

Carsten Bonnekoh

**DER SPRÖD-DUKTIL-ÜBERGANG IN
ULTRAFEINKÖRNIGEM WOLFRAM**

SCHRIFTENREIHE DES INSTITUTS
FÜR ANGEWANDTE MATERIALIEN

BAND 114



Scientific
Publishing

Carsten Bonnekoh

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

**Schriftenreihe
des Instituts für Angewandte Materialien
*Band 114***

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
Institut für Angewandte Materialien (IAM)

Eine Übersicht aller bisher in dieser Schriftenreihe erschienenen Bände
finden Sie am Ende des Buches.

Der Spröd-duktil-Übergang in ultrafeinkörnigem Wolfram

von
Carsten Bonnekoh

Karlsruher Institut für Technologie
Institut für Angewandte Materialien

Der Spröd-duktil-Übergang in ultrafeinkörnigem Wolfram

Zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktor-Ingenieurs
von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des Karlsruher Instituts für
Technologie (KIT) genehmigte Dissertation

von Carsten Bonnekoh, M.Sc.

Tag der mündlichen Prüfung: 13. September 2021
Erster Gutachter: Prof. Dr. Anton Möslang
Zweiter Gutachter: Prof. Dr. Christoph Kirchlechner

Impressum



Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
KIT Scientific Publishing
Straße am Forum 2
D-76131 Karlsruhe

KIT Scientific Publishing is a registered trademark
of Karlsruhe Institute of Technology.
Reprint using the book cover is not allowed.

www.ksp.kit.edu



*This document – excluding parts marked otherwise, the cover, pictures and graphs –
is licensed under a Creative Commons Attribution-Share Alike 4.0 International License
(CC BY-SA 4.0): <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/deed.en>*



*The cover page is licensed under a Creative Commons
Attribution-No Derivatives 4.0 International License (CC BY-ND 4.0):
<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0/deed.en>*

Print on Demand 2023 – Gedruckt auf FSC-zertifiziertem Papier

ISSN 2192-9963
ISBN 978-3-7315-1264-6
DOI 10.5445/KSP/1000153067

Vorwort

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. Herrn Prof. Stieglitz danke ich für die Übernahme des Vorsizes im Promotionsprüfungsausschuss.

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 ausgedrückt.

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 eECCI 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) sei für die finanzielle Förderung unter Sachbeihilfen RE3551/4-1 gedankt. Diese Arbeit wurde im Rahmen des EUROfusion-Konsortiums durchgeführt und mit Mitteln aus dem Euratom-Forschungs- und Ausbildungsprogramm 2014-2018 und 2019-2020 unter der Finanzhilfvereinbarung Nr. 633053 gefördert. Die hierin geäußerten Ansichten und Meinungen spiegeln nicht unbedingt derer der Europäischen Kommission wider.

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 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 Raumtemperatur 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 Risspitzenplastizität 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 hochgradigen Warm- und Kaltwalzens 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 bestem 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 Ausarbei-

tung 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 Raumtemperatur, den ratenlimitierenden Prozess der Rissspitzenplastizität darstellt. Unter quasistatischer 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 Versuche umfassenden Studie zum BDT in UFG W (zuzüglich der mikrostrukturellen Charakterisierung) wird geschlossen, 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 the 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 if tests are conducted at room temperature. This fundamental¹⁵ change in material behavior has raised certain questions, namely, (i) what the rate-limiting process of crack tip plasticity and as a result what is 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 in this work. Employing 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 by 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 the 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 room temperature 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, the 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 the effective shielding of the crack front.

Veröffentlichungen

Stellenweise wurden Ergebnisse dieser Dissertation bereits in vorausgehenden Publikationen veröffentlicht:

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.

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.

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.

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.

Weiterhin sind im Rahmen meiner Doktorandentätigkeit nachfolgende Publikationen entstanden:

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.

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.

DUERRSCHNABEL, M. ; ANTUSCH, S. ; HOLTERMANN, B. ; JÄNTSCH, U. ; BAUMGÄRTNER, 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.

REISER, J. ; BONNEKOH, C. ; KARCHER, T. ; PFLEGING, W. ; WEYGAND, D. ; HOFFMANN, A.: *Recrystallisation towards a single texture component in heavily cold rolled tungsten sheets and its impact on micromechanics*. In: *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 86 (2020), S. 105084.

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.

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.

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.

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.

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.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	i
Kurzfassung	iii
Abstract	v
Veröffentlichungen	vii
Abkürzungsverzeichnis	xiii
1 Einleitung	1
2 Stand der Kenntnisse	9
2.1 Der Spröd-duktil-Übergang und die Rolle des Kinkenpaarmechanismus bei der plastischen Verformung von kubisch-raumzentrierten Metallen am Beispiel von Wolfram	9
2.1.1 Über die nichtplanare Kerengeometrie der Schraubenversetzung als Quelle des Spröd-duktil- Übergangs in Metallen mit krz Gitterstruktur	20
2.1.2 Gleiten von Schraubenversetzungen in krz Metallen unterhalb der Krietemperatur unter Zuhilfenahme des Kinkenpaarmechanismus.....	23
2.1.3 Zerlegung der kritischen Schubspannung in einen thermischen und athermischen Anteil und über die zugrundeliegenden Gitterdefekte	31
2.1.4 Thermodynamische Betrachtung der thermischen Aktivierung des Gleitens von Versetzungen über kurzreichweitige Hindernisse.....	35
2.2 Die Mechanik der rissbehafteten Körper im Kontinuum unter Annahme von dominierendem elastischen Materialverhalten.....	48

2.3	Das Modell der Rissspitzenplastizität unter Berücksichtigung von globalen und lokalen Spannungsintensitätsfaktoren.....	55
2.4	Übersicht der experimentellen Untersuchungen zum BDT in Wolfram mit Fokus auf die Arrhenius-Aktivierungsenergie.....	60
3	Motivation und Zielsetzung	67
4	Experimentelle Methoden sowie Identifikation von Fehlern und Fehlereinflussanalyse	75
4.1	Werkstoffproduktion	75
4.2	Elementanalyse: Quantifizierung der Kontamination der Werkstoffe durch den Walzprozess	80
4.3	Textur- und Mikrostrukturanalyse: Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktionen und Beschreibung der Verteilung von verformungsinduzierten Gitterdefekten	81
4.3.1	Rückstreuелеktronenbeugung	82
4.3.2	Röntgendiffraktometrie	101
4.3.3	Electron Channeling Contrast Imaging unter Berücksichtigung der kristallographischen Orientierung der untersuchten Kristallregion	115
4.4	Metallphysikalische Charakterisierung: Identifizierung des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität	128
4.4.1	Bruchmechanikversuche	129
4.4.2	Berechnung der Erwartungswerte für die Gibbs-Energie der Aktivierung der Kinkenpaarbildung in hochreinem Wolfram	143
5	Ergebnisse und Diskussion.....	151
5.1	Quantifizierung der Kontamination durch den Walzprozess und Bewertung der chemischen Zusammensetzung in Hinblick auf den Wechsel im Sprödbbruchverhalten	151
5.2	Auswertung der Walztextur und Abgleich der mittels EBSD ermittelten Mikrotexturen mit Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie.....	157

5.3	Beschreibung der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur in Hinblick auf mit Korngrenzen oder Versetzungen verknüpften Eigenschaften	168
5.3.1	Korngröße, Korngrenzendichte und -charakter.....	168
5.3.2	Versetzungsdichte und -struktur	193
5.4	Charakterisierung des Spröd-duktil-Übergangs hinsichtlich des ratenkontrollierenden Prozesses der Plastizität am BDT durch Betrachtung der Arrhenius-Aktivierungsenergien.....	204
5.4.1	Verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur und Betrachtung des Einflusses der Wahl der experimentellen Methodik.....	204
5.4.2	Der Einfluss des ebenen Spannungszustands in Hinblick auf die Übergangstemperaturen	225
5.4.3	Entwicklung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Identifikation des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität	230
5.5	Identifikation von Korrelationen zwischen der Reduktion der BDT-Temperatur und der Entwicklung der Textur sowie verformungsinduzierten Mikrostrukturmodifikationen	260
5.5.1	Prüfung auf einen Zusammenhang mit der Walztextur	260
5.5.2	Korrelationen mit der Korngröße und Korngrenzendichte sowie Diskussion des Charakters der Korngrenzen	266
5.5.3	Diskussion zum Einfluss der Versetzungsdichte und Versetzungsstruktur.....	287
6	Zusammenfassung	293
	Literaturverzeichnis.....	299
	Anhang A: Methodik	345
	Anhang B: Ergebnisse.....	353
	Angaben zur Datenverfügbarkeit.....	355

Abkürzungsverzeichnis

BDT	Brittle-to-Ductile Transition; Spröd-duktil-Übergang
BSE	Backscattered Electron; Rückstreuelektron
cECCI	Electron Channeling Contrast Imaging under Controlled Diffraction Conditions
CG	Coarse-grained; grobkörnig
CRRS	Critical Resolved Shear Stress; kritische Schubspannung
CSL	Coincidence Site Lattice; Koinzidenzgitter
C(T)	Compact Tension (Specimen); einseitig gekerbte Kompaktprobe
DDD	Discrete Dislocation Dynamics; diskrete Versetzungsdynamik
DFT	Dichtefunktionaltheorie
EBSD	Electron Backscatter Diffraction; Elektronenrückstreubeugung
EBSP	Electron Backscatter Pattern; Elektronenrückstreubeugungsmuster
ECCI	Electron Channeling Contrast Imaging; siehe auch cECCI
EDM	Electrical Discharge Machining; funkenerosives Bearbeiten
EDZ	Ebener Dehnungszustand
EI	Elastic-Interaction-(Model)
ESZ	Ebener Spannungszustand
FWHM	Full Width at half Maximum; Halbwertsbreite

GDHE	Generalized Spherical Harmonic Expansion
GCIS	Grain Confidence Index Standardization
HAB	High-angle Boundary; Großwinkelgrenze, $>15^\circ$; siehe auch LAB
HP	Hall-Petch
HT	Hough Transformation
IPF	Inverse Pole Figure
K-...	Kikuchi-Band, -Linie
KPM	Kinkenpaarmechanismus
LAB	Low-angle Boundary; Kleinwinkelgrenze, $<15^\circ$; sieh auch HAB
LT	Line-Tension-(Model); Linienspannungsmodell
MD	Molekulardynamik
MODF	Misorientation Distribution Function Missorientierungsverteilungsfunktion
OCF	Orientation Correlation Function
ODDF	Orientation Difference Distribution Function
ODF	Orientation Distribution Function Orientierungsdichteverteilungsfunktion
PC	Pattern Center
PE	Primärelektron
PM	Pulvermetallurgie
SEM	Scanning Electron Microscope; Rasterelektronenmikroskop

SE(T)	Single Edge Cracked (Notched) Tensile Specimen Flachzugprobe mit einseitigem Randriss (-kerbe)
SPD	Severe Plastic Deformation
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TI	Texturindex
UFG	Ultrafeinkörnig
WH	Williamson-Hall
XRD	X-Ray Diffraction; Röntgenbeugung

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 sehr sprödes Materialverhalten. Mit dem Zweck der Erhaltung der Anlagenintegrität sind somit Zugspannungen unterhalb der BDT-Temperatur möglichst zu vermeiden. Dies verdeutlicht der in Abbildung 1.1 vorgenommene Vergleich ausgewählter Materialkenngrößen. Es ist auf W mit technischer Reinheit nach dem Heißwalzen (HR) und die Al-Legierung 7075 im Zustand T6 referenziert¹. Obwohl Al-Legierungen in der Gruppe der Strukturmaterialien nur vergleichsweise mäßige Eigenschaften aufweisen [10], sind Al-Legierungen bei Raumtemperatur 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 Raumtemperatur begrenzt, sondern herrscht auch bei weitaus höheren Temperaturen vor.

¹ Gemäß der Normwerke [7, 8] bezeichnet 7075-T6 eine ausscheidungsgehärtete Al-Legierung der sogenannten 7000er Reihe (AlZnMg) wärmebehandelt nach Vorgehensweise T6; d. h. im Zustand: lösungsgeglüht und abgeschreckt, nicht oder vernachlässigbar im abgeschreckten Zustand umgeformt, danach auf eine maximale Zugfestigkeit warmausgelagert; vgl. hierzu weiterhin die Ausführungen in *Ostermann* [9].

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 aus experimentellen Versuchsserien mit angerissenen bzw. angekerbten Proben nachvollzogen werden ². 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 [11–14] dokumentiert, wobei in dem angegebenen Temperaturfenster nur Experimente berücksichtigt sind, in denen die Last in einem quasistatischen³ Modus aufgebracht wurde. Unter dynamischer Beanspruchung können nochmals deutlich höhere BDT-Temperaturen erwartet werden [16]. *Umgeformte W-Materialien weisen reduzierte BDT-Temperaturen auf.* Unter konstanten experimentellen Randbedingungen ist die Übergangstemperatur von nicht-legiertem W im Wesentlichen eine Funktion des Umformgrades [17, 18]. Nach einer moderaten Dickenreduktion liegen die BDT-Temperaturen in einem Streubereich 500 – 850 K [13, 19–28] bzw. 700 – 1000 K [29–32]; 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 [26, 30, 33–36] und die Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur ist herabgesetzt. Daher ist die Rekristallisation in W mit einer versprödenden Wirkung assoziiert. Für rekristallisierte W-Materialien, die unter quasistatischen Lastraten geprüft wurden, sind Übergangstemperaturen in dem Bereich 550 – 750 K [26, 33, 37, 38] dokumentiert. Die mittels

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

3 Nach Meyers [15] [Tab. 12.2] findet quasistatische 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. [15] [Abb. 2.1ff]. Als obere Grenze der quasistatischen Belastung weisen Krüger *et al.* [16] [Tab. 1.4] die Belastungsraten (Dehnrate) $0,1 \text{ s}^{-1}$ für Zugversuche und (Rate des Anstieges der Spannungsintensität; Lastrate) $10^4 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ bei der Verwendung von angerissenen Proben aus.

Kerbschlagbiegeversuch ermittelten BDT-Temperaturen liegen für rekristallisiertes W in der Region um 1000 K [32, 39].

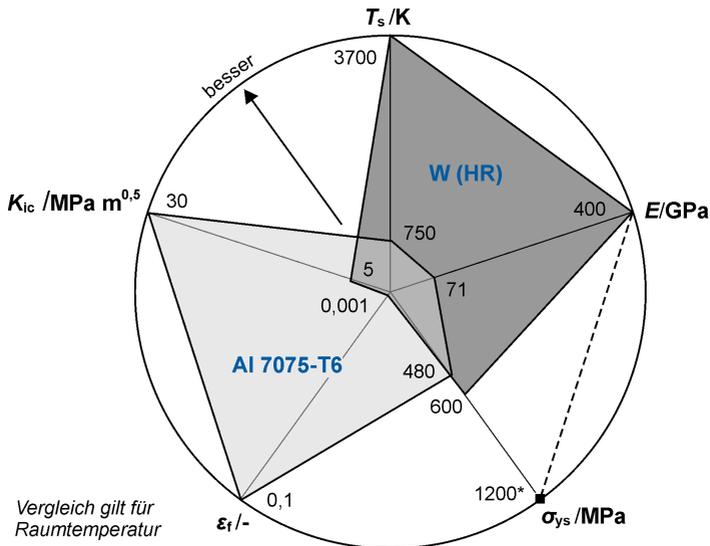


Abbildung 1.1: Vergleich ausgewählter Eigenschaften von technisch reinem W und der Al-Legierung 7075 bei Raumtemperatur. Für W ist auf heißgewalzte (HR) Materialien referenziert, für Al auf die Legierung 7075 im Zustand T6. Daten für W aus: Ref. [40] (Schmelztemperatur, T_s), Ref. [41] [Tab. 1] (Elastizitätsmodul, E), Ref. [42] [Ab. 8] (Streckgrenze und Bruchdehnung, σ_{ys} und ϵ_f) und Ref. [12] [Tab. 3] (scheinbare Bruchzähigkeit, K_q). Datenpunkt für die Fließspannung (*) konstruiert mit thermischem Anteil aus Ref. [43] [Abb. 13] und athermischer Spannungskomponente aus Ref. [42] [Abb. 10]; siehe Kapitel 2.1.3 /S. 31. Kennwerte für Al 7057-T6 (gewalzt und wärmebehandelt) aus Ref. [44] [Abb. 6] (Bruchzähigkeit, K_{ic}). Restliche Kenngrößen aus Ref. [45] [Kap. 7].

Eine Sonderstellung nehmen W-Einkristalle ein. Die Elimination von Korngrenzen und wahrscheinlich auch die, im Vergleich zu polykristallinen Materialien, häufig beobachtete höhere Reinheit von einkristallinen Materialien, begünstigt die plastische Verformbarkeit [46]. In Zugversuchen an W-

Einkristallen wird im Unterschied zu den oben erwähnten Gefügeformen bei Raumtemperatur sowie tieferen Prüftemperaturen nennenswerte plastische Verformung beobachtet [6, 47–51]. Dies ist jedoch nicht auf experimentelle Untersuchungen an Proben mit scharfem Anriss übertragbar [52]. Für den quasistatischen Fall liegt der BDT für einkristallines W in dem Temperaturfenster 400 – 500 K [53–55]. Es wird auch ein deutlicher Einfluss des geprüften Rissystems auf die Übergangstemperatur festgestellt [52, 55]. Die Verschiedenheit der BDT-Temperaturen von Einkristallen, gesinterten, umgeformten und rekristallisierten Materialien mit polykristallinem Gefüge zeigt auf, dass die Duktilität von W maßgeblich von der Produktionshistorie vorgeben wird.

Damit W seine Stärken als zukünftiges Strukturmaterial ausspielen kann, bedarf es Lösungen, welche die Sprödigkeit bei Raumtemperatur abmindern und gleichzeitig eine wirtschaftliche Produktion in einem industriellen Maßstab erlauben. Zur Steigerung der Bruchzähigkeit kommen sowohl extrinsische als auch intrinsische Ansätze in Betracht [56]. 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 [57]. Aktuelle Arbeiten auf dem Gebiet der extrinsischen Lösungen konzentrieren sich auf die Entwicklung von wolframfaserverstärktem W [58], wobei zwischen Materialien mit regellos verteilten Kurzfasern [59], die über eine industrielle PM-Route hergestellt werden können, und einem Ansatz mit Langfasern [60] 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 [61–64] zu zählen, bei denen die einzelnen Wolframlagen durch duktile Zwischenschichten verbunden sind. Die erfolgreiche Implementierung extrinsischer Mechanismen ruft pseudo-duktilen Materialverhalten hervor. An diesem Punkt sei

auch auf die Existenz von Cu-infiltrierten W-Sinterwerkstoffen hingewiesen [65, 66]. Diese sind bei Raumtemperatur plastisch verformbar. Die Anwendung erfolgt mit Blick auf die geringe Festigkeit jedoch vorrangig bei der Lösung funktioneller Aufgaben.

Mit dem Ziel W-Materialien mit Raumtemperaturduktilität⁴ zu entwickeln wurden vielfältige Legierungssysteme erprobt. In erster Linie sind die mechanischen Eigenschaften von binären Experimentallegierungen studiert worden. Eine besondere Aufmerksamkeit kam dabei den Elementen zu, die eine vollständiger Mischbarkeit mit W aufweisen. Dies sind V, Nb, Mo und Ta [67–70]. Obgleich umfangreiche Studien auf diesem Gebiet erfolgten, wurden keine Belege für eine Reduzierung der Übergangstemperatur von W durch diese Elemente gefunden; vgl. Ref. [71–73] für W-V, Ref. [74] für W-Nb, Ref. [75, 76] für W-Mo und Ref. [6, 71, 73, 74, 77, 78] hinsichtlich der Ergebnisse zu W-Ta Legierungen. Gleiches gilt für die vereinzelt Studien an ternären Legierungssystemen mit diesen Elementen [36, 79].

Weiterhin ist für eine Vielzahl von Fremdelementen die Möglichkeit einer Reduktion der sehr hohen Peierls-Energie der $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung in W [80, 81] studiert worden [82, 83]. Mischkristallerweichung ist ein Merkmal von Metallen mit hoher Peierls-Spannung [84] und das Auftreten bei den krz Metallen der Hauptgruppe VIa wird mit der Elektronenkonfiguration der Valenzschale des Legierungselements in Verbindung gebracht [82, 85]. Ein Indiz für Mischkristallerweichung ist die Reduzierung der Härte nach dem Einstellen geringer Fremdelementkonzentrationen. Eine signifikante Reduzierungen der Härte von W im Vergleich zu technisch reinen Referenzmaterialien ist für Elementen der Hauptgruppe VIIa: Tc [86] und Re [36, 43, 79, 87–90], VIIIa: Ru [36] und Os [36], VIIIb: Ir [36, 87], sowie VIIIc: Pt [36] experimentell belegt. Die Zugabe von Fe (VIIIa), Co (VIIIb) oder Ni (VIIIc) ruft lediglich eine mäßige Reduzierung der Härte hervor [36]. Unter

⁴ In dieser Arbeit wird der Begriff *Raumtemperaturduktilität* Materialien zugeordnet, die eine BDT-Temperatur unterhalb von Raumtemperatur besitzen und daher in bruchmechanischen Versuchen bei Raumtemperatur sogenanntes R-Kurvenverhalten, d. h. stabiles Risswachstum, zeigen.

den geprüften Systemen, konnte für die Experimentallegierungen mit Mn (VIIa), Rh (VIIIb), oder Pd (VIIIc) keine Mischkristallerweichung festgestellt werden [36]. An dieser Stelle muss darauf hingewiesen werden, dass diese Trends auf Messungen der Härte bei Raumtemperatur referenzieren und auf Basis dieser Datenlage 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 [82]. (ii) Die Konzentrationsgrenze, bis zu der die Erweichung überwiegt, nimmt mit steigender Temperatur ab [91]. Dies kann dazu führen, dass ein Legierungsdesign auf Basis von Raumtemperaturergebnissen 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. [92]. *In der Retrospektive unterstreichen die hier besprochenen Versuche der Duktilisierung den refraktären Charakter (von lat. refractarius: widerspenstig) von W.*

Dieser Überblick über die getätigten Anstrengungen bei der Entwicklung von W-Materialien mit Raumtemperaturduktilität wäre nicht vollständig, blieben W-Re Legierungen unerwähnt [93]. Das Legieren mit Re besitzt einen positiven Effekt auf die Mobilität der Schraubenversetzung in W [94]. Nach einem Umformprozess kann selbst Raumtemperaturduktilität erzielt werden, sofern eine Re-Konzentration nahe der Löslichkeitsgrenze von Re in W eingestellt wird [12]. Auch nach der Rekristallisation besitzen W-Re Legierungen eine für W-Materialien herausragende Duktilität [74, 95]. Nach einem Vergleich der kritischen Schubspannung [82] bzw. dem Härteverlauf [83] bei Raumtemperatur mit der Entwicklung der BDT-Temperatur über die Re-Konzentration [96] und der Berücksichtigung aktueller Arbeiten in dem Feld der Dichtefunktionaltheorie [97–99] 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 in Verbindung zu bringen ist. Der für geringe Re-Konzentrationen beobachteten Mischkristallerweichung folgt bei Raumtemperatur nach der Überschreitung einer Grenzkonzentration von

etwa 7 % eine Zunahme des Widerstands gegen plastische Verformung [82, 83]. In erster Näherung spiegelt sich diese Entwicklung in dem Verlauf der BDT-Temperatur im rekristallisierten Zustand wider [96]; vgl. auch Übersicht gegeben in Ref. [100]. 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 beschrieben und die BDT-Temperatur erreicht nahe der Löslichkeitsgrenze um 25 % ein absolutes Minimum. *Von dem Aspekt der Betriebssicherheit erfüllen W-Legierungen mit Re-Konzentrationen nahe der Löslichkeitsgrenze die Anforderungen eines Strukturwerkstoffes, doch de facto verhindert der hohe Preis für Re die 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 zu geringfügig, um BDT-Temperaturen unterhalb von Raumtemperatur zu realisieren. In der Praxis liegen die Übergangstemperaturen mehrere 100 K oberhalb von Raumtemperatur und sprödes Materialverhalten ist für W-Materialien symptomatisch. Eine massive Steigerung des Umformgrades von technisch reinem W im Rahmen einer industriellen Produktion könnte in Zukunft die hier dargelegte Situation maßgeblich verbessern.

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 kubisch-raumzentrierter (krz) als auch kubisch-flächenzentrierter (kfz) Kristallstruktur gut plastisch verformbar, so treten bei niedrigen homologen Verformungstemperaturen charakteristische Unterschiede zutage [101, 102]. Technologische Relevanz haben hierbei an erster Stelle:

- Die Existenz eines Spröd-duktil-Überganges (BDT) bzw. einer mit dem BDT verknüpften Spröd-duktil-Übergangstemperatur.
- Eine Zunahme der kritischen Schubspannung (CRSS) nach dem Unterschreiten einer weiteren kritischen Temperatur. Diese wird als Knietemperatur bezeichnet und ist nicht mit der soeben eingeführten BDT-Temperatur identisch.

Ein hoher Widerstand gegen das Einsetzen von plastischer Verformung ist technologisch 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 [10]. 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 [103]. *Der BDT kennzeichnet einen Wechsel fundamentalen Natur in der plastischen Verformbarkeit eines Materials beim*

Unter- bzw. Überschreiten der Übergangstemperatur [57]: 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 [56] 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 ihre 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 [104] oder eine graduelle Natur aufweisen. Wolfram im Speziellen [52] und Metalle mit krz Kristallstruktur im Allgemeinen [105] weisen einen eher graduellen Übergang auf. Für diesen ist eine starke Streuung der ermittelten Kennwerte in der Umgebung der BDT-Temperatur charakteristisch [106]. 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* [107] 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 [108–110]. 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* [111]. *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 [16]. An diesem Punkt soll festgehalten werden, dass die BDT-Temperatur eine komplexe Materialkenngröße ist, welche:

- 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 [112]. Sofern Proben ohne Kerbe geprüft werden, ist die Oberflächenqualität der Proben bei der Ermittlung der Übergangstemperatur zu beachten [37].
- 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, werden in Tabelle 2.1 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 [36, 46, 113, 114] nachgegangen worden. Für einen weiterführenden Überblick sei auf vorherige Veröffentlichungen verwiesen [1, 115–118].

Tabelle 2.1: Auswahl von Einflussgrößen auf die Spröd-duktil-Übergangstemperatur; in Anlehnung an Refs. [1, 115–118].

Einflussgrößen		Verhalten / Wirkung der Einflussgröße	Möglicher Einfluss auf den BDT
Textur	Vorzugsorientierung	Arbeiten an W-Einkristallen beschreiben einen erheblichen Unterschied im Verfestigungsverhalten und der Versetzungsmultiplikation in Abhängigkeit von der Orientierung [119, 120]	Die BDT-Temperatur von Einkristallen ist abhängig vom geprüften Rissystem [52, 55] bzw. der Zugrichtung [51]. Der Unterschied in der BDT-Temperatur beträgt etwa 100 K, 150 K für einkristallines W. Informationen über polykristallines W liegen nicht vor.
Mikrostruktur	Korngrößen	In hochgradig umgeformten W-Blechen beeinflusst die Ausrichtung der Korngrößen zum Rissystem den Risspfad, also ob das Risswachstum vornehmlich interkristallin oder transkristallin erfolgt [121, 122].	Ist der Großteil der Korngrößen senkrecht zur Belastungsrichtung ausgerichtet, erfolgt die Materialtrennung durch interkristalline Rissausbreitung [121, 122]. Für interkristallines Risswachstum ist ein Anstieg der BDT-Temperatur zu vermuten.
		In unmittelbarer Nähe der Rissfront wird die Nukleation von Versetzungen an Korngrößen beobachtet [123]. Versetzungsnukleation an Korngrößen ist durch die reduzierte Bildungsenergie theoretisch erklärbar [124].	Simulationen [117, 125] weisen darauf hin, dass eine Reduzierung des Abstandes von Versetzungsquellen entlang der Rissfront eine Reduktion der BDT-Temperatur bewirkt.
		Eine hohe Dichte an Korngrößen reduziert im Mittel die freie Weglänge für das Gleiten von Versetzungen [126].	Berechnungen [127] legen nahe, dass eine Reduzierung der freien Weglänge hinderlich für eine niedrige BDT-Temperatur ist.

Mikrostruktur (Fortsetzung)	Korngrößen (Fortsetzung)	<p>Aus einer hohen Dichte an Korngrößen folgt bei gegebener Verunreinigungskonzentration statistisch eine geringere mittlere Dekoration der Korngrößen mit Fremdelementen. Für das mechanische Verhalten von W werden insbesondere interstitielle Fremdatome als kritisch angesehen [128, 129].</p> <p>Für einen Teil der CSL-Grenzen wird eine höhere Kohäsion der Komgrenze beobachtet [135–137]</p>	<p>Tendenziell wird die Segregation von Fremdatomen nachteilig für die Kohäsion der Komgrenzen in W beurteilt [128–130], jedoch werden auch gegenteilige Meinungen vertreten [131–133]. In heutigem W- ist der Einfluss vermutlich vernachlässigbar [134].</p>
Mikrostruktur	Versetzungen	<p>Bei einer hohen Versetzungsdichte sind Ereignisse der Versetzungsmultiplikation mehr wahrscheinlich. Andererseits ist die freie Weglänge für das Gleiten durch Waldversetzungen reduziert [126].</p> <p>TEM-Studien berichten über einen Anstieg der Dichte von Stufenversetzungen in hochgradig umgeformten Metallen [142–144]. Schlussfolgerungen verbinden die erhöhte Dichte von Versetzungen hoher Mobilität [145] 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 [146].</p>	<p>Es ist kein Beleg für einen Einfluss der Dichte von CSL-Grenzen auf die BDT-Temperatur bekannt. Es wird jedoch ein gesteigerter Widerstand gegen interkristalline Rissausbreitung [138] und eine verbesserte Plastifizierung der Komgrenzen [139] diskutiert.</p> <p>Eine höhere Dichte an mobilen Versetzungen, vor allem jedoch von einer gesteigerten Häufigkeit von Multiplikationsprozessen verbessert die Abschirmung der Risspitze [140, 141].</p> <p>Ein Wechsel des ratenlimitierenden Prozesses der Risspitziplastizität von dem Gleiten der Schraubenversetzung zu der Bewegung der Stufenversetzung wird diskutiert.</p>

Tabelle 2.1 (Fortsetzung): Auswahl von Einflussgrößen auf die Spröd-duktil-Übergangstemperatur

Einflussgrößen		Verhalten / Wirkung der Einflussgröße	Möglicher Einfluss auf den BDT
Mikrostruktur (Fortsetzung)	Fremdatome	Die Bildung eines W-x Mischkristalls kann sowohl zu einer Absenkung als auch Erhöhung der Peterls-Barriere führen. Die erzielte Wirkung ist eine Funktion des Substitutionselements an sich, seiner globalen und lokalen Konzentration und der Materialtemperatur [82, 91].	Mit der Ausnahme von W-Re Legierungen nahe der Löslichkeitsgrenze von Re in W [74, 96] und einer Studie zu W-Tc Legierungen [86] ist für W keine Reduktion der BDT-Temperatur durch Mischkristallbildung dokumentiert.
		Simulationen [147] 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 [129, 131, 132].	Ein abschließendes Urteil ist nicht bekannt. Tendenziell wird eine eher nachteilige Wirkung von Fremdelementen in W beobachtet [129]. Damit steigt die BDT-Temperatur mit zunehmender Konzentration der Fremdelemente.
Proben- dimension	Spannungszustand	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 Spannungsintensitätsfaktors nach dem Unterschreiten einer kritischen Probenstärke [57].	Möglicherweise liegt die BDT-Temperatur von dünnen Materialien (Proben im ESZ) unterhalb derer in denen der EDZ vorherrscht; siehe Ref. [148] [Tab. 46.1]. Als Argument dient die Zunahme der plastischen Verformung vor der Risspitze infolge der größeren plastischen Zone im ESZ.

Der BDT in krz Metallen ist bei einer makroskopischen Betrachtung mit der Entwicklung der Fließspannung in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur erklärbar. In Abbildung 2.1 ist für verschiedene einkristalline Metalle die Entwicklung der CRSS gegen die Prüftemperatur dargestellt. Es sind nur Ergebnisse von defektarmen Reinmetallen gezeigt. Dies ist die Begründung für die niedrigen CRSSs der kfz Metalle bei Raumtemperatur, 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 Abbildung 2.1c 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 Raumtemperatur für die Al [149], Cu [150], Ag [151] und Au [151] sehr gering ist und sich ungefähr in dem 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 [50] und Mo [152] sowie für α -Fe [153] in Abbildung 2.1b 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:

- Für hohe homologe Temperaturen liegt die CRSS von krz Metallen in der Region der kfz Metalle.
- Wird eine kritische Temperatur, die *Knietemperatur*, unterschritten, ist die CRSS eine stark temperaturabhängige Größe. Für den Fall einer quasistatischen Belastung beträgt die Knietemperatur in einkristallinen

Reinmetallen¹ ungefähr 20 % der Schmelztemperatur [101]. Eine fortgesetzte Reduktion der Verformungstemperatur hat eine Zunahme der CRSS als Folge. Die Zunahme erfolgt in erster Näherung stetig und umfasst mehrere Größenordnungen.

- Die CRSS von krz Metallen befindet sich bei tiefen Temperaturen in der gleichen Größenordnung wie die Festigkeit dieser Materialien.
- Am absoluten Nullpunkt besitzt die CRSS ihr Maximum. Dieser Maximalwert entspricht der Peierls-Nabarro-Spannung [158, 159]; 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 [160] ist die Quelle des BDT. Die Peierls-Spannung skaliert mit der Energie der Peierls-Barriere [161]. 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 [107]. (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 [162, 163].

Die Klärung dieses Dissenses wurde durch *Smialek et al.* [164] herbeigeführt. Für diese Studie wurden Ta-Einkristallen mit hoher Reinheit hergestellt und nachfolgend gezielt mit 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 Abbildung 2.2 wiedergegeben. Diagramm (a) zeigt die CRSS über die

¹ In Hinblick auf die CRSS von hochreinen krz Einkristallen sind die experimentellen Arbeiten der Gruppe um *Seeger* hervorzuheben: Fe [153], Nb [154], Mo [155], Ta [156] und W [50]. Für die Orientierungsabhängigkeit der CRSS von einkristallinem W sei die Studie von *Argon et al.* [119] empfohlen. Einen umfangreichen Überblick in Bezug auf die CRSS von Metallen geben *Conrad et al.* [157].

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 verunreinigungsfreien Zustand. Die Schnittpunkte mit der Nulllinie weisen darauf hin, dass auch für diese idealisierten Bedingungen die CRSS

- dem Einfluss der Verformungstemperatur unterliegt und
- in einer absoluten Betrachtung die Peierls-Spannung weiterhin mehrere Größenordnungen oberhalb des typischen Wertebereiches für krz Metalle liegt.

In Abbildung 2.2b 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* [129] an W-Einkristallen und polykristallinem W durchgeführt. Diese bestätigen die Schlussfolgerungen von *Smialek et al.* [164]. *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* [126].

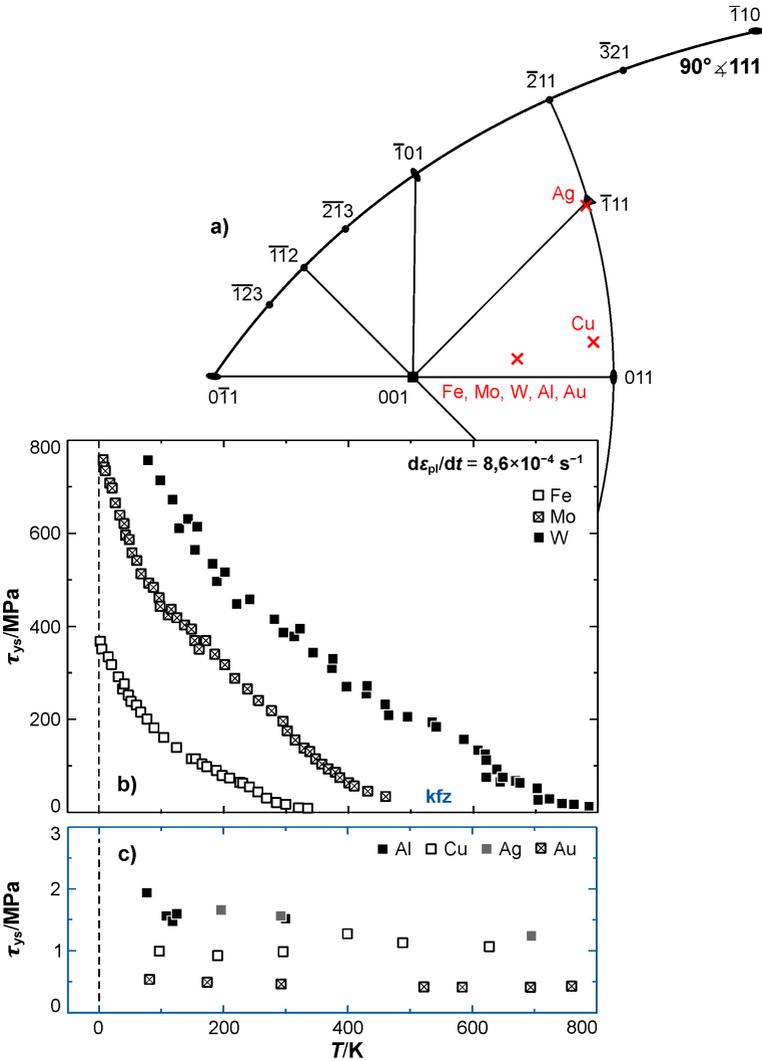


Abbildung 2.1: Kritische Schubspannung von einkristallinen Reinformen. In (a) sind die Probenorientierungen angezeigt. Es ist die kritische Schubspannung τ_{ys} über der Verformungstemperatur T aufgetragen, wobei (b) die Ergebnisse zu kfz und (c) zu kfz Metallen enthält. Die plastische Dehnrate $d\varepsilon_{pl}/dt$ der kfz Experimente ist identisch. Daten aus Ref. [50]: W, Ref. [155]: Mo und Ref. [153]: α -Fe sowie Ref. [149]: Al, Ref. [150]: Cu, Ref. [151]: Ag und Au.

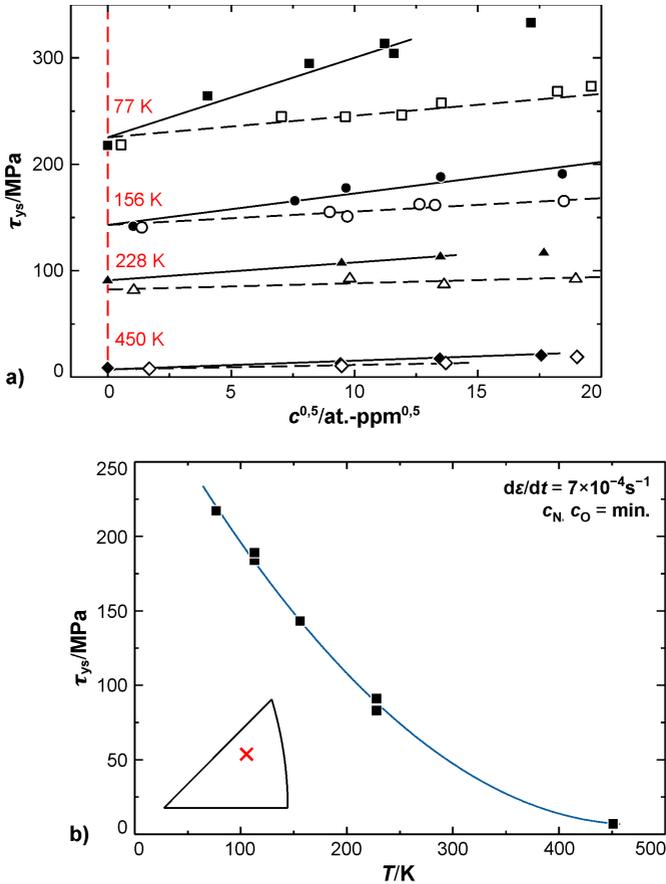


Abbildung 2.2: Einfluss der Fremdelementkonzentration auf die kritische Schubspannung. In Diagramm (a) ist die Entwicklung der kritischen Schubspannung τ_{ys} von Ta-Einkristallen in Abhängigkeit der Konzentration c mit N bzw. O gezeigt. Geschlossene Symbole referenzieren auf die Ergebnisse mit N, offene Symbole auf mit O-Dotierung. In (b) ist die kritische Schubspannung 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; vgl. Abbildung 2.1a. Diagramm (a) nach Ref. [164]; Abbildung (b) aus (a) abgeleitet.

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

Versetzungen in krz Metallen besitzen in der Regel einen Burgers-Vektor des Typen $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$. Während das Gleiten der Stufenversetzung in der Regel als athermisch anzusehen ist, unterliegt die Mobilität der krz Schraubenversetzung unterhalb der Knietemperatur 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 nichtplanaren Kernstruktur [165]. Der Versetzungskern unterscheidet sich damit fundamental von der planaren Struktur der Stufenversetzung [166].

Das Gleiten von Versetzungen ist in zwei Fälle zu unterteilen [167]: (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 [160]. Die Stufenversetzung im krz Gitter besitzen im Verhältnis zur $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung eine geringe Peierls-Spannung [168] und im Ergebnis eine hohe Mobilität [145]. Die Mobilität der in Kategorie (i) fallenden Versetzungstypen ist durch die Wechselwirkung der Versetzung mit anderen Versetzungen, Korngrenzen und Partikeln beschränkt. Diese werden als Gitterdefekte mit langreichweitigen Wechselwirkungen eingeordnet [169]. Kategorie (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 elementare Konsequenzen:

- Die Gleitgeschwindigkeit ist zwischen 0 K und der Knietemperatur vorrangig eine Funktion der Materialtemperatur. Unterhalb der Knietemperatur kann die Temperaturabhängigkeit der mittleren Gleitge-

schwindigkeit über eine Arrhenius-Beziehung abgebildet werden [170].

- Die Mobilität der Schraubenversetzung ist unterhalb der Knietemperatur stark vermindert und weist hinsichtlich des athermischen Gleitens der Stufenversetzung ein Defizit in der Mobilität auf [166].

Low et al. [171] geben als Differenz des zurückgelegten mittleren Gleitweges von Schrauben und Stufenversetzungen während eines Verformungsexperiments bei Raumtemperatur an α -Fe einen Faktor um 20 an. In Bezug auf die Knietemperatur von α -Fe unter quasistatischer Belastung [172] kann Raumtemperatur mit etwa 80 % der Knietemperatur angenommen werden. Experimente von *Lawley et al.* [173] an Mo, ebenfalls bei Raumtemperatur, beziffern den Unterschied in der Mobilität von Schrauben- zu Stufenversetzung mit einem Faktor um 40. Raumtemperatur entspricht im quasistatischen Fall der Verformung von Mo ungefähr 60 % der Knietemperatur [155]. *Infolge der erheblichen Unterschiede in der Mobilität der Versetzungstypen unterhalb von Knietemperatur kontrolliert in krz Metallen die Bewegung der Schraubensegmente die Geschwindigkeit der Expansion eines Versetzungsringes* [166]. *Die Mobilität der Schraubenversetzung limitiert damit das Vermögen von krz Metallen in einem makroskopischem Umfang Spannungen zu relaxieren* [126]. *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. [166] 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 auf die idealen Gitterpositionen im ungestörten Kristall. Der Kern der krz Stufenversetzung besitzt eine planare Struktur, ist also auf eine kristallographische Ebene vom Typ $\{110\}$ beschränkt [174]. Bereits Ende der 1960er Jahre wiesen *Suzuki* [162] und *Hirsch* [163] auf die Notwendigkeit hin, *dass der Kern der krz Schraubenversetzung eine nichtplanare, dreidimensionale Struktur besitzen muss.*

Das lange führende Modell nach *Hirsch* [163] 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* [163] 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 [126].

Die Kernstruktur der krz Schraubenversetzung ist in den letzten Jahren extensiv studiert worden. Hinsichtlich der für alle krz Metalle betreffenden Eigenschaften sind die Arbeiten von *Vitek et al.* [165, 175, 176] hervorzuheben. Untersuchungen in Bezug auf den Versetzungskern in W sind in Ref. [82, 97–99, 177, 178] 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* [176]. Ein weiteres Ergebnis der Simulationen war die Dokumentation von energetisch äquivalenten Versetzungskernen, die in ihrer Struktur zu unterscheiden sind. Nach *Vitek* [176] wird zwischen der degenerierten und der nichtdegenerierten Varianten unterschieden. In W besitzt die Schraubenversetzung einen nichtdegenerierten Kern, wie Berechnungen von *Gröger et al.* [177] und *Romaner et al.* [98] nahelegen.

Der Stand der Kenntnisse zum Kern der krz Stufenversetzung ist durch theoretische Betrachtungen und Simulationen geprägt. Fortschritte auf den Gebieten der Elektronenmikroskopie ermöglichen heute die Bestimmung von Atompositionen am Versetzungskern [179]. Abbildungen im Elektronenmikroskop 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 entziehen sich damit einer direkten TEM-Analyse [180]. 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 untersucht werden müssen. Infolge der Wechselwirkungen mit der freien Oberfläche besitzen Versetzungslinien unter diesen Bedingungen jedoch vornehmlich einen gekrümmten Charakter [179].

2.1.2 Gleiten von Schraubenversetzungen in krz Metallen unterhalb der Krietemperatur unter Zuhilfenahme des Kinkenpaarmechanismus

Die hohe Peierls-Barriere der krz Schraubenversetzung erschwert 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 entlang der dicht-gepackten kristallographischen Ebene berechnet wird [181]. *Unterhalb der Krietemperatur kontrolliert der KPM das Gleiten der Schraubenversetzung in krz Metallen.*

Seeger [182] 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 und bilden das Kinkenpaar. Die Kinken 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 Kinkenpaares gleiten die Kinken parallel zum Linienvektor der Schraubenversetzung. In

den von den 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 [126]. Nach aktueller Kenntnislage ist der BDT in W mit dem Gleiten der Schraubenversetzung nach dem KPM, konkret mit der Bildungsphase des Kinkenpaares, in Verbindung zu bringen; siehe Tabelle 2.2 /S.63.*

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 wird daher als geometrische Kinke bezeichnet. Geometrische Kinken sind eine Maßnahme der Minimierung der potentiellen Energie einer Versetzungslinie. Die Minimierung der potentiellen Energie der Versetzungslinie und der Versetzungslänge determiniert die Form der Kinken [183].

Werden wie beim KPM positive und negative Kinken paarweise gebildet, gedeiht dies unter geometrischen Gesichtspunkten dem Versetzungssegment nicht zu Vorteil. Wird in Abbildung 2.3 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 Kinkenpaar 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 Kinkenpaaren ist durch die Zunahme der Unordnung der Versetzungslinie in

der Gegenwart von Kinkenpaaren 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 Kinkenpaare und für einen spannungsfreien Kristall kann die Konzentration an Kinkenpaaren als eine Funktion der Materialtemperatur ausgedrückt werden [184]. *Kinkenpaare sind somit Gleichgewichtsdefekte der Versetzungslinie* [183]. *Die Kinken eines Kinkenpaares werden als thermische Kinken bezeichnet und sind strikt von den geometrischen Kinken zu unterscheiden. Bei der Betrachtung des Gleitens gemäß des KPM sind nur die thermischen Kinken von Bedeutung.* Wie eingangs kurz umrissen, besteht der KPM aus drei sequenziell ablaufenden Phasen, der

- i. Kinkenpaarbildung,
- ii. Expansion und
- iii. Annihilation des Kinkenpaares.

Kinkenpaarbildung, i. Phase

Das Versetzungsgleiten nach dem KPM setzt die Bildung stabiler Kinkenpaare voraus. Ein Kinkenpaar wird als stabil bezeichnet, wenn das Kinkenpaar trotz der anziehenden Wechselwirkung zwischen den Kinken keine kollabierende Tendenz besitzt. Die Peierls-Energie der Kinkenpaarbildung ist für W experimentell auf 2,1 eV bestimmt worden [80, 81].

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* [185]. Die effektive Schubspannung wird in Kapitel 2.1.3 behandelt. Die an den Versetzungssegmenten angreifenden Peach-Köhler-Kräfte [186]

wirken der anziehenden Wechselwirkung von positiver und negativer Kinke entgegen [181]. Damit agieren die Peach-Köhler-Kräfte entgegen der kollabierenden Tendenz eines Kinkenpaares. Hohe Kräfte bewirken eine Stabilisierung von Kinkenpaaren, auch bei geringen Kinkenabständen. Das Modell für den Niederspannungsfall entspricht den von *Seeger* [182] getroffenen Annahmen zum KPM. Im Hochspannungsfall entwickelt sich ein Kinkenpaar aus einer in der Versetzungslinie zu bildenden kritischen Auswölbung [183]. Beide Fälle sind in Abbildung 2.3 dargestellt. Rechts ist der Niederspannungsfall abgebildet. Die direkte Bildung eines stabilen Kinkenpaares 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 entwickelt sich im Anschluss ein stabiles Kinkenpaar [187]. Die roten Strichlinien beschreiben den zeitlichen Ablauf. Phase 1 der Kinkenpaarbildung 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 Kinkenpaar in einem Schritt zusammengefasst.

Obwohl mit dem Niederspannungs- und Hochspannungsansatz zwei Modelle für die Kinkenpaarbildung existieren, ist in Abbildung 2.4 das Temperaturfenster zwischen 0 K und Knietemperatur dreigeteilt. Basierend auf dem Quotienten aus effektiver Schubspannung und Peierls-Spannung kann nach *Kiener et al.* [185] für reine krz Metalle in erster Näherung eine universelle Einteilung vorgenommen werden, also unabhängig von dem betrachteten Metall. *Regime (i) umfasst die Kinkenpaarbildung nach dem Niederspannungsmodell* und reicht von 0 % bis etwa 5 % der Peierls-Spannung. Als Temperatur ausgedrückt entspricht dies dem Bereich zwischen Knietemperatur und ungefähr 80 % der dieser [185]. In diesen Grenzen ist die Kinkenpaarbildung ein vorrangig thermisch aktivierter Prozess. Die Kinken eines stabilen Kinkenpaares sind klar isoliert und die anziehende Wechselwirkung zwischen den Kinken ist nur schwach ausgeprägt [184]. In *Regime (i)* kann das Kinkenpaar vereinfacht als die Summe zweier isolierter Kinken betrachtet werden. *In Regime (iii) kommt das Modell für den Hochspannungsfall zur*

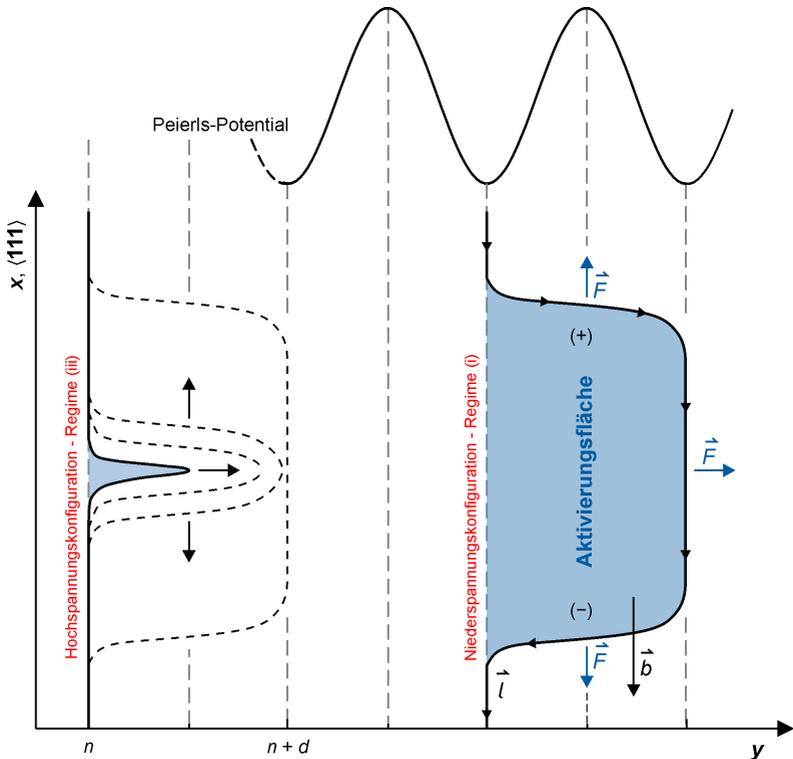


Abbildung 2.3: Ausprägungen des Kinkenpaarmechanismus. Es ist ein Schnitt entlang einer Gleitebene gezeigt, die durch die Richtung x parallel zum Burgersvektor b und zur Gleitrichtung y definiert ist. Die schwarzen Strichlinien im linken Beispiel geben den zeitlichen Verlauf der Entwicklung zu einem Kinkenpaar 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 Blau eingetragen. Die blauen Flächen sind ein Maß für die Aktivierungsfläche des ratenkontrollierenden Prozesses; qualitativ. In Anlehnung an Ref. [168, 169].

Anwendung. Dieses erstreckt sich von etwa 30 % der Peierls-Spannung bis zur Peierls-Spannung bzw. zwischen 35 % der Krietemperatur und dem Nullpunkt; d.h. 0 K [185]. Die Ausbildung der kritischen Auswölbung ist

vorwiegend spannungsinduziert und der Betrag der geleisteten mechanischen Arbeit nimmt mit abnehmender Verformungstemperatur zu [188]. Nach Formung einer kritischen Auswölbung entwickelt sich diese zu einem Kinkenpaar. Von diesen beiden Prozessen ist die Ausbildung der kritischen Auswölbung in der Versetzungslinie der geschwindigkeitskontrollierende Schritt [183]. 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 Abbildung 2.4b als *Regime (ii)* gekennzeichnet, ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass hier weder das Modell für den Niederspannungsfall noch für die Hochspannungskonfiguration gültig ist [185]. Regime (ii) besitzt die Grenzen 5 – 30 % der Peierls-Spannung und 35 – 80 % der Knietemperatur. Weder die direkte Kinkenpaarbildung noch die Ausbildung einer kritischen Auswölbung können für eine valide Beschreibung des Bildungsprozesses herangezogen werden [185]. Bei den hier ausgewiesenen Temperaturen ist darauf zu achten, dass bei einer Konvertierung als Fraktion der Schmelztemperatur immer der Einfluss der Dehnrate auf die Knietemperatur berücksichtigt werden muss, vgl. Abbildung 5.22 /S. 249 für eine detailliere Aufbereitung dieses Zusammenhangs.

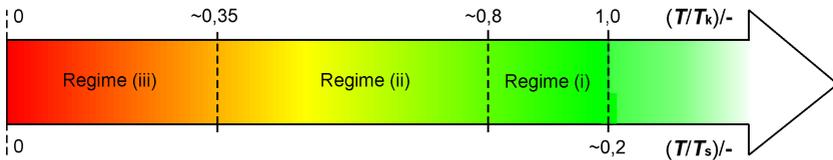


Abbildung 2.4: Regime der Kinkenpaarbildung. Es sind die Lagen der Regime in Bezug auf die Schmelztemperatur T_s und Knietemperatur T_k eingeordnet. Der Farbbalken zeichnet die Entwicklung der kritischen Schubspannung in einkristallinem W nach; vgl. Abbildung 2.1 /S. 18. Bezüglich der Dehnratensensitivität der Verbindung Schmelztemperatur-Knietemperatur siehe Abbildung 5.22 /S. 249. Konstruiert mit Daten aus Ref. [50, 185].

Expansion des Kinkenpaares, ii. Phase

Konnte ein stabiles Kinkenpaar gebildet werden, folgt in Gegenwart einer Schubspannung umgehend die 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 Kinkenpaar 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 Kinkenpaarbildung (Peierls-Barriere erster Ordnung) und gewöhnlich auch in Relation zu der thermisch bereitgestellten Energie [167]. Daraus folgt, dass die Zeitspanne, die für die Expansion des Kinkenpaares benötigt wird, ebenfalls kurz ist. *In Relation zur mittleren Wartezeit für die Bildung eines stabilen Kinkenpaares ist die Zeit vernachlässigbar, die statistisch 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 Kinkenpaarbildung in der Schraubenversetzung wird von Ziebart [81] und Brunner et al. [80] in Übereinstimmung eine Energie von 2,1 eV gemessen. In der gleichen Studie gibt Ziebart [81] 0,2 eV als Peierls-Energie für die Kinkenbewegung an. Dieser Wert ist etwas geringer als die von Chambers et al. [189] berichtete Energie von 0,25 eV. Eine mögliche Erklärung hierfür ist die höhere Konzentration von Fremdelementen in den Proben der zuletzt genannten Studie. Durch die niedrige Gitterreibung der Stufenversetzung ist bis zu sehr tiefen Materialtemperaturen eine hohe Mobilität der Kinken gewährleistet.

In der Gegenwart einer Schubspannung erfolgt die Kinkenpaarbildung mit hoher Wahrscheinlichkeit in Richtung der Peach-Köhler-Kraft, die an der Versetzungslinie der Schraubenversetzung angreift; siehe Abbildung 2.3.

Damit verbinden Kinkenpaare den aktuellen Aufenthaltsort einer Schraubenversetzung im Peierls-Tal und das, in Bezug auf die Gleitrichtung der Schraubenversetzung, nachfolgende Peierls-Tal. Durch das Kinkenpaar ist die Gleitebene der Schraubenversetzung festgelegt und durch die Linienvektoren der Kinken und den Burgers-Vektor definiert. Oft werden nach Verformungsexperimenten an W-Einkristallen Gleitlinien entlang $\{112\}$ -Ebenen beobachtet [88, 119, 190]. 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 das Gleiten der Schraubenversetzung auf kristallographischen Ebenen erfolgt, die nicht vom Typ $\{110\}$ sind [177, 191]. *Marichal et al.* [192] beschreibt Anhaltspunkte für die Aufklärung dieses Dissens. Während in-situ Verformungsexperimente wurde eine direkte Korrelation zwischen dem Gleiten auf $\{110\}$ -Ebenen und dem Auftreten von $\{112\}$ -Gleitlinien festgestellt [192]. *Dies demonstriert, dass aller Wahrscheinlichkeit nach in W zwischen der wahren atomistischen und der scheinbaren mikroskopischen Gleitebene zu unterscheiden ist.*

Annihilation des Kinkenpaares, iii. Phase

Die Expansion eines Kinkenpaares endet an den Kinken der benachbarten Kinkenpaare. Das Zusammentreffen von positiver Kinke des einen und negativer Kinke des anderen Kinkenpaares bewirkt die Auslöschung des Kinkenpaares. 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 der KPM von der Herstellhistorie beeinflusst ist. Bei der Diskussion muss jedoch zwischen dem thermischen und athermischen Anteil der CRSS unterschieden werden. Nur die Höhe des thermischen Anteils ist für die Kinkenpaarbildung maßgeblich.

Nach Seeger [193, 194] besteht die direkt im Experiment zu messende CRSS unterhalb der Knietemperatur aus zwei unabhängigen Komponenten. (i) Der athermische Anteil der kritischen Schubspannung ist lediglich indirekt über dem Schubmodul² und im Vergleich zur Entwicklung der CRSS unwesentlich von der Materialtemperatur beeinflusst [169]. 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 [183]. Dies sind vorrangig Spannungsfelder andere Versetzungen oder Wechselwirkungen mit Korngrenzen [169] und 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 Lastrate 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

² Durch die Abhängigkeit des Schubmoduls von der Materialtemperatur ist die athermische Komponente strenggenommen keine Konstante. Dies ist in Abbildung 2.5 durch die blau gestrichelte Linie verdeutlicht. Diese Abnahme der Höhe des athermischen Anteils setzt sich oberhalb der Knietemperatur fort.

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* [195]. *Hierdurch ist die Dehnratensensitivität der effektiven Schubspannung erklärbar. Arsenault [196] gibt als obere Grenze der thermischen Aktivierbarkeit ein Spannungsfeld mit der Ausdehnung von etwa 10 Burgers-Vektoren an. Hindernisse, die über größere Entfernungen hinweg mit der Versetzung wechselwirken, können nicht durch thermische Fluktuationen überwunden werden und werden zu den langreichweitig-wechselwirkenden Hindernissen gezählt.* Zu den kurzreichweitig wechselwirkenden Gitterdefekten zählt in erster Linie die Periodizität des Kristallgitters als solche. In Kombination mit der Kerngeometrie der Schraubversetzung entspricht die periodische Struktur des Kristallgitters dem effektiven Widerstand des Gitters. *Schulze et al. [169] ordnen ebenfalls Fremdatome zu den kurzreichweitigen Gitterdefekten hinzu.*

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 [193]* ist die CRSS als die Summe aus effektiver Schubspannung und dem athermischen Anteil aufzufassen. Die Zerlegung der CRSS gestaltet sich daher unkompliziert per Subtraktion und der Betrag der effektiven Schubspannung kann mittels der Formulierung

$$\tau^*(T, \dot{\gamma}_{pl}) = \tau_{ys} - \tau_a(\mu, \varphi) \quad (2.1)$$

ermittelt werden, wobei τ_a die athermische Komponente ist und τ_{ys} die im Experiment bestimmte CRSS. Die in den Klammern angegebenen Variablen weisen auf Einflussfaktoren hin und sind nicht als Bestandteil der Funktion zu verstehen. Hierbei ist T die Temperatur, $\dot{\gamma}_{pl}$ die plastische Verformungsrate, μ der Schubmodul und φ der Umformgrad als Repräsentant der Produktionshistorie. Die CRSS unterliegt allen aufgeführten Einflussfaktoren. Die hier vorgenommene Aufzählung ist nur für Reinetalle 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 [197], ist der Beitrag von Phasengrenzen als Ergebnis der Ausscheidung von Partikeln zu der CRSS dem athermischen Anteil zuzurechnen [169].

In Abbildung 2.5 ist die additive Natur der Einzelkomponenten der CRSS verdeutlicht. Für zwei W-Materialien ist der Verlauf der CRSS unter quasi-statischer Belastung über der Prüftemperatur im Zugversuch dargestellt. Die schwarzen Datenpunkte zeigen den Verlauf für einen hochreinen W-Einkristall mit geringer Versetzungsdichte [198], wie von *Brunner et al.* [50] festgestellt. Der W-Einkristall war in der Zone maximalen Schmid-Faktors orientiert; vgl. Abbildung 2.1a. Die Ergebnisse von *Bonk et al.* [199] zu hochgradig warmgewalzten W mit nur technischer Reinheit sind in Rot eingezeichnet. Die Zugrichtung war parallel zu der Walzrichtung orientiert. Einkristallines W bietet einer plastischen Verformung oberhalb der Knietemperatur von etwa 775 K annähernd keinen Widerstand. Es wird eine CRSS von lediglich 13 MPa abgetragen [50]. In erster Näherung entspricht dieser Wert dem athermischen Anteil für W-Einkristalle. Nach der Unterschreitung der Knietemperatur wird eine Zunahme der CRSS gemessen; z. B. auf etwa 140 MPa bei 600 K [50]. Die Zunahme ist die Konsequenz des Erfordernisses einer thermischen Aktivierung der Bewegung der Schraubenversetzung in krz Metallen. Damit kontrolliert in einkristallinem W die effektive Schubspannung die CRSS. In diesem speziellen Fall (Einkristall) kann in erster Näherung die effektive Schubspannung mit der gemessenen CRSS gleichgesetzt werden. Für polykristallines W ist diese Vorgehensweise nicht valide. Im gewählten Beispiel beträgt die CRSS für hochgradig warmgewalztes W auch bei hohen Prüftemperaturen noch mehrere hundert Megapascal. In dieser Ausarbeitung wird die CRSS an der Knietemperatur dem athermischen Anteil der CRSS zugeordnet; vgl. Abbildung 2.5. An der Knietemperatur wurde von *Bonk* [200] ein Wert von rund 320 MPa gefunden. Damit trägt anders als im Beispiel von W-Einkristallen in polykristallinen Materialien der athermische Anteil signifikant zu der CRSS bei. Als Begründung ist die zu einkristallinen Materialien fundamental abweichende Mikrostruktur von

polykristallinem W anzuführen. Das in Abbildung 2.5 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.*

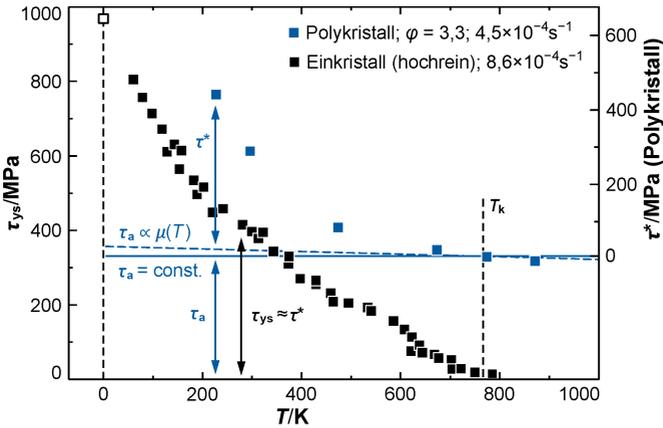


Abbildung 2.5: Thermische und athermische Komponente der kritischen Schubspannung. Die kritische Schubspannung τ_{ys} für W im einkristallinen bzw. polykristallinen Zustand ist über der Temperatur T aufgetragen. Die athermische Komponente τ_a ist an der Knetemperatur T_k abgetragen. Dabei beruht die Knetemperatur auf den Daten zu W-Einkristallen und trifft damit wahrscheinlich nicht die Knetemperatur für die Verformungsbedingungen der Experimente an polykristallinem W. Die blaue Linie zeigt den athermischen Anteil als Konstante, die Strichlinie als Funktion des Schubmoduls μ bzw. der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls. Die Strichlinie wurde nach *Seeger et al.* [201] [Gl. 41] und den Angaben zum Schubmodul aus Ref. [1] angenähert. Die effektive Schubspannung τ^* des polykristallinen Materials kann direkt auf der rechten Ordinate abgelesen werden. Für W-Einkristalle entspricht die effektive Schubspannung in erster Näherung der kritischen Schubspannung; ablesbar auf der linken Ordinate. Daten für W-Einkristalle aus *Brunner et al.* [50], für polykristallines W aus *Bonk et al.* [199]. Für die Berechnung hinsichtlich polykristallinem W wurden die Werte der Fließspannung aus *Bonk et al.* [199] durch einen Taylor Faktor von 3,0 dividiert [200].

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 [166]. Das Peierls-Potential ist eine kontinuierliche Abfolge von Energieminima und -maxima; siehe Abbildung 2.6. 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 [202]. Per Definition ist die Peierls-Spannung proportional zu der ersten Ableitung des Peierls-Potentials am Wendepunkt [183]. *Oberhalb der Krietemperatur 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 Krietemperatur 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 kann auf diesen Mechanismus zurückgeführt werden.

Helmholtz- und Gibbs-Energie der Aktivierung, mechanische Arbeit

Versetzungsgleiten setzt das Überwinden der Peierls-Barriere (die Aktivierung) 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 als Folge von thermischen Fluktuationen.* Die Frequenz der Versuche die Peierls-Barriere rein thermisch oder thermisch spannungsassistiert zu über-

winden kann in erster Näherung mit einem Wert in der Größenordnung der Debye-Frequenz angenommen werden [203]; vgl. *Jani et al.* [204] hinsichtlich experimenteller 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 Knettemperatur dem Einfluss der Verformungsrate.*

Die Beschreibung der Nettorate als Funktion der Temperatur und der aufgebrauchten Schubspannung erfordert Kenntnis über die involvierten thermodynamischen Größen und ihrer Wechselbeziehungen. *Hull et al.* [126] folgend wird nachfolgend die Energie zur Überwindung der Peierls-Barriere als eine Helmholtz-Energie der Aktivierung für das Versetzungsgleiten ausgedrückt. Weiterhin führen *Hull et al.* [126] aus, dass

$$\Delta F^* = \Delta G^* + \tau^* V^* \quad (2.2)$$

sei, wobei ΔG^* die Gibbs-Energie der Aktivierung ist und der zweite Term das Produkt aus effektiver Schubspannung τ^* und dem effektiven Aktivierungsvolumen der Versetzungsbewegung V^* ist. *Diese Aufteilung impliziert, dass die Helmholtz-Energie der Aktivierung für das Versetzungsgleiten 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 dieser erfolgt entlang der Knettemperatur. Experimente von *Brunner* [205] zur Entwicklung der effektiven Schubspannung und der Dehnratesensitivität der Fließspannung in *W*-Einkristallen zeigen direkte Evidenz, dass mit dem über- oder unterschreiten der Knettemperatur eine Veränderung im Materialverhalten eintritt. Unterhalb der Knettemperatur nimmt sowohl die effektive

Schubspannung und die Dehnratensensitivität mit zunehmender Prüftemperatur ab. Mit dem Erreichen der Knietemperatur gehen beide Kennwerte gegen null und verbleiben auf diesem Level, sofern einkristalline Materialien untersucht werden.

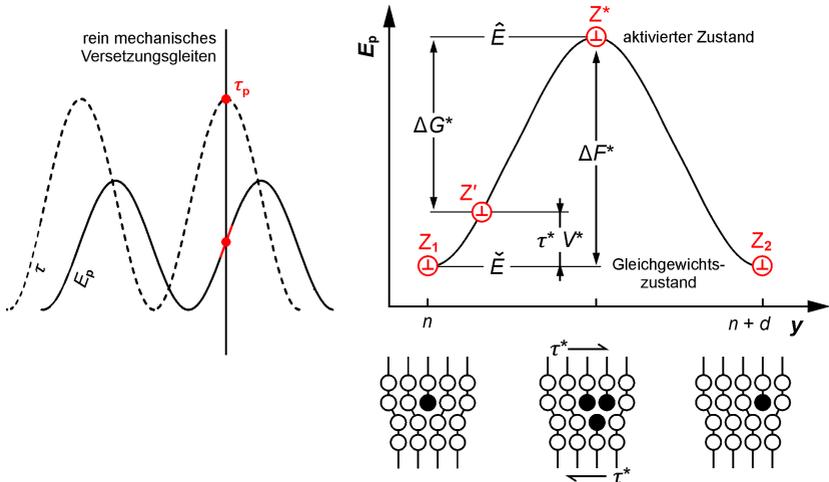


Abbildung 2.6: Thermodynamische Betrachtung des Gleitens von Versetzungen. Eine Periode des Peierls-Potentials E_p ist über der Gleitrichtung y aufgetragen. Die energetisch äquivalenten Zustände Z_1 und Z_2 mit der Energie \tilde{E} stellen Peierls-Täler dar. Diese sind räumlich, entlang der Gleitrichtung 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 ΔF^* , getrennt. Die Helmholtz-Energie der Aktivierung, die benötigt wird, um die Peierls-Barriere Z^* zu überwinden, ist in die (thermische) Gibbs-Energie der Aktivierung ΔG^* und die mechanisch geleistete Arbeit $\tau^* V^*$ aufgeteilt. Die effektive Schubspannung τ^* 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. Teilabbildungen nach Ref. [126, 161, 186, 203]; kombinierte und erweiterte Darstellung.

Fall (i) beschreibt das Gleiten von krz Schraubenversetzungen oberhalb der Knietemperatur. Oberhalb der Knietemperatur 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: Die Aktivierung der Versetzungsbewegung ist alleinig durch thermische Fluktuationen getragen*³. *Somit ist auch die Lage der Knietemperatur von der Lastrate beeinflusst und nicht als eine Konstante zu verstehen.* Unter den von Brunner [205] gewählten quasistatischen Verformungsbedingungen wird für hochreines W die Knietemperatur um 775 K gefunden. Eine Abschätzung der Verschiebung der Knietemperatur für schnellere bzw. reduzierte Dehnraten wird in dieser Ausarbeitung in Abbildung 5.22 /S. 249 vorgenommen. Werden die von Meyers [15] definierten Grenzen der quasistatischen Belastung als Grundlage genommen, diese sind 10^{-5} s^{-1} hinsichtlich der Abgrenzung zur Kriechverformung und 5 s^{-1} als untere Grenze der dynamischen Belastung, variiert die Knietemperatur in hochreinem W in dem Temperaturfenster 600 – 1000 K, sofern die Abschätzung auf Basis der von Brunner [205] dokumentierten Daten erfolgt. Fremdelemente sollten ebenfalls die Knietemperatur beeinflussen; siehe Šesták et al. [101] bezüglich der Ergebnisse zu reinem α -Fe und einer Fe6Si-Legierung.

Fall (ii) beschreibt das Gleiten der krz Schraubenversetzung unterhalb der Knietemperatur. *Unterhalb der Knietemperatur ist die Energie der thermischen Fluktuationen allein nicht ausreichend, um die Bewegung der Schraubenversetzung mit der erforderlichen Wahrscheinlichkeit pro Zeiteinheit zu aktivieren.* Oder in Raten ausgedrückt: Die Nettorate der Überwindungen der Peierls-Energie ausschließlich auf Basis der thermischen Energie ist geringer als die extern aufgezwungene Rate der plastischen Verformung. *Tatsächlich, ist jedoch für die Nettorate nicht die Peierls-Energie maßgeblich.* Nach

³ Diese Situation gilt grundsätzlich für die Bewegung der Schrauben- und Stufenversetzung in kfz Metallen [202] und weitestgehend auch für das Gleiten der Stufenversetzung in Metallen mit krz Kristallstruktur [126].

Anderson et al. [184] folgt die Nettorate der Aktivierung einer mit dem Arrhenius-Exponenten verwandten Exponentialfunktion

$$\left. \begin{array}{l} P \\ J \\ \bar{v}_m \\ \dot{\epsilon}_{pl} \end{array} \right\} \propto \exp\left(-\frac{\Delta F^* - \tau^* V^*}{k_B T}\right) \quad (2.3)$$

wobei ΔF^* die Helmholtz-Energie der Aktivierung für das Versetzungsgleiten ist und $\tau^* V^*$ die an der Versetzungslinie geleistete mechanische Arbeit darstellt. Das Produkt aus Boltzmann-Konstante k_B und der Verformungstemperatur T bildet den Nenner. Die Exponentialfunktion kontrolliert eine Vielzahl von Eigenschaften der plastischen Verformung von krz Metallen [184]: Die Wahrscheinlichkeit P für die Bildung eines stabilen Kinkenpaares pro Gitterschwingung, die Nettorate J der Kinkenpaarbildung, sowie die mittlere Gleitgeschwindigkeit \bar{v}_m der krz Schraubenversetzung. *Limitiert die Schraubenversetzung auch die Gleitgeschwindigkeit der angrenzenden Versetzungssegmente mit Stufencharakter* [166], *kann auf Basis der Orowan-Gleichung die Aufzählung um die plastische Dehnrate $\dot{\epsilon}_{pl}$ als makroskopischer Kenngröße erweitert werden* [186]. 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 Gleichung 2.2 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 Aussage ist nur vor dem Hintergrund einer konstanten Peierls-Energie und Verformungstemperatur zu verstehen.

Unter physikalischen Gesichtspunkten wird der Standpunkt vertreten, 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 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 [186]. Das Erreichen der Fließspannung charakterisiert den Punkt, an dem bei elastisch ideal-plastischem Materialverhalten eine weitere Kompensation der Verlängerung des Probenkörpers nicht durch eine weiter zunehmende Auslenkung der Atome realisiert wird. 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 Rate entsprechen, die durch die Prüfmaschine aufgezwungen wird.*

Nach der Erläuterung der Randbedingungen für dieses Gedankenexperiment sei darauf hingewiesen, dass in diesem Fall (ii) angenommen wird, also das Gleiten der Schraubenversetzung unterhalb der Knietemperatur. Es ist ausgeführt worden, dass unter diesen Randbedingungen die Wahrscheinlichkeit der rein thermischen Aktivierung des Gleitens der krz Schraubenversetzung zu gering ist, als dass eine vollständige Kompensation der aufgezwungenen Dehnrate durch plastische Verformung gewährleistet werden kann. 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 Gleichung 2.2 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 einer angreifenden Schubspannung erreicht. Die Schubspannung, bei der ein Gleichgewicht aus externer und plastischer Dehnrate hergestellt wird, entspricht der effektiven Schubspannung. Dieser selbstbalancierende Mechanismus erklärt Duktilität von krz Metallen auch unterhalb der Knietemperatur.* Unter diesen Modellbedingungen ist der BDT in erster Näherung mit der Temperatur verknüpft, bei der die mit der effektiven Schubspannung verbundene Zunahme der potentiellen Energie die Bindungsenergie übersteigt.

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 Belang ist, also Versetzungsgleiten an der BDT-Temperatur stets als das Resultat von zur Verfügung stehender thermischer Energie und geleisteter mechanischer Arbeit aufzufassen ist. Es sei darauf hingewiesen, dass das in Abbildung 2.6 gezeigte kinematische Beispiel auf Basis einer Periode des Peierls-Potentials nur für starre Versetzungslinien gültig ist⁴. Die Phase der angenommenen Sinusfunktion [183] ist so gewählt, dass der Beginn und das Ende der abgebildeten Periode des Peierls-Potentials mit dem Minimum der potentiellen Energie \check{E} der Versetzungslinie übereinstimmen. Die Peierls-Energie entspricht dem Zweifachen der Amplitude der Sinusfunktion. Der Zustand Z_1 repräsentiert die Linie einer Versetzung in einer mit n gekennzeichneten beliebigen Gleichgewichtsposition der Versetzungslinie. Der Zustand Z_2 am Ende der dargestellten Periode sei ein unmittelbar auf n folgendes Peierls-Tal mit d als Betrag des Abstandes zu Z_1 . Im spannungsfreien Zustand sind Z_1, Z_2 beides Gleichgewichtspositionen und damit energetisch äquivalent. Wirkt eine Schubspannung nimmt die Versetzungslinie den Zustand Z' an, welcher mit einer höheren potentiellen Energie als am Minimum gekennzeichnet 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^* zu überwinden, also die damit verbundene Barrierenenergie \hat{E} aufzubringen.* Aus Abbildung 2.6 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 nach Gleichung 2.3 bei der gleichen Verformungstemperatur und Versuchsfrequenz (Debye-Frequenz) die Rate der erfolgreichen Überwindungen der Peierls-Barriere (Nettorate) größer. Nach einem erfolgreichen Ereignis ist die Versetzungslinie um einen Elementarschritt entlang der Gleitrichtung abgeglitten und liegt in dem nächsten Peierls-Tal. Die Zeit, in

⁴ D. Kiener, Österreichische Akademie der Wissenschaften, Erich-Schmid-Institut, Leoben: Persönliche Kommunikation

der im Mittel eine Überwindung der Barriere erfolgt bzw. die Anzahl der Versuche, die im Durchschnitt benötigt werden, um den Restbetrag der Peierls-Energie durch kohärente thermische Fluktuation bereitzustellen, wird von der Gibbs-Energie der Aktivierung bestimmt. Nachfolgend werden zwei Beispiele betrachtet, um die Gesetzmäßigkeiten in diesem selbstbalancierenden System zu verdeutlichen.

Beispiel (i)

Abgesenkte Prüftemperatur bei konstanter Dehnrage

Für die Diskussion des Einflusses der Verformungstemperatur auf die Höhe der Gibbs-Energie der Aktivierung ist als Beispiel (i) ein Experiment erdacht worden, dass zwei Zugversuche umfasst. *Beide Zugversuche erfolgen mit einer identischen plastischen Dehnrage, jedoch bei unterschiedlichen Prüftemperaturen.* Die für Abbildung 2.7a getätigten Berechnungen und der später anhand von Abbildung 2.7b vorgenommene Vergleich mit experimentellen Daten basiert auf den von Brunner [205] berichteten Ergebnissen zu den Verformungseigenschaften von W-Einkristallen mit hoher Reinheit.

In Abbildung 2.7a sind Kurven gleicher Prüftemperatur über den Betrag der effektiven Schubspannung eingezeichnet. Die Isothermen bilden die Entwicklung der Nettorate der Kinkenpaarbildung 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. Gleichung 4.19ff /S. 144. Als Randbedingung der Zugversuche 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 aus Gleichung 2.3 von 10^{-13} entspricht. *Zugversuch 1 erfolgt bei einer Temperatur von 800 K.* Der Erwartungswert der effektiven Schubspannung für Zugversuch 1 ist aus Abbildung 2.7a wie folgt zu ermitteln:

- i. Die Isotherme für 800 K wird identifiziert.
- ii. Der Isothermen für 800 K wird gefolgt, bis diese einen Wert von 10^{-13} annimmt. Diese Position ist mit (1) markiert.

- iii. Anhand von Position (1) wird der Wert der effektiven Schubspannung abgetragen.

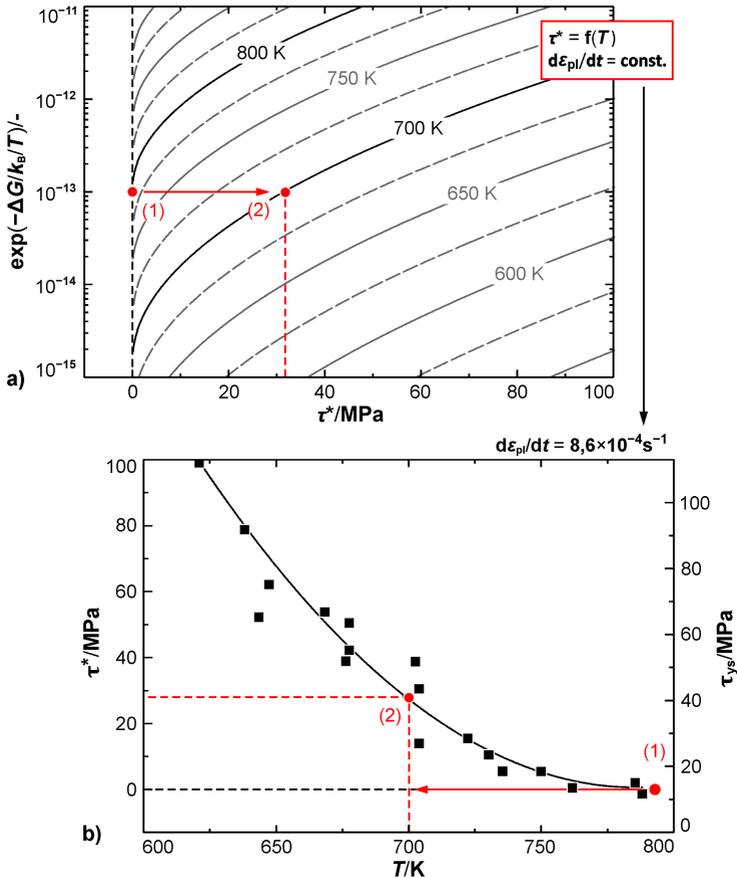


Abbildung 2.7: Approximation der Entwicklung des Arrhenius-Exponenten und abhängiger Größen; Beispiel (i): konstante Dehnrates – variable Verformungstemperatur. In (a) ist das Ergebnis des Arrhenius-Exponenten bestehend aus der Gibbs-Energie der Aktivierung ΔG , Boltzmann-Konstanten k_B und Temperatur T über der effektiven Schubspannung τ^* aufgetragen. Die Kurven repräsentieren Isothermen der Exponentialfunktion. In (b) ist die Entwicklung der effektiven Schubspannung bei konstanter Dehnrates $d\varepsilon_{pl}/dt$ gezeigt.

Für Zugversuch 1 beträgt der Erwartungswert der effektiven Schubspannung 0 MPa. Somit kann geschlussfolgert werden, dass unter den Verformungsbedingungen von Zugversuch 1 die Krietemperatur niedriger als 800 K ist. Diese Folgerung wird durch den Verlauf der effektiven Schubspannung über der Temperatur in Abbildung 2.7b bestätigt.

Für Zugversuch 2 wird die Temperatur auf 700 K reduziert. Damit ist in Abbildung 2.7a die Isotherme für 700 K als Merkmal zu wählen. Als Position (2) ist der Schnittpunkt der Isothermen mit 10^{-13} markiert und spiegelt die Verformungsbedingungen von Zugversuch 2 wider. Die effektive Schubspannung für Zugversuch 2 beträgt etwa 30 MPa. Dies zeigt an, dass unter den Verformungsbedingungen von Zugversuch 2 die Krietemperatur größer als 700 K ist. In Brunner [205] ist die Krietemperatur mit 773 K angegeben. Das oben dargelegte Schema gestattet die Betrachtung der Gründe, die zu dem Anstieg der effektiven Schubspannung zwischen Zugversuch 1 und 2 führen:

- i. Die Abnahme der Materialtemperatur um 100 K verringert die Wahrscheinlichkeit einer Überwindung der Peierls-Barriere pro Gitterschwingung.
- ii. Bei unveränderter Versuchsfrequenz (Bruttorate), die in etwa mit der Debye-Frequenz anzunehmen ist [203], sinkt somit die Rate der erfolgreichen thermisch assistierten Überwindungen der Peierls-Barriere pro Zeitintervall (Nettorate).
- iii. Da die Versuchsfrequenz für Zugversuch 1 und 2 identisch ist, und auch die aufgezwungene Dehnrage konstant ist, muss jedoch die Wahrscheinlichkeit jedoch weiterhin proportional 10^{-13} sein. Die Wahrscheinlichkeit für die erfolgreiche Überwindung der Peierls-Barriere bei 700 K muss zur Kompensation der aufgezwungenen Dehnrage ungeachtet der reduzierten Temperatur der Wahrscheinlichkeit für 800 K (präzise: der Wahrscheinlichkeit an der Krietemperatur) entsprechen.
- iv. Da die zur Verfügung stehende thermisch Energie pro Versuch von der Materialtemperatur bestimmt wird, kann ein Absinken der

- Wahrscheinlichkeit nur durch eine ebenfalls verringerte Gibbs-Energie der Aktivierung abgewendet werden.
- v. Die Peierls-Energie ist durch die veränderte Prüftemperatur nicht beeinflusst, d. h. konstant. Nach Gleichung 2.2 muss das Defizit in bereitgestellter thermischer Energie somit durch einen Anstieg der geleisteten mechanischen Arbeit kompensiert werden.
 - vi. Die Folge der Zunahme des mechanischen Anteils bei der Überwindung der Peierls-Barriere ist die Zunahme der effektiven Schubspannung; wie in Abbildung 2.7b dokumentiert.

Beispiel (ii)

Beschleunigte Dehnrates bei konstanter Prüftemperatur

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

Die Struktur von Abbildung 2.8a ist identisch zu dem zuvor erörterten Diagramm in Abbildung 2.7a. *Zugversuch 1 in Beispiel (ii) wird mit einer Dehnrates durchgeführt, dessen Kompensation mittels Versetzungsgleiten einen Exponenten vom Betrag 10^{-14} voraussetzt.* Die Verformungsbedingungen für Zugversuch 1 sind in Abbildung 2.8a mit (1) markiert. Der Betrag von 10^{-14} entspricht in etwa dem Funktionswert der Isothermen für 725 K bei 0 MPa. Dies weist darauf hin, dass bei Dehnrates 1 die Prüftemperatur von 750 K größer als die Knietemperatur ist. *Zugversuch 2 wird mit einer um zwei Größenordnungen gesteigerten Dehnrates durchgeführt.* Für Dehnrates 2 beträgt der neue Zielwert für die Exponentialfunktion aus Gleichung 2.3 somit 10^{-12} . Um die Änderung der Dehnrates thermodynamisch nachzuvollziehen, wird in Abbildung 2.8a der Isothermen für 750 K bis Position (2) gefolgt. Unter den Verformungsbedingungen von Zugversuch 2 wird der Erwartungswert der effektiven Schubspannung zu etwa 40 MPa bestimmt. Damit ist, obwohl die Materialtemperatur in Beispiel 2 konstant gehalten wurde, in Experiment 1 die Prüftemperatur größer als die Knietemperatur und

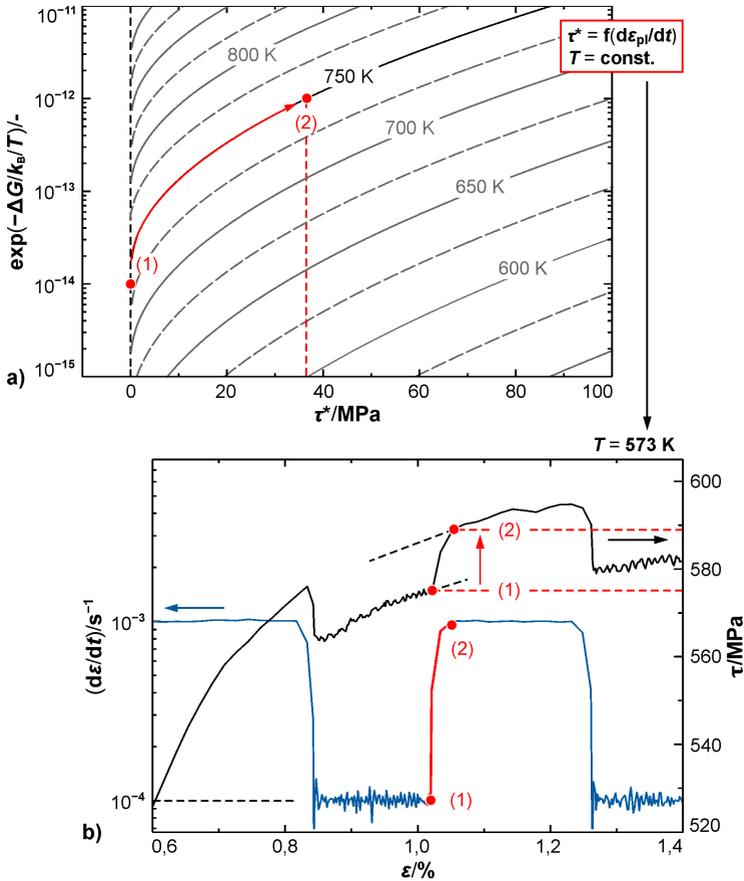


Abbildung 2.8: Approximation der Entwicklung des Arrhenius-Exponenten und abhängiger Größen; *Beispiel (ii): konstante Verformungstemperatur – variable Dehnrage.* In (a) ist das Ergebnis des Arrhenius-Exponenten bestehend aus Gibbs-Energie der Aktivierung ΔG^* , Boltzmann-Konstanten k_B und der Verformungstemperatur T über dem thermischen Anteil der Schubspannung τ^* aufgetragen. Die Kurven zeigen Isothermen der Exponentialfunktion. In (b) ist die Entwicklung der Fließspannung bei der Änderung der plastischen Dehnrage $d\varepsilon_{pl}/dt$ unter Beibehaltung der Prüftemperatur gezeigt. Hinsichtlich der Berechnung des Verlaufs der Schubspannung wurden die Werte der Fließspannung (τ) durch einen Taylor-Faktor von 3,0 dividiert. Daten für (b) aus *Bonk* [200].

liegt in Experiment 2 unterhalb der Krietemperatur. Dies verdeutlicht den Einfluss der Dehnrates auf die Krietemperatur; vgl. auch Abbildung 5.22 /S. 249.

Auch bei der Wahl einer schnelleren 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 (Debye-Frequenz) ist somit eine Steigerung der Wahrscheinlichkeit erforderlich, da die Kompensation der höheren Dehnrates von Zugversuch 2 eine Zunahme der erfolgreichen Überwindungen der Peierls-Barriere pro Zeiteinheit erfordert.
- iii. Damit ist die beschriebene Situation ähnlich dem iii.) Schritt in der für Beispiel (i) ausgeführten Kausalkette. Hinsichtlich einer Fortsetzung der Kette für das aktuelle Beispiel (ii) ist daher auf den iii.) Schritt und den nachfolgenden Punkten der Kausalkette zu Beispiel (i) verwiesen. Im Ergebnis geht die Beschleunigung der Dehnrates bei unveränderter Temperatur mit einem Anstieg der effektiven Schubspannung einher. Dies gilt jedoch nur, sofern die im Beispiel (ii) gewählte Prüftemperatur unter der Dehnrates von Zugversuch 1 nicht wesentlich oberhalb der Krietemperatur unter diesen Randbedingungen liegt.

Der Effekt der Zunahme der Fließspannung mit zunehmender Dehnrates kann für krz Metalle sowohl in einer Messreihe von Zugversuchen mit verschiedenen Dehnrates [206] als auch anhand von Dehnrateswechselversuchen [207] ohne Weiteres experimentell nachgewiesen werden. In Abbildung 2.8b ist die Spannungsantwort auf einen Sprung in der Dehnrates bei der Prüfung von UFG W bei 573 K gezeigt. Dabei wird nach einer plastischen Dehnung von ungefähr 1 % von einer Dehnrates 1 auf eine höhere Dehnrates 2 gesprungen. Der Dehnrateswechsel $10^{-4} \text{ s}^{-1} \rightarrow 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ist durch die Positionen (1) und (2) gekennzeichnet. Der Sprung in der Dehnrates um eine Größenordnung bewirkt in W bei 573 K einen Anstieg der Fließspannung um etwa 15 MPa. Bei

Annahme identischer Mikrostrukturen an Position (1) und (2) ist dieser Anstieg ausschließlich auf die ratenabhängige 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 Verhalten von intakten Strukturen ist bereits früh erkannt und adressiert worden [208]. Jedoch ist die Bruchmechanik eine relative junge Disziplin der Mechanik, welche heute in die linear-elastische Bruchmechanik und elasto-plastischen Konzepte aufgeteilt wird. Hier soll nur das Konzept des Spannungsintensitätsfaktors nach *Irwin* [209], das *K*-Konzept, thematisiert werden.

Die linear-elastischen Bruchmechanik beruht auf der Elastizitätstheorie. Mit dem Ziel ein Bruchkriterium für eine rissbehaftete Struktur zu definieren, berechnete *Inglis* [210] die Spannungen in einem mit einem elliptischen Loch versehenen, lateral unendlich ausgedehnten zweidimensionalen Körper, während dieser orthogonal 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 den Kerbradius null nicht auf ideal-scharfe Risse übertragbar. *Inglis* erkannte, dass nach der gefundenen Formulierung die Spannung vor einem belasteten Riss gegen unendlich strebt und als Konsequenz zu dem Paradoxon führt, dass rissbehaftete Strukturen bereits durch ihr Eigengewicht versagen müssten. Auch wenn nicht von *Inglis* [210] 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* [210] aufgezeigte Schwierigkeit ein geeignetes Bruchkriterium zu definieren motivierte *Griffith* [211, 212] eine Lösung für dieses Problem mittels Energiebilanz anzustreben. Als Basis diente die Annahme, dass die durch eine äußere Belastung hervorgerufene und in unmittelbarer Nähe der Risspitze in den chemischen Bindungen elastisch gespeicherte potentielle Energie bei dem Aufbrechen der Bindungen frei wird und diese der Oberflächenenergie der neu geschaffenen Bruchflächen entsprechen müsse. Unter Berücksichtigung der von *Inglis* [210] vorgelegten Berechnungen, leitete *Griffith* [211, 212] ein Kriterium für das instabile Risswachstum her, welches direkt mit den elementaren physikalischen Eigenschaften Elastizitätsmodul und Oberflächenenergie verknüpft ist. Nach Umstellung der von *Griffith* [211, 212] postulierten Gleichgewichtsbedingung (für den ebenen Spannungszustand, ESZ) zu

$$\sigma_c^\infty \sqrt{\pi a} = \sqrt{2\gamma_s E} \quad (2.4)$$

wird der Einfluss der Arbeit von *Griffith* [211, 212] auf die in ihrer heutigen Form von *Irwin* [209] begründete linear-elastischen Bruchmechanik erkennbar. Hierbei ist σ_c^∞ 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, γ_s die Oberflächenenergie und E den Elastizitätsmodul repräsentieren. Obwohl *Griffith* [211, 212] in den seiner theoretischen Arbeit ergänzenden Versuchen über das Bruchverhalten von „English Glass“ gute Übereinstimmungen zwischen der Defektgröße und der mittels des aufgestellten Bruchkriteriums prognostizierten Bruchspannung beobachtet hatte, bewertete *Irwin* [213], nach dem Studium von instabilem Risswachstum in Baustahl, das von *Griffith* [211, 212] aufgestellte Bruchkriterium für Metalle als ungeeignet. Nicht nur in Metallen wird das Bruchverhalten vorrangig durch den Umfang der Rissspitzenplastizität bestimmt. Wie Arbeiten von *Irwin* [213] und *Orowan* [214] aufzeigen, liegt die bei der plastischen Verformung von Metallen dissipierte Energie etwa drei Größenordnungen oberhalb der Oberflächenenergie der neu geschaffenen Rissflächen. *Griffith* [211, 212] begründete jedoch mit den Erkenntnissen über die Bedeutung der Risslänge in der Form \sqrt{a} und der Relevanz von Oberflächenrissen das

heutige Verständnis über das Bruchverhalten von rissbehafteten Strukturen [215].

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 [216]. Da das Vermögen eines Materials sich plastisch zu verformen neben seinen elementaren physikalischen Eigenschaften stark von der Produktionshistorie beeinflusst wird, kann folglich das Kriterium für den Eintritt von instabilem Risswachstum nicht ausschließlich auf elementare physikalische Werkstoffkenngrößen beruhen, wie von *Griffith* [211, 212] mit der Knüpfung an Elastizitätsmodul und Oberflächenenergie postuliert. Mit dem Ziel instabiles Risswachstum in Metallen vorauszusagen, definierte *Irwin* [217] in Anlehnung an das Bruchkriterium von *Griffith* [211, 212] eine Energiefreisetzungsrate, also eine Beschreibung der Änderung der potentiellen Energie pro geschaffener Rissfläche (nicht pro Zeitintervall), zu Beginn noch als Bruchverlängerungskraft bezeichnet. Die freigesetzte Energie entspricht dabei der elastisch gespeicherten potentiellen Energie der Bindungen, die durch eine Verlängerung des Risses und der damit verbundenen Entlastung des Kristallgitters in der Umgebung des neu geschaffenen Rissegmentes frei wird [209]. 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,

$$G_c = \frac{\pi \sigma_c^{\infty 2} a}{E} \quad (2.5)$$

wobei σ_c^{∞} die Spannung im nicht angerissenen Bereich der Probe ist. Risslänge und der Elastizitätsmodul sind als a bzw. E wiedergegeben.

Experimente zur kritischen Energiefreisetzungsrate zeigten Evidenz, dass die kritische Spannung im nicht gekerbten Probenbereich für das Einsetzen von instabilem Risswachstum bei gegebener Länge des Startrisses a ausschließlich von dem Ausdruck $\sqrt{G_c E}$ determiniert wird [215]. Später wurde dieser

Ausdruck durch die heute Verwendung findende kritischen Spannungsintensität K_c ersetzt; Substitution ohne Anpassung nur für den ESZ gültig. Mit dem Spannungsintensitätsfaktor definierte Irwin die entscheidende Kenngröße für die Beurteilung von instabilem Risswachstum in Materialien mit annähernd linear-elastischen Verhalten; daher in Anlehnung an das von *Irwin* vorgeschlagene Formelzeichen für den Spannungsintensitätsfaktor [215] die Bezeichnung als K-Konzept. Gleichzeitig befördert die Anwendung eines kritischen Spannungsintensitätsfaktors das K-Konzept zu einem universellen Werkzeug. *Bei Kenntnis der Spannungsintensität ist für die Beurteilung von Rissproblemen nur die Information über den kritischen Spannungsintensitätsfaktor des rissbehafteten Materials 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 Spannungsintensitätsfaktor gibt Auskunft über die Stärke des Spannungsfelds entstehend durch den belasteten Riss und ermöglicht im Nahbereich die Beschreibung der Verläufe der einzelnen Spannungskomponenten und elastischen Verschiebungen* [57]. Unter Beachtung der oben eingeführten Substitution des Ausdrucks $\sqrt{G_c E}$ durch die kritische Spannungsintensität K_c ergibt sich Gleichung 2.5 zu

$$K_c = \sigma_c^\infty \sqrt{\pi a} Y \quad (2.6)$$

wobei der zusätzlich eingeführte Geometriefaktor Y Abweichungen von realen Spannungsintensitäten als Folge der endlichen Dimensionen von realen Proben und abweichenden Geometrien zu einer lateral unendlich ausgedehnten Scheibe mit Mittelriss unter Zugspannung korrigiert. Damit ermöglicht der Geometriefaktor die Verwendung der in Gleichung 2.6 beschriebenen Formulierung, die für einen Riss in einer lateral unendlich ausgedehnten Scheibe gefunden wurde, für hiervon abweichende Problemstellungen. In vielen Fällen können Geometriefaktoren aus Nachschlagewerken entnommen werden [218, 219]. *Der Geometriefaktor gibt zusätzlich einen ersten Hinweis über die Gefährlichkeit des in einer Struktur vorgefