sich bei einer schärferen Formulierung des Toleranzwinkels der gefundene Anteil von CSL-Grenzen in 1,7WR – 4,1CR auf etwa 1 % reduziert, ist anzunehmen, dass Raumtemperaturduktilität von UFG W nicht die Folge einer bevorzugten Bildung von CSL-Grenzen ist.

Der Zusammenhang zwischen einer Kornfeinung und reduzierten BDT-Temperaturen wurde bereits früh festgestellt [107] [Abb. 8]. Konträr hierzu war jedoch auch vereinzelt eine Reduktion der Übergangstemperatur nach Kornwachstum berichtet worden. *Tahmoush et al.* [389] als auch *Stephens* [118] gelang es diese widersprüchliche Datenlage aufzuklären: In krz Metallen verläuft die Entwicklung der BDT-Temperatur als Funktion des mittleren Korndurchmessers durch ein Maximum. Für W werden die höchsten Übergangstemperaturen um einen Korndurchmesser von 100  $\mu\text{m}$  beobachtet [118] [Abb. 13]. Materialien mit einer gröberen Kornstruktur besitzen niedrigere BDT-Temperaturen. Die Grenze dieser Entwicklung stellt SX W dar. Einkristalline Zustände sind im Kontext von W mit verhältnismäßig niedrige Übergangstemperaturen ausgestattet [41]. Für eine erweiterte Darstellung und eine Interpretation der zweiteiligen Entwicklung der BDT-Temperatur bei einer Verringerung des mittleren Durchmessers oberhalb und unterhalb einer kritischen Korngröße sei auf *Reiser et al.* [112] verwiesen. Für Materialien mit mittleren Korndurchmessern unterhalb der kritischen Korngröße kann die Reduktion der BDT-Temperatur durch Kornfeinung mittels einer Hall-Petch (HP) ähnlichen Formulierung angenähert werden [25]. Jedoch wird bereits nach einer verhältnismäßig niedrigen Umformung eine Anisotropie der BDT-Temperatur identifiziert [18, 26]. Damit ist zu erwarten, dass die in Kap. 5.4.1 angegebenen Übergangstemperaturen nur für das geprüfte L-T Rissystem gültig sind.

Die BDT-Temperatur ist somit eine Materialkenngröße, die neben dem Materialzustand, als die in der Regel zu untersuchende Einflussgröße, auch von der Lastrate und der Lage der Probe in Bezug zum Koordinatensystem eines Halbzeugs beeinflusst ist. Für eine aussagekräftige Dokumentation sind Informationen hierzu unerlässlich. Hieraus folgt auch, dass bei hochgradig gewalzten W-Blechen eine universelle Beschreibung der BDT-Temperatur nicht mittels eines angenäherten gemittelten Durchmesser erfolgen kann; anders als dies bei Materialien mit homogener Kornmorphologie ausreichend ist. Für Zustände mit stark anisotropen Korndimensionen existiert bislang keine Formulierung, welche neben der Korngröße auch den Einfluss des Rissystems auf die Übergangstemperatur abzubilden vermag.

Eine Mikrostruktureigenschaft, die das Potential besitzt die anisotrope Morphologie von Körnern bei einer Prognose der BDT-Temperatur abzubilden, ist die Korngrenzendichte. Hierfür wird in der Regel die Länge der Korngrenzen zu der Größe der ausgewerteten Schlißfläche ins Verhältnis gesetzt. In der Studie von *Ratliff et al.* [32] wurde der Einfluss der Mikrostruktur und der Zugabe von Oxidpartikeln auf die BDT-Temperatur von gewalzten W-Blechen untersucht. Eine gute Korrelation zwischen beiden Eigenschaften wird nach einer linearen Auftragung beobachtet [32] [Abb. 24]; vgl. auch *Yin et al.* [392] [Abb. 7]. Bei bekannter Mikrostrukturen ließe sich die zugehörige BDT-Temperatur somit unkompliziert über die Formulierung

$$T_{\text{BDT}} = T_1 - A_1 \bar{S}_V \quad (40)$$

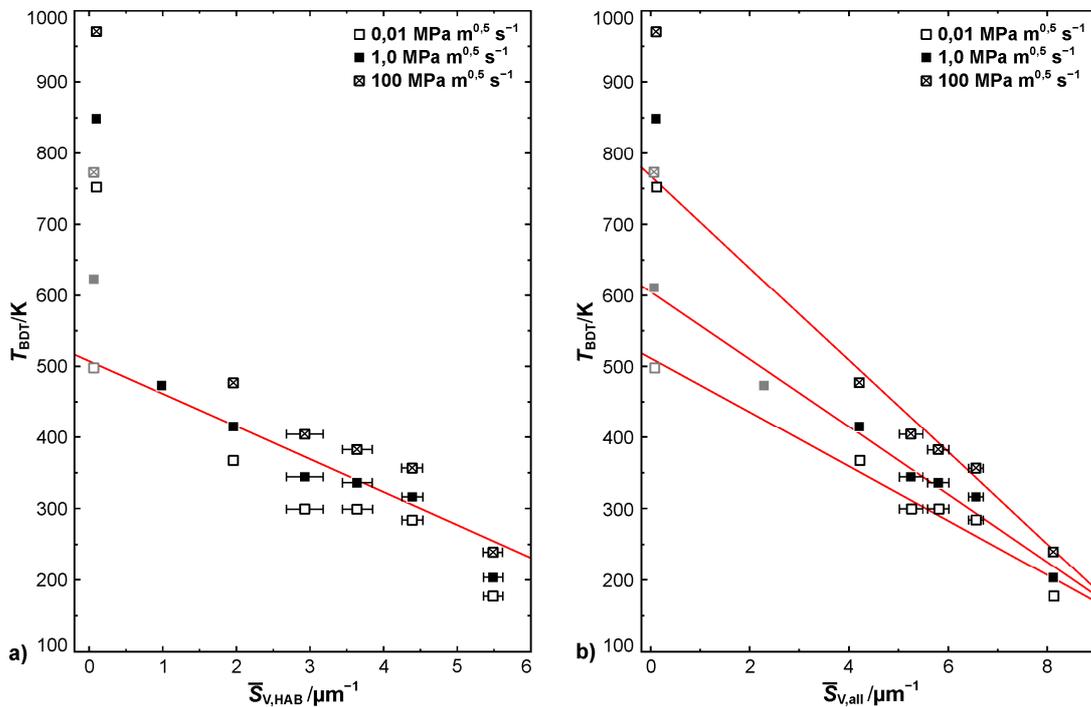
ermitteln, wobei  $T_1$  sowie  $A_1$  Konstanten sind und  $\bar{S}_V$  die mittlere Korngrenzendichte in der untersuchten Schlißebene repräsentiert. Die Beurteilung dieses Ansatzes hinsichtlich der Eignung für hochgradig umgeformte Materialien ist Gegenstand des nachfolgenden Textabschnitts.

In Abb. 53 ist die Übergangstemperatur nach dem kombinierten Ansatz über der Korngrenzendichte der Schlißebene LS aufgetragen. Beide Diagramme unterscheiden sich in dem Bereich der berücksichtigten Missorientierungen. Während bei der Ermittlung der Korngrenzendichte für Abb. 53a nur HABs berücksichtigt wurden, zeigt (b) die mittlere Korngrenzendichte für Missorientierungen  $2 - 62,8^\circ$ , inkludiert also Korngrenzen vom Typ LAB und HAB. Wie bereits bei der Diskussion der Textur praktiziert, sind die Daten von parallel studierten W-Materialien [29, 390] in Abb. 53 mit aufgenommen. Diese sind durch graue Symbole gekennzeichnet. Sofern vorhanden, sind die Übergangstemperaturen der Lastraten  $0,01$ ;  $1,0$  und  $100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  eingetragen. Diese sind in der angegebenen Reihenfolge offenen, geschlossenen und diagonal-gekreuzten Symbolen zugeordnet. Für den bei  $1300 \text{ K}$ ,  $6 \text{ h}$  wärmebehandelte Zustand ist die BDT-Temperatur nur für die Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  bekannt [390] [Tab. 2]. Für Abb. 53a wird eine klare Tendenz beobachtet: Unabhängig von der gewählten Lastrate werden für Zustände mit hoher HAB-Dichte reduzierte Übergangstemperaturen beobachtet. Jedoch zeigt sich auch, dass ein linearer Zusammenhang auf die Mikrostrukturen zwischen  $2,0$  und  $4,4 \mu\text{m}^{-1}$  bzw.  $1,0$  und  $4,4 \mu\text{m}^{-1}$  begrenzt ist. In diesem Bereich befinden sich 1,7WR – 3,3WR und das wärmebehandelte Material  $1300 \text{ K}$ ,  $6 \text{ h}$ . Links und rechts vom zentralen Bereich werden teils beachtliche Diskontinuitäten ausgemacht. Auf der linken Seite des Diagramms prognostiziert die Verlängerung des linearen Trends für 0AS und Material  $2300 \text{ h}$ ,  $1 \text{ h}$  deutlich zu niedrige BDT-Temperaturen. Dies gilt ins Besondere für 0AS mit einer Differenz zwischen „Soll“ und „Ist“ von mehr als  $350 \text{ K}$ . Auch 4,1CR ( $5,5 \mu\text{m}^{-1}$ ) am rechten Rand von Abb. 53a ist nicht hinreichend von der Trendlinie beschrieben. Hier ist jedoch eine Verschiebung der gemessenen BDT-Temperaturen zu niedrigeren Werten festzustellen. Werden nicht nur HABs ausgewertet, sondern auch LABs bei der Berechnung der Korngrenzendichte einbezogen, ermöglicht Gl. 40 deutlich präzisere Prognosen der BDT-Temperaturen. Die Darstellung der Ergebnisse in Abb. 53b erfolgt analog zu Diagramm (a). Besonders für die gefüllten und diagonal gekreuzten Symbole wird über den gesamten Datenbereich

eine hohe Übereinstimmung mit der Näherungsgeraden erzielt. Die Differenz zwischen den prognostizierten und den Ist-Übergangstemperaturen beträgt im Maximum lediglich 20 K. Von diesem positiven Urteil muss OAS ausgenommen werden. Auch bei der Berücksichtigung von LABs sowie HABs ist die Differenz weiterhin erheblich und beträgt in Abb. 53b weiterhin etwa 250 K; in Abb. 53a rund 350 K. Da sich die Materialien OAS und 2300K, 6 h im Verhältnis zu den UFG Mikrostrukturen nicht wesentlich in der Korngröße unterscheiden, liegt die Vermutung nahe, dass die Differenz in der BDT-Temperatur für OAS in erster Linie auf der Porosität nach dem Sintern beruht; vgl. Diskussion zu Abb. 47, Kap. 5.4.1. Es scheint an dieser Stelle gerechtfertigt eine Auswahl vorzunehmen und für die weitere Diskussion nur Materialien zu berücksichtigen, bei denen die gemessene Dichte der physikalischen Dichte entspricht. Dies trifft auf 1,7WR – 4,1CR plus 1300 K, 6 h und 2300 K, 1 h zu. Wird unter diesen Rahmenbedingungen Abb. 53b nochmals bezüglich der Linearität der Entwicklung untersucht, kann der Korngrenzendichte aller Grenzen eine sehr gute Eignung bescheinigt werden die BDT-Temperatur von W-Materialien mit Korngrößen von einigen 10  $\mu\text{m}$  bis zu UFG Mikrostrukturen und in verschiedenen Produktspezifikationen zu beschreiben; wie gewalzt, gegläht und rekristallisiert. Im Vergleich zu den Datensätzen für die Lastraten 1,0 und 100  $\text{MPa m}^{0,5}$ , fällt die Passgenauigkeit der Trendlinie für 0,01  $\text{MPa m}^{0,5}$  etwas ab. Dies ist aller Wahrscheinlichkeit nach auf die geringere Anzahl der geprüften Proben bei dieser Lastrate zurückzuführen. Bei der Lastrate 0,01  $\text{MPa m}^{0,5}$  beträgt die reine Messzeit pro Versuch mehrere Stunden; ohne Anfahren der Prüftemperatur und die Wartezeit bis zur thermischen Stabilisierung des Messaufbaus.

An dieser Stelle muss jedoch eine wesentliche Limitation des in Gl. 40 definierten Ansatzes herausgestellt werden. Dieser ist in der Natur der Korngrenzendichte begründet. Wird die Korngrenzendichte anhand eines EBSD-Datensatzes ermittelt, ist diese per Definition als ein Mikrostrukturkennwert mit dem Charakter einer Flächeneigenschaft zu behandeln, d. h. die Summe aller Grenzen ist mit der betrachteten Fläche verknüpft. Werden nur die drei Hauptrichtungen für rechteckige Probenmaterialien einbezogen, können drei elementare Ebenen abgeleitet werden; dies sind die Ebenen LT, LS und TS bzw. deren äquivalente Permutationen. In der Folge können unter dieser Randbedingung drei Werte für die Korngrenzendichte eines gegebenen Materials angegeben werden. Abhängig von dem Grad der Anisotropie der Korndimensionen unterscheiden sich die Ergebnisse erheblich. In Abgrenzung zu den Ebenen führt eine Vertauschung der Richtungen in der Notation für die Risssysteme nicht zu einem identischen Ergebnis; vgl. Ref. [221] [Abb. 1]. In gewalzten Blechen existieren sechs unabhängige Risssysteme: L-T, L-S, T-L, T-S, S-L und S-T. Dies sind auf die  $3^2$  mögliche Permutationen der Hauptrichtung abzüglich der ungültigen Kombinationen L-L, T-T und S-S zurückzuführen. So gut der Ansatz der Beschreibung der BDT-Temperatur auf Basis der Korngrenzendichte nach der Analyse von Abb. 53b erscheint, so ungenügend ist dieser inhärent geeignet sechs unabhängigen Übergangstemperaturen als Folge von sechs Risssystemen bei nur drei möglichen Ebenen gerecht zu werden. Als Beleg der Notwendigkeit hierfür sind die Studien von *Nikolić et al.* [120, 240] und *Pfeifenberger et al.* [119] anzuführen. In diesen wird für ein identisches Material die BDT-Temperatur bzw. die Materialantwort bei RT für die Risssysteme L-T und T-L [240] sowie für S-L [119] ermittelt. Für alle diese Risssysteme ist die für RT dokumentierte Materialantwort fundamental voneinander abweichend. Für das T-L System wird bei RT duktiler Verhalten beobachtet [240] [Abb. 2]. Die Bruchfläche unmittelbar nach der Kerbe ist durch einen Delaminationsbruch gekennzeichnet. Nach anfänglichem stabilen Risswachstum wird ein Übergang zu einem transkristallinen Risspfad beobachtet. Dies veranlasst *Nikolić et al.* [240] die BDT-Temperatur für das T-L Risssystem auf eine Temperatur etwas unter RT festzusetzen. Die Prüfung des L-T Risssystems führt zu sprödem Materialverhalten bei RT, wobei die Rissausbreitung von transkristallinem Wachstum dominiert ist. Die Übergangstemperatur für das L-T Risssystem ist somit oberhalb von RT anzusiedeln. Gleiches gilt für das Risssystem S-L. Makroskopisches Materialverhalten und das Bruchbild

besitzen bei RT einen spröden Charakter. Rissausbreitung erfolgt jedoch auf eine interkristalline Weise entlang der Walzebene [119] [Abb. 7].



**Abb. 53:** Korrelation zwischen BDT-Temperatur und der Korngrenzendichte. In (a) ist die Übergangstemperatur  $T_{BDT}$  über der mittleren Korngrenzendichte  $\bar{S}_V$  der HABs; also der Grenzen mit einer Missorientierung oberhalb von  $15^\circ$  aufgetragen. Angaben zur Korngrenzendichte referenzieren auf die Ergebnisse zu der Schlifflene LS. In (b) sind LABs und HABs, d. h. Grenzen in dem Bereich  $2 - 62,8^\circ$  berücksichtigt. In beiden Diagrammen wird auf die BDT-Temperaturen nach dem kombinierten Ansatz Bezug genommen. Graue Symbole kennzeichnen Ergebnisse aus Ref. [29, 390], für dessen Ermittlung ein identischer Messaufbau verwendet wurde.

Der Wechsel zu einer mikrostrukturellen Kenngröße mit linearem Charakter verspricht die Umgehung einiger der Schwierigkeiten, die mit der Verwendung der Korngrenzendichte verbunden sind. Mechanische Eigenschaften, die mit der Korngröße in Zusammenhang stehen, folgen häufig einer Art der *Hall-Petch (HP) Beziehung* [393]. Im Folgenden wird ein Versuch unternommen den Verlauf der BDT-Temperatur über einen Ansatz, ähnlich der Formulierung nach *Petch* [394] und *Hall* [395], in der Form

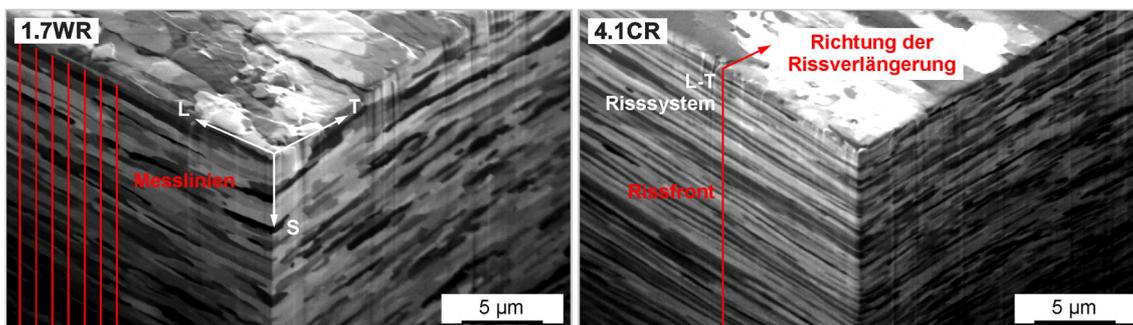
$$T_{BDT} = T_2 - A_2 \bar{\lambda}^{-0,5} \quad (41)$$

anzunähern, wobei im Unterschied zu den ursprünglichen Formulierungen hinsichtlich der Spaltbruchspannung [394] bzw. der Härte von Polykristallen [395], der korngrößensensitive Term mit einem negativen Vorzeichen ausgestattet ist. In Gl. 41 sind  $T_2$  sowie  $A_2$  als Konstanten aufzufassen. Eine weitere Verschiedenheit hinsichtlich der oben zitierten Arbeiten ist die Verwendung der mittleren Sehnenlänge  $\bar{\lambda}$  als Mikrostruktureigenschaft an Stelle eines mittleren Korndurchmessers. In dieser Ausarbeitung sei die Sehnenlänge definiert als der Abstand zwischen benachbarten Korngrenzen entlang der idealisierten Rissfront, also einer Geraden im Sinne der Spezifikation nach Ref. [221] [Abb. 1]. In diesem Fall kann die mittlere Sehnenlänge mittels der Formulierung

$$\bar{\lambda} = \left| \vec{g} \vec{d}_S \begin{bmatrix} \vec{r}_{L|S} & \dots & \dots \\ \dots & \vec{r}_{T|S} & \dots \\ \dots & \dots & 1 \end{bmatrix} \right| \quad (42)$$

angenähert werden. Durch die Wahl eines geeigneten Vektors  $\vec{g}$  für die Beschreibung des Verlaufs der Rissfront erlaubt dieser generalisierte Ausdruck die Berechnung der Sehnenlänge für beliebige

Risssysteme und ist nicht auf die Systeme begrenzt, die anhand der drei Hauptrichtungen L, T, bzw. S dargestellt werden können. Der Faktor  $\bar{a}_S$  steht für den mittleren Abstand der Korngrenzen gemessen durch die Ausrichtung der Messlinien parallel zur S Richtung; siehe Abb. 54a. Die Größen  $\bar{r}_{L|S}$  und  $\bar{r}_{T|S}$  charakterisieren die mittleren Dimensionen der Körner entlang der L-Richtung bzw. T-Richtung im Verhältnis zu der Korngröße in der S-Richtung. Im Rahmen dieser Arbeit sind ausschließlich Proben mit L-T Risssystem geprüft worden. Die Lösung von Gl. 42 mit dem entsprechenden Orientierungsvektor (0,0,1) zeigt, dass unter dieser Randbedingung die mittlere Sehnenlänge mit der mittleren Korngröße bzw. dem mittleren Abstand von Korngrenzen entlang der S-Richtung gleichzusetzen ist. Der hier gelegte Fokus auf die mittlere Sehnenlänge beruht (i) auf Ergebnissen einer in-situ TEM-Studie zu der Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen in der Nähe einer Rissspitze von *Issa et al.* [121] und (ii) der von *Tanaka et al.* [123] aus Simulationen abgeleiteten Feststellung, dass in UFG Materialien die Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen dominiert.



**Abb. 54:** Erörterung der Kenngröße Sehnenlänge für das L-T Risssystem. Es sind die Ausrichtung der Messlinien eingezeichnet, die zur Ermittlung der mittleren Korngröße in der S-Richtung genutzt wurden. In dieser Ausarbeitung ist der Korngrenzenabstand parallel zur S-Richtung identisch mit der Sehnenlänge. Mit der wirklichen Mikrostruktur als Untergrund sind die per Definition zugewiesenen Eigenschaften des in dieser Ausarbeitung ausschließlich genutzten L-T Risssystems eingezeichnet. Darstellung in Anlehnung an Ref. [370].

In Abb. 55 sind die BDT-Temperaturen über der Sehnenlänge in einer HP-Auftragung dargestellt. Zuerst soll die Korrelation zwischen Übergangstemperatur und der Sehnenlänge der HABS in Diagramm (a) untersucht werden. Wiederum werden die BDT-Temperaturen aller Lastraten berücksichtigt. Es können vergleichbare Feststellungen getroffen werden, wie diese bereits für Abb. 53a beschrieben worden sind. In dem Bereich der warmgewalzten Materialien, zuzüglich 1300 K, 6 h, kann in erster Näherung die Entwicklung über eine Gerade angenähert werden. Diese Aussage ist für die Übergangstemperaturen aller Lastraten valide. Außerhalb dieses Bereiches, also unterhalb von  $0,7 \mu\text{m}^{-0,5}$  und oberhalb von  $1,8 \mu\text{m}^{-0,5}$ , bildet die Trendgerade nicht die reale Entwicklung der BDT-Temperatur ab. Die Übergangstemperatur für 4,1CR wird durch die (anhand von 1,7WR – 3,3WR und 1300 K, 6 h bestimmte) nach rechts extrapolierte Regressionsgerade, klar überschätzt. Die BDT-Temperatur für 4,1CR ist niedriger als die Prognose. Die Verlängerung der Ausgleichsgeraden zur linken Diagrammseite zeigt im Unterschied dazu, dass die BDT-Temperatur des rekristallisierten Zustands um etwa 100 K unterschätzt wird, also keine konservativen Werte erlangt werden. Werden auch die LABs bei der Berechnung der mittleren Sehnenlängen berücksichtigt, folgt die Aufreihung der Datenpunkte in der HP Auftragung nicht nur für die warmumgeformten Zustände einem linearen Trend. Auch die BDT-Temperaturen für Material 2300 K, 1 h werden nun von der Ausgleichsgerade hinreichend beschrieben. Dies trifft allerdings weiterhin nicht für 4,1CR zu. Die Reduktion der Übergangstemperatur infolge Kaltwalzens fällt wesentlich größer aus, als dies die Trendlinie vorspiegelt. Die Abweichung zwischen Datenpunkten und Trendlinie ist jedoch für den Ansatz mit LABs und HABS geringer, als dies in Abb. 55a für die mittleren Sehnenlängen der HABS beobachtet wird. Diese Feststellungen sind unabhängig von der Verwendung der gemessenen mittleren Sehnenlängen oder den nach Abb. 20b, Kap. 4.3.1 korrigierten wahren Sehnenlängen. Die gemessenen Sehnenlängen

sind oberhalb der Trendlinien durch Striche markiert. *Weiterhin muss festgestellt werden, dass auch Gl. 41 in seiner Grundkonstruktion auf die Beschreibung von drei unabhängigen BDT-Temperaturen limitiert ist. Konkret sind dies die Übergangstemperaturen entsprechend den Sehnenlängen entlang der L-, T- bzw. der S-Richtung. Diesen drei BDT-Temperaturen stehen die sechs möglichen Ergebnisse für die grundlegenden Rissysteme gegenüber. Ein erfolgreicher Ansatz muss mindestens zwei Mikrostrukturkennwerte enthalten, damit auf Basis der Kombinatorik sechs Lösungen erzielt werden können.*

In einer Veröffentlichung zum Einfluss der Positionierung von Versetzungsquellen und Versetzungsbarrieren in der Nähe der Risspitze auf die BDT-Temperatur zeigen *Reiser et al.* [112] anhand von DDD-Simulationen, dass sowohl die Dichte von Versetzungsquellen entlang der Rissfront, als auch die zur Verfügung stehende freie Weglänge für das Gleiten der Versetzungen nach der Nukleation, die BDT-Temperatur beeinflussen. Die gefundene Beziehung mit (i) dem mittleren Abstand von Quellen entlang der Rissfront und (ii) der mittleren freien Weglänge als Einflussgrößen, entspricht der oben aufgestellten Forderung nach einer Formulierung mit mindestens zwei unabhängigen Variablen. Die aus DDD-Simulationen abgeleitete Beziehung wird von *Reiser et al.* [112] [Gl. 13] mit

$$T_{\text{BDT}} = T_{\text{BDT},0} - A d_{\delta}^{0,5} d_{\lambda}^{-1} \quad (43)$$

angegeben, wobei  $d_{\delta}$  die mittlere freie Weglänge und  $d_{\lambda}$  die mittlere Distanz zwischen Versetzungsquellen entlang der Rissfront ist. Die weiteren Größen  $T_{\text{BDT},0}$  und  $A$  in der hier unverändert übernommenen Notation stehen für Konstanten.

Wie zuvor im Prolog zu Gl. 42 angesprochen, wird in dieser Ausarbeitung die Annahme getroffen, dass in UFG W der mittlere Anstand zwischen Versetzungsquellen an der Rissfront in erster Näherung mit der mittleren Sehnenlängen korreliert. Weiterhin wird für die nachfolgenden Untersuchungen postuliert, dass entweder die mittlere Korngröße in der L-Richtung oder der T-Richtung ein Maß für die freie Weglänge sei. Somit kann die oben zitierte Gleichung für die BDT-Temperatur in eine, an die wahren Bestandteile einer Mikrostruktur angelehnten Form,

$$T_{\text{BDT}}^{\text{nm}} = T_3 - A_3 \bar{d}_x^{0,5} \bar{\lambda}^{-1} \quad (44)$$

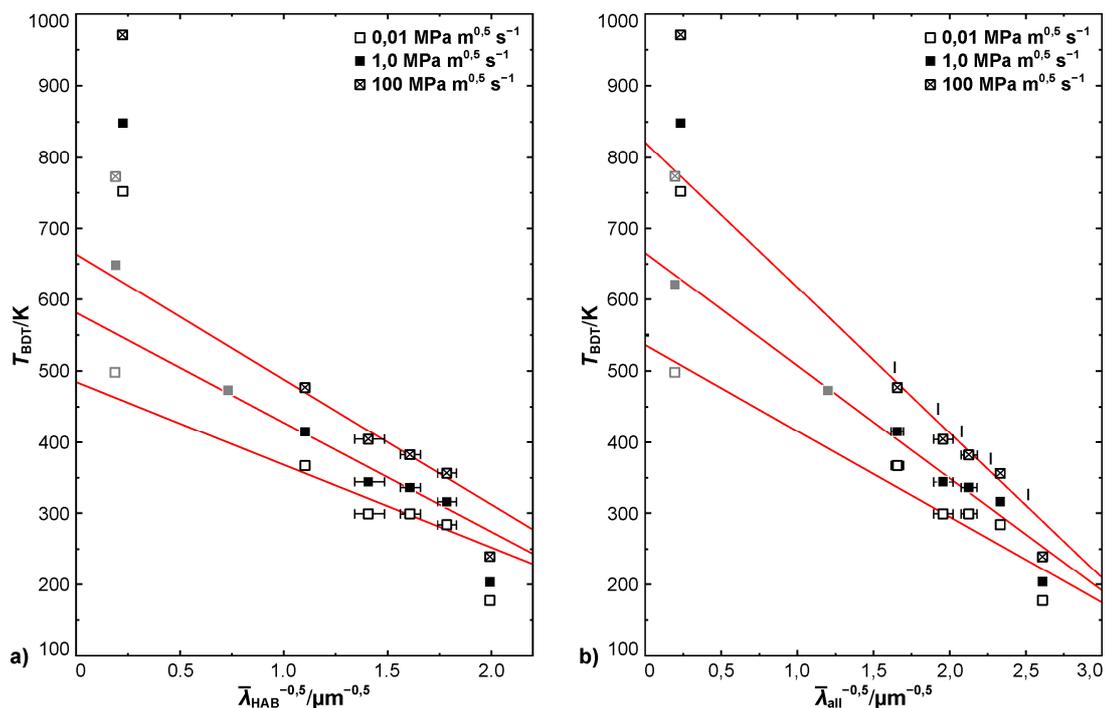
bzw. in die Formulierung

$$T_{\text{BDT}}^{\text{nm}} = T_3 - A_3 \bar{r}_{x|S}^{0,5} \bar{\lambda}^{-0,5} \quad (45)$$

umgeschrieben werden, wobei nm ein Platzhalter für das konkret untersuchte Rissssystem ist, und  $T_3$  sowie  $A_3$  als Konstanten behandelt werden. Die Variable  $\bar{d}_x$  beschreibt die mittlere Korngröße in der Richtung x und  $\bar{r}_{x|S}$  die Anisotropie der Korndimension in x, auf den mittleren Korngrenzenabstand in der S-Richtung bezogen; vgl. Gl. 42. Unter der Prämisse, dass nur Proben mit L-T Rissystem berücksichtigt werden sollen, und weiterhin nur die Anisotropie der Bleche in den Hauptrichtungen geprüft werden, ist bei diesem Ansatz x mit einer der verbleibenden Hauptrichtungen zu substituieren. Sowohl die Ergebnisse bei Wahl der L- als auch der T-Richtung sind in dieser Ausarbeitung untersucht worden; siehe Abb. 56 und Abb. 57. Die Größe  $\bar{\lambda}$  repräsentiert die mittlere Sehnenlänge.

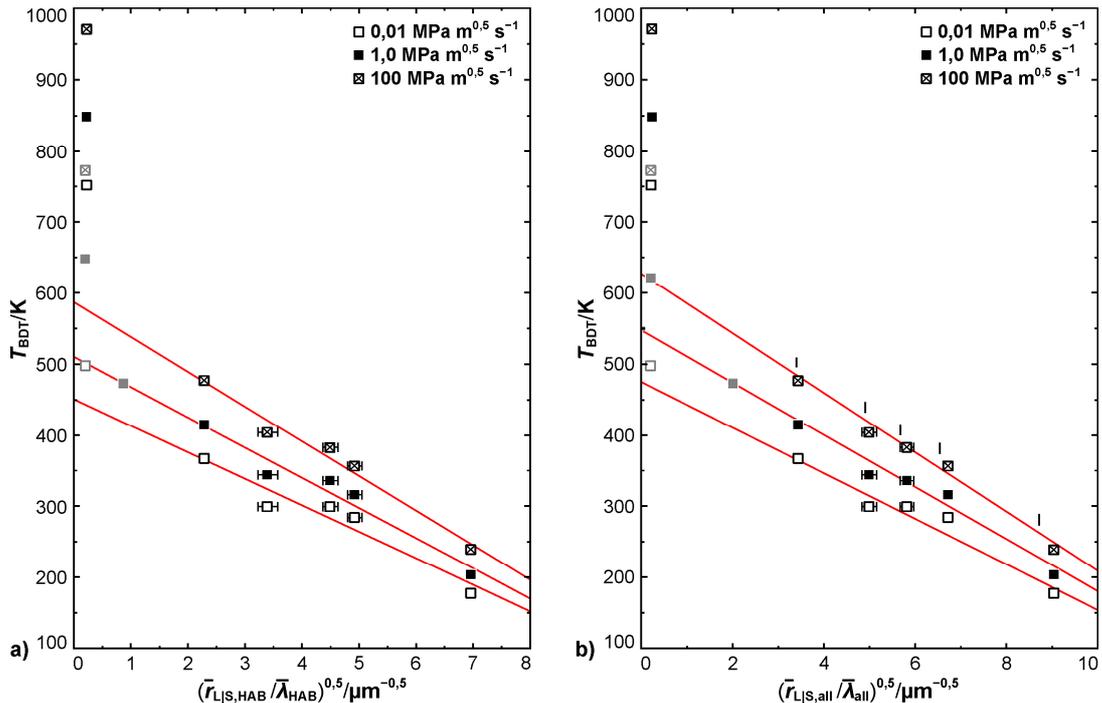
In Abb. 56 ist die Entwicklung der BDT-Temperatur dargestellt, wobei die Position der Datenpunkte entlang der Abszisse aus dem in Gl. 45 beschriebene Produkt aus dem Seitenverhältnis und der mittlerer Sehnenlänge berechnet wurde. Zuerst wird die Linearität der Entwicklung auf Basis des Verhältnisses der Korngröße parallel zu der L-Richtung untersucht; und hierbei zuallererst für die Ergebnisse nach Auswertung der HABs. Im Vergleich zu dem vorher untersuchten Ansatz vom HP-Typ ist die in Abb. 56a erprobte Auftragung wesentlich besser geeignet, um die BDT-Temperaturen der umgeformten Materialien auf Basis einer einzigen Trendlinie zu beschreiben. Der in der Diskussion von Abb. 55 besprochene markant-ausgeprägte Abfall der BDT-Temperatur zwischen 1,7WR –

3,3WR und 4,1CR wird weitestgehend durch die für Abb. 56 gewählte Art der Darstellung ausgeglichen. In der Konsequenz können Datenpunkte der Materialien 1,7WR – 4,1CR durch eine gemeinsame Trendlinie beschrieben werden. Vergleichbar mit den zuvor untersuchten Ansätzen, verbessert die Berücksichtigung von Grenzen mit Missorientierungen  $2 - 15^\circ$  (LABs) zusätzlich zu den HABs die Korrelation zwischen der BDT-Temperatur und der Sehnenlänge in der gewählten Auftragung; siehe Abb. 56b. Vor allem die Datenpunkte von 2,5WR fügen sich in Diagramm (b) etwas besser in den Gesamttrend ein. Für die Lage des kaltgewalzten Materials im Bezug zu dem Verlauf der warmgewalzten Bleche kann zwischen (a) und (b) keine Verschiebung ausgemacht werden. Dies ist ein fundamentaler Unterschied zu der oben analysierten HP-Auftragung. An dieser Stelle muss jedoch auch ein Defizit der Auftragung nach Gl. 45 angesprochen werden. Dieses liegt in der Kompatibilität der Trendlinie mit den Ergebnissen des rekristallisierten Zustands. Mittels der zuvor untersuchten, auf Gl. 40 bzw. Gl. 41 zugrunde liegenden Ansätze gelingt (sofern HABs und LABs berücksichtigt werden) die Vorhersage der Übergangstemperatur von Zustand 2300 K, 1 h wesentlich präziser. Unterschätzt die Verlängerung der Trendlinie auf Basis von HABs die Übergangstemperatur um etwa 150 K, beträgt die Abweichung bei der Betrachtung von LABs und HABs ungefähr 50 K, wobei die ausgewiesenen Zahlenwerte auf den Ergebnissen zu der mittleren Lastrate beruhen. Damit ist die Prognose für 2300 K, 1 h nach Gl. 45 nicht konservativ. Dies begrenzt den in Abb. 56 untersuchten Ansatz auf Materialien mit Verformungsstruktur, als da sind: 1,7WR – 4,1CR und der moderat wärmebehandelte Zustand 1300 K, 6 h [390]. An diesem Befund ändert auch ein Austausch des mittleren Seitenverhältnisses der Körner zugunsten der Korndimension entlang der T-Richtung nichts Grundlegendes; vgl. Abb. 57b.

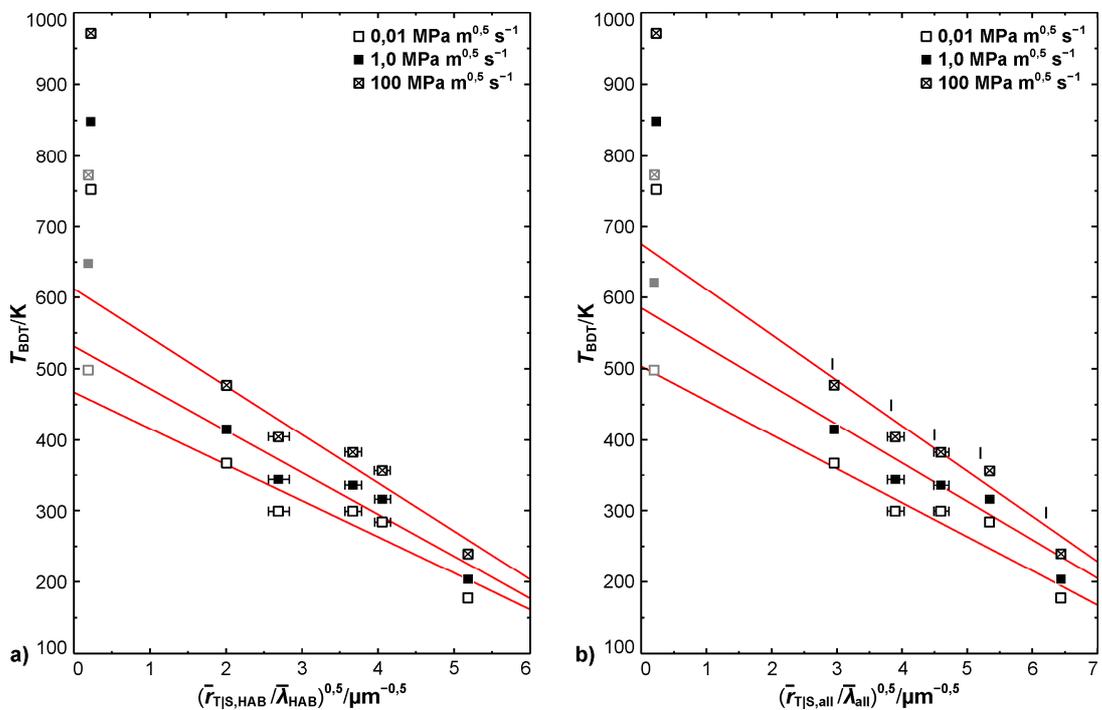


**Abb. 55:** Korrelation von BDT-Temperatur und der Sehnenlänge in der Hall-Petch Auftragung. Es ist die Übergangstemperatur  $T_{\text{BDT}}$  über der mittleren Sehnenlänge  $\bar{\lambda}$  aufgetragen. In (a) nimmt die mittlere Sehnenlänge Bezug auf die HABs, in (b) sind sowohl LABs als auch HABs berücksichtigt. Die Position der Datenpunkte für die gewalzten Materialien in Bezug auf die mittlere Sehnenlänge entspricht der wahren Korngröße in der S-Richtung, also der gemessenen Größe um den Effekt der für die Messung zu Grunde liegenden Schrittweite korrigiert; vgl. Abb. 20b, Kap. 4.3.1. Die gemessenen Korngrößen sind durch die oberhalb eingezeichneten Marken angezeigt. Graue Symbole kennzeichnen Ergebnisse zu wärmebehandelten W-Materialien [29, 390].

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abb. 56:** Korrelation von BDT-Temperatur und Mikrostruktur auf Basis des adaptierten Ansatzes (L). Die zweite Kenngröße entspricht dem mittleren Seitenverhältnis der Körner in der L-Richtung. Es ist die BDT-Temperatur  $T_{BDT}$  über dem Quotienten aus Seitenverhältnis für die L-Richtung  $\bar{r}_{L,S}$  und mittlerer Sehnenlänge  $\bar{\lambda}$  aufgetragen. In (a) werden nur HABs bei der Berechnung der Sehnenlänge und des Seitenverhältnisses berücksichtigt, in (b) alle Korngrenzen mit Missorientierungen größer  $2^\circ$ . Rest der Darstellung identisch zu Abb. 55.



**Abb. 57:** Korrelation von BDT-Temperatur und Mikrostruktur auf Basis des adaptierten Ansatzes (T). Die zweite Kenngröße entspricht dem mittleren Seitenverhältnis der Körner in der T-Richtung. Es ist die BDT-Temperatur  $T_{BDT}$  über dem Quotienten aus Seitenverhältnis für die T-Richtung  $\bar{r}_{T,S}$  und mittlerer Sehnenlänge  $\bar{\lambda}$  aufgetragen. In (a) werden nur HABs bei der Berechnung der Sehnenlänge und des Seitenverhältnisses berücksichtigt, in (b) alle Korngrenzen mit Missorientierungen größer  $2^\circ$ . Darstellung im Weiteren identisch mit Abb. 56.

Eine mögliche Ursache für die verschobene BDT-Temperatur für Material 2300 K, 1 h kann anhand der Bruchbilder nach sprödem Materialverhalten identifiziert werden; vgl. Abb. 31, Kap. 5.1. In 1,7WR – 4,1CR erfolgt bei Anwendung des L-T Rissystems und Prüfung unterhalb der jeweiligen Übergangstemperatur die Rissausbreitung auf eine transkristalline Weise. Eine EBSD-Analyse der Bruchfläche von Material 4,1CR bestätigt die niedrig gepackten Ebenen von Typ {001} als bevorzugte Spaltebenen. Dieser Befund ist in Einklang mit der Kenntnislage zu SX W [44] und krz Metallen im Allgemeinen [47]. Jedoch stellt in PC W transkristalline Rissausbreitung nicht die Regel dar. Rekristallisierte oder moderat umgeformte W-Materialien werden eher mit interkristalliner Rissausbreitung in Verbindung gebracht [30, 31, 132]. Spaltbruch ist vornehmlich auf stark gewalzte Materialien oder W-Drähten beschränkt [240, 333] und dies auch nur bei der Prüfung bestimmter Rissysteme [119]. Transkristalliner Bruch in PC W ist aller Voraussicht mit der stark anisotropen Kornmorphologie dieser Zustände verknüpft [18, 119, 396]. Nach einer Wärmebehandlung und Kornneubildung überwiegt auch für diese Materialien das interkristalline Bruchbild bei sprödem Materialverhalten [333] [Abb. 9]. Dies bestätigt sich auch für 1,7WR. Im gewalzten Zustand erfolgt bei Anwendung des L-T Rissystems der Sprödbbruch transkristallin, nach der Rekristallisation bei 2300 K, 1 h zeigt die Bruchfläche eine interkristalline Gestalt. Auch in 0AS erfolgt die Rissausbreitung ausschließlich interkristallin; vgl. Abb. 31, Kap. 5.1. Da besonders in W die Korngrenzen bedeutende Schwachstellen darstellen [1, 119], könnte der Unterschied in der Art der Rissausbreitung bei Sprödbbruch den BDT zu höheren Temperaturen verschieben und damit für die Abweichung der BDT-Temperaturen von 0AS und 2300 K, 1 h zur Trendlinie (Abb. 56b) verantwortlich sein. Auch ein vermuteter Unterschied in der Natur der HABS in UFG Materialien sei an dieser Stelle erwähnt [397, 398], soll hier aber nicht weiterverfolgt werden.

#### *Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit DDD-Simulationen*

In der DDD-Studie von *Reiser et al.* [112] [Abb. 2] war die Dichte des Funktionselements Versetzungsquelle in der Nähe der Risspitze und die mittlere freie Weglänge der von diesen Dipolquellen emittierten Versetzungen variiert und die Auswirkungen auf die BDT-Temperatur analysiert worden. Die hier vorgelegte Ausarbeitung behandelt jedoch die Eigenschaften realer Mikrostrukturen und die Korrelation mit der Übergangstemperatur dieser Materialien. Diese Eigenschaften sind in erster Linie die Sehnenlänge und die mittlere Korngröße entlang der Walzrichtung.

Die Tatsache, dass in den Simulationen von *Reiser et al.* [112] und in dieser experimentellen Arbeit der Verlauf der BDT-Temperatur (Abb. 56) anhand identischer Beziehungen beschrieben werden kann, veranlasst zu einer Diskussion der Rolle der Korngrenzen in Hinblick auf die in Ref. [112] definierten Eigenschaften der Funktionselemente; namentlich als Versetzungsquelle und Versetzungsbarriere. Die Möglichkeit der Substitution (i) des mittleren Abstandes von Versetzungsquellen mit der Sehnenlänge und (ii) der freien Weglänge mit der Korngröße normal zu der Rissebene im Sinne der Definition, hier gleichzusetzen mit der Korngröße in der Walzrichtung, ist ein starkes Indiz, dass Korngrenzen Risspitzenplastizität sowohl begünstigen als auch behindern. Dies stützt die in Kap. 3 formulierte Arbeitshypothese zu verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur als Folge der hohen Korngrenzendichte von UFG W. Damit ist der Vorteil einer UFG Mikrostruktur hinsichtlich der Übergangstemperatur von grobkörnigen Materialien an die hohe Dichte von Orten der assistierten Versetzungsnukleation geknüpft. Diese Folgerung ist übereinstimmend mit den Ergebnissen der Experimente und MD-Simulationen von *Tanaka et al.* [123] zu der BDT-Temperatur von UFG  $\alpha$ -Fe. Wie von *Murr* [122] ausführt, sind Korngrenzen energetisch bevorzugte Positionen für eine Versetzungsnukleation. In in-situ TEM-Untersuchungen an UFG Cr beobachteten *Issa et al.*

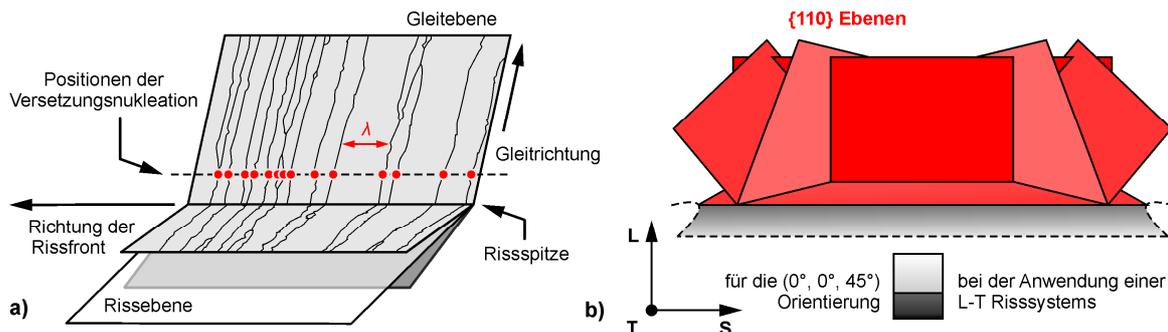
[121] [Abb. 6], dass neben der Emission von Versetzungen direkt an der Riss Spitze auch eine Vielzahl von Versetzungen an Korngrenzen in unmittelbarer Umgebung gebildet werden und diese zu der plastischen Verformung an der Riss Spitze beitragen.

In der überwiegenden Mehrzahl von Arbeiten zu dem Einfluss von Korngrenzen auf die mechanischen Eigenschaften eines Materials werden ausschließlich HABs berücksichtigt. Die in diesem Kapitel gezeigten Korrelationen weisen jedoch darauf hin, dass LABs ebenso hinsichtlich der Nukleation von Versetzungen zu beachten sind. Als Begründung für die vermutlich exponierte Bedeutung der assistierten Versetzungsnukleation im Hinblick auf die Reduktion der BDT-Temperatur in W und damit die Verteilung von Korngrenzen entlang der Rissfront, wird ein Mangel von Versetzungsquellen in W angenommen [399]. *Damit wäre der spröde Charakter von W nicht alleinig eine Folge der hohen Peierls-Energie der Schraubenversetzung. Dies ist in guter Übereinstimmung mit der Interpretation von Ergebnisse zur Riss Spitzenplastizität aus DDD-Simulationen. Devincere et al. [253] führen aus, dass bei einer niedrigen Dichte an Versetzungsquellen selbst eine hohe Rate des limitierenden Prozesses nicht zu stabilem Risswachstum führen muss.*

Die im Vergleich zum HP-Ansatz gute Beschreibung der BDT-Temperaturen von 1,WR – 3,3WR UND 4,1CR in Abb. 56b legt nahe, dass neben der Sehnenlänge auch der mittlere Abstand von Korngrenzen parallel zur Ebenennormalen der Ligamentebene die Übergangstemperatur beeinflusst. Dies ist in Einklang mit den oben ausgeführten theoretischen Betrachtungen über dem Erfordernis von mindestens zwei Mikrostruktureigenschaften zur Abbildung der BDT-Temperaturen von sechs möglichen Rissystemen. Für die in dieser Arbeit ausschließlich genutzten Proben mit L-T Rissystem entspricht der mittlere Abstand von Korngrenzen entlang von Messlinien parallel zur Richtung der Ebenennormale definitionsgemäß der mittleren Abschnittslänge für Messlinien mit Ausrichtung parallel zu der L-Richtung. Dies stellt eine Erweiterung zu der in Kap. 3 formulierten Arbeitshypothese dar, in der nur die Rolle der Korngrenzen in Bezug auf ihre Rolle bei der Nukleation von Versetzungen thematisiert wurde. Ähnlich zu der Nukleation, stellen auch bezüglich der Behinderung von Versetzungsgleiten die Mehrzahl der Veröffentlichungen auf diesem Gebiet HABs in den Vordergrund. Diese Situation ist jedoch kritisch zu hinterfragen, da auch LABs zu der Härtung beitragen [400]. Nach experimentellen Studien an Al geben *Kamikawa et al.* [401] für die kritische Missorientierung den Bereich  $2 - 3^\circ$  an. Korngrenzen mit Winkeln oberhalb dieses Grenzbereiches sind bei einer Abschätzung der freien Weglänge für das Versetzungsgleiten zu inkludieren. *Hansen* [402] berichtet ebenfalls sehr kleine Winkel für die kritische Missorientierung verschiedener Materialien. Dies bestärkt die Schlussfolgerung, dass zu einer angemessenen Mikrostrukturanalyse mit dem Zweck der Einschätzung der BDT-Temperatur auch das Studium der LABs gehört.

In der Formulierung nach *Reiser et al.* [112] [Gl 13] repräsentiert der zweite Parameter in der Beschreibung der BDT-Temperatur die mittlere freie Weglänge für das Versetzungsgleiten; neben dem mittleren Quellenabstand entlang der Rissfront als Basisgröße. Anhand eines Vergleichs der in Abb. 56b und Abb. 57b gezeigten Trendlinien kann zu dem Schluss gelangt werden, dass die freie Weglänge stärker von dem mittleren Korngrenzenabstand entlang der L-Richtung bestimmt wird. Dieser Befund soll nachfolgend weiter untersucht werden. In Abb. 58a ist das von *Reiser et al.* [112] angewendeten Kontinuumsmodells skizziert. In diesem findet Versetzungsgleiten ausschließlich auf einer Ebene statt. Diese schließt bei einer Belastung im Modus (i) mit der Rissebene einen Winkel von  $70,5^\circ$  ein; vgl. Abb. 9, Kap. 2.3. Unter Anwendung der Gestaltänderungshypothese wirkt in dieser Ebene die höchste Schubspannung [225]. Anders als hier dargestellt, beinhaltet das DDD-Modell keine Korngrenzen. Stattdessen sind die Positionen der Funktionselemente Versetzungsquelle und die mittleren freien Weglängen vorgegeben. Die Eintragung der Korngrenzen soll die hier postulierten Rolle von Korngrenzen bei der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur durch

die assistierte Versetzungsnukleation verdeutlichen. Der Winkel von  $70,5^\circ$  zwischen Rissebene und der Ebene maximaler Schubspannung impliziert, dass (unter Vernachlässigung von Hindernissen anderer Art) die Korndimension in der L-Richtung die freie Weglänge kontrolliert, d. h. im Vergleich zur T-Richtung in der L-Richtung deutlich größere Korngrenzenabstände benötigt werden, um eine gegebene freie Weglänge zu erzielen. Dies entspricht dem gewonnenen Eindruck, dass bei der Wahl des Seitenverhältnisses entlang der L-Richtung (Abb. 56b) zutreffendere Prognosen für die Übergangstemperaturen erzielt werden, als dies mit der Nutzung des Seitenverhältnisses für die T-Richtung (Abb. 57b) gelingt.



**Abb. 58:** Vergleich der Gleitebenen im Kontinuum und realen krz Kristall. In (a) ist das Kontinuumsmodell der Rissspitzenplastizität gezeigt. Die roten Punkte symbolisieren Positionen der Versetzungsnukleation, wobei  $\lambda$  den Abstand zwischen zwei Quellen beschreibt. In (b) sind  $\{110\}$ -Gleitebenen in Rot dargestellt. Dabei ist im Vordergrund die Rissfront angedeutet. Die Abbildung beschreibt den Fall eines L-T Rissystems in einem Kristallbereich der gedrehten Würfellage. Die Ausrichtung der Elementarzelle unter diesen Randbedingungen ist durch den unten abgebildeten Würfel demonstriert.

Das Kontinuumsmodell spiegelt jedoch nicht die Gleitgeometrie von realen Metallen wider. Versetzungsgleiten erfolgt ausschließlich auf den kristallographischen Ebenen, die bei der betreffenden Kristallstruktur die höchste Packungsdichte aufweisen [181]. In W sind dies die Ebenen des  $\{110\}$ -Typs [188]. In Abb. 58b sind die Ausrichtungen der sechs  $\{110\}$ -Ebenen mit der Lage der Rissfront und -ebene in Beziehung gesetzt. Als Randbedingungen sind hierbei zu nennen: (i) Die Wahl eines L-T Rissystems und (ii) eine Kristallorientierung die der gedrehten Würfellage entspricht. In der gewählten Perspektive entspricht die Blickrichtung der T-Richtung. Die sechs Ebenen vom Typ  $\{110\}$  sind in Rot eingezeichnet. Eine von diesen liegt planparallel zur Rissebene. Eine weitere Ebene steht senkrecht auf der Rissebene, wobei die Schnittlinie beider Ebenen parallel zur S-Richtung verläuft. Die verbleibenden vier  $\{110\}$ -Ebenen können nicht als Parallele oder Senkrechte der Hauptrichtungen des Probenkoordinatensystems ausgedrückt werden. Alle vier Ebenen umschließen mit der Rissebene einen Winkel von  $60^\circ$ . Somit sind fünf der sechs Gleitebenen in Körnern der dominierenden Kristallorientierung mehr in Richtung der L-Richtung ausgerichtet als entlang der T-Richtung. Damit liegt ein Indiz vor, dass die bessere Linearität des Verlaufs der Datenpunkte im adaptierten Ansatz bei Anwendung des Seitenverhältnisses für die L-Richtung nicht auf einen statistischen Effekt zurückzuführen ist.

#### *Raumtemperaturduktilität bei gleichzeitig isotropen Materialeigenschaften*

Durch die stark anisotrope Kornmorphologie ist die Sehnenlänge und vermutlich auch die mittlere freie Weglänge stark von der Wahl des Rissystems beeinflusst. Dies ist in Übereinstimmung mit den Unterschieden, die für die BDT-Temperatur eines gegebenen Materials gefunden werden; vgl. *Nikolić et al.* [240] und *Pfeifenberger et al.* [119] zum Einfluss der Rissysteme auf die Übergangstemperatur von hochgradig gewalztem W. Dies erschwert den Einsatz von W als Strukturmaterial, erfordert die Richtungsabhängigkeit der BDT-Temperatur doch genaue Kenntnis über die im Bauteil vorliegenden Spannungen.

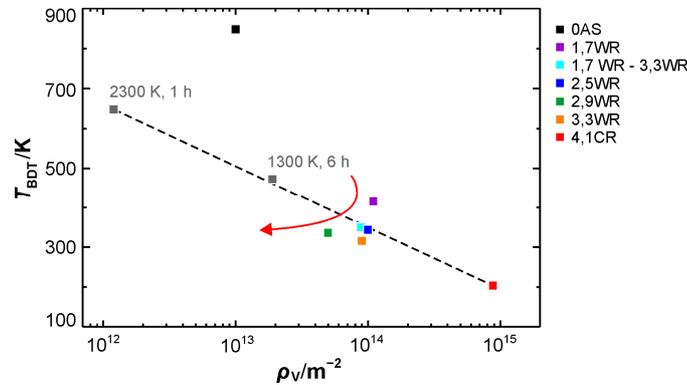
Mit der aus der Formulierung von *Reiser et al.* [112] weiterentwickelten Beziehung können unter Bezugnahme von HABs und LABs die BDT-Temperaturen von UFG W sehr gut abgeschätzt werden. Dieser Aspekt ermöglicht eine Extrapolation der mittleren Sehnenlänge zu dem Korndurchmesser, bei dem Raumtemperaturduktilität in W auch bei gleichförmiger Kornmorphologie eintritt. Hierfür dienen die Ergebnisse der Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  als Ausgangspunkt. Nach Gl. 45 ist bei gegebener Lastrate die Übergangstemperatur durch den Wurzelterm aus Seitenverhältnis und mittlerer Sehnenlänge festgelegt. *Durch die zu beantwortende Fragestellung ist das Seitenverhältnis der Kornmessungen auf {1} festgelegt. Zur Aufrechterhaltung der Übergangstemperatur von 4,1CR-1,0 muss somit der Korndurchmesser um den Faktor 12 kleiner ausfallen als die ermittelte Sehnenlänge; vgl. Tab. 11, Kap. 5.3.1. Damit wird stabiles Risswachstum unabhängig vom geprüften Rissystem erst ab einem mittleren Korndurchmesser (LAB) von etwa 10 nm vorhergesagt, also weit im nanokristallinen Regime.* Es gelten für diese Überlegung, die bei Extrapolationen um eine Größenordnung zu beachtenden Einschränkungen hinsichtlich der Aussagekraft. Zuzüglich sind die Unsicherheiten bei (i) der Bruchart, also dem erwarteten Wechsel von transkristallinem zu interkristallinem Spröbruch [234] [Abb. 17] und (ii) dem Einfluss der Versetzungsdichte zu beachten. *Weiterhin muss die Existenz einer Sättigungskorngröße beachtet werden. Diese beschreibt die minimale Korngröße, die durch den Prozess der Kornfragmentierung erzielt werden kann. Trotz fortgesetzter Umformung wird nach dem Erreichen der Sättigungskorngröße keine weitere Kornfeinung beobachtet. Pippin et al. [375] geben für die Sättigungskorngröße in W etwa 100 nm an, dieser Wert sollte jedoch mit der Verformungstemperatur variieren.* Dies spiegelt sich jedoch nicht eindeutig in den für nanokristallines W berichteten Korngrößen wider: Für High Pressure Torsion (HPT) bei 600 K berichten *Vorhauer et al.* [403] eine Korngröße leicht unterhalb 100 nm. *Valiev et al.* [234] [Tab. 1] bzw. *Alexandrov et al.* [360] [Tab. 1] weisen nach HPT bei 800 K eine mittlere Korngröße von 95 nm aus. In diesen Berichten wird jedoch auch für W, hergestellt mit Equal-channel Angular Pressing (ECAP) bei 1300 K, eine vergleichbare Korngröße angegeben. Auch *Wei et al.* [140] berichten nach HPT bei 800 K von einer erzielten Korngröße um 100 nm. Nach HPT bei 900 K geben *Kecskes et al.* [404] einen Bereich 100 – 150 nm als mittlere Korngröße an. Damit muss angezweifelt werden, ob nanokristallines W mit der extrapolierten Korngröße zu realisieren ist.

### 5.5.3 Diskussion des Einflusses der Versetzungsdichte und -struktur

Versetzungen sind die Träger der plastischen Verformung. Im weiträumigen Rahmen korrelieren Übergangstemperatur und Versetzungsdichte. Mit zunehmender Versetzungsdichte sinkt die BDT-Temperatur. Ein näherer Blick auf die Entwicklung diese Kenngrößen zeigt jedoch auch, dass dieser Zusammenhang nur bei Unterschieden in der Versetzungsdichte in dem Bereich von Größenordnungen klar zu identifizieren ist. Eine theoretische Analyse legt nahe, dass die Gewichtung der Versetzungsdichte bei der Beschreibung der Übergangstemperatur an die Größe der Sehnenlänge anzupassen ist.

In Abb. 59 ist die BDT-Temperatur über der Versetzungsdichte aufgetragen. Die Übergangstemperaturen nach dem kombinierten Ansatz basieren auf der Lastrate  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ ; vgl. Tab. 12, Kap. 5.3.1. Die Versetzungsdichten sind in der erwartbaren Reihenfolge geordnet; aufsteigend von 0AS über die Gruppe der warmgewalzten Materialien bis zu 4,1CR. Der in Cyan dargestellte Datenpunkt repräsentiert die Mittelwerte für 1,7WR – 3,3WR. Werden die Literaturdaten für die Materialien 1300 K, 6 h und 2300 K, 1 h hinzugenommen, kann bei logarithmischer Auftragung der Versetzungsdichte der Zusammenhang zwischen ebendieser und der Übergangstemperatur linear angenähert werden. Der gesinterte Zustand liegt wiederum fern ab der Trendlinie und bleibt nachfolgend unberücksichtigt. Steht nicht der Gesamttrend in Fokus, sondern auch die Verteilung der Datenpunkte

hinsichtlich ihrer direkten Nachbarn, kann für 1,7WR – 3,3WR kein eindeutiger Trend ausgemacht werden. Wird für diese Materialien eine Einschätzung eingefordert, suggerieren die Ergebnisse eine Tendenz, die in Opposition zu dem Gesamttrend steht. So klar der Zusammenhang zwischen hoher Versetzungsdichte und niedrigen BDT Temperaturen im großen Rahmen erscheint, so zweifelhaft ist dessen Existenz nach einer Analyse der warmgewalzten Materialien.



**Abb. 59:** Korrelation zwischen der BDT-Temperatur und der Versetzungsdichte. Es ist die Übergangstemperatur  $T_{BDT}$  über der Versetzungsdichte  $\rho_V$  aufgetragen. Alle BDT-Temperaturen referenzieren auf den kombinierten Ansatz und eine Lastrate von  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ . Der Datenpunkt in Cyan repräsentiert den Mittelwert aller warmgewalzten Materialien. Daten zu dem wärmebehandelten Zustand 1300 K, 6 h aus Ref. [390]. Versetzungsdichte von 2300 K, 1 h unveröffentlicht.

Nach dem Modell der Rissspitzenplastizität kann eine Reduktion der BDT-Temperatur mit einer effektiveren Kompensation bzw. Relaxation der Spannungsintensität begründet werden. Der Beitrag einer hohen Versetzungsdichte hierzu beruht jedoch weniger auf einer größeren Anzahl von mobilen Versetzungen, stattdessen ist die assistierte Versetzungsnukleation an bestehenden Versetzungen anzuführen [138, 139]. Unter Berücksichtigung der in Kap.5.5.2 beschriebenen Rolle des mittleren Abstandes der Korngrenzen entlang der Rissfront wird nachfolgend Raumtemperaturduktilität in UFG W bzw. die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur als Resultat einer Überlagerung der assistierten Versetzungsnukleation an zwei unterschiedlichen Gitterdefekten untersucht: (i) Primäre Nukleation an Korngrenzen und (ii) sekundäre Nukleation infolge von bereits existierenden Versetzungen. Somit ist die mittlere Sehnenlänge als Maß für den Abstand von primären Quellen mit einer mittleren Distanz zwischen Orten der sekundären Nukleation zu kombinieren. Nach *El-Awady* [405] kann der mittlere Abstand zwischen Positionen der sekundären Nukleation anhand der Formulierung

$$\bar{l}_V = A \rho_V^{-0,5} \quad (46)$$

abgeschätzt werden, wobei  $\rho_V$  die Versetzungsdichte repräsentiert. Die Variable  $A$  wird als Konstante aufgefasst. Angaben zu der mittleren Sehnenlänge auf Basis der EBSD-Ergebnisse und anhand der Reflexverbreiterung bestimmte Versetzungsdichten sind Tab. 11, Kap. 5.3.1 zusammengefasst. Aus diesen beiden Größen kann unter Zuhilfenahme der Formulierung und bei Annahme einer gleichwertigen Wahrscheinlichkeit für die Nukleation

$$\bar{\lambda} = \left[ \frac{1}{\bar{\lambda}} + \frac{1}{\bar{l}_V} \right]^{-1} \quad (47)$$

eine Größe konstruiert werden, die den mittleren Abstand von primären und sekundären Nukleationspunkten  $\bar{\lambda}$  entlang der Rissfront beschreibt; im Folgenden als angepasste Sehnenlänge bezeichnet. Die Größen  $\bar{\lambda}$  und  $\bar{l}_V$  entsprechen den einzelnen Beiträgen der Korngrenzen bzw. der Versetzungsdichte.

Nachfolgend wird der Einfluss der beiden Beiträge auf die angepasste Sehnenlänge untersucht. Es werden zwei Modellmaterialien konstruiert, wobei Beispiel (i) ein grobkörniges (CG) Material abbildet und Beispiel (ii) ein UFG Material repräsentiert. In Anlehnung an 0AS wird der mittlere Abstand der Korngrenzen entlang der Rissfront im CG Modell auf 20  $\mu\text{m}$  festgelegt. Für den UFG Repräsentanten wird eine Sehnenlänge von 0,5  $\mu\text{m}$  gewählt. Beide Modellmaterialien liegen in jeweils zwei Zuständen vor, die sich bei gleicher Korngröße in der Versetzungsdichte um eine Größenordnung unterscheiden: In Zustand 1 beträgt diese  $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  und für Zustand 2 wird die Versetzungsdichte auf  $1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  festgesetzt. Wird in Gl. 46 die Konstante  $A$  mit  $\{1\}$  angenommen, ergibt sich für Beispielmaterial (i) in Zustand 1 eine angepasste Sehnenlänge von 0,95  $\mu\text{m}$ . Für die höhere der beiden Versetzungsdichten (Zustand 2) ist dieser Wert auf 0,010  $\mu\text{m}$  reduziert. Werden beide Ergebnisse für Beispiel (i) ins Verhältnis gesetzt, wird der Quotient 9,5 erhalten. Damit reflektiert in dem CG Modell die Veränderung der angepassten Sehnenlänge in erster Näherung die Zunahme der Versetzungsdichte um eine Größenordnung. Für Beispiel (ii) wird dieses Vorgehen auf Basis einer UFG Mikrostruktur wiederholt. Es wird eine signifikante Veränderung des Faktors festgestellt. In Zustand 1 beträgt die mittlere angepasste Sehnenlänge 0,19  $\mu\text{m}$ , im Zustand 2 noch 0,083  $\mu\text{m}$ . Der Quotient aus Zustand 1 zu Zustand 2 wird für das UFG Material zu 2,3 bestimmt. Die Auswirkung der Änderung der Versetzungsdichte ist somit nur mit einem Viertel des Gewichtes im CG Modell anzusetzen. Die Resultate dieses Gedankenexperiments geben Grund zur Annahme, dass *(i) der Beitrag der Versetzungsdichte zur Reduktion der BDT-Temperatur keine Konstante hinsichtlich einer bestimmten Temperaturdifferenz pro Unterschied in der Versetzungsdichte darstellt. (ii) Vielmehr ist der Umfang der Reduktion auch immer mit dem Korngrenzenabstand entlang der Rissfront verknüpft. (iii) Eine Änderung der Versetzungsdichte fällt bei CG Mikrostrukturen stärker ins Gewicht, da der mittlere Abstand zwischen den Orten sekundärer Nukleation die angepasste Sehnenlänge vorgibt. Umgekehrt dominiert in UFG Materialien aufgrund der geringen Sehnenlänge die primäre Nukleation die angepasste Sehnenlänge. Der Einfluss der Versetzungsdichte auf die BDT-Temperatur ist in UFG-Materialien weniger stark ausgeprägt.* Der für CG und UFG Materialien verschieden zu gewichtende Betrag der Versetzungsdichte zu der Entwicklung der BDT-Temperatur ist (neben den bereits in Kap. 5.5.2 angeführten Erörterungen zu den Unterschieden in der Bruchfläche) eine vielversprechende Erklärung für den in Abb. 56b festgestellten Widerspruch zwischen guter Beschreibung der Materialien mit Sehnenlänge unterhalb 1  $\mu\text{m}$  auf der einen Seite und dem Sprung im Trend zu Material 2300 K, 1 h und 0AS auf der anderen Seite.

In warmgewalztem W besitzen Versetzungen eine regellose Geometrie; vgl. Abb. 42, Kap. 5.3.2. Nach dem Kaltwalzen werden gerade Versetzungssegmente beobachtet, die von einer Korngrenze zur nächsten quer über das jeweilige Korn verlaufen. Diese Segmente besitzen vermutlich reinen Schraubencharakter. Das Gleiten von geraden Schraubensegmenten ist von *Caillard* [186] anhand von in-situ TEM-Experimenten untersucht worden. Es wird von einem unerwarteten Wechsel im Bewegungsstil der Schraubenversetzungen bei tiefen Verformungstemperaturen berichtet. Von einem gleichförmigen Gleiten geht die Bewegung der Versetzungen in eine ruckartige Fortbewegung über. Es wird keine Zunahme der Mobilität der Schraubenversetzungen durch diesen Umstand erwähnt. Vielmehr ist dieser Wechsel für alle Schraubensegmente unabhängig von der Geometrie der Versetzungslinie zu erwarten. Somit können keine Argumente angeführt werden, dass gerade Schraubensegmente in Zusammenhang mit Raumtemperaturduktilität von 4,1CR stehen.

# 6

## Zusammenfassung

Der Einsatz von Wolfram (W) als Strukturwerkstoff ist Stand 2021 durch die extreme Sprödigkeit von konventionell produzierten W-Materialien bei Raumtemperatur (RT) ausgeschlossen. Instabile Rissausbreitung in W ist unmittelbar auf die Existenz eines Spröd-duktil-Überganges (BDT) in einem sehr hohen Temperaturbereich zurückzuführen. Aktuelle Untersuchungen belegen, dass hochgradiges Warm- und Kaltwalzen einen fundamentalen Wechsel im Materialverhalten bei RT bewirkt: Hochgradig umgeformte W-Materialien sind im Zugversuch plastisch verformbar und selbst in bruchmechanischen Experimenten wird stabiles Risswachstum beobachtet. Diese raumtemperaturduktilen Materialien sind durch eine ultrafeinkörnige (UFG) Mikrostruktur gekennzeichnet. Es wurde für diese Studie das Ziel definiert, die metallphysikalischen und mikrostrukturellen Hintergründe der verformungsinduzierten Duktilisierung von UFG W aufzudecken. *Konkret sind in dieser Ausarbeitung folgende Leitfragen bearbeitet worden: (1) Welcher Mechanismus kontrolliert den BDT in UFG W? (2) Was ist der Mechanismus der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in hochgradig umgeformten W, der W als ein extrem sprödes Material in einen Zustand mit Raumtemperaturduktilität transformiert?*

Die angewandten experimentellen Methoden waren: (i) Die ratengesteuerte Prüfung von Bruchmechanikproben mit dem Ziel der Ermittlung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien als indirekter Ansatz der Identifikation des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität sowie (ii) eine umfangreiche Charakterisierung der mikrostrukturellen Entwicklung als Teil einer direkten Herangehensweise. Als Ergebnisse von grundlegender Bedeutung sind nach der Auswertung von mehr als 500 Risszähigkeitsversuchen und detaillierter Betrachtungen der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur mithilfe Methoden der Rasterelektronenmikroskopie sowie Röntgenbeugung folgende Punkte zu benennen:

- Nach besten Wissen konnte erstmals eine Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur für UFG W experimentell belegt werden. Selbst für W mit Raumtemperaturduktilität ist die Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur eindeutig zu identifizieren.
- Mit zunehmendem Umformgrad wird für UFG W sowohl eine Reduktion der Übergangstemperatur als auch eine Verminderung der zugehörigen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie festgestellt. Zwischen beiden Kenngrößen liegt in erster Näherung ein linearer Zusammenhang vor.
- Die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien von UFG W folgen dem temperaturabhängigen Verlauf der Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung. Beruhend auf diesem Positivbeweis und unter Berücksichtigung des Negativbeweises hinsichtlich der thermischen Aktivierung der Stufenersetzung, wird die häufig geäußerte Vermutung über einen Wechsel im ratenkontrollierenden Prozess des BDT zugunsten der

Bewegung der Stufenversetzung zurückgewiesen. Auch in UFG W ist die Rissspitzenplastizität im Bereich der Übergangstemperatur durch das Gleiten der Schraubenversetzung bzw. dem zugrundeliegenden Prozess der Kinkenpaarbildung in der Rate limitiert. Damit kontrolliert unter quasi-statischer Belastung die Kinkenpaarbildung in W über viele mikrostrukturelle Größenordnungen hinweg den BDT; beginnend mit Einkristallen, über grob- und feinkörnige Zustände hinunter bis zu UFG Mikrostrukturen.

- Für moderate effektive Schubspannungen sind die auf Basis des Linienspannungsmodells berechneten Gibbs-Energien der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung unzutreffend. In Regime (ii) unterschätzen die berechneten Erwartungswerte die experimentellen Ergebnisse. Der Fehler ist an der oberen Grenze von Regime (ii), dem Übergang zum Bereich der niedrigen effektiven Schubspannungen, Regime (i), am stärksten ausgeprägt.
- Die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur korreliert mit der mikrostrukturellen Entwicklung. Mehrere untersuchte Ansätze weisen darauf hin, dass für zutreffende Prognosen der BDT-Temperatur neben den Großwinkel- auch Kleinwinkelgrenzen in die Betrachtung miteinzubeziehen sind.
- Eine zweiparametrische Formulierung, beruhend auf dem mittleren Korngrenzenabstand entlang der Rissfront und senkrecht zur Rissebene, beschreibt die experimentell beobachtete Entwicklung der BDT-Temperatur in UFG W zutreffend. Die hohe Treffgenauigkeit dieser aus Simulationen adaptierten Formulierung stützt die Theorie der assistierten Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen als Schlüsselfaktor für eine effektive Abschirmung der Rissspitze in W. Im Unterschied zu gängigen Ansätzen besitzt die entwickelte Formulierung das Potential auch die Anisotropie der BDT-Temperatur in gewalztem W abzubilden. Nach dieser Formulierung wird Raumtemperaturduktilität als vom Rissystem unabhängiges Materialverhalten erst für W mit Korndurchmessern weit innerhalb des nanokristallinen Regimes erreicht. Angesichts der Erfahrungswerte zur Sättigungskorngröße in W erscheint die Einstellung eines solchen mittleren Korndurchmesser nicht erreichbar.
- Weder Warm- noch Kaltwalzen von W ist mit einer bevorzugten Ausbildung von CSL-Grenzen verknüpft. Die gemessenen Anteile liegen in der statistisch erwartbaren Region, sind bei Berücksichtigung der starken Walztextur sogar unterrepräsentiert. Ein Beitrag der CSL-Grenzen zur Raumtemperaturduktilität von UFG W ist damit wenig wahrscheinlich.

Neben diesen materialphysikalischen Befunden zeichnet sich diese Arbeit ebenfalls durch die Entwicklung bzw. Weiterentwicklung von Methoden aus. Die Normierung bzw. die Rückrechnung aller mit BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien verknüpften Übergangstemperaturen auf eine zuvor festgelegte Dehnrates ist hierbei im Besonderen herauszustellen. Dies eliminiert den anderenfalls verbleibenden Freiheitsgrad, welcher in der Ratenabhängigkeit der Gibbs-Energie der Aktivierung bei konstanter Verformungstemperatur bzw. der Ratenabhängigkeit der BDT-Arrhenius-Energie hinsichtlich der verknüpften Übergangstemperatur begründet ist. Im Ergebnis konnten in dieser Ausarbeitung erstmalig alle in der Literatur für W dokumentierten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien und die Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung in einem gemeinsamen Schaubild dargestellt werden. Ebenfalls integriert diese Arbeit die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus Zug- bzw. Biegeversuchen sowie aus bruchmechanischen Experimenten, wofür eine Einschätzung der Dehnrates in der Prozesszone vorgenommen wurde. Erst auf Basis der so geschaffenen maßgeschneiderten Datensammlung zur BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie in W konnten qualifizierte Aussagen zum ratenlimitierenden Prozess getroffen werden und obendrein eine alternative Formulierung für den Verlauf der Erwartungswerte in Regime (ii) konstruiert werden.

Als weiteres Highlight ist die erfolgreiche Entwicklung einer Präparationsmethode für cECCI an UFG Materialien zu nennen. Ungeachtet aller Bemühungen scheiterte zunächst nach dem Neigen der

Probe zum EBSD-Detektor mit dem Zweck der Bestimmung der kristallographischen Orientierung das Wiederauffinden der infolge der geringen Kornabmessungen. Erst nach der Einbringung von Markierungen unter Einsatz von FIB war die zuverlässige Identifizierung derselben Struktur in EBSD-Karte und ECCI-Abbildung erreichbar. Hierfür musste zusätzlich eine Methode erarbeitet werden, welche die durch FIB geschädigte Oberflächenschicht abträgt und gleichzeitig die eingebrachten Identifikationsmarker beibehält. Als Resultat konnten in dieser Arbeit nicht nur mittels ECCI die Versetzungsstrukturen in UFG W abgebildet werden, sondern erstmals auch die kristallographische Orientierung der entsprechenden Kristallbereiche mit in die Auswertung einbezogen werden (cECCI).

An dieser Stelle sollen die eigens für diese Arbeit entwickelten Python-basierten Auswerteskripte nicht unerwähnt bleiben. Mithilfe dieser konnte der große Umfang an mechanischen Versuchsdaten bewältigt werden und auf eine automatisierte Weise hinsichtlich einer Vielzahl von Kennwerten überprüft werden. Auch die experimentellen Kontrastfaktoren für die modifizierte Williamson-Hall Methode wurden mittels einer eigenen Iterationsroutine ermittelt. Weiterführende Methoden der Behandlung und Analyse von EBSD-Datensätzen konnten ebenfalls über Python-Skripte realisiert werden. Diese Tools sind frei verfügbar und kommen innerhalb und außerhalb der Arbeitsgruppe fortgesetzt zur Anwendung.

#### *Ausblick*

Im Hinblick auf die BDT-Temperatur in W konnten mit dieser Ausarbeitung weitere Kenntnisse über die Rolle der Groß- und Kleinwinkelgrenzen sowie der Ausrichtung der Körner im Verhältnis zum Verlauf der Rissfront bei stark anisotropen Kornmorphologien erlangt werden. In nachfolgenden Studien ist die Universalität der hier postulierten zweiparametrischen Formulierung nachzuweisen, d. h. zu prüfen, inwieweit aus Übergangstemperaturen verschiedener Materialien und Rissysteme eine gemeinsame Trendlinie gebildet werden kann. Besonderes Interesse kommt hier den Ergebnissen der L-S und T-S Rissysteme zu, also den Konfigurationen, die mit Rissausbreitung planparallel zur Walzebene assoziiert sind. Das Bruchverhalten von hochgradig gewalztem W, das mit einem dieser Rissysteme ausgestattet ist, unterscheidet sich bei der Prüfung eines identischen Zustands deutlich von den Beobachtungen, die für die Rissysteme L-T und T-L bei RT gemacht werden; sowohl in der makroskopischen Materialantwort als auch mikroskopisch [119, 240].

Ferner ist die Versetzungsdichte in Bezug auf einen möglichen Einfluss auf die BDT-Temperatur zu untersuchen und ggf. zu quantifizieren. Eine Diskussion der experimentellen Versetzungsdichten beigestellte theoretische Betrachtung kommt zu dem Schluss, dass eine Änderung der Versetzungsdichte merkliche Auswirkungen auf die Übergangstemperatur nach sich ziehen kann. Jedoch wird postuliert, dass der Einfluss der Versetzungsdichte mit abnehmender Korngröße zurückgeht und für UFG Mikrostrukturen der Effekt der Korngrenzen dominiert, d. h. Änderungen in der Versetzungsdichte von UFG W hinsichtlich der Übergangstemperatur zu vernachlässigen sind. Ein Anknüpfungspunkt könnten hier wohlmöglich die Simulationen von *El-Awady* [405] bieten, mit denen gezeigt wird, dass das Gewicht des Beitrag von Korngrenzen zu der Streckgrenze eines polykristallinen Materials von der Versetzungsdichte abhängt.

Neben den neuen Erkenntnissen zum BDT und der Übergangstemperatur von UFG W wird mit dieser Ausarbeitung ein umfangreicher Datensatz an experimentellen Kenndaten metallphysikalischer und mikrostruktureller Natur für W zur Verfügung gestellt. Mit zunehmender Computerleistung sind großskalige MD und andere Multiskalenansätze in Betracht zu ziehen, um die hier dargelegten empirischen Zusammenhänge in Simulationen zu überprüfen und den Wissensstand zu erweitern.

## 6 Zusammenfassung

Mit der zum Zeitpunkt der experimentellen Arbeiten nach besten Wissen tiefsten je für W mit technischer Reinheit dokumentierten Überhangstemperatur konnte scheinbar die Sprödigkeit als das vordergründigste Hindernis für den Einsatz von W als Strukturmaterial durch die hochgradige Umformung überwunden werden. Jedoch kann das Vorliegen von Raumtemperaturduktilität infolge der stark anisotropen Kornmorphologie nicht für alle Rissprobleme vorausgesetzt werden. Eine ausfallsichere Auslegung von Komponenten erfordert somit eine genaue Kenntnis über die Spannungsverhältnisse unter den geplanten Betriebszuständen. Auch entsprechen die aktuell stark begrenzten Blechdicken nicht den Erwartungen an ein Strukturmaterial im klassischen Sinne. Arbeiten mit dem Ziel der Formung eines universellen Strukturwerkstoffes mit Materialstärken im Millimeterbereich sind derzeit anhängig [406, 407]. Neben einem sicheren Umgang und Betrieb ist für einen zukünftigen Werkstoff der Hochtemperaturenergiekonversion auch die Stabilität der Mikrostruktur entscheidend. Als Konsequenz der hohen Defektdichte erfüllt technisch reines W diese Anforderung nicht [237, 403]. Hochtemperaturstabilität bei gleichzeitig guten und gleichbleibenden mechanischen Eigenschaften bei RT ist aller Voraussicht nach nur durch das Design komplexerer W-Legierungen zu erzielen. Durch die neu gewonnenen Kenntnisse hinsichtlich der metallphysikalischen Hintergründe der verformungsinduzierten Duktilisierung von W, aktuelle Erfolge auf dem Gebiet des Legierungsdesigns und Fortschritten bei der Stabilisierung der Mikrostruktur von UFG W soll hier der begründeten Hoffnung Ausdruck verliehen werden, dass nach den beständigen Anstrengungen über viele Forschergenerationen hinweg das Ziel der Nutzbarmachung von W als Strukturmaterial für Hochtemperaturanwendungen nun in greifbare Nähe rückt.

# Quellenverzeichnis

- [1] LASSNER, E. ; SCHUBERT, W.-D.: *Tungsten : Properties, chemistry, technology of the element, alloys and chemical compounds*. New York, NY, USA : Kluwer Academic/Plenum Publishers, 1999.  
<https://doi.org/10.1007/978-1-4615-4907-9>
- [2] LUO, A. ; SHIN, K.S. ; JACOBSON, D.L.: *Ultrahigh temperature tensile properties of arc-melted tungsten and tungsten-iridium alloys*. In: *Scr. Metall. Mater.* 25 (1991), Nr. 10, S. 2411–2414.  
[https://doi.org/10.1016/0956-716X\(91\)90039-4](https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90039-4)
- [3] HALL, R.W. ; SIKORA, P.F.: *Tensile properties of molybdenum and tungsten from 2500° to 3700°F* (NASA Memorandum MEMO 3-9-59E), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1959
- [4] TIETZ, T.E. ; WILSON, J.W.: *Mechanical, oxidation, and thermal property data for seven refractory metals and their alloys* (AD266824), Armed Services Technical Information Agency. Arlington, VA, USA, 1961
- [5] SUTHERLAND, E.C. ; KLOPP, W.D.: *Observations of properties of sintered wrought tungsten sheets at very high temperatures* (NASA Technical Note TN D-1310), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1963
- [6] SELL, H.G. ; KEITH, G.H. ; KOO, R.C. ; SCHNITZEL, R.H. ; CORTH, R.: *Physical metallurgy of tungsten and tungsten base alloys* (WADD Technical Report TR-60-37, Part III), U. S. Air Force. Wright-Patterson Air Force Base, OH, USA, 1962
- [7] ASHBY, M.F.: *Materials selection in mechanical design*. 4. Aufl. Burlington, MA, USA : Butterworth-Heinemann, 2011. <https://doi.org/10.1016/C2009-0-25539-5>
- [8] MUTOH, Y. ; ICHIKAWA, K. ; NAGATA, K. ; TAKEUCHI, M.: *Effect of rhenium addition on fracture toughness of tungsten at elevated temperatures*. In: *J. Mater. Sci.* 30 (1995), Nr. 3, S. 770–775.  
<https://doi.org/10.1007/BF00356341>
- [9] GLUDOVATZ, B. ; WURSTER, S. ; HOFFMANN, A. ; PIPPAN, R.: *Fracture toughness of polycrystalline tungsten alloys*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 28 (2010), Nr. 6, S. 674–678.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2010.04.007>
- [10] FALESCHINI, M. ; KREUZER, H. ; KIENER, D. ; PIPPAN, R.: *Fracture toughness investigations of tungsten alloys and SPD tungsten alloys*. In: *J. Nucl. Mater.* 367-370 (2007), S. 800–805.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.079>
- [11] GIANNATTASIO, A. ; YAO, Z. ; TARLETON, E. ; ROBERTS, S.G.: *Brittle–ductile transitions in polycrystalline tungsten*. In: *Philos. Mag.* 90 (2010), Nr. 30, S. 3947–3959.  
<https://doi.org/10.1080/14786435.2010.502145>
- [12] MEYERS, M.A.: *Dynamic behavior of materials*. New York, NY, USA : John Wiley & Sons Inc., 1994.  
<https://doi.org/10.1002/9780470172278>
- [13] KRÜGER, L. ; TRUBITZ, P. ; HENSCHEL, S.: *Bruchmechanisches Verhalten unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung*. In: BIERMANN, H.; KRÜGER, L. (Hrsg.): *Moderne Methoden der Werkstoffprüfung*. Weinheim, DEU : Wiley-VCH Verlag GmbH, 2015, 1-52.  
<https://doi.org/10.1002/9783527670673.ch1>
- [14] ECK, R. ; PINK, E.: *Effects of working on strength and ductility of molybdenum and tungsten alloys*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 11 (1992), Nr. 6, S. 337–341. [https://doi.org/10.1016/0263-4368\(92\)90087-1](https://doi.org/10.1016/0263-4368(92)90087-1)

## Quellenverzeichnis

- [15] RATLIFF, J.L. ; OGDEN, H.R.: *A compilation of the tensile properties of tungsten* (DMIC Memorandum 157), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1962
- [16] GAGANIDZE, E. ; RUPP, D. ; AKTAA, J.: *Fracture behaviour of polycrystalline tungsten*. In: *J. Nucl. Mater.* 446 (2014), 1-3, S. 240–245. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.11.001>
- [17] TEJADO, E.: *Performance of structural materials for the DEMO divertor*. Madrid, ESP, Universidad Politécnica de Madrid, Departamento de Ciencia de Materiales. Dissertation. 2017
- [18] RUPP, D. ; MÖNIG, R. ; GRUBER, P. ; WEYGAND, S.M.: *Fracture toughness and microstructural characterization of polycrystalline rolled tungsten*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 28 (2010), Nr. 6, S. 669–673. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2010.05.006>
- [19] BABAK, A.V. ; USKOV, E.I.: *High-temperature embrittlement of tungsten*. In: *Strength Mater.* 15 (1983), Nr. 5, S. 667–672. <https://doi.org/10.1007/BF01523215>
- [20] MATĚJČEK, J. ; VEVERKA, J. ; YIN, C. ; VILÉMOVÁ, M. ; TEREYEV, D. ; WIRTZ, M. ; GAGO, M. ; DUBINKO, A. ; HADRABA, H.: *Spark plasma sintered tungsten – mechanical properties, irradiation effects and thermal shock performance*. In: *J. Nucl. Mater.* 542 (2020), S. 152518. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152518>
- [21] GAGANIDZE, E. ; CHAUHAN, A. ; SCHNEIDER, H.-C. ; TEREYEV, D. ; BORGHMANS, G. ; AKTAA, J.: *Fracture-mechanical properties of neutron irradiated ITER specification tungsten*. In: *J. Nucl. Mater.* 547 (2021), S. 152761. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152761>
- [22] YIN, C. ; TEREYEV, D. ; PARDOEN, T. ; PETROV, R. ; TONG, Z.: *Ductile to brittle transition in ITER specification tungsten assessed by combined fracture toughness and bending tests analysis*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 750 (2019), S. 20–30. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.028>
- [23] MARSCHALL, R.W. ; HOLDEN, F.C.: *Fracture toughness of refractory metals and alloys*. In: FOUNTAIN, R.W. ; MALT, J. ; RICHARDSON, L.S. (Hrsg.): *High temperature refractory metals : Symposium on High Temperature Refractory Metals, New York, NY, February 16-20, 1964*. New York, NY, USA : Gordon and Breach Science Publishers Inc., 1966 (Metallurgical Society Conferences, 34), S. 129–159
- [24] HARMON, E.L.: *Properties of tungsten and tungsten-base alloys*. In: U. S. Air Force (Hrsg.): *Investigation of the properties of tungsten and its alloys* (WADD Technical Report). Wright-Patterson Air Force Base, OH, USA, 1960, S. 14–24
- [25] NOGAMI, S. ; WATANABE, S. ; REISER, J. ; RIETH, M. ; SICKINGER, S. ; HASEGAWA, A.: *A review of impact properties of tungsten materials*. In: *Fusion Eng. Des.* 135 (2018), S. 196–203. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2018.08.001>
- [26] REISER, J. ; RIETH, M. ; DAFFERNER, B. ; HOFFMANN, A.: *Charpy impact properties of pure tungsten plate material in as-received and recrystallized condition*. In: *J. Nucl. Mater.* 442 (2013), 1-3, S204-S207. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.10.037>
- [27] RIETH, M. ; HOFFMANN, A.: *Influence of microstructure and notch fabrication on impact bending properties of tungsten materials*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 28 (2010), Nr. 6, S. 679–686. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2010.04.010>
- [28] STOKES, R.J. ; LI, C.H.: *The notch impact behavior of tungsten* (Technical Report AD429925), Defense information center for scientific and technical information. Alexandria, VA, USA, 1963
- [29] BONNEKOH, C. ; REISER, J. ; HARTMAIER, A. ; BONK, S. ; HOFFMANN, A. ; RIETH, M.: *The brittle-to-ductile transition in cold-rolled tungsten sheets: the rate-limiting mechanism of plasticity controlling the BDT in ultrafine-grained tungsten*. In: *J. Mater. Sci.* 55 (2020), Nr. 26, S. 12314–12337. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-04801-5>
- [30] NOGAMI, S. ; HASEGAWA, A. ; FUKUDA, M. ; RIETH, M. ; REISER, J. ; PINTSUK, G.: *Mechanical properties of tungsten: Recent research on modified tungsten materials in Japan*. In: *J. Nucl. Mater.* 543 (2021), S. 152506. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152506>

- [31] FARRELL, K. ; SCHAFFHAUSER, A.C. ; STIEGLER, J.O.: *Recrystallization, grain growth and the ductile-brittle transition in tungsten sheet*. In: *J. Less Common Metals* 13 (1967), Nr. 2, S. 141–155.  
[https://doi.org/10.1016/0022-5088\(67\)90177-4](https://doi.org/10.1016/0022-5088(67)90177-4)
- [32] RATLIFF, J.L. ; MAYKUTH, D.J. ; OGDEN, H.R. ; JAFFEE, R.I.: *Development of a ductile tungsten sheet alloy* (Research Report AD 277459), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1962
- [33] STEPHENS, J.R.: *Effect of surface condition on ductile-to-brittle transition temperature of tungsten* (NASA Technical Note TN D-676), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1961
- [34] AIR FORCE SYSTEMS COMMAND, AERONAUTICAL SYSTEMS DIVISION: *Further investigations of notch sensitivity of refractory metals*. Wright-Patterson Air Force Base, OH, USA, 1962 (Technical Documentary Report ASD TDR 62-1004)
- [35] REISER, J. ; HOFFMANN, J. ; JÄNTSCH, U. ; KLIMENKOV, M. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C. ; RIETH, M. ; HOFFMANN, A. ; MROTZEK, T.: *Ductilisation of tungsten (W) : On the shift of the brittle-to-ductile transition (BDT) to lower temperatures through cold rolling*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 54 (2016), S. 351–369.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.09.001>
- [36] ALLEN, B.C. ; MAYKUTH, D.J. ; JAFFEE, R.I.: *Final report on the effects of impurities on the properties of tungsten* (Technical Report AFSWC TR-160-6), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1959
- [37] BEARDMORE, P. ; HULL, D.: *Deformation and fracture of tungsten single crystals*. In: *J. Less Common Metals* 9 (1965), Nr. 3, S. 168–180. [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(65\)90094-9](https://doi.org/10.1016/0022-5088(65)90094-9)
- [38] GARFINKLE, M.: *Room-temperature tensile behavior of 100 oriented tungsten single crystals with rhenium in dilute solid solution* (NASA Technical Note TN D-3190), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1966
- [39] ROSE, R.M. ; FERRISS, D.P. ; WULFF, J.: *Yielding and plastic flow in single crystals of tungsten*. In: *Trans. Metall. Soc. AIME* 5 (1962), Nr. 224, S. 981–990
- [40] BRUNNER, D. ; GLEBOVSKY, V.: *The plastic properties of high-purity W single crystals*. In: *Mater. Lett.* 42 (2000), Nr. 5, S. 290–296. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(99\)00200-1](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(99)00200-1)
- [41] GARLICK, R.G.: *Effect of orientation on ductile to brittle transition of tungsten single crystals* (NASA Technical Memorandum TM X-1252), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1966
- [42] RIEDLE, J.: *Bruchwiderstand in Wolfram-Einkristallen: Einfluß der kristallographischen Orientierung, der Temperatur und der Lastrate*. Stuttgart, DEU, Universität Stuttgart. Dissertation. 1995
- [43] GIANNATTASIO, A. ; ROBERTS, S.G.: *Strain-rate dependence of the brittle-to-ductile transition temperature in tungsten*. In: *Philos. Mag.* 87 (2007), Nr. 17, S. 2589–2598.  
<https://doi.org/10.1080/14786430701253197>
- [44] HULL, D. ; BEARDMORE, P. ; VALINTINE, A.P.: *Crack propagation in single crystals of tungsten*. In: *Philos. Mag.* 12 (1965), Nr. 119, S. 1021–1041. <https://doi.org/10.1080/14786436508228132>
- [45] GUMBSCH, P. ; RIEDLE, J. ; HARTMAIER, A. ; FISCHMEISTER, H.: *Controlling factors for the brittle-to-ductile transition in tungsten single crystals*. In: *Science* 282 (1998), Nr. 5392, S. 1293–1295.  
<https://doi.org/10.1126/science.282.5392.1293>
- [46] LAUNEY, M.E. ; RITCHIE, R.O.: *On the fracture toughness of advanced materials*. In: *Adv. Mater.* 21 (2009), Nr. 20, S. 2103–2110. <https://doi.org/10.1002/adma.200803322>
- [47] ANDERSON, T.L.: *Fracture mechanics : Fundamentals and applications*. 4. Aufl. Boca Raton, FL, USA : CRC Press, 2017. <https://doi.org/10.1201/9781315370293>
- [48] NEU, R. ; RIESCH, J. ; MÜLLER, A.v. ; BALDEN, M. ; COENEN, J.W. ; GIETL, H. ; HÖSCHEN, T. ; LI, M. ; WURSTER, S. ; YOU, J.-H.: *Tungsten fibre-reinforced composites for advanced plasma facing components*. In: *Nucl. Mater. Energy* 12 (2017), S. 1308–1313. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2016.10.018>

## Quellenverzeichnis

- [49] COENEN, J.W. ; MAO, Y. ; SISTLA, S. ; RIESCH, J. ; HOESCHEN, T. ; BROECKMANN, C. ; NEU, R. ; LINSMEIER, C.: *Improved pseudo-ductile behavior of powder metallurgical tungsten short fiber-reinforced tungsten (W/W)*. In: *Nucl. Mater. Energy* 15 (2018), S. 214–219. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2018.05.001>
- [50] RIESCH, J. ; HÖSCHEN, T. ; LINSMEIER, C. ; WURSTER, S. ; YOU, J.-H.: *Enhanced toughness and stable crack propagation in a novel tungsten fibre-reinforced tungsten composite produced by chemical vapour infiltration*. In: *Phys. Scr.* T159 (2014), S. 14031. <https://doi.org/10.1088/0031-8949/2014/T159/014031>
- [51] REISER, J. ; GARRISON, L. ; GREUNER, H. ; HOFFMANN, J. ; WEINGÄRTNER, T. ; JÄNTSCH, U. ; KLIMENKOV, M. ; FRANKE, P. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C., et al.: *Ductilisation of tungsten (W): Tungsten laminated composites*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 69 (2017), S. 66–109. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.07.013>
- [52] NOGAMI, S. ; HAZAMA, T. ; NOTO, H. ; NAGASAKA, T. ; HASEGAWA, A.: *Laminated composites using potassium doped tungsten*. In: *Fusion Eng. Des.* 161 (2020), S. 111894. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2020.111894>
- [53] YAN, Z. ; XU, G. ; SUO, J.: *Effect of Transition Layer on Properties of Tungsten-Tantalum (W-Ta) Laminated Composite*. In: *Metals* 10 (2020), Nr. 5, S. 558. <https://doi.org/10.3390/met10050558>
- [54] REISER, J.: *Duktilisierung von Wolfram : Synthese, Analyse und Charakterisierung von Wolframlaminaten aus Wolframfolie*. Karlsruhe, Karlsruher Institut für Technologie, Fakultät für Maschinenbau. Dissertation. 2012
- [55] KNY, E.: Properties and uses of the pseudobinary alloys of Cu with refractory metals. In: BILDSTEIN, H.; ORTNER, H.M. (Hrsg.): *12th International Plansee Seminar '89: Proceedings : High temperature and wear resistant materials in a world of changing technology*. Reutte, Tirol, Austria, May 8th to 12th, 1989. Reutte, AUT : Metallwerk Plansee GmbH, 1989, S. 763–772
- [56] NAGENDER NAIDU, S.V. (Hrsg.); RAMA RAO, P. (Hrsg.): *Phase diagrams of binary tungsten alloys*. 1. Aufl. Calcutta, IND : Indian Institute of Metals, 1991 (Monograph Series on Alloy Phase Diagrams 7)
- [57] ENGLISH, J.J.: *Binary and ternary phase diagrams of columbium, molybdenum, tantalum, and tungsten* (DMIC Report 152), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1961
- [58] ENGLISH, J.J.: *Binary and ternary phase diagrams of columbium, molybdenum, tantalum, and tungsten : Supplement to DMIC Report 152* (DMIC Report 183), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1963
- [59] ROSTOKER, W.: *A study of ternary phase diagrams of tungsten and tantalum* (WADC Technical Report 59-492), U. S. Air Force. Wright-Patterson Air Force Base, OH, USA, 1960
- [60] WURSTER, S. ; GLUDOVATZ, B. ; HOFFMANN, A. ; PIPPAN, R.: *Fracture behaviour of tungsten–vanadium and tungsten–tantalum alloys and composites*. In: *J. Nucl. Mater.* 413 (2011), Nr. 3, S. 166–176. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.04.025>
- [61] PALACIOS, T. ; PASTOR, J.Y. ; AGUIRRE, M.V. ; MARTÍN, A. ; MONGE, M.A. ; MUÑOZ, A. ; PAREJA, R.: *Mechanical behavior of tungsten–vanadium–lanthana alloys as function of temperature*. In: *J. Nucl. Mater.* 442 (2013), 1-3, S277-S281. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.02.006>
- [62] RIETH, M. ; REISER, J. ; DAFFERNER, B. ; BAUMGÄRTNER, S.: *The impact of refractory material properties on the helium cooled divertor design*. In: *Fusion Sci. Technol.* 61 (2012), 1T, S. 381–384. <https://doi.org/10.13182/FST12-1T3>
- [63] RAFFO, P.L. ; KLOPP, W.D. ; WITZKE, W.R.: *Mechanical properties of arc-melted and electron-beam-melted tungsten base alloys* (NASA Technical Note TN D-2561), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1965
- [64] REN, C. ; FANG, Z.Z. ; KOOPMAN, M. ; ZHANG, H.: *The Effects of Molybdenum Additions on the Sintering and Mechanical Behavior of Ultrafine-Grained Tungsten*. In: *JOM* 70 (2018), Nr. 11, S. 2567–2573. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-3119-2>
- [65] RIETH, M.: *Tungsten for DEMO divertors : An overview of production, basic properties, processing and divertor applications in fusion power plants* (Presentation given at the Tungsten workshop). Oxford, GBR, 23-25.10.2013

- [66] LI, B.-S. ; MARROW, T.J. ; ARMSTRONG, D.E.J.: *Measuring the brittle-to-ductile transition temperature of tungsten–tantalum alloy using chevron-notched micro-cantilevers*. In: *Scr. Mat.* 180 (2020), S. 77–82. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.01.030>
- [67] TEJADO, E. ; CARVALHO, P.A. ; MUNOZ, A. ; DIAS, M. ; CORREIA, J.B. ; MARDOLCAR, U.V. ; PASTOR, J.Y.: *The effects of tantalum addition on the microtexture and mechanical behaviour of tungsten for ITER applications*. In: *J. Nucl. Mater.* 467 (2015), S. 949–955. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.10.034>
- [68] FEILD JR., A.L. ; AMMON, R.L. ; LEWIS, A.I. ; RICHARDSON, L.S.: *Research and development of tantalum- and tungsten-base alloys (AD259116)*, Bureau of Naval Weapons. Arlington, VA, USA, 1961
- [69] BRUNNER, D. ; GLEBOVSKY, V.: *Analysis of flow-stress measurements of high-purity tungsten single crystals*. In: *Mater. Lett.* 44 (2000), 3-4, S. 144–152. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(00\)00017-3](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(00)00017-3)
- [70] ZIEBART, U.: *Experimentelle Untersuchungen zum Beitrag von Versetzungen zur inneren Reibung von Wolfram*. Stuttgart, DEU, Universität Stuttgart, Institut für theoretische and angewandte Physik. Dissertation. 1986
- [71] HU, Y.-J. ; FELLINGER, M.R. ; BULTER, B.G. ; WANG, Y. ; DARLING, K.A. ; KECSKES, L.J. ; TRINKLE, D.R. ; LIU, Z.-K.: *Solute-induced solid-solution softening and hardening in bcc tungsten*. In: *Acta Mater.* 141 (2017), S. 304–316. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.09.019>
- [72] KLOPP, W.D.: *Review of ductilizing of group via elements by rhenium and other solutes* (NASA Technical Note TN D-4955), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1968
- [73] ARGON, A.S.: *strengthening mechanisms in crystal plasticity*. Oxford, GBR : Oxford University Press, 2007 (Oxford Series on Materials Modelling 4). <https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780198516002.001.0001>
- [74] MEDVEDEVA, N.I. ; GORNOSTYREV, Y.N. ; FREEMAN, A.J.: *Solid solution softening and hardening in the group-V and group-VI bcc transition metals alloys: First principles calculations and atomistic modeling*. In: *Phys. Rev. B* 76 (2007), Nr. 21, S. 501. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.76.212104>
- [75] NELSON, R.G. ; O'KEEFE, D.P.: *A study of tungsten-technetium alloys* (Technical Report CR-97099, BNWL-865), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1968
- [76] LUO, A. ; JACOBSON, D.L. ; SHIN, K.S.: *Solution softening mechanism of iridium and rhenium in tungsten at room temperature*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 10 (1991), Nr. 2, S. 107–114. [https://doi.org/10.1016/0263-4368\(91\)90028-M](https://doi.org/10.1016/0263-4368(91)90028-M)
- [77] RAFFO, P.L.: *Yielding and fracture in tungsten and tungsten-rhenium alloys* (NASA Technical Note TN D-4567), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1968
- [78] STEPHENS, J.R.: *Dislocation structures in single-crystal tungsten and tungsten alloys*. In: *Metall. Mater. Trans. B* 1 (1970), Nr. 5, S. 1293–1301. <https://doi.org/10.1007/BF02900246>
- [79] SIMPSON, R.P.: *Solid solution softening (rhenium ductilizing effect) and bubble strengthening in tungsten-rhenium alloys (AD-769 343)*, U. S. Air Force. Wright-Patterson Air Force Base, OH, USA, 1973
- [80] KAPPACHER, J. ; LEITNER, A. ; KIENER, D. ; CLEMENS, H. ; MAIER-KIENER, V.: *Thermally activated deformation mechanisms and solid solution softening in W-Re alloys investigated via high temperature nanoindentation*. In: *Mater. Des.* 189 (2020), Nr. 5, S. 108499. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108499>
- [81] ZHAO, Y. ; MARIAN, J.: *Direct prediction of the solute softening-to-hardening transition in W–Re alloys using stochastic simulations of screw dislocation motion*. In: *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 26 (2018), Nr. 4, S. 45002. <https://doi.org/10.1088/1361-651X/aaecf>
- [82] TSURU, T. ; WAKEDA, M. ; SUZUDO, T. ; ITAKURA, M. ; OGATA, S.: *Anomalous solution softening by unique energy balance mediated by kink mechanism in tungsten-rhenium alloys*. In: *J. Theor. Appl. Phys.* 127 (2020), Nr. 2, S. 25101. <https://doi.org/10.1063/1.5131279>
- [83] CARDARELLI, F.: *Materials mandbook : A concise desktop reference*. 2. Aufl. London, GBR : Springer-Verlag London Ltd., 2008. <https://doi.org/10.1007/978-1-84628-669-8>

## Quellenverzeichnis

- [84] HARRIGILL JR., W.T. ; KRSEK JR., A.: *Method for measuring static Young's modulus of tungsten to 1900 K* (NASA Technical Report TN-D-6794, E-6702), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1972
- [85] SHEN, T. ; DAI, Y. ; LEE, Y.: *Microstructure and tensile properties of tungsten at elevated temperatures*. In: *J. Nucl. Mater.* 468 (2016), S. 348–354. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.09.057>
- [86] KAUFMAN, J.G.: *Fracture toughness of 7075-T6 and -T651 sheet, plate, and multilayered adhesive-bonded panels*. In: *J. Basic Eng.* 89 (1967), Nr. 3, S. 503–507. <https://doi.org/10.1115/1.3609649>
- [87] MURACA, R.F. ; WHITTICK, J.S.: *Materials data handbook: Aluminum alloy 7075*. 2. Aufl., National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1972
- [88] GEACH, G.A. ; HUGHES, J.E.: *The alloys of rhenium with molybdenum or with tungsten and having good high temperature properties*. In: BENESOVSKY, F. (Hrsg.): *Warmfeste und korrosionsbeständige Sinterwerkstoffe : Vorträge, gehalten auf dem 2. Plansee Seminar, Reutte Tirol, 19. bis 23. Juni, 1955*,. Reutte, AUT : Metallwerk Plansee GmbH, 1956, S. 245–253
- [89] CAILLARD, D.: *A TEM in situ study of the softening of tungsten by rhenium*. In: *Acta Mater.* 194 (2020), S. 249–256. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.04.039>
- [90] ECK, R. ; BILDSTEIN, H. ; SIMADER, F. ; STICKLER, R. ; TINZL, J.: *Behaviour of tungsten, molybdenum, and alloys under unusual heating conditions*, Bd. 1. In: BILDSTEIN, H.; ORTNER, H.M. (Hrsg.): *12th International Plansee Seminar '89: Proceedings : High temperature and wear resistant materials in a world of changing technology*. Reutte, Tirol, Austria, May 8th to 12th, 1989. Reutte, AUT : Metallwerk Plansee GmbH, 1989, S. 793–805
- [91] KLOPP, W.D. ; RAFFO, P.L. ; WITZKE, W.R.: *Mechanical properties of dilute tungsten-rhenium alloys prepared by electron beam and arc melting* (NASA Technical Note TN D-3483), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1966
- [92] SAMOLYUK, G.D. ; OSETSKY, Y.N. ; STOLLER, R.E.: *The influence of transition metal solutes on the dislocation core structure and values of the Peierls stress and barrier in tungsten*. In: *J. Phys.: Condens. Matter* 25 (2013), Nr. 2, S. 25403. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/25/2/025403>
- [93] ROMANER, L. ; AMBROSCH-DRAXL, C. ; PIPPAN, R.: *Effect of rhenium on the dislocation core structure in tungsten*. In: *Phys. Rev. Lett.* 104 (2010), Nr. 19, S. 195503. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.104.195503>
- [94] LI, H. ; WURSTER, S. ; MOTZ, C. ; ROMANER, L. ; AMBROSCH-DRAXL, C. ; PIPPAN, R.: *Dislocation-core symmetry and slip planes in tungsten alloys: Ab initio calculations and microcantilever bending experiments*. In: *Acta Mater.* 60 (2012), Nr. 2, S. 748–758. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.10.031>
- [95] FUKUDA, M. ; NOGAMI, S. ; HASEGAWA, A. ; USAMI, H. ; YABUUCHI, K. ; MUROGA, T.: *Tensile properties of K-doped W-3%Re*. In: *Fusion Eng. Des.* 89 (2014), 7-8, S. 1033–1036. <https://doi.org/10.1016/j.fuseng-des.2014.02.062>
- [96] ŠESTÁK, B. ; SEEGER, A.: *Gleitung und Verfestigung in kubisch-raumzentrierten Metallen und Legierungen (I)*. In: *Z. Metallkde.* 69 (1978), Nr. 4, S. 195–202. <https://doi.org/10.1515/ijmr-1978-690401>
- [97] CHRISTIAN, J.W.: *Some surprising features of the plastic deformation of body-centered cubic metals and alloys*. In: *Metall. Trans. A* 14 (1983), Nr. 7, S. 1237–1256. <https://doi.org/10.1007/BF02664806>
- [98] RÖSLER, J. ; HARDERS, H. ; BÄKER, M.: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. 4. Aufl. Wiesbaden, DEU : Springer Vieweg, 2012. <https://doi.org/10.1007/978-3-8348-2241-3>
- [99] SAMUELS, J. ; ROBERTS, S.G.: *The Brittle-Ductile Transition in Silicon : I. Experiments*. In: *Proc. R. Soc. A* (1989), Nr. 421, S. 1–23
- [100] NEALE, B.K.: *An assessment of fracture toughness in the ductile to brittle transition regime using the Euro fracture toughness dataset*. In: *Eng. Fract. Mech.* 69 (2002), Nr. 4, S. 497–509. [https://doi.org/10.1016/S0013-7944\(01\)00070-4](https://doi.org/10.1016/S0013-7944(01)00070-4)
- [101] WALLIN, K.: *The scatter in KIC-results*. In: *Eng. Fract. Mech.* 19 (1984), Nr. 6, S. 1085–1093. [https://doi.org/10.1016/0013-7944\(84\)90153-X](https://doi.org/10.1016/0013-7944(84)90153-X)

- [102] LUDWIK, P.: *Elemente der Technologischen Mechanik*. Berlin, DEU : Springer, 1909.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-662-40293-1>
- [103] SWINBURNE, T.D. ; DUDAREV, S.L.: *Kink-limited Orowan strengthening explains the brittle to ductile transition of irradiated and unirradiated bcc metals*. In: *Phys. Rev. Materials* 2 (2018), Nr. 7.  
<https://doi.org/10.1103/PhysRevMaterials.2.073608>
- [104] HIRSCH, P.B. ; ROBERTS, S.G. ; SAMUELS, J.: *The brittle-ductile transition in silicon : II. Interpretation*. In: *Proc. R. Soc. A* 421 (1989), Nr. 1860, S. 25–53. <https://doi.org/10.1098/rspa.1989.0002>
- [105] TARLETON, E. ; ROBERTS, S.G.: *Dislocation dynamic modelling of the brittle–ductile transition in tungsten*. In: *Philos. Mag.* 89 (2009), Nr. 31, S. 2759–2769. <https://doi.org/10.1080/14786430902992619>
- [106] ROBERTS, S.G. ; HIRSCH, P.B. ; BOOTH, A.S. ; ELLIS, M. ; SERBENA, F.C.: *Dislocations, cracks and brittleness in single crystals*. In: *Phys. Scr.* T49B (1993), S. 420–426. <https://doi.org/10.1088/0031-8949/1993/T49B/006>
- [107] SEIGLE, L.L. ; DICKINSON, C.D.: *Effect of mechanical and structural variables on the ductile-brittle transition in refractory metals*. In: SEMCHYSHEN, M.; PERLMUTTER, I. (Hrsg.): *Refractory metals and alloys II : Proceedings of Metallurgical Society Conferences, Chicago, IL, April, 1962*. New York, NY, USA : Interscience Publishers, 1963 (Metallurgical Society Conferences, 17), S. 65–115
- [108] BRAUN, H. ; SEDLATSCHKE, K.: *On the influence of small additions of nonmetals and metals on the sintering, working and the mechanical properties of tungsten*. In: *J. Less Common Metals* 2 (1960), 2-4, S. 277–291. [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(60\)90021-7](https://doi.org/10.1016/0022-5088(60)90021-7)
- [109] KITSUNAI, Y. ; KURISHITA, H. ; KAYANO, H. ; HIRAOKA, Y. ; IGARASHI, T. ; TAKIDA, T.: *Microstructure and impact properties of ultra-fine grained tungsten alloys dispersed with TiC*. In: *J. Nucl. Mater.* 271-272 (1999), S. 423–428. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(98\)00753-3](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(98)00753-3)
- [110] BONNEKOH, C. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *The brittle-to-ductile transition in cold rolled tungsten : On the decrease of the brittle-to-ductile transition by 600 K to –65 °C*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 71 (2018), S. 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.11.017>
- [111] MORNIROLI, J.P.: *Low-temperature embrittlement of undoped and doped tungsten*. In: PINK, E.; BARTHA, L. (Hrsg.): *The metallurgy of doped/non-sag tungsten*. London, GBR : Elsevier Science Publishers Ltd., 1989, S. 235–250
- [112] REISER, J. ; HARTMAIER, A.: *Elucidating the dual role of grain boundaries as dislocation sources and obstacles and its impact on toughness and brittle-to-ductile transition*. In: *Sci. Rep.* 10 (2020), Nr. 1, S. 2739. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-59405-5>
- [113] CONRAD, H.: *Guiding principles for lowering the ductile-to-brittle transition temperature in the bcc metals*, Bd. 2. In: FOUNTAIN, R.W.; MALT, J.; RICHARDSON, L.S. (Hrsg.): *High temperature refractory metals : Symposium on High Temperature Refractory Metals, New York, NY, February 16-20, 1964*. New York, NY, USA : Gordon and Breach Science Publishers Inc., 1966 (Metallurgical Society Conferences, 34), S. 113–128
- [114] HOLLANG, L.: *Mechanical properties*. In: WASEDA, Y.; ISSHIKI, M. (Hrsg.): *Purification Process and Characterization of Ultra High Purity Metals*. Berlin, DEU : Springer, 2002, S. 305–348
- [115] DA COSTA ANDRADE, E.N. ; ABOAV, D.A.: *The mechanical behaviour of single crystals of metals, in particular copper*. In: *Proc. R. Soc. A* 240 (1957), Nr. 1222, S. 304–320.  
<https://doi.org/10.1098/rspa.1957.0086>
- [116] GALLAGHER, P.C.J.: *The high temperature flow stress of single crystals of copper, silver and gold. Part I*. In: *Philos. Mag.* 15 (1967), Nr. 133, S. 51–83. <https://doi.org/10.1080/14786436708230351>
- [117] ARGON, A.S. ; MALOOF, S.R.: *Plastic deformation of tungsten single crystals at low temperatures*. In: *Acta Metall.* 14 (1966), Nr. 11, S. 1449–1462. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(66\)90165-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(66)90165-9)
- [118] STEPHENS, J.R.: *Review of the deformation behavior of tungsten at temperatures less than 0.2 absolute melting temperature* (NASA Technical Memorandum TM X-2482), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1972

## Quellenverzeichnis

- [119] PFEIFENBERGER, M.J. ; NIKOLIĆ, V. ; ŽAK, S. ; HOHENWARTER, A. ; PIPPAN, R.: *Evaluation of the intergranular crack growth resistance of ultrafine grained tungsten materials*. In: *Acta Mater.* 176 (2019), S. 330–340. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.051>
- [120] NIKOLIĆ, V. ; WURSTER, S. ; FIRNEIS, D. ; PIPPAN, R.: *Improved fracture behavior and microstructural characterization of thin tungsten foils*. In: *Nucl. Mater. Energy* 9 (2016), S. 181–188. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2016.06.003>
- [121] ISSA, I. ; HOHENWARTER, A. ; FRITZ, R. ; KIENER, D.: *Fracture properties of ultrafine grain chromium correlated to single dislocation processes at room temperature*. In: *J. Mater. Res.* 34 (2019), Nr. 13, S. 2370–2383. <https://doi.org/10.1557/jmr.2019.140>
- [122] MURR, L.E.: *Dislocation Ledge Source : Dispelling the Myth of Frank-Read Source Importance*. In: *Metall. Mater. Trans. A* 47 (2016), Nr. 12, S. 5811–5826. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-3286-5>
- [123] TANAKA, M. ; HIGASHIDA, K. ; SHIMOKAWA, T. ; MORIKAWA, T.: *Brittle-ductile transition in low carbon steel deformed by the accumulative roll bonding process*. In: *Mater. Trans., JIM* 50 (2009), Nr. 1, S. 56–63. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MD200817>
- [124] HULL, D. ; BACON, D.J.: *Introduction to Dislocations*. 5. Aufl. Oxford, GBR : Butterworth-Heinemann, 2001. <https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-4681-9.X5000-7>
- [125] ZENG, X.H. ; HARTMAIER, A.: *Modeling size effects on fracture toughness by dislocation dynamics*. In: *Acta Mater.* 58 (2010), Nr. 1, S. 301–310. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.09.005>
- [126] CAMPBELL, R.W. ; DICKINSON, C.D.: *Effect of melting variables on purity and properties of tungsten*. In: AULT, G.M.; BARCLAY, W.F.; MUNGER, H.P. (Hrsg.): *High temperature materials II : Proceedings of Technical Conference on High Temperature Materials II, Cleveland, OH, April 26-27, 1961*. New York, NY, USA : Interscience Publishers, 1963, S. 655–668
- [127] STEPHENS, J.R.: *Effects of interstitial impurities on the low-temperature tensile properties of tungsten* (NASA Technical Note TN D-2287), National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1964
- [128] TRAN-HUU-LOI ; MORNIROLI, J.P. ; GANTOIS, M. ; LAHAYE, M.: *Brittle fracture of polycrystalline tungsten*. In: *J. Mater. Sci.* 20 (1985), Nr. 1, S. 199–206. <https://doi.org/10.1007/BF00555913>
- [129] KRASKO, G.L.: *Effect of impurities on the electronic structure of grain boundaries and intergranular cohesion in iron and tungsten*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 234-236 (1997), S. 1071–1074. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00417-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00417-6)
- [130] GRUJICIC, M. ; ZHAO, H. ; KRASKO, G.L.: *Atomistic simulation of  $\Sigma 3$  (111) grain boundary fracture in tungsten containing various impurities*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 15 (1997), 5-6, S. 341–355. [https://doi.org/10.1016/S0263-4368\(97\)87508-7](https://doi.org/10.1016/S0263-4368(97)87508-7)
- [131] SETYAWAN, W. ; KURTZ, R.J.: *Effects of transition metals on the grain boundary cohesion in tungsten*. In: *Scr. Mat.* 66 (2012), Nr. 8, S. 558–561. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.01.002>
- [132] GLUDOVATZ, B. ; WURSTER, S. ; WEINGÄRTNER, T. ; HOFFMANN, A. ; PIPPAN, R.: *Influence of impurities on the fracture behaviour of tungsten*. In: *Philos. Mag.* 91 (2011), Nr. 22, S. 3006–3020. <https://doi.org/10.1080/14786435.2011.558861>
- [133] KURISHITA, H. ; OISHI, A. ; KUBO, H. ; YOSHINAGA, H.: *Grain boundary fracture in molybdenum bicrystals with various  $\langle 110 \rangle$  symmetric tilt boundaries*. In: *Trans. JIM* 26 (1985), Nr. 5, S. 341–352. <https://doi.org/10.2320/matertrans1960.26.341>
- [134] MIKHAILOVSKIJ, I.M. ; MAZILOVA, T.I. ; VOYEVODIN, V.N. ; MAZILOV, A.A.: *Inherent strength of grain boundaries in tungsten*. In: *Phys. Rev. B* 83 (2011), Nr. 13, S. 757. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.83.134115>
- [135] KOBAYASHI, S. ; TSUREKAWA, S. ; WATANABE, T.: *Evolution of grain boundary microstructures in molybdenum by thermomechanical processing from single crystals*. In: ROLLETT, A.D. (Hrsg.): *Applications of texture analysis : A collection of papers presented at the 15th International Conference on Textures of*

- Materials*, Pittsburgh, PA, June 1-6, 2008. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons Inc., 2008 (Ceramic Transactions, 201), S. 681–692
- [136] TANURE, L. ; TERYTYEV, D. ; RIESCH, J. ; VERBEKEN, K.: *Evolution of microstructure, texture and grain boundary character distribution of potassium doped tungsten fibers annealed at variable temperatures*. In: *J. Phys.: Conf. Ser.* 1270 (2019), S. 12038. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1270/1/012038>
- [137] TERYTYEV, D. ; VAN RENTERGHEM, W. ; TANURE, L. ; DUBINKO, A. ; RIESCH, J. ; LEBEDIEV, S. ; KHVAN, T. ; VERBEKEN, K. ; COENEN, J.W. ; ZHURKIN, E.E.: *Correlation of microstructural and mechanical properties of K-doped tungsten fibers used as reinforcement of tungsten matrix for high temperature applications*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 79 (2019), S. 204–216. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.12.007>
- [138] MICHOT, G. ; LOYOLA DE OLIVEIRA, M.A.: *Plastic Relaxation at Crack Tip: from Brittle to Ductile Behaviour*. In: *Mater. Trans., JIM* 42 (2001), Nr. 1, S. 14–19. <https://doi.org/10.2320/matertrans.42.14>
- [139] BITZEK, E. ; GUMBSCH, P.: *Mechanisms of dislocation multiplication at crack tips*. In: *Acta Mater.* 61 (2013), Nr. 4, S. 1394–1403. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.016>
- [140] WEI, Q. ; ZHANG, H. ; SCHUSTER, B. ; RAMESH, K. ; VALIEV, R. ; KECSKES, L. ; DOWDING, R. ; MAGNESS, L. ; CHO, K.: *Microstructure and mechanical properties of super-strong nanocrystalline tungsten processed by high-pressure torsion*. In: *Acta Mater.* 54 (2006), Nr. 15, S. 4079–4089. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.05.005>
- [141] REN, C. ; FANG, Z.Z. ; XU, L. ; LIGDA, J.P. ; PARAMORE, J.D. ; BUTLER, B.G.: *An investigation of the microstructure and ductility of annealed cold-rolled tungsten*. In: *Acta Mater.* 162 (2019), S. 202–213. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.10.002>
- [142] CHENG, G.M. ; JIAN, W.W. ; XU, W.Z. ; YUAN, H. ; MILLETT, P.C. ; ZHU, Y.T.: *Grain size effect on deformation mechanisms of nanocrystalline bcc metals*. In: *Mat. Res. Let.* 1 (2013), Nr. 1, S. 26–31. <https://doi.org/10.1080/21663831.2012.739580>
- [143] SCHADLER, H.W.: *Mobility of edge dislocations on {110} planes in tungsten single crystals*. In: *Acta Metall.* 12 (1964), Nr. 8, S. 861–870. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(64\)90144-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(64)90144-0)
- [144] SCHULTZ, H.: *Die störungsempfindlichen Eigenschaften des Wolframs und anderer kubisch-raumzentrierter Übergangsmetalle*. In: *Z. Metallkde.* 78 (1987), Nr. 7, S. 469–477. <https://doi.org/10.1515/ijmr-1987-780701>
- [145] PAN, Z. ; KECSKES, L.J. ; WEI, Q.: *The nature behind the preferentially embrittling effect of impurities on the ductility of tungsten*. In: *Comput. Mater. Sci* 93 (2014), S. 104–111. <https://doi.org/10.1016/j.comatsci.2014.06.036>
- [146] MACHERAUCH, E. ; ZOCH, H.-W.: *Praktikum in Werkstoffkunde*. Wiesbaden : Springer Fachmedien Wiesbaden, 2019. <https://doi.org/10.1007/978-3-658-25374-5>
- [147] HOLLANG, L. ; HOMMEL, M. ; SEEGER, A.: *The flow stress of ultra-high-purity molybdenum single crystals*. In: *Phys. Status Solidi A* 160 (1997), Nr. 2, S. 329–354. [https://doi.org/10.1002/1521-396X\(199704\)160:2<329::AID-PSSA329>3.0.CO;2-O](https://doi.org/10.1002/1521-396X(199704)160:2<329::AID-PSSA329>3.0.CO;2-O)
- [148] BRUNNER, D. ; DIEHL, J.: *The use of stress-relaxation measurements for investigations on the flow stress of  $\alpha$ -iron*. In: *Phys. Status Solidi A* 104 (1987), Nr. 1, S. 145–155. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211040110>
- [149] HOLLANG, L. ; BRUNNER, D. ; SEEGER, A.: *Work hardening and flow stress of ultrapure molybdenum single crystals*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 319-321 (2001), S. 233–236. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01002-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01002-4)
- [150] ACKERMANN, F. ; MUGHRABI, H. ; SEEGER, A.: *Temperature- and strain-rate dependence of the flow stress of ultrapure niobium single crystals in cyclic deformation*. In: *Acta Metall.* 31 (1983), Nr. 9, S. 1353–1366. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90006-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90006-8)

## Quellenverzeichnis

- [151] WERNER, M.: *Temperature and strain-rate dependence of the flow stress of ultrapure tantalum single crystals*. In: *Phys. Status Solidi A* 104 (1987), Nr. 1, S. 63–78. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211040105>
- [152] CONRAD, H. ; HAYES, W.: *Thermally-Activated Deformation of the Body Centered Cubic Metals at Low Temperatures* (TDR-169(3240-11)TN-7), U. S. Air Force. Inglewood, CA, USA, 1963
- [153] PEIERLS, R.: *The size of a dislocation*. In: *Proc. Phys. Soc.* 52 (1940), Nr. 1, S. 34–37. <https://doi.org/10.1088/0959-5309/52/1/305>
- [154] NABARRO, F.R.N.: *Dislocations in a simple cubic lattice*. In: *Proc. Phys. Soc.* 59 (1947), Nr. 2, S. 256–272. <https://doi.org/10.1088/0959-5309/59/2/309>
- [155] KAMIMURA, Y. ; EDAGAWA, K. ; TAKEUCHI, S.: *Experimental evaluation of the Peierls stresses in a variety of crystals and their relation to the crystal structure*. In: *Acta Mater.* 61 (2013), Nr. 1, S. 294–309. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.059>
- [156] RITCHIE, I.G. ; FANTOZZI, G.: *Internal friction due to the intrinsic properties in metals: Kink relaxation*. In: NABARRO, F.R.N. (Hrsg.): *Dislocations in solids : Dislocations and disclinations*. Amsterdam, NLD : North-Holland, 1992 (Dislocations in Solids, 9), S. 57–134
- [157] SUZUKI, H.: *Motion of dislocations in body-centered cubic crystals*. In: ROSENFELD, A.R.; HAHN, G.T.; BE-MENT, A.L.; JAFFEE, R.I. (Hrsg.): *Dislocation dynamics : Battelle Institute Materials Science Colloquia, Seattle, WA, USA and Harrison, British Columbia, Canada, May 1-6, 1967*. New York, NY, USA : McGraw-Hill Book, 1968 (McGraw-Hill Series in Materials Science and Engineering), 679-700
- [158] HIRSCH, P.B.: *Some aspects of the deformation of body-centered cubic metals*. In: *Trans. JIM* 9 (1968), Supplement, S. xxx–xxxix
- [159] SMIALEK, R.L. ; MITCHELL, T.E.: *Interstitial solution hardening in tantalum single crystals*. In: *Philos. Mag.* 22 (1970), Nr. 180, S. 1105–1127. <https://doi.org/10.1080/14786437008226921>
- [160] VITEK, V. ; PAIDAR, V.: *Non-planar dislocation cores : A ubiquitous phenomenon affecting mechanical properties of crystalline materials*. In: HIRTH, J.P. (Hrsg.): *Dislocations in solids : A tribute to F.R.N. Nabarro*. Amsterdam, NLD : North-Holland, 2008 (Dislocations in Solids, 14), S. 439–514
- [161] CAI, W. ; BULATOV, V.V. ; CHANG, J. ; LI, J. ; YIP, S.: *Dislocation core effects on mobility*. In: NABARRO, F.R.N.; HIRTH, J.P. (Hrsg.): *Dislocations in solids*. Amsterdam, NLD : Elsevier B. V., 2004 (Dislocations in Solids, 12), S. 1–80
- [162] PROVILLE, L. ; RODNEY, D.: *Modeling the thermally activated mobility of dislocations at the atomic scale*, Bd. 3. In: ANDREONI, W.; YIP, S. (Hrsg.): *Handbook of materials modeling : Methods: theory and modeling*. 2. Aufl. Cham, CHE : Springer Nature Switzerland AG, 2020, S. 1525–1544. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-42913-7\\_21-1](https://doi.org/10.1007/978-3-319-42913-7_21-1)
- [163] VITEK, V. ; YAMAGUCHI, M.: *Core structure of nonscrew  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$  dislocations on  $\{110\}$  planes in bcc crystals II. : Peierls stress and the effect of an external shear stress on the cores*. In: *J. Phys. F: Met. Phys.* (1973), Nr. 3, S. 523–536
- [164] SCHULZE, V. ; VÖHRINGER, O.: *Plastic deformation : Constitutive description*. In: BUSCHOW, K.H.J. (Hrsg.): *Encyclopedia of materials : Science and technology*. Oxford, GBR : Pergamon, 2001, S. 7050–7064. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/01250-X>
- [165] HARTMAIER, A. ; GUMBSCH, P.: *Scaling relations for crack-tip plasticity*. In: *Philos. Mag. A* 82 (2002), 17-18, S. 3187–3200. <https://doi.org/10.1080/01418610208240432>
- [166] LOW, J.R. ; GUARD, R.W.: *The dislocation structure of slip bands in iron*. In: *Acta Metall.* 7 (1959), Nr. 3, S. 171–179. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(59\)90070-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(59)90070-7)
- [167] BRUNNER, D. ; DIEHL, J.: *Temperature and strain-rate dependence of the tensile flow stress of high-purity  $\alpha$ -iron below 250 K : II. Stress/temperature regime II and its transitions to regimes I and III*. In: *Phys. Status Solidi A* 125 (1991), Nr. 1, S. 203–216. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211250117>
- [168] LAWLEY, A. ; GAIGHER, H.L.: *Deformation structures in zone-melted molybdenum*. In: *Philos. Mag.* 10 (1964), Nr. 103, S. 15–33. <https://doi.org/10.1080/14786436408224204>

- [169] YAMAGUCHI, M. ; VITEK, V.: *Core structure of nonscrew 1/2 (111) dislocations on (110) planes in b.c.c. crystals. I. Core structure in an unstressed crystal*. In: *J. Phys. F: Met. Phys.* 3 (1973), Nr. 3, S. 523–536. <https://doi.org/10.1088/0305-4608/3/3/010>
- [170] ITO, V. ; VITEK, K.: *Atomistic study of non-Schmid effects in the plastic yielding of bcc metals*. In: *Philos. Mag. A* 81 (2001), Nr. 5, S. 1387–1407. <https://doi.org/10.1080/01418610110033885>
- [171] VITEK, V.: *Core structure of screw dislocations in body-centred cubic metals : Relation to symmetry and interatomic bonding*. In: *Philos. Mag.* 84 (2004), 3-5, S. 415–428. <https://doi.org/10.1080/14786430310001611644>
- [172] GRÖGER, R. ; BAILEY, A.G. ; VITEK, V.: *Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten. I. Atomistic studies of the core structure and glide of 1/2 <111> screw dislocations at 0 K*. In: *Acta Mater.* 56 (2008), Nr. 19, S. 5401–5411. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.07.018>
- [173] MROVEC, M. ; GRÖGER, R. ; BAILEY, A.G. ; NGUYEN-MANH, D. ; ELSÄSSER, C. ; VITEK, V.: *Bond-order potential for simulations of extended defects in tungsten*. In: *Phys. Rev. B* 75 (2007), Nr. 10, S. 173. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.75.104119>
- [174] ANSTIS, G.R. ; HUTCHISON, J.L.: *High-resolution imaging of dislocations*. In: NABARRO, F.R.N. (Hrsg.): *Dislocations in solids : Dislocations and disclinations*. Amsterdam, NLD : North-Holland, 1992 (Dislocations in Solids, 9), S. 1–56
- [175] MENDIS, B.G. ; MISHIN, Y. ; HARTLEY, C.S. ; HEMKER, K.J.: *Use of the Nye tensor in analyzing HREM images of bcc screw dislocations*. In: *Philos. Mag.* 86 (2006), 29-31, S. 4607–4640. <https://doi.org/10.1080/14786430600660849>
- [176] RODNEY, D.: *Activation enthalpy for kink-pair nucleation on dislocations: Comparison between static and dynamic atomic-scale simulations*. In: *Phys. Rev. B* 76 (2007), Nr. 14, S. 1. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.76.144108>
- [177] SEEGER, A.: *On the theory of the low-temperature internal friction peak observed in metals*. In: *Philos. Mag.* 1 (1956), Nr. 7, S. 651–662. <https://doi.org/10.1080/14786435608244000>
- [178] CAILLARD, D. ; MARTIN, J.-L.: *Thermally activated mechanisms in crystal plasticity*. Oxford, GBR : Pergamon, 2003 (Pergamon Materials Series 8)
- [179] ANDERSON, P.M. ; HIRTH, J.P. ; LOTHE, J.: *Theory of dislocations*. 3. Aufl. New York, NY, USA : Cambridge University Press, 2017
- [180] KIENER, D. ; FRITZ, R. ; ALFREIDER, M. ; LEITNER, A. ; PIPPAN, R. ; MAIER-KIENER, V.: *Rate limiting deformation mechanisms of bcc metals in confined volumes*. In: *Acta Mater.* 166 (2019), S. 687–701. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.01.020>
- [181] GOTTSTEIN, G.: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. 4. Aufl. Berlin, DEU : Springer-Verlag, 2014. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-36603-1>
- [182] CHOUDHURY, A.: *Statistics of dislocations at low temperature in pure metals with body centered cubic symmetry*. Paris, FRA, Université Paris-Saclay. Dissertation. 2018
- [183] KUBIN, L.P.: *Dislocations, mesoscale simulations and plastic flow*. 1. Aufl. Oxford, GBR : Oxford University Press, 2013 (Oxford Series on Materials Modelling 5). <https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780198525011.001.0001>
- [184] CHAMBERS, R.H. ; SCHULTZ, J.: *Dislocation relaxation spectra in plastically deformed refractory b.c.c. metals*. In: *Acta Metall.* 10 (1962), Nr. 4, S. 466–483. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(62\)90031-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(62)90031-7)
- [185] SEEGER, A.: *Structure and diffusion of kinks in monatomic crystals*. In: VEYSSIÈRE, P.; KUBIN, L.; CASTAING, J. (Hrsg.): *Dislocations 1984 : Comptes rendus du Structure de coeur et proprietes physiques*. Colloque International du C.N.R.S., Aussois, France, 8-17 mars, 1984. Paris, FRA : Éditions du Centre national de la recherche scientifique, 1984 (Collection Travaux et Recherches du Centre d'Etudes et de Recherches sur la Coopération Internationale de l'Institut du Droit de la Paix et du Développement de l'Université de Nice), S. 141–178

## Quellenverzeichnis

- [186] CAILLARD, D.: *Geometry and kinetics of glide of screw dislocations in tungsten between 95K and 573K*. In: *Acta Mater.* 161 (2018), S. 21–34. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.009>
- [187] SRIVASTAVA, K. ; GRÖGER, R. ; WEYGAND, D. ; GUMBSCH, P.: *Dislocation motion in tungsten : Atomistic input to discrete dislocation simulations*. In: *Int. J. Plast.* 47 (2013), S. 126–142. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2013.01.014>
- [188] MARICHAL, C. ; VAN SWYGENHOVEN, H. ; VAN PETEGEM, S. ; BORCA, C.: *{110} Slip with {112} slip traces in bcc Tungsten*. In: *Sci. Rep.* 3 (2013), S. 2547. <https://doi.org/10.1038/srep02547>
- [189] SEEGER, A.: *Mechanism of glide and work-hardening in face-centered cubic and hexagonal close packed metals*. In: FISHER, J.C.; JOHNSTON, W.G.; THOMSON, R.; VREELAND, JR., T. (Hrsg.): *Dislocations and mechanical properties of crystals : International Conference, Lake Placid, NY, September 6-8, 1956*. New York, NY, USA : John Wiley & Sons, 1957, S. 243–329
- [190] SEEGER, A.: *The generation of lattice defects by moving dislocations, and its application to the temperature dependence of the flow-stress of F.C.C. crystals*. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 46 (1955), Nr. 382, S. 1194–1217. <https://doi.org/10.1080/14786441108520632>
- [191] CHRISTIAN, J.W.: *The theory of transformations in metals and alloys*. 3. Aufl. Oxford, GBR : Pergamon, 2002. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044019-4.X5000-4>
- [192] ARSENAULT, R.J.: *Low temperature of deformation of bcc metals and their solid-solution alloys*. In: ARSENAULT, R.J. (Hrsg.): *Plastic deformation of materials*. New York, NY, USA : Academic Press Inc., 1975 (Treatise on Materials Science and Technology, 6), S. 1–99. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-341806-7.50008-8>
- [193] AYRES, R.A. ; SHANNETTE, G.W. ; STEIN, D.F.: *Elastic constants of tungsten–rhenium alloys from 77 to 298 °K*. In: *J. Appl. Phys.* 46 (1975), Nr. 4, S. 1526–1530. <https://doi.org/10.1063/1.321804>
- [194] SEEGER, A. ; HOLZWARTH, U.: *Slip planes and kink properties of screw dislocations in high-purity niobium*. In: *Philos. Mag.* 86 (2006), 25–26, S. 3861–3892. <https://doi.org/10.1080/14786430500531769>
- [195] BONK, S. ; HOFFMANN, J. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *Cold rolled tungsten (W) plates and foils : Evolution of the tensile properties and their indication towards deformation mechanisms*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 70 (2018), S. 124–133. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.09.007>
- [196] BONK, S.W.: *Plastische Verformungsmechanismen in hochgradig kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen Wolframblechen*. Karlsruhe, DEU, Karlsruher Institut für Technologie, Fakultät für Maschinenbau. Dissertation. 2018
- [197] GLEBOVSKY, V.G. ; SEMENOV, V.N. ; LOMEYKO, V.V.: *Influence of the crystallization conditions on the structural perfection of molybdenum and tungsten single crystals*. In: *J. Cryst. Growth* 87 (1988), Nr. 1, S. 142–150. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(88\)90353-3](https://doi.org/10.1016/0022-0248(88)90353-3)
- [198] SCHOECK, G. ; KRYSZIAN, M.: *The peierls energy and kink energy in fcc metals*. In: *Philos. Mag.* 85 (2005), Nr. 9, S. 949–966. <https://doi.org/10.1080/14786430412331314654>
- [199] MESSERSCHMIDT, U.: *Dislocation dynamics during plastic deformation*. Berlin, DEU : Springer-Verlag, 2010 (Springer Series in Materials Science 129). <https://doi.org/10.1007/978-3-642-03177-9>
- [200] JANI, A.R.: *Phonon density of states and debye temperatures of bcc transition metals*. In: *Z. Naturforsch.* A 40 (1985), Nr. 8, S. 834–842. <https://doi.org/10.1515/zna-1985-0806>
- [201] BRUNNER, D.: *Comparison of flow-stress measurements on high-purity tungsten single crystals with the kink-pair theory*. In: *Mater. Trans., JIM* 41 (2000), Nr. 1, S. 152–160. <https://doi.org/10.2320/mater-trans1989.41.152>
- [202] SASAKI, K. ; YABUCHI, K. ; NOGAMI, S. ; HASEGAWA, A.: *Effects of temperature and strain rate on the tensile properties of potassium-doped tungsten*. In: *J. Nucl. Mater.* 461 (2015), S. 357–364. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.03.015>
- [203] WEI, Q. ; KECSKES, L.J.: *Effect of low-temperature rolling on the tensile behavior of commercially pure tungsten*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 491 (2008), 1-2, S. 62–69. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.01.013>

- [204] GROSS, D.: Some remarks on the history of fracture mechanics. In: STEIN, E. (Hrsg.): *The history of theoretical, material and computational mechanics : Mathematics meets mechanics and engineering*. Berlin, DEU : Springer-Verlag, 2014 (Lecture Notes in Applied Mathematics and Mechanics, 1), 195-210
- [205] IRWIN, G.R.: *Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate*. In: *J. Appl. Mech.* 24 (1957), Nr. 3, S. 361–364. <https://doi.org/10.1115/1.4011547>
- [206] INGLIS, C.E.: *Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners*. In: *Trans. Inst. Nav. Architects* 55 (1913), S. 219–242
- [207] GRIFFITH, A.A.: *The phenomena of rupture and flow in solids*. In: *Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. A* 221 (1921), 582-593, S. 163–198. <https://doi.org/10.1098/rsta.1921.0006>
- [208] GRIFFITH, A.A.: The theory of rupture. In: BIEZENO, C.B.; BURGERS, J.M. (Hrsg.): *Proceedings of the First International Conference for Applied Mechanics : Delft 1924*. Delft, NLD : Technische Boekhandel en Drukkerij, J. Waltman, Jr., 1925, S. 55–63
- [209] IRWIN, G.R.: Fracture dynamics. In: JONASSEN, F.; ROOP, W.P.; BAYLESS, R.T. (Hrsg.): *Fracturing of metals : A seminar on the fracturing of metals held during the Twenty-ninth National Metal Congress and Exposition, Chicago, IL, October 18-24, 1947*. Cleveland, OH, USA : ASM International, 1948, S. 147–166
- [210] OROWAN, E.: *Fracture and strength of solids*. In: *Proc. Phys. Soc.* 12 (1949), Nr. 1, S. 185–232. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/12/1/309>
- [211] COTTERELL, B.: *The past, present, and future of fracture mechanics*. In: *Eng. Fract. Mech.* 69 (2002), Nr. 5, S. 533–553. [https://doi.org/10.1016/S0013-7944\(01\)00101-1](https://doi.org/10.1016/S0013-7944(01)00101-1)
- [212] PARIS, P.C.: *A brief history of the crack tip stress intensity factor and its application*. In: *Meccanica* 49 (2014), Nr. 4, S. 759–764. <https://doi.org/10.1007/s11012-014-9896-y>
- [213] IRWIN, G.R.: *Onset of Fast Crack Propagation in High Strength Steel and Aluminum Alloys* (NRL Report 4763), Armed Services Technical Information Agency. Dayton, OH, USA, 1956
- [214] MURAKAMI, Y. (Hrsg.): *Stress intensity factors handbook*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 1987
- [215] TADA, H. ; PARIS, P.C. ; IRWIN, G.R.: *The stress analysis of cracks handbook*. 3. Aufl. New York, NY, USA : ASME Press, 2000. <https://doi.org/10.1115/1.801535>
- [216] IRWIN, G.R.: Fracture mechanics. In: GOODIER, J.N.; HOFF, N.J. (Hrsg.): *Structural mechanics : Proceedings of the First Symposium on Naval Structural Mechanics, Stanford University, CA, August 11-14, 1958*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 1960, S. 557–594
- [217] WILLIAMS, M.L.: *On the Stress Distribution at the Base of a Stationary Crack*. In: *J. Appl. Mech.* 24 (1957), Nr. 1, S. 109–114. <https://doi.org/10.1115/1.4011454>
- [218] SNEDDON, I.N.: *The distribution of stress in the neighbourhood of a crack in an elastic solid*. In: *Proc. R. Soc. A* 187 (1946), Nr. 1009, S. 229–260. <https://doi.org/10.1098/rspa.1946.0077>
- [219] WESTERGAARD, H.M.: *Bearing Pressures and Cracks: Bearing Pressures Through a Slightly Waved Surface or Through a Nearly Flat Part of a Cylinder, and Related Problems of Cracks*. In: *J. Appl. Mech.* 6 (1939), Nr. 2, A49-A53. <https://doi.org/10.1115/1.4008919>
- [220] MACGREGOR, C.W.: *The potential function method for the solution of two-dimensional stress problems*. In: *Trans. Am. Math. Soc.* 38 (1935), Nr. 1, S. 177–186
- [221] ASTM E399. *Test method for linear-elastic plane-strain fracture toughness K<sub>IC</sub> of metallic materials*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 2019
- [222] SCHWALBE, K.-H.: *Bruchmechanik metallischer Werkstoffe*. München, DEU : Carl Hanser, 1980
- [223] ROBERTS, S.G.: Modelling the brittle to ductile transition in single crystals. In: KIRCHNER, H.O.; KUBIN, L.P.; PONTIKIS, V. (Hrsg.): *Computer simulation in materials science*. Dordrecht, NLD : Springer, 1996, S. 409–433. [https://doi.org/10.1007/978-94-009-1628-9\\_22](https://doi.org/10.1007/978-94-009-1628-9_22)
- [224] HARTMAIER, A. ; GUMBSCH, P.: *The brittle-to-ductile transition and dislocation activity at crack tips*. In: *J. Comput.-Aided Mater. Des.* 6 (1999), 2/3, S. 145–155. <https://doi.org/10.1023/A:1008706022897>
- [225] HARTMAIER, A.: *Modeling of crack-tip plasticity in tungsten single crystals*. Stuttgart, DEU, Universität Stuttgart, Max-Planck-Institut für Metallforschung. Dissertation. 2000

## Quellenverzeichnis

- [226] RICE, J.R. ; THOMSON, R.: *Ductile versus brittle behaviour of crystals*. In: *Philos. Mag.* 29 (1974), Nr. 1, S. 73–97. <https://doi.org/10.1080/14786437408213555>
- [227] KHANTHA, M. ; POPE, D.P. ; VITEK, V.: *Dislocation screening and the brittle-to-ductile transition : A Kosterlitz-Thouless type instability*. In: *Phys. Rev. Lett.* 73 (1994), Nr. 5, S. 684–687. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.73.684>
- [228] MAGNUSSON, A.W. ; BALDWIN JR., W.M.: *Low temperature brittleness*. In: *J. Mech. Phys. Solids* 5 (1957), Nr. 3, S. 172–181. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(57\)90003-0](https://doi.org/10.1016/0022-5096(57)90003-0)
- [229] CHILTON, A.C. ; WRONSKI, A.S.: *The effects of strain rate and pressurization on the ductile-brittle transition temperature of polycrystalline sintered tungsten*. In: *J. Less Common Metals* 17 (1969), Nr. 4, S. 447–450. [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(69\)90071-X](https://doi.org/10.1016/0022-5088(69)90071-X)
- [230] NÉMETH, A.A.N. ; REISER, J. ; ARMSTRONG, D.E.J. ; RIETH, M.: *The nature of the brittle-to-ductile transition of ultra fine grained tungsten (W) foil*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 50 (2015), S. 9–15. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.11.005>
- [231] ABERNETHY, R.G. ; GIBSON, J.S.K.-L. ; GIANNATTASIO, A. ; MURPHY, J.D. ; WOUTERS, O. ; BRADNAM, S. ; PACKER, L.W. ; GILBERT, M.R. ; KLIMENKOV, M. ; RIETH, M., et al.: *Effects of neutron irradiation on the brittle to ductile transition in single crystal tungsten*. In: *J. Nucl. Mater.* 527 (2019), S. 151799. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151799>
- [232] AST, J. ; SCHWIEDRZIK, J.J. ; WEHRS, J. ; FREY, D. ; POLYAKOV, M.N. ; MICHLER, J. ; MAEDER, X.: *The brittle-ductile transition of tungsten single crystals at the micro-scale*. In: *Mater. Des.* 152 (2018), S. 168–180. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.04.009>
- [233] RUPP, D. ; WEYGAND, S.M.: *Loading rate dependence of the fracture toughness of polycrystalline tungsten*. In: *J. Nucl. Mater.* 417 (2011), 1-3, S. 477–480. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.12.118>
- [234] VALIEV, R.Z. ; ALEXANDROV, I.V.: *Nanostructures and Enhanced Properties in Tungsten and its Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing* (Technical Report ADA405186), U. S. Army. London, GBR, 2002
- [235] WEI, Q. ; JIAO, T. ; RAMESH, K. ; MA, E. ; KECSKES, L. ; MAGNESS, L. ; DOWDING, R. ; KAZYKHANOV, V. ; VALIEV, R.: *Mechanical behavior and dynamic failure of high-strength ultrafine grained tungsten under uniaxial compression*. In: *Acta Mater.* 54 (2006), S. 77–87. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.08.031>
- [236] REISER, J. ; HOFFMANN, J. ; JÄNTSCH, U. ; KLIMENKOV, M. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C. ; HOFFMANN, A. ; MROTZEK, T. ; RIETH, M.: *Ductilisation of tungsten (W) : On the increase of strength AND room-temperature tensile ductility through cold-rolling*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 64 (2017), S. 261–278. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.10.018>
- [237] LIED, P. ; BONNEKOH, C. ; PANTLEON, W. ; STRICKER, M. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *Comparison of K-doped and pure cold-rolled tungsten sheets: As-rolled condition and recrystallization behaviour after isochronal annealing at different temperatures*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 85 (2019), S. 105047. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.105047>
- [238] BONK, S. ; REISER, J. ; HOFFMANN, J. ; HOFFMANN, A.: *Cold rolled tungsten (W) plates and foils : Evolution of the microstructure*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 60 (2016), S. 92–98. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.06.020>
- [239] LIED, P. ; PANTLEON, W. ; BONNEKOH, C. ; BONK, S. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J. ; RIETH, M.: *Comparison of K-doped and pure cold-rolled tungsten sheets : Tensile properties and ductile-to-brittle-transition*. In: *J. Nucl. Mater.* 544 (2021), S. 152664. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152664>
- [240] NIKOLIĆ, V. ; WURSTER, S. ; FIRNEIS, D. ; PIPPAN, R.: *Fracture toughness evaluation of UFG tungsten foil*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 76 (2018), S. 214–225. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.06.008>
- [241] REISER, J. ; WURSTER, S. ; HOFFMANN, J. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C. ; KIENER, D. ; PIPPAN, R. ; HOFFMANN, A. ; RIETH, M.: *Ductilisation of tungsten (W) through cold-rolling: R-curve behaviour*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 58 (2016), S. 22–33. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.03.006>

- [242] PILLMEIER, S. ; ZAK, S. ; PIPPAN, R. ; HOHENWARTER, A.: *Influence of cold rolling on the fatigue crack growth behavior of tungsten*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 10 (2021), S. 140791.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140791>
- [243] REISER, J. ; RIETH, M. ; MÖSLANG, A. ; GREUNER, H. ; ARMSTRONG, DAVID E. J. ; DENK, T. ; GRÄNING, T. ; HERING, W. ; HOFFMANN, A. ; HOFFMANN, J., et al.: *Tungsten (W) Laminate Pipes for Innovative High Temperature Energy Conversion Systems*. In: *Adv. Eng. Mater.* 17 (2015), Nr. 4, S. 491–501.  
<https://doi.org/10.1002/adem.201400204>
- [244] KAPPACHER, J. ; RENK, O. ; KIENER, D. ; CLEMENS, H. ; MAIER-KIENER, V.: *Controlling the high temperature deformation behavior and thermal stability of ultra-fine-grained W by re alloying*. In: *J. Mater. Res.* 64 (2021), Nr. 9, S. 747. <https://doi.org/10.1557/s43578-020-00026-z>
- [245] WEI, Q. ; CHENG, S. ; RAMESH, K.T. ; MA, E.: *Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 381 (2004), 1-2, S. 71–79. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.03.064>
- [246] REN, C. ; FANG, Z.Z. ; KOOPMAN, M. ; BUTLER, B. ; PARAMORE, J. ; MIDDLEMAS, S.: *Methods for improving ductility of tungsten - A review*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 75 (2018), S. 170–183.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.04.012>
- [247] FRITZ, R. ; WIMLER, D. ; LEITNER, A. ; MAIER-KIENER, V. ; KIENER, D.: *Dominating deformation mechanisms in ultrafine-grained chromium across length scales and temperatures*. In: *Acta Mater.* 140 (2017), S. 176–187. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.08.043>
- [248] KAPPACHER, J. ; RENK, O. ; KIENER, D. ; CLEMENS, H. ; MAIER-KIENER, V.: *How grain boundary characteristics influence plasticity close to and above the critical temperature of ultra-fine grained bcc Ta2.5W*. In: *Acta Mater.* 216 (2021), S. 117110. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117110>
- [249] MAIER, V. ; HOHENWARTER, A. ; PIPPAN, R. ; KIENER, D.: *Thermally activated deformation processes in body-centered cubic Cr – How microstructure influences strain-rate sensitivity*. In: *Scr. Mat.* 106 (2015), S. 42–45. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.05.001>
- [250] AHMED, N. ; HARTMAIER, A.: *Mechanisms of grain boundary softening and strain-rate sensitivity in deformation of ultrafine-grained metals at high temperatures*. In: *Acta Mater.* 59 (2011), Nr. 11, S. 4323–4334. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.03.056>
- [251] BEAKE, B.D. ; HARRIS, A.J. ; MOGHAL, J. ; ARMSTRONG, D.E.J.: *Temperature dependence of strain rate sensitivity, indentation size effects and pile-up in polycrystalline tungsten from 25 to 950 °C*. In: *Mater. Des.* 156 (2018), S. 278–286. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.06.063>
- [252] ROBERTS, S.G. ; BOOTH, A.S. ; HIRSCH, P.B.: *Dislocation activity and brittle-ductile transitions in single crystals*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 176 (1994), 1-2, S. 91–98. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90962-8](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)90962-8)
- [253] DEVINCRE, B. ; ROBERTS, S.G.: *Three-dimensional simulation of dislocation-crack interactions in b.c.c. metals at the mesoscopic scale*. In: *Acta Mater.* 44 (1996), Nr. 7, S. 2891–2900.  
[https://doi.org/10.1016/1359-6454\(95\)00411-4](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00411-4)
- [254] TREFILOV, V.I. ; MILMAN, Y.V.: *Physical basis of thermomechanical treatment of refractory metals*. In: BILDSTEIN, H.; ORTNER, H.M. (Hrsg.): *12th International Plansee Seminar '89: Proceedings : High temperature and wear resistant materials in a world of changing technology*. Reutte, Tirol, Austria, May 8th to 12th, 1989. Reutte, AUT : Metallwerk Plansee GmbH, 1989, S. 107–131
- [255] ALFONSO, A. ; JUUL JENSEN, D. ; LUO, G.-N. ; PANTLEON, W.: *Recrystallization kinetics of warm-rolled tungsten in the temperature range 1150–1350°C*. In: *J. Nucl. Mater.* 455 (2014), 1-3, S. 591–594.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.08.037>
- [256] TSCHÄTSCH, H.: *Metal forming practise*. Berlin, DEU : Springer, 2006. <https://doi.org/10.1007/3-540-33217-0>
- [257] WIEGLEB, G.: *Gasesstechnik in Theorie und Praxis*. Wiesbaden, DEU : Springer Vieweg, 2016.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-658-10687-4>

## Quellenverzeichnis

- [258] HARRIS, D.C.: *Quantitative chemical analysis*. 9. Aufl. New York, NY, USA : W.H. Freeman and Company, 2015
- [259] ZAEFFERER, S. ; ELHAMI, N.-N.: *Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions*. In: *Acta Mater.* 75 (2014), S. 20–50. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.04.018>
- [260] PETZOW, G. ; CARLE, V.: *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*. 6. Aufl. Berlin, DEU : Borntraeger, 2006 (Materialkundlich-technische Reihe 1)
- [261] ASTM E1558. *Electrolytic polishing of metallographic specimens*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 2014
- [262] WRIGHT, S.I. ; ADAMS, B.L.: *Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns*. In: *Metall. Trans.* 23 (1992), Nr. 3, S. 759–767. <https://doi.org/10.1007/BF02675553>
- [263] KRIEGER LASSEN, N.C.: *Automated determination of crystal orientations from EBSPs*. Lyngby, DNK, Technical University of Denmark. Dissertation. 1994
- [264] KUNZE, K. ; WRIGHT, S.I. ; ADAMS, B.L. ; DINGLEY, D.J.: *Advances in Automatic EBSP Single Orientation Measurements*. In: *Textures and Microstructures* 20 (1993), 1-4, S. 41–54. <https://doi.org/10.1155/TSM.20.41>
- [265] FIELD, D.P.: *Recent advances in the application of orientation imaging*. In: *Ultramicroscopy* 67 (1997), 1-4, S. 1–9. [https://doi.org/10.1016/S0304-3991\(96\)00104-0](https://doi.org/10.1016/S0304-3991(96)00104-0)
- [266] ENGLER, O. ; RANDLE, V.: *Introduction to texture analysis : Macrotecture, microtexture, and orientation mapping*. 2. Aufl. Boca Raton, FL, USA : CRC Press, 2010. <https://doi.org/10.1201/9781420063660>
- [267] WRIGHT, S.I. ; NOWELL, M.M. ; BINGERT, J.F.: *A Comparison of Textures Measured Using X-Ray and Electron Backscatter Diffraction*. In: *Metall. Mater. Trans. A* 38 (2007), Nr. 8, S. 1845–1855. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9226-2>
- [268] RANDLE, V.: *Electron backscatter diffraction: Strategies for reliable data acquisition and processing*. In: *Mater. Charact.* 60 (2009), Nr. 9, S. 913–922. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2009.05.011>
- [269] DAVUT, K. ; ZAEFFERER, S.: Improving the reliability of EBSD-based texture analysis by a new large area mapping technique, 702-703. In: TEWARI, A. (Hrsg.): *Textures of materials - ICOTOM 16 : Proceedings of the 16th International Conference on Textures of Materials, Mumbai, India, 12-17 December, 2011*. Durnten-Zürich, CHE : Trans Tech Publications Ltd., 2012 (Materials Science Forum), S. 566–569. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.702-703.566>
- [270] JEPSON, P. ; BAILEY, R.: A new method for quantification of texture uniformity of plate. In: ROLLETT, A.D. (Hrsg.): *Applications of texture analysis : A collection of papers presented at the 15th International Conference on Textures of Materials, Pittsburgh, PA, June 1-6, 2008*. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons Inc., 2008 (Ceramic Transactions, 201), S. 135–145
- [271] HUMPHREYS, F.J.: *Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction*. In: *J. Mater. Sci.* 36 (2001), Nr. 16, S. 3833–3854. <https://doi.org/10.1023/A:1017973432592>
- [272] KOCKS, U.F.: Kinematics and kinetics of plasticity. In: KOCKS, U.F.; TOMÉ, C.N.; WENK, H.-R. (Hrsg.): *Texture and anisotropy : Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*. Cambridge, GBR : Cambridge University Press, 2000, S. 326–389
- [273] BUNGE, H.-J.: *Texture analysis in materials science : Mathematical methods*. Burlington, MA, USA : Butterworth & Co, 1982. <https://doi.org/10.1016/C2013-0-11769-2>
- [274] NIEZGODA, S.R.: Estimating crystallographic texture and orientation statistics. In: SIMMONS, J.P.; DRUMMY, L.F.; BOUMAN, C.A.; GRAEF, M. de (Hrsg.): *Statistical methods for materials science : The data science of microstructure characterization*. Boca Raton, FL, USA : CRC Press, 2019, S. 205–222
- [275] BOZZOLO, N. ; GERSPACH, F. ; SAWINA, G. ; WAGNER, F.: *Accuracy of orientation distribution function determination based on EBSD data-A case study of a recrystallized low alloyed Zr sheet*. In: *J. Microsc.* 227 (2007), Nr. 3, S. 275–283. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2007.01811.x>

- [276] SPIEB, L. ; TEICHERT, G. ; SCHWARZER, R. ; BEHNKEN, H. ; GENZEL, C.: *Moderne Röntgenbeugung*. Wiesbaden, DEU : Springer Spektrum, 2019. <https://doi.org/10.1007/978-3-8348-8232-5>
- [277] MATTHIES, S. ; WAGNER, F.: *On a  $1/n$  law in texture related single orientation analysis*. In: *Phys. Status Solidi B* 196 (1996), Nr. 2, K11-K15. <https://doi.org/10.1002/pssb.2221960225>
- [278] HANSEN, N. ; BARLOW, C.Y.: Plastic deformation of metals and alloys, Bd. 2. In: LAUGHLIN, D.E.; HÖNO, K. (Hrsg.): *Physical metallurgy*. 5. Aufl. Amsterdam, NLD : Elsevier, 2014, S. 1681–1764. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53770-6.00017-4>
- [279] DIN EN ISO 643. *Stahl - Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße*. Berlin, DEU : Beuth Verlag GmbH, 2020
- [280] CHEN, D. ; KUO, J.-C. ; WU, W.-T.: *Effect of microscopic parameters on EBSD spatial resolution*. In: *Ultramicroscopy* 111 (2011), 9-10, S. 1488–1494. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.06.007>
- [281] ISABELL, T.C. ; DRAVID, V.P.: *Resolution and sensitivity of electron backscattered diffraction in a cold field emission gun SEM*. In: *Ultramicroscopy* 67 (1997), 1-4, S. 59–68. [https://doi.org/10.1016/S0304-3991\(97\)00003-X](https://doi.org/10.1016/S0304-3991(97)00003-X)
- [282] TRIPATHI, A. ; ZAEFFERER, S.: *On the resolution of EBSD across atomic density and accelerating voltage with a particular focus on the light metal magnesium*. In: *Ultramicroscopy* 207 (2019), S. 112828. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.112828>
- [283] SCHEU, C. ; KAPLAN, W.D.: Introduction to scanning electron microscopy. In: DEHM, G.; HOWE, J.M.; ZWECK, J. (Hrsg.): *In-situ electron microscopy : Applications in physics, chemistry and materials science*. Weinheim, DEU : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2012, S. 3–37. <https://doi.org/10.1002/9783527652167.ch1>
- [284] HUMPHREYS ; HUANG ; BROUGH ; HARRIS: *Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures - resolution considerations*. In: *J. Microsc.* 195 (1999), Nr. 3, S. 212–216. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.1999.00579.x>
- [285] DIN ISO 13067. *Mikrobereichsanalyse – Elektronenrückstreubeugung*. Berlin, DEU : Beuth Verlag GmbH, 2015
- [286] MACHERAUCH, E.: Residual stresses, Bd. 49. In: SIH, G.C.; SOMMER, E.; DAHL, W. (Hrsg.): *Application of fracture mechanics to materials and structures : Proceedings of the International Conference on Application of Fracture Mechanics to Materials and Structures, Freiburg, Germany, June 20–24, 1983*. 1. Aufl. Dordrecht, NLD : Kluwer Academic Publishers Group, 1984, S. 157–192. [https://doi.org/10.1007/978-94-009-6146-3\\_7](https://doi.org/10.1007/978-94-009-6146-3_7)
- [287] UNGÁR, T. ; BORBÉLY, A.: *The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis*. In: *Appl. Phys. Lett.* 69 (1996), Nr. 21, S. 3173–3175. <https://doi.org/10.1063/1.117951>
- [288] HALL, W.H.: *X-ray line broadening in metals*. In: *Proc. Phys. Soc.* 62 (1949), Nr. 11, S. 741–743. <https://doi.org/10.1088/0370-1298/62/11/110>
- [289] WILLIAMSON, G.K. ; HALL, W.H.: *X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram*. In: *Acta Metall.* 1 (1953), Nr. 1, S. 22–31. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(53\)90006-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(53)90006-6)
- [290] MITTEMEIJER, E.J. ; WELZEL, U.: *The “state of the art” of the diffraction analysis of crystallite size and lattice strain*. In: *Z. Kristallogr.* 223 (2008), Nr. 9, S. 134. <https://doi.org/10.1524/zkri.2008.1213>
- [291] KRIVOGLAZ, M.A.: *Theory of x-ray and thermal-neutron scattering by real crystals*. 1. Aufl. New York, NY, USA : Plenum, 1969
- [292] KRIVOGLAZ, M.A. ; BARYAKHTAR, V.G. ; IVANOV, M.A. ; MOSS, S.C. ; PEISL, J.: *X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals*. Berlin, DEU : Springer-Verlag, 1996. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-74291-0>
- [293] WILKENS, M.: *The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-ray diffraction profiles*. In: *Phys. Status Solidi A* 2 (1970), Nr. 2, S. 359–370. <https://doi.org/10.1002/pssa.19700020224>

## Quellenverzeichnis

- [294] WILKENS, M.: Theoretical aspects of kinematical x-ray diffraction profiles from crystals containing dislocation distributions, Bd. 2. In: SIMMONS, J.A.; DE WIT, R.; BULLOUGH, R. (Hrsg.): *Fundamental aspects of dislocation theory : Conference proceedings, Gaithersburg Laboratories of the National Bureau of Standards, April 21–25, 1969*. Gaithersburg, MD, USA : National Bureau of Standards, 1970 (National Bureau of Standards Special Publication, 317), S. 1195–1221
- [295] RIBÁRIK, G.: *Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties*. Budapest, HUN, Eötvös Loránd University. Dissertation. 2008
- [296] FULTZ, B. ; HOWE, J.M.: *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*. 3. Aufl. Berlin, DEU : Springer-Verlag, 2008. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-73886-2>
- [297] UNGÁR, T. ; DRAGOMIR, I. ; RÉVÉSZ, Á. ; BORBÉLY, A.: *The contrast factors of dislocations in cubic crystals : The dislocation model of strain anisotropy in practice*. In: *J. Appl. Crystallogr.* 32 (1999), Nr. 5, S. 992–1002. <https://doi.org/10.1107/S0021889899009334>
- [298] UNGÁR, T. ; TICHY, G.: *The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals*. In: *Phys. Status Solidi A* 171 (1999), Nr. 2, S. 425–434. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1521-396X\(199902\)171:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-396X(199902)171:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-W)
- [299] CULLITY, B.D. ; STOCK, S.R.: *Elements of x-ray diffraction*. 3. Aufl. Harlow, GBR : Pearson Education Ltd., 2014
- [300] BORBÉLY, A. ; DRAGOMIR-CERNATESCU, J. ; RIBÁRIK, G. ; UNGÁR, T.: *Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals*. In: *J. Appl. Crystallogr.* 36 (2003), Nr. 1, S. 160–162. <https://doi.org/10.1107/S0021889802021581>
- [301] FEATHERSTON, F.H. ; NEIGHBOURS, J.R.: *Elastic constants of tantalum, tungsten, and molybdenum*. In: *Phys. Rev.* 130 (1963), Nr. 4, S. 1324–1333. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.130.1324>
- [302] SIMM, T.: *Peak broadening anisotropy and the contrast factor in metal alloys*. In: *Crystals* 8 (2018), Nr. 5, S. 212. <https://doi.org/10.3390/cryst8050212>
- [303] SIMM, T.: *The use of diffraction peak profile analysis in studying the plastic deformation of metals*. Manchester, GBR, University of Manchester. Dissertation. 2013
- [304] UNGÁR, T. ; GUBICZA, J. ; HANÁK, P. ; ALEXANDROV, I.: *Densities and character of dislocations and size-distribution of subgrains in deformed metals by X-ray diffraction profile analysis*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 319–321 (2001), S. 274–278. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01025-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01025-5)
- [305] UNGÁR, T. ; GUBICZA, J. ; RIBÁRIK, G. ; BORBÉLY, A.: *Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals*. In: *J. Appl. Crystallogr.* 34 (2001), Nr. 3, S. 298–310. <https://doi.org/10.1107/S0021889801003715>
- [306] ZENER, C.: *Contributions to the Theory of Beta-Phase Alloys*. In: *Phys. Rev.* 71 (1947), Nr. 12, S. 846–851. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.71.846>
- [307] PRINCE, E. (Hrsg.); FUOSS, H. (Hrsg.); HAHN, T., et al. (Hrsg.): *International tables for crystallography*. 3. Aufl. Dordrecht, NLD : Kluwer Academic, 2004 (International Tables for Crystallography C). <https://doi.org/10.1107/97809553602060000103>
- [308] LANGFORD, J.I.: Line profiles and sample microstructure. In: CHUNG, F.H.; SMITH, D.K. (Hrsg.): *Industrial applications of x-ray diffraction*. New York, NY, USA : Marcel Dekker Inc., 2014, 751–775
- [309] RIBÁRIK, G. ; UNGÁR, T.: *Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 528 (2010), Nr. 1, S. 112–121. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.08.059>
- [310] HORVÁTH, B. ; SCHÄUBLIN, R. ; DAI, Y.: *Flash electropolishing of TEM lamellas of irradiated tungsten*. In: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 449 (2019), S. 29–34. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2019.04.047>

- [311] PICARD, Y.N. ; LIU, M. ; LAMMATAO, J. ; KAMALADASA, R. ; GRAEF, M. de: *Theory of dynamical electron channeling contrast images of near-surface crystal defects*. In: *Ultramicroscopy* 146 (2014), S. 71–78. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2014.07.006>
- [312] KAMALADASA, R.J. ; PICARD, Y.N.: Basic principles and application of electron channeling in a scanning electron microscope for dislocation analysis. In: MÉNDEZ-VILAS, A.; DÍAZ, J. (Hrsg.): *Microscopy : Science, technology, applications and education*. Badajoz : Formatex Research Center, 2010 (Microscopy Book Series, 3), S. 1583–1590
- [313] ZAEFFERER, S.: *New developments of computer-aided crystallographic analysis in transmission electron microscopy*. In: *J. Appl. Crystallogr.* 33 (2000), Nr. 1, S. 10–25. <https://doi.org/10.1107/S0021889899010894>
- [314] MAYER, J. ; GIANNUZZI, L.A. ; KAMINO, T. ; MICHAEL, J.: *TEM sample preparation and FIB-induced damage*. In: *MRS Bull.* 32 (2007), Nr. 5, S. 400–407. <https://doi.org/10.1557/mrs2007.63>
- [315] WILKINSON, A.J. ; ANSTIS, G.R. ; CZERNUSZKA, J.T. ; LONG, N.J. ; HIRSCH, P.B.: *Electron channelling contrast imaging of interfacial defects in strained silicon-germanium layers on silicon*. In: *Philos. Mag. A* 68 (1993), Nr. 1, S. 59–80. <https://doi.org/10.1080/01418619308219357>
- [316] CZERNUSZKA, J.T. ; LONG, N.J. ; BOYES, E.D. ; HIRSCH, P.B.: *Imaging of dislocations using backscattered electrons in a scanning electron microscope*. In: *Philos. Mag. Lett.* 62 (1990), Nr. 4, S. 227–232. <https://doi.org/10.1080/09500839008215127>
- [317] CRIMP, M.A. ; SIMKIN, B.A. ; NG, B.C.: *Demonstration of the  $g \cdot b \times u = 0$  edge dislocation invisibility criterion for electron channelling contrast imaging*. In: *Philos. Mag. Lett.* 81 (2001), Nr. 12, S. 833–837. <https://doi.org/10.1080/09500830110088755>
- [318] GUTIERREZ-URRUTIA, I. ; ZAEFFERER, S. ; RAABE, D.: *Coupling of electron channeling with EBSD: toward the quantitative characterization of deformation structures in the SEM*. In: *JOM* 65 (2013), Nr. 9, S. 1229–1236. <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0678-0>
- [319] WILLIAMS, D.B. ; CARTER, C.B.: *Transmission electron microscopy : A textbook for materials science*. 2. Aufl. New York : Springer, 2008
- [320] REIMER, L. ; KOHL, H.: *Transmission electron microscopy : Physics of image formation*. 5. Aufl. New York, NY : Springer Science+Business Media LCC, 2008 (Springer Series in Optical Sciences 36). <https://doi.org/10.1007/978-0-387-40093-8>
- [321] WRIGHT, S.I. ; NOWELL, M.M. ; FIELD, D.P.: *A review of strain analysis using electron backscatter diffraction*. In: *Microsc. Microanal.* 17 (2011), Nr. 3, S. 316–329. <https://doi.org/10.1017/S1431927611000055>
- [322] GLUDOVATZ, B. ; WURSTER, S. ; HOFFMANN, A. ; PIPPAN, R.: *A study into the crack propagation resistance of pure tungsten*. In: *Eng. Fract. Mech.* 100 (2013), S. 76–85. <https://doi.org/10.1016/j.engfrac-mech.2012.07.021>
- [323] RICE, J.R.: *A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks*. In: *J. Appl. Mech.* 35 (1968), Nr. 2, S. 379–386. <https://doi.org/10.1115/1.3601206>
- [324] RICE, J.R. ; PARIS, P.C. ; MERKLE, J.G.: Some further results of J-integral analysis and estimates. In: KAUFMAN, J.G.; SWEDLOW, J.L.; CORTEN, H.T.; SRAWLEY, J.E.; HEYER, R.H.; WESSEL, E.T.; IRWIN, G.R. (Hrsg.): *Progress in flaw growth and fracture toughness testing*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 1973 (ASTM Special Technical Publication, 536), S. 231–245
- [325] KRÜGER, L.: *Bruchmechanische Beanspruchungsparameter (J-Integral und CTOD-Konzept)* (DGM-Fortbildungsseminar Bruchmechanik). Freiberg, DEU, 30.09.2015
- [326] ASTM E1820. *Test method for measurement of fracture toughness*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 2020
- [327] SCHWALBE, K.-H. ; NEALE, B.: *A procedure for determining the fracture behaviour of materials : The unified fracture mechanics test method EFAM GTP 94*. In: *Fat. Frac. Eng. Mat. Struct.* 18 (1995), Nr. 4, S. 413–424. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.1995.tb01185.x>

## Quellenverzeichnis

- [328] ERICKSONKIRK, M.A. ; ERICKSONKIRK, M.T. ; ROSINSKI, S. ; SPANNER, J.: *A Comparison of the tanh and Exponential Fitting Methods for Charpy V-Notch Energy Data*. In: *Int. J. Press. Vessels Pip.* 131 (2009), Nr. 3, S. 65. <https://doi.org/10.1115/1.3109987>
- [329] CAO, L.W. ; WU, S.J. ; FLEWITT, P.E.J.: *Comparison of ductile-to-brittle transition curve fitting approaches*. In: *Int. J. Press. Vessels Pip.* 93-94 (2012), S. 12–16. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2012.02.001>
- [330] YAN, X.: *Rectangular tensile sheet with single edge crack or edge half-circular-hole crack*. In: *Eng. Fail. Anal.* 14 (2007), Nr. 7, S. 1406–1410. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2006.11.011>
- [331] BLATT, D. ; JOHN, R. ; COKER, D.: *Stress intensity factor and compliance solutions for a single edge notched specimen with clamped ends*. In: *Eng. Fract. Mech.* 47 (1994), Nr. 4, S. 521–532. [https://doi.org/10.1016/0013-7944\(94\)90252-6](https://doi.org/10.1016/0013-7944(94)90252-6)
- [332] PALACIOS, T. ; PASTOR, J.Y.: *Influence of the notch root radius on the fracture toughness of brittle metals : Nanostructure tungsten alloy, a case study*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 52 (2015), S. 44–49. <https://doi.org/10.1016/j.jirmhm.2015.05.012>
- [333] NIKOLIĆ, V. ; RIESCH, J. ; PFEIFENBERGER, M.J. ; PIPPAN, R.: *The effect of heat treatments on pure and potassium doped drawn tungsten wires: Part II – Fracture properties*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 737 (2018), S. 434–447. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.029>
- [334] SEEGER, A.: *The temperature and strain rate dependence of the flow stress of body-centred cubic metals : A theory based on kink-kink interactions*. In: *Z. Metallkde.* 72 (1981), Nr. 6, S. 369–380. <https://doi.org/10.1515/ijmr-1981-720601>
- [335] ESHELBY, J.D.: *The interaction of kinks and elastic waves*. In: *Proc. R. Soc. A* 266 (1962), Nr. 1325, S. 222–246. <https://doi.org/10.1098/rspa.1962.0058>
- [336] DEZERARD, L. ; PROVILLE, L. ; VENTELON, L. ; WILLAIME, F. ; RODNEY, D.: *First-principles prediction of kink-pair activation enthalpy on screw dislocations in bcc transition metals: V, Nb, Ta, Mo, W, and Fe*. In: *Phys. Rev. B* 91 (2015), Nr. 9, S. 244. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.91.094105>
- [337] CERECEDA, D. ; STUKOWSKI, A. ; GILBERT, M.R. ; QUEYREAU, S. ; VENTELON, L. ; MARINICA, M.-C. ; PERLADO, J.M. ; MARIAN, J.: *Assessment of interatomic potentials for atomistic analysis of static and dynamic properties of screw dislocations in W*. In: *J. Phys.: Condens. Matter* 25 (2013), Nr. 8, S. 85702. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/25/8/085702>
- [338] DORN, J.E. ; RAJNAK, S.: *Nucleation of kink pairs and the Peierls mechanism of plastic deformation*. In: *Trans. Metall. Soc. AIME* 230 (1964), S. 1052–1064
- [339] GRÖGER, R. ; VITEK, V.: *Explanation of the discrepancy between the measured and atomistically calculated yield stresses in body-centred cubic metals*. In: *Philos. Mag. Lett.* 87 (2007), Nr. 2, S. 113–120. <https://doi.org/10.1080/09500830601158781>
- [340] ANDRESEN, P.L.: *Understanding and predicting stress corrosion cracking (SCC) in hot water*. In: FÉRON, D.; STAEHLE, R.W. (Hrsg.): *Stress Corrosion Cracking of Nickel-based Alloys in Water-cooled Nuclear Reactors : The Coriou Effect*. Duxford, GBR : Woodhead Publishing, 2016 (Woodhead Publishing series in EFC, 67), S. 169–238. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100049-6.00005-7>
- [341] HAHN, G.T. ; HOAGLAND, R.G. ; ROSENFELD, A.R.: *The variation of KIC with temperature and loading rate*. In: *Metall. Trans. A* 2 (1971), Nr. 2, S. 537–541. <https://doi.org/10.1007/BF02663346>
- [342] RAABE, D.: *Texturen kubisch-raumzentrierter Übergangsmetalle*. Aachen, DEU, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Geowissenschaften. Dissertation. 1992
- [343] PAAKKARI, T. ; SUORTTI, P.: *Absolute atomic scattering factors of tungsten*. In: *Phys. Status Solidi B* 28 (1968), Nr. 2, S. 539–545. <https://doi.org/10.1002/pssb.19680280210>
- [344] DUERRSCHNABEL, M. ; ANTUSCH, S. ; HOLTERMANN, B. ; JAENTSCH, U. ; BAUMGAERTNER, S. ; BONNEKOH, C. ; HOFFMANN, M. ; HOFFMANN, J. ; RIETH, M.: *Elucidating the microstructure of tungsten composite materials produced by powder injection molding*. In: *Nucl. Mater. Energy* 24 (2020), S. 100766. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2020.100766>

- [345] RAABE, D. ; LÜCKE, K.: *Annealing textures of bcc metals*. In: *Scr. Metall. Mater.* 27 (1992), Nr. 11, S. 1533–1538. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(92\)90140-A](https://doi.org/10.1016/0956-716X(92)90140-A)
- [346] RAABE, D. ; LÜCKE, K.: Rolling and annealing textures of BCC metals. In: BUNGE, H.-J. (Hrsg.): *Textures of Materials - ICOTOM-10 : Clausthal, Germany, 20-24 September, 1993*. Uetikon-Zürich, CHE : Trans Tech Publications Ltd., 1994 (Materials Science Forum, 157-162), S. 597–610. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.597>
- [347] HÖLSCHER, M. ; RAABE, D. ; LÜCKE, K.: *Rolling and recrystallization textures of bcc steels*. In: *Steel Res. Int* 62 (1991), Nr. 12, S. 567–575. <https://doi.org/10.1002/srin.199100451>
- [348] HÖLSCHER, M. ; RAABE, D. ; LÜCKE, K.: *Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals*. In: *Acta Metall. Mater.* 42 (1994), Nr. 3, S. 879–886. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90283-6](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90283-6)
- [349] ZHU, Y.T. (Hrsg.); LANGDON, T.G. (Hrsg.); MISHRA, R.S., et al. (Hrsg.): *Ultrafine Grained Materials II : Proceedings of TMS Annual Meeting, Seattle, WA, February 17-21, 2002*. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, 2002. <https://doi.org/10.1002/9781118804537>
- [350] HUGHES, D.A. ; HANSEN, N.: *High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms*. In: *Acta Mater.* 45 (1997), Nr. 9, S. 3871–3886. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00027-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00027-X)
- [351] HIELSCHER, R. ; SILBERMANN, C.B. ; SCHMIDL, E. ; IHLEMANN, J.: *Denoising of crystal orientation maps*. In: *J. Appl. Crystallogr.* 52 (2019), Nr. 5, S. 984–996. <https://doi.org/10.1107/S1600576719009075>
- [352] BROUGH, I. ; BATE, P.S. ; HUMPHREYS, F.J.: *Optimising the angular resolution of EBSD*. In: *Mater. Sci. Technol.* 22 (2006), Nr. 11, S. 1279–1286. <https://doi.org/10.1179/174328406X130902>
- [353] BRANDON, D.G.: *The structure of high-angle grain boundaries*. In: *Acta Metall.* 14 (1966), Nr. 11, S. 1479–1484. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(66\)90168-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(66)90168-4)
- [354] NES, E.: *Modelling of work hardening and stress saturation in fcc metals*. In: *Prog. Mater Sci.* 41 (1997), Nr. 3, S. 129–193. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(97\)00032-7](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(97)00032-7)
- [355] GIL SEVILLANO, J. ; VAN HOUTTE, P. ; AERNOUDET, E.: *Large strain work hardening and textures*. In: *Prog. Mater Sci.* 25 (1980), 2-4, S. 69–134. [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(80\)90001-8](https://doi.org/10.1016/0079-6425(80)90001-8)
- [356] HUGHES, D.A. ; HANSEN, N.: *Microstructure and strength of nickel at large strains*. In: *Acta Mater.* 48 (2000), Nr. 11, S. 2985–3004. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00082-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00082-3)
- [357] HUMPHREYS, J. ; ROHRER, G.S. ; ROLLETT, A.D.: *Recrystallization and related annealing phenomena*. 3. Aufl. Amsterdam, NLD : Elsevier, 2017. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044164-1.X5000-2>
- [358] MACKENZIE, J.K.: *Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes*. In: *Biometrika* 45 (1958), 1/2, S. 229. <https://doi.org/10.2307/2333059>
- [359] HANSEN, N. ; HUANG, X. ; HUGHES, D.A.: *Microstructural evolution and hardening parameters*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 317 (2001), 1-2, S. 3–11. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01191-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01191-1)
- [360] ALEXANDROV, I.V. ; RAAB, G.I. ; KAZYHANOV, V.U. ; SHESTAKOVA, L.O. ; VALIEV, R.Z. ; DOWDING, R.J.: *Ultrafine-grained tungsten produced by SPD techniques*. In: ZHU, Y.T.; LANGDON, T.G.; MISHRA, R.S.; SETNIATIN, S.L.; SARAN, M.J.; LOWE, T.C. (Hrsg.): *Ultrafine Grained Materials II : Proceedings of TMS Annual Meeting, Seattle, WA, February 17-21, 2002*. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, 2002, S. 199–208. <https://doi.org/10.1002/9781118804537.ch23>
- [361] BONNEKOH, C. ; JÄNTSCH, U. ; HOFFMANN, J. ; LEISTE, H. ; HARTMAIER, A. ; WEYGAND, D. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *The brittle-to-ductile transition in cold rolled tungsten plates : Impact of crystallographic texture, grain size and dislocation density on the transition temperature*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 78 (2019), S. 146–163. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.09.010>
- [362] RANDLE, V.: *Role of the coincidence site lattice in grain boundary engineering*. London, GBR : Institute of Materials, 1996. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00612-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00612-7)
- [363] SHARMA, N.K. ; SHEKHAR, S.: *Cut-off deviation for CSL boundaries in recrystallized face-centered cubic materials*. In: *Philos. Mag.* 97 (2017), Nr. 23, S. 2004–2017. <https://doi.org/10.1080/14786435.2017.1322730>

## Quellenverzeichnis

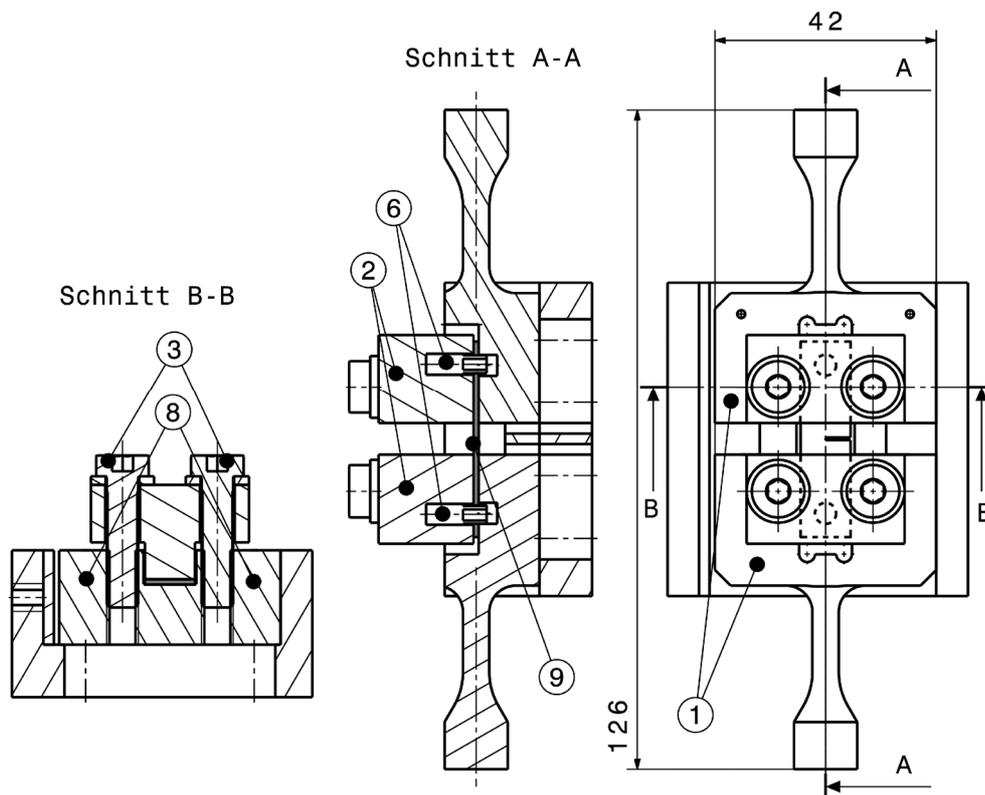
- [364] PRIESTER, L.: *Grain boundaries : From theory to engineering*. Dordrecht, NLD : Springer, 2013 (Springer Series in Materials Science 172). <https://doi.org/10.1007/978-94-007-4969-6>
- [365] RYDE, L.: *Application of EBSD to analysis of microstructures in commercial steels*. In: *Mater. Sci. Technol.* 22 (2013), Nr. 11, S. 1297–1306. <https://doi.org/10.1179/174328406X130948>
- [366] KARTHIKEYAN, T. ; DASH, M. ; SAROJA, S. ; VIJAYALAKSHMI, M.: *Evaluation of misindexing of EBSD patterns in a ferritic steel*. In: *J. Microsc.* 249 (2013), Nr. 1, S. 26–35. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2012.03676.x>
- [367] OH, Y. ; KWAK, N. ; LEE, K. ; KO, W.-S. ; HAN, H.N.: *Ductility enhancement of tungsten after plastic deformation*. In: *J. Alloys Compd.* 787 (2019), S. 801–814. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.02.097>
- [368] ALFONSO, A. ; JUUL JENSEN, D. ; LUO, G.-N. ; PANTLEON, W.: *Thermal stability of a highly-deformed warm-rolled tungsten plate in the temperature range 1100–1250°C*. In: *Fusion Eng. Des.* 98-99 (2015), S. 1924–1928. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2015.05.043>
- [369] HEPP, F.: *Eigenspannungsauf und -abbau beim Ziehen von Wolframdrähten*. Freiberg, DEU, Technische Universität Bergakademie Freiberg, Fakultät für Geowissenschaften, Geotechnik und Bergbau. Dissertation. 1996
- [370] BONNEKOH, C. ; LIED, P. ; ZAEFFERER, S. ; JÄNTSCH, U. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J. ; RIETH, M.: *The brittle-to-ductile transition in cold-rolled tungsten sheets : Contributions of grain and subgrain boundaries to the enhanced ductility after pre-deformation*. In: *Nucl. Mater. Energy* 25 (2020), S. 100769. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2020.100769>
- [371] TABATA, T. ; MORI, H. ; FUJITA, H. ; ISHIKAWA, I.: *In-Situ Deformation of Tungsten Single Crystals with [100] Tensile Axis in an Ultra-High Voltage Electron Microscope*. In: *J. Phys. Soc. Jpn.* 40 (1976), Nr. 4, S. 1103–1111. <https://doi.org/10.1143/JPSJ.40.1103>
- [372] CAILLARD, D.: *TEM in situ straining experiments in Fe at low temperature*. In: *Philos. Mag. Lett.* 89 (2009), Nr. 8, S. 517–526. <https://doi.org/10.1080/09500830903127518>
- [373] URABE, N. ; WEERTMAN, J.: *Dislocation mobility in potassium and iron single crystals*. In: *Mater. Sci. Eng.* 18 (1975), Nr. 1, S. 41–49. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(75\)90071-3](https://doi.org/10.1016/0025-5416(75)90071-3)
- [374] RUPP, D.: *Bruch und Spröd-duktil-Übergang in polykristallinem Wolfram : Einfluss von Mikrostruktur und Lastrate*. Karlsruhe, DEU, Karlsruher Institute für Technologie. Dissertation. 2010
- [375] PIPPAN, R. ; SCHERIAU, S. ; TAYLOR, A. ; HAFOK, M. ; HOHENWARTER, A. ; BACHMAIER, A.: *Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation*. In: *Annu. Rev. Mater. Res.* 40 (2010), Nr. 1, S. 319–343. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104445>
- [376] CORDWELL, J.E. ; HULL, D.: *Effect of specimen thickness on the fracture surface energy of (100) axis tungsten single crystals*. In: *Philos. Mag.* 27 (1973), Nr. 5, S. 1183–1192. <https://doi.org/10.1080/14786437308225826>
- [377] HEERENS, J. ; HELLMANN, D.: *Development of the euro fracture toughness dataset*. In: *Eng. Fract. Mech.* 69 (2002), Nr. 4, S. 421–449. [https://doi.org/10.1016/S0013-7944\(01\)00067-4](https://doi.org/10.1016/S0013-7944(01)00067-4)
- [378] KOCKS, U.F. ; ARGON, A.S. ; ASHBY, M.F.: *Thermodynamics and kinetics of slip*. In: *Prog. Mater Sci.* 19 (1975), S. 1–291
- [379] OUDE VRIELINK, M.A. ; VAN DOMMELEN, J.A.W. ; GEERS, M.G.D.: *Numerical investigation of the brittle-to-ductile transition temperature of rolled high-purity tungsten*. In: *Mech. Mater.* 145 (2020), 4b, S. 103394. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103394>
- [380] KALÁČSKA, S. ; AST, J. ; ISPÁNOVITY, P.D. ; MICHLER, J. ; MAEDER, X.: *3D HR-EBSD Characterization of the plastic zone around crack tips in tungsten single crystals at the micron scale*. In: *Acta Mater.* 200 (2020), Nr. 5, S. 211–222. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.09.009>
- [381] WEBB, J. ; GOLLAPUDI, S. ; CHARIT, I.: *An overview of creep in tungsten and its alloys*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 82 (2019), S. 69–80. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.03.022>
- [382] SEEGER, A.: *Peierls barriers, kinks, and flow stress : Recent progress*. In: *Z. Metallkde.* 93 (2002), Nr. 8, S. 760–777. <https://doi.org/10.3139/146.020760>

- [383] SEEGER, A.: *The Flow Stress of High-Purity Refractory Body-Centred Cubic Metals and its Modification by Atomic Defects*. In: *J. Phys. IV France* 05 (1995), C7, C7-45-C7-65. <https://doi.org/10.1051/jp4:1995704>
- [384] ŠESTÁK, B. ; SEEGER, A.: *Gleitung und Verfestigung in kubisch-raumzentrierten Metallen und Legierungen (II)*. In: *Z. Metallkde.* 69 (1978), Nr. 6, S. 355–363. <https://doi.org/10.1515/ijmr-1978-690601>
- [385] PO, G. ; CUI, Y. ; RIVERA, D. ; CERECEDA, D. ; SWINBURNE, T.D. ; MARIAN, J. ; GHONIEM, N.: *A phenomenological dislocation mobility law for bcc metals*. In: *Acta Mater.* 119 (2016), S. 123–135. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.016>
- [386] FROST, H.J. ; ASHBY, M.F.: *Deformation-mechanism maps : The plasticity and creep of metals and ceramics*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 1982
- [387] HARTMAIER, A. ; GUMBSCH, P.: *Thermal activation of crack-tip plasticity : The brittle or ductile response of a stationary crack loaded to failure*. In: *Phys. Rev. B* 71 (2005), Nr. 2. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.71.024108>
- [388] DUESBERY, M.S. ; XU, W.: *The motion of edge dislocations in body-centered cubic metals*. In: *Scr. Mat.* 39 (1998), Nr. 3, S. 283–287. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(98\)00162-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00162-6)
- [389] TAHMOUSH, F.G. ; ABRAHAMSON, E.P. ; GRANT, N.J.: *The effect of grain size on the brittle-ductile transition temperature of pure iron and some dilute iron-tungsten alloys*. In: *Trans. Metall. Soc. AIME* 227 (1963), Nr. 2, S. 505–509
- [390] BONNEKOH, C. ; LIED, P. ; PANTLEON, W. ; KARCHER, T. ; LEISTE, H. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J. ; RIETH, M.: *The brittle-to-ductile transition in cold-rolled tungsten sheets : On the loss of room-temperature ductility after annealing and the phenomenon of 45° embrittlement*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 93 (2020), S. 105347. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105347>
- [391] ZHAO, P. ; RIESCH, J. ; HÖSCHEN, T. ; ALMANSTÖTTER, J. ; BALDEN, M. ; COENEN, J.W. ; HIMML, R. ; PANTLEON, W. ; TOUSSAINT, U. von ; NEU, R.: *Microstructure, mechanical behaviour and fracture of pure tungsten wire after different heat treatments*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 68 (2017), S. 29–40. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.06.001>
- [392] YIN, C. ; TERYTYEV, D. ; ZHANG, T. ; NOGAMI, S. ; ANTUSCH, S. ; CHANG, C.-C. ; PETROV, R.H. ; PARDOEN, T.: *Ductile to brittle transition temperature of advanced tungsten alloys for nuclear fusion applications deduced by miniaturized three-point bending tests*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 95 (2021), Nr. 5, S. 105464. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105464>
- [393] MORRIS, J.W.: *The influence of grain size on the mechanical properties of steel*. In: TAKAKI, S.; MAKI, T. (Hrsg.): *International Symposium on Ultrafine Grained Steels : Uminonakamichi, Fukuoka, Japan, September 20 - 22, 2001*. Tokyo, JPN : The Iron and Steel Institute of Japan, 2001, S. 34–41
- [394] PETCH, N.J.: *The cleavage strength of polycrystals*. In: *J. Iron Steel Inst. JISI* 174 (1953), S. 25–28
- [395] HALL, E.O.: *Variation of hardness of metals with grain size*. In: *Nature* 173 (1954), Nr. 4411, S. 948–949. <https://doi.org/10.1038/173948b0>
- [396] NIKOLIĆ, V. ; RIESCH, J. ; PIPPAN, R.: *The effect of heat treatments on pure and potassium doped drawn tungsten wires: Part I : Microstructural characterization*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 737 (2018), S. 422–433. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.027>
- [397] SAUVAGE, X. ; WILDE, G. ; DIVINSKI, S.V. ; HORITA, Z. ; VALIEV, R.Z.: *Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 540 (2012), S. 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.080>
- [398] WILDE, G.: *Physical Metallurgy of Nanocrystalline Metals*, Bd. 3. In: LAUGHLIN, D.E.; HŌNO, K. (Hrsg.): *Physical metallurgy*. 5. Aufl. Amsterdam, NLD : Elsevier, 2014, S. 2707–2805. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53770-6.00026-5>
- [399] ZHANG, M. ; YANG, S. ; WAN, F.: *Competition mechanism of brittle–ductile transition of metals under tensile condition*. In: *Mech. Mater.* 137 (2019), S. 103138. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2019.103138>

## Quellenverzeichnis

- [400] HANSEN, N.: *Hall–Petch relation and boundary strengthening*. In: *Scr. Mat.* 51 (2004), Nr. 8, S. 801–806. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.06.002>
- [401] KAMIKAWA, N. ; HUANG, X. ; TSUJI, N. ; HANSEN, N.: *Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed*. In: *Acta Mater.* 57 (2009), Nr. 14, S. 4198–4208. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.05.017>
- [402] HANSEN, N.: *Boundary strengthening in undeformed and deformed polycrystals*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 409 (2005), 1-2, S. 39–45. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.04.061>
- [403] VORHAUER, A. ; KNABL, W. ; PIPPAN, R.: *Microstructure and thermal stability of tungsten based materials after severe plastic deformation*. In: ZEHETBAUER, M.; VALIEV, R.Z. (Hrsg.): *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation : Proceedings of the Conference Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Vienna, Austria, December 9-13, 2002*. Weinheim, FRG : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004, S. 648–653. <https://doi.org/10.1002/3527602461.ch11h>
- [404] KECSKES, L.J. ; CHO, K.C. ; DOWDING, R.J. ; SCHUSTER, B.E. ; VALIEV, R.Z. ; WEI, Q.: *Grain size engineering of bcc refractory metals: Top-down and bottom-up—Application to tungsten*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 467 (2007), 1-2, S. 33–43. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.099>
- [405] EL-AWADY, J.A.: *Unravelling the physics of size-dependent dislocation-mediated plasticity*. In: *Nat. Commun.* 6 (2015), S. 5926. <https://doi.org/10.1038/ncomms6926>
- [406] REISER, J. ; FRANKE, P. ; WEINGÄRTNER, T. ; HOFFMANN, J. ; HOFFMANN, A. ; RIETH, M.: *Tungsten laminates made of ultrafine-grained (UFG) tungsten foil — Ageing of tungsten–titanium (W–Ti) laminates*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 51 (2015), Nr. 4, S. 264–274. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.04.032>
- [407] TAN, X. ; WANG, W. ; CHEN, X. ; MAO, Y. ; LITNOVSKY, A. ; KLEIN, F. ; BITTNER, P. ; COENEN, J.W. ; LINSMEIER, C. ; LIU, J., et al.: *Characteristics of microstructure evolution during FAST joining of the tungsten foil laminate*. In: *Metals* 6 (2021), Nr. 11, 1-11. <https://doi.org/10.3390/met11060886>

# Anhang A: Methodik (i)



9	1	W-Riss-Probe2	KIT-00090477	W
8	2	Fuehrungsstift	KIT-00090970	Ms
7	2	<del>Drabt</del>	<del>Ø1,5x8</del>	<del>V2a</del>
6	2	Stift 1 (Ø4x11,5)	KIT-00090972	V2a
5	2	<del>DM-Winkel</del>	<del>KIT-00090422</del>	<del>V2a</del>
4	2	<del>Zylinderkopfschraube</del>	<del>ISO 4762 M6x10 gekürzt auf 8!</del>	<del>A4</del>
3	4	Zylinderkopfschraube	ISO 4762 M6x25	A4
2	2	Klemmung V2	KIT-00090966	V2a
1	2	Einhaengung V2	KIT-00090964	V2a
Pos.	Stck	Nomenklatur	Teilenummer	Mat.

**Abb. A1:** Zusammenstellungszeichnungen vollständig. Es ist der Probenhalter inklusive montierter Probe in der Montagevorrichtung abgebildet. Zeichnung Eigentum KIT

Anhang A

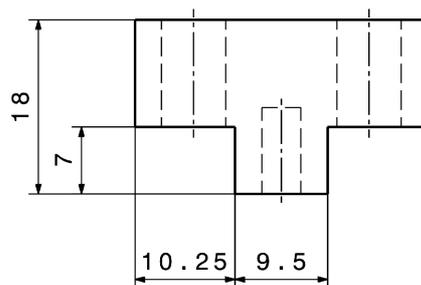
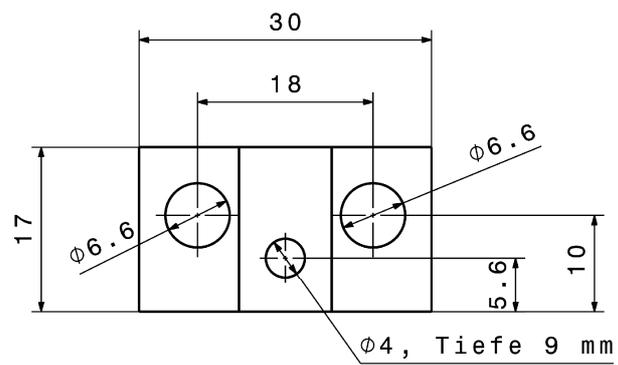
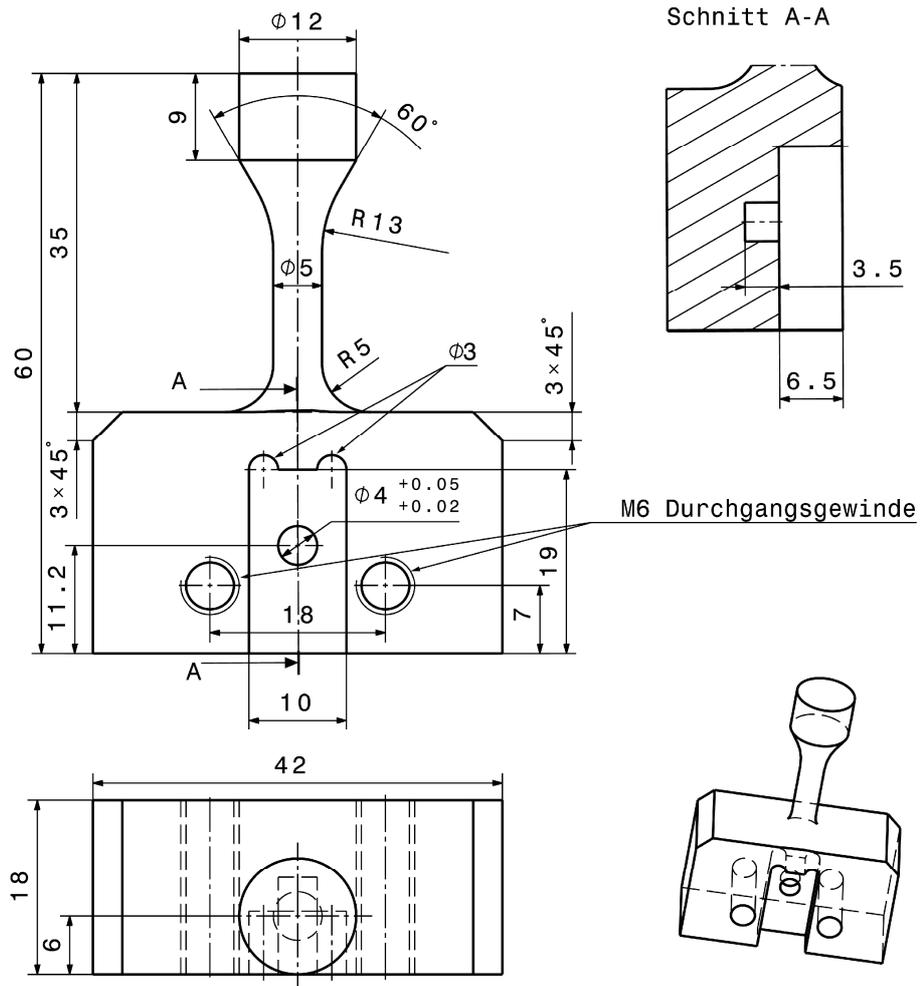
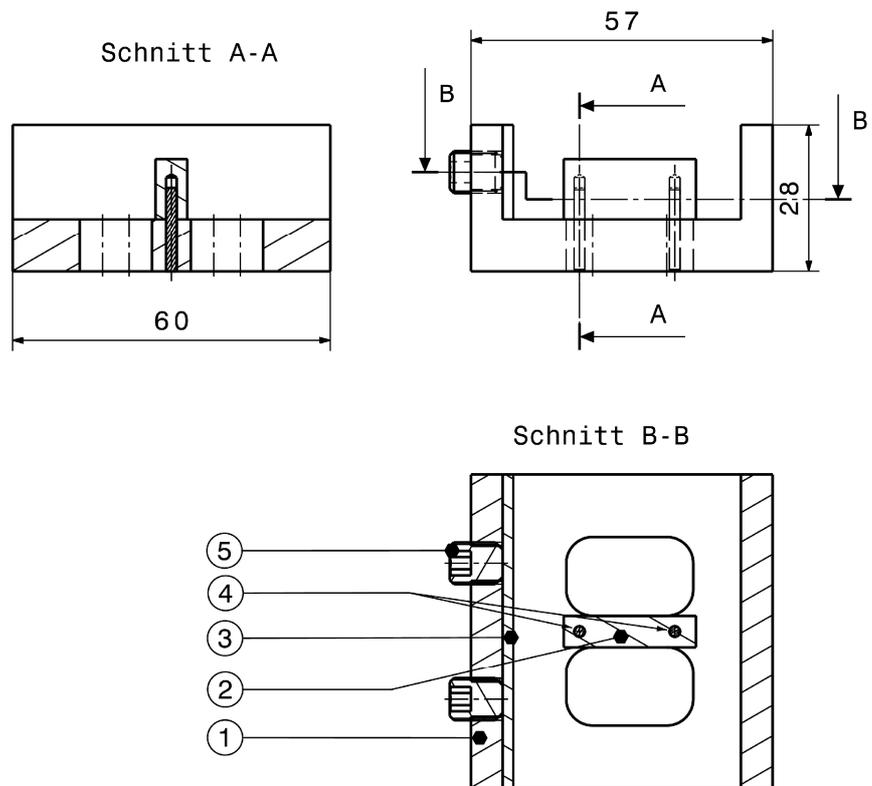


Abb. A2: Eihangung (Pos. 1) und Klemmung (Pos. 2). Zeichnung Eigentum KIT



5	2	Gewindestift M8x10	ISO 4026	St
4	2	Zylinderstift $\varnothing 2 \times 16$	ISO 8734-A	St
3	1	Blech V2	KIT-00090984	Va
2	1	Distanzstueck	KIT-00089991	Va
1	1	Montageblock V2	KIT-00090982	Va
Pos.	Stck	Nomenklatur	Teilenummer	Werkst.

**Abb. A3:** Zusammenstellungszeichnungen der Montagevorrichtung. Zeichnung Eigentum KIT

Anhang A

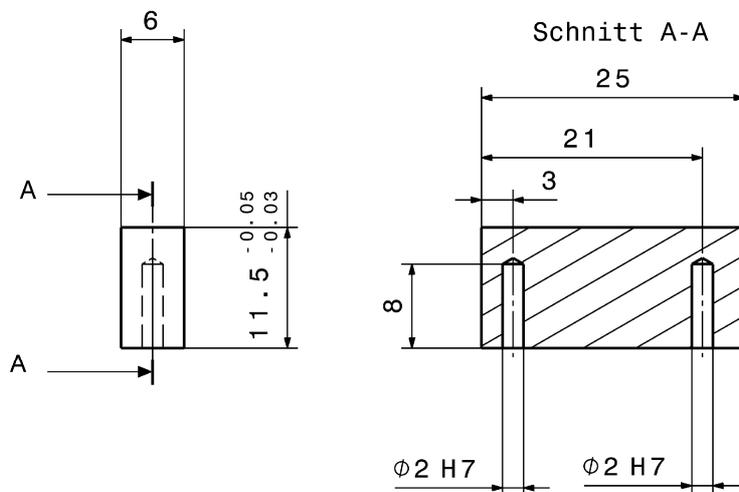
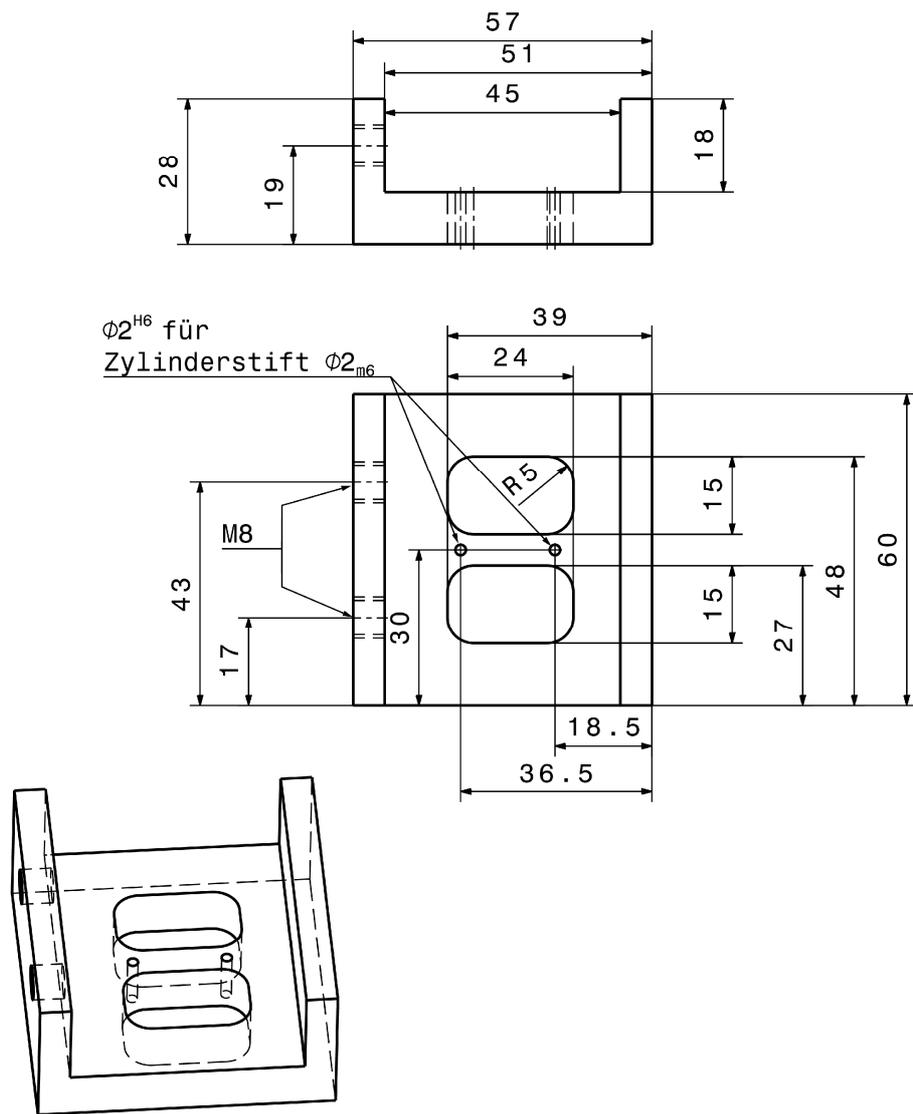
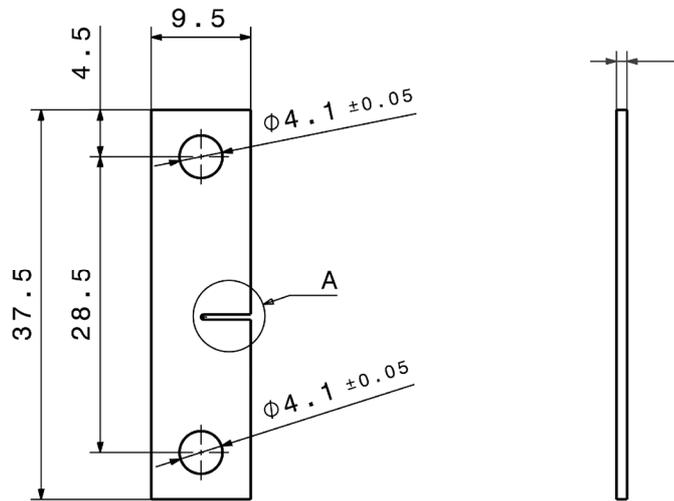


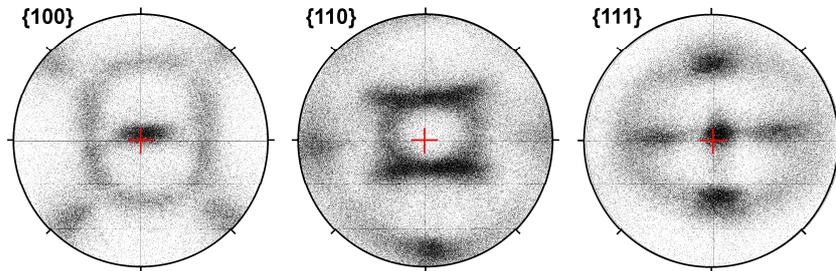
Abb. A4: Montageblock (Pos. 1) und Distanzstück (Pos. 2). Zeichnung Eigentum KIT



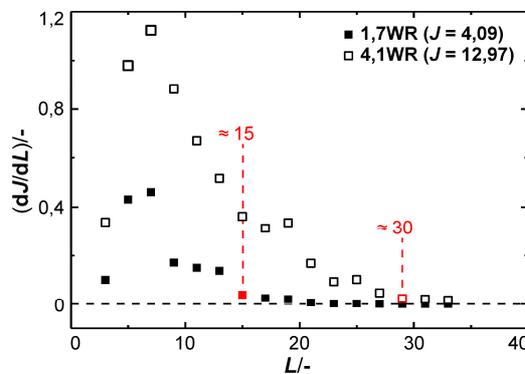
**Abb. 5:** SE(T)-Probe. Zeichnung Eigentum KIT



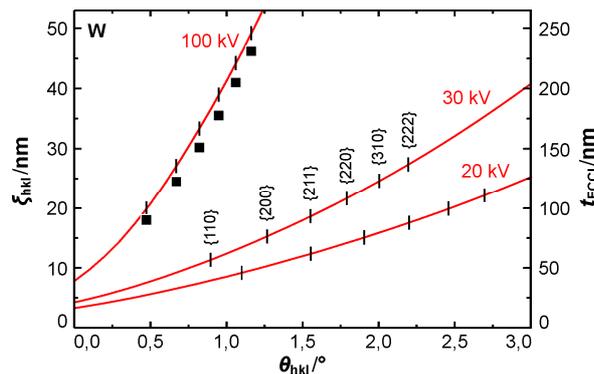
## Anhang B: Methodik (ii)



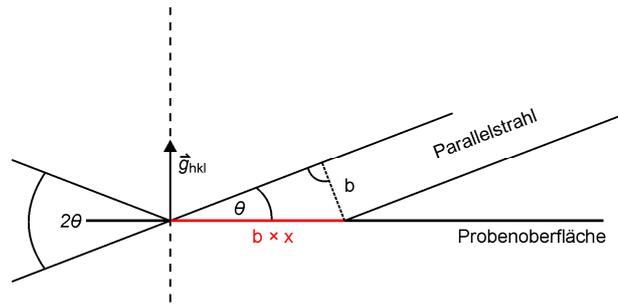
**Abb. A6:** Korrektur der Probenlage. Es sind diskrete Polfiguren für die Richtungen  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  und  $\{111\}$  gezeigt. Jeder schwarze Pixel repräsentiert eine gemessene Orientierung. S-Richtung im Zentrum, Walzrichtung nach oben. Verdrehungen für ein besseres Verständnis stärker dargestellt, als in den Datensätzen festgestellt.



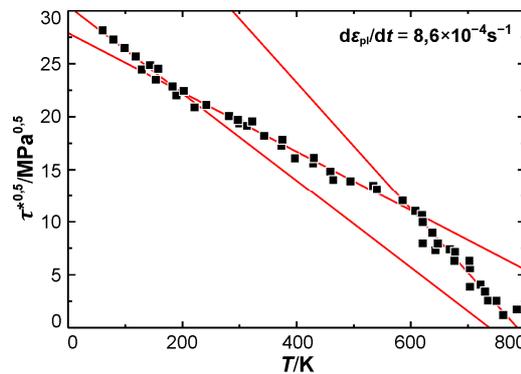
**Abb. A7:** Evolution der Orientierungsverteilungsfunktion während der harmonischen Reihenentwicklung. Es ist die Änderung des Texturindex pro Entwicklungsschritt  $dJ/dL$  über den Entwicklungsgrad  $L$  aufgetragen. Es sind die Entwicklungsgrade hervorgehoben, nach denen keine nennenswerte Änderung im TI erfolgt.



**Abb. A8:** Abschätzung der maximalen Tiefe für die Beobachtung von Versetzungen mittels ECCI. Es sind die Extinktionslängen  $\xi_{hkl}$  für die Beschleunigungsspannungen 100 kV, 30 kV und 20 kV als Funktion des Beugungswinkels  $\theta_{hkl}$  gegeben. Datenpunkte für 100 kV sind *Reimer et al.* [320] [Tab. 7.2] entnommen. Rechts ist die erwartete maximale Informationstiefe  $t_{ECCI}$  unter den jeweiligen Beugungsbedingungen aufgetragen (alle Berechnungen ohne Temperaturkorrektur).



**Abb. A9:** Anpassung der vom Röntgenstrahl beschienenen Fläche. Es ist die Entwicklung der Länge der beschienenen Fläche  $b \times x$  bei gegebener Strahlbreite  $b$  demonstriert. Der Einstrahlwinkel entspricht dem Beugungswinkel  $\theta$ . Der Beugungsvektor  $\vec{g}$  steht senkrecht zur Probenoberfläche. Eigene Darstellung.



**Abb. A10:** Verlauf der effektiven Schubspannung. Es ist die effektive Schubspannung  $\tau^*$  über die Verformungstemperatur  $T$  aufgetragen. Datenpunkte aus Brunner [201] für SX W mit hoher Reinheit (5N). Die Orientierung entspricht der Mittellage.

### Berechnung der Ratenabhängigkeit der Krietemperatur

Die Berechnung der KTs für Abb. 50 erfolgte anhand zweier verschachtelter Arrhenius-Beziehungen in der Form

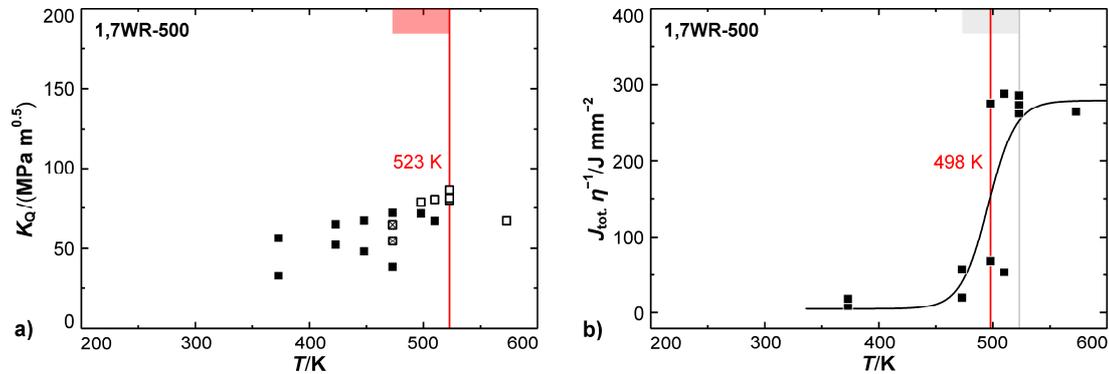
$$T_k = \frac{E_p}{k_B \ln\left(\frac{A^{Br}}{\dot{\epsilon}_{pl}}\right)} \quad (48)$$

wobei der äußere Ausdruck zur Manipulation der plastischen Dehnrates  $\dot{\epsilon}_{pl}$  und nachfolgenden Beobachtung des Einflusses auf die KT  $T_k$  genutzt wurde. Die innere Formulierung

$$A^{Br} = \dot{\epsilon}_{pl}^{Br} \exp\left(\frac{E_p}{k_B T_k^{Br}}\right) \quad (49)$$

gibt den Vorfaktor  $A^{Br}$  der Arrhenius-Gleichung vor. Dabei entsprechen die Größen  $\dot{\epsilon}_{pl}^{Br}$  und  $T_k^{Br}$  der in den Experimenten von Brunner [201] gewählten plastischen Dehnrates von  $8,5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  und der damit verknüpften KT von 775 K. Als Peierls-Energie der KP-Bildung  $E_p$  wurde der von Ziebart [70] und Brunner [201] ermittelte Betrag von 2,1 eV herangezogen.

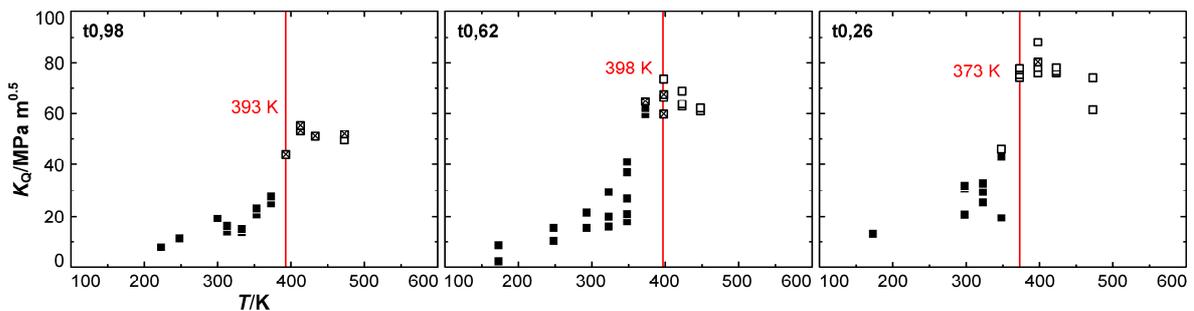
# Anhang C: Ergebnisse



**Abb. A11:** Ergebnisse der Bruchmechanikversuche für 1,7WR-500: In (a) ist die scheinbare Bruchzähigkeit  $K_Q$  über der Prüftemperatur  $T$  aufgetragen. Die rote Linie markiert die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium. Das jeweils oben rot hervorgehobene Feld entspricht dem Übergangsbereich von der niedrigsten Temperatur bei dem semiduktilen oder duktilen Materialverhalten auftritt bis zur Übergangstemperatur. In (b) ist das Produkt aus J-Integral und Geometriefaktor  $J_{tot} \eta^{-1}$  über der Prüftemperatur aufgetragen. Die schwarze Kurve repräsentiert die mittels Regression angenäherte Lösung für die Entwicklung des J-Integrals. Die rote Linie markiert die BDT-Temperaturen nach dem Mittellinienkriterium.

**Tab. A1:** BDT-Temperaturen und aufgebrauchte Belastungsraten für 1,7WR-500. Es sind die Übergangstemperaturen nach dem 2%-Kriterium (i) Mittellinienkriterium (ii) und dem kombinierten Absatz (iii) aufgelistet. Weiterhin sind die für die jeweiligen BDT-Temperaturen bestimmten Ist-Lastraten gegeben.

Material	Kriterium	$T_{BDT}^{500}$ /K	$dK/dt^{500}$ /MPa m <sup>0,5</sup> s <sup>-1</sup>
1,7WR	(i)	523	494,4 ± 6,2
	(ii)	498	544,7 ± 6,3
	(iii)	503	500



**Abb. A12:** Einfluss der Blechdicke auf die BDT-Temperatur. Es ist die scheinbare Bruchzähigkeit  $K_Q$  über der Prüftemperatur  $T$  aufgetragen. Die Gestalt der Datenpunkte spiegelt das Materialverhalten wider. Gefüllt: spröde; Offen mit Diagonalen: semiduktil; Offen: duktiler Versuch. Die roten Linien markieren die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium als Funktion der Probendicke. Die Materialbezeichnung beinhaltet die Dicke der geprüften Proben in Millimeter. Alle Messreihen wurden mit einer Lastrate von ungefähr  $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$  durchgeführt.



# Anhang D: Abkürzungen

---

## B

BDT · Brittle-to-ductile Transition  
Spröd-duktil-Übergang

BSE · Backscattered Electron  
Rückstreuelektron

---

## C

cECCI · Electron Channeling Contrast Imaging  
under Controlled Diffraction Conditions

CI · Confidence Index  
Vertrauensindex

CG · Coarse-grained  
Grobkörnig

CRSS · Critical Resolved Shear Stress  
Kritische Schubspannung

CSL · Coincidence Site Lattice  
Koinzidenzgitter

C(T) · Compact Tension Specimen  
Kompaktprobe, einseitig gekerbt

---

## D

DDD · Diskrete Versetzungsdynamik

DFT · Dichtefunktionaltheorie

---

## E

EBSD · Electron Backscatter Diffraction  
Elektronenrückstreubeugung

EBSP · Electron Backscatter Pattern  
Elektronenrückstreubeugungsmuster

ECCI · Electron Channeling Contrast Imaging

EDM · Electrical Discharge Machining  
Funkenerosives Bearbeiten / Schneiden

EDZ · Ebener Dehnungszustand

EI-Model · Elastic Interaction Model

ESZ · Ebener Spannungszustand

---

## F

FWHM · Full Width Half Maximum  
Halbwertsbreite

---

## G

GSHE · Generalized Spherical Harmonic  
Expansion

GCIS · Grain Confidence Index Standardization

---

## H

HAB · High-angle Boundary  
Großwinkelgrenze

HP · Hall-Petch

HT · Hough-Transformation

---

## I

IPF · Inverse Polfigur

---

## K

K-Band, K-Linie · Kikuchi-Band, Kikuchi-Linie

KP · Kinkenpaar

KPM · Kinkenpaarmechanismus

KT · Knietemperatur

---

## L

LAB · Low-angle Boundary  
Kleinwinkelgrenze

LT-Model · Line Tension Model  
Linienspannungsmodell

---

## M

MD · Molekulardynamik

MODF, MDF · Misorientation Distribution  
Function  
Missorientierungsverteilungs-  
funktion

---

## O

OCF · Orientation Correlation Function

ODDF · Orientation Difference Distribution Func-  
tion  
Unkorrelierte Missorientierungsver-  
teilungsfunktion

ODF · Orientation Distribution Function  
Orientierungsverteilungsfunktion

---

**P**

PC · Polycrystalline  
Polykristallin  
PE · Primärelektron  
PM · Pulvermetallurgie

---

**R**

R-Kurve · Risswiderstandskurve  
RT · Raumtemperatur

---

**S**

SEM · Scanning Electron Microscope  
Rasterelektronenmikroskop  
SE(T) · Single Edge Cracked (Notched) Tensile  
Specimen  
Flachzugprobe mit Randriss (-kerbe)  
SIF · Spannungsintensitätsfaktor  
SPD · Severe Plastic Deformation  
SX · Single Crystalline  
Einkristallin

---

**T**

TEM · Transmissionselektronenmikroskop  
TI · Texturindex

---

**U**

UB · Upper Bend  
UFG · Ultrafine-grained  
Ultrafeinkörnig

---

**W**

WH · Williamson-Hall

---

**X**

XRD · X-Ray Diffraction  
Röntgenbeugung

# Angaben zur Datenverfügbarkeit

Aufgrund des Umfangs sind die Rohdaten nicht in dieser Ausarbeitung inkludiert, sind jedoch in elektronischer Form einsehbar. Die mikrostrukturellen Kennwerte sind als Mittelwerte in dieser Ausarbeitung tabelliert. Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Python-Skripte sind auf Anfrage verfügbar.



# Publikationsliste

- [1] BONNEKOH, C. ; LIED, P. ; ZAEFFERER, S. ; JÄNTSCH, U. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J. ; RIETH, M.: *The brittle-to-ductile transition in cold-rolled tungsten sheets : Contributions of grain and subgrain boundaries to the enhanced ductility after pre-deformation*. In: *Nucl. Mater. Energy* 25 (2020), S. 100769. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2020.100769>
- [2] BONNEKOH, C. ; LIED, P. ; PANTLEON, W. ; KARCHER, T. ; LEISTE, H. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J. ; RIETH, M.: *The brittle-to-ductile transition in cold-rolled tungsten sheets : On the loss of room-temperature ductility after annealing and the phenomenon of 45° embrittlement*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 93 (2020), S. 105347. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105347>
- [3] LIED, P. ; PANTLEON, W. ; BONNEKOH, C. ; BONK, S. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J. ; RIETH, M.: *Comparison of K-doped and pure cold-rolled tungsten sheets : Tensile properties and ductile-to-brittle-transition*. In: *J. Nucl. Mater.* 544 (2021), S. 152664. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152664>
- [4] BONNEKOH, C. ; REISER, J. ; HARTMAIER, A. ; BONK, S. ; HOFFMANN, A. ; RIETH, M.: *The brittle-to-ductile transition in cold-rolled tungsten sheets: the rate-limiting mechanism of plasticity controlling the BDT in ultrafine-grained tungsten*. In: *J. Mater. Sci.* 55 (2020), Nr. 26, S. 12314–12337. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-04801-5>
- [5] DUERRSCHNABEL, M. ; ANTUSCH, S. ; HOLTERMANN, B. ; JAENTSCH, U. ; BAUMGAERTNER, S. ; BONNEKOH, C. ; HOFFMANN, M. ; HOFFMANN, J. ; RIETH, M.: *Elucidating the microstructure of tungsten composite materials produced by powder injection molding*. In: *Nucl. Mater. Energy* 24 (2020), S. 100766. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2020.100766>
- [6] REISER, J. ; BONNEKOH, C. ; KARCHER, T. ; PFLEGING, W. ; WEYGAND, D. ; HOFFMANN, A.: *Recrystallisation towards a single texture component in heavily cold rolled tungsten (W) sheets and its impact on micro-mechanics*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 86 (2020), S. 105084. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.105084>
- [7] LIED, P. ; BONNEKOH, C. ; PANTLEON, W. ; STRICKER, M. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *Comparison of K-doped and pure cold-rolled tungsten sheets: As-rolled condition and recrystallization behaviour after isochronal annealing at different temperatures*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 85 (2019), S. 105047. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.105047>
- [8] BONNEKOH, C. ; JÄNTSCH, U. ; HOFFMANN, J. ; LEISTE, H. ; HARTMAIER, A. ; WEYGAND, D. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *The brittle-to-ductile transition in cold rolled tungsten plates : Impact of crystallographic texture, grain size and dislocation density on the transition temperature*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 78 (2019), S. 146–163. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.09.010>
- [9] BONNEKOH, C. ; HOFFMANN, A. ; REISER, J.: *The brittle-to-ductile transition in cold rolled tungsten : On the decrease of the brittle-to-ductile transition by 600 K to –65 °C*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 71 (2018), S. 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.11.017>
- [10] REISER, J. ; GARRISON, L. ; GREUNER, H. ; HOFFMANN, J. ; WEINGÄRTNER, T. ; JÄNTSCH, U. ; KLIMENKOV, M. ; FRANKE, P. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C., et al.: *Ductilisation of tungsten (W): Tungsten laminated composites*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 69 (2017), S. 66–109. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.07.013>
- [11] REISER, J. ; HOFFMANN, J. ; JÄNTSCH, U. ; KLIMENKOV, M. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C. ; HOFFMANN, A. ; MROTZEK, T. ; RIETH, M.: *Ductilisation of tungsten (W) : On the increase of strength AND room-temperature tensile ductility through cold-rolling*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 64 (2017), S. 261–278. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.10.018>
- [12] REISER, J. ; WURSTER, S. ; HOFFMANN, J. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C. ; KIENER, D. ; PIPPAN, R. ; HOFFMANN, A. ; RIETH, M.: *Ductilisation of tungsten (W) through cold-rolling: R-curve behaviour*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 58 (2016), S. 22–33. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.03.006>

## Publikationsliste

- [13] REISER, J. ; HOFFMANN, J. ; JÄNTSCH, U. ; KLIMENKOV, M. ; BONK, S. ; BONNEKOH, C. ; RIETH, M. ; HOFFMANN, A. ; MROTZEK, T.: *Ductilisation of tungsten (W) : On the shift of the brittle-to-ductile transition (BDT) to lower temperatures through cold rolling*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 54 (2016), S. 351–369.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.09.001>

Tagungsbeiträge sind unter <https://orcid.org/0000-0002-2449-1540> einsehbar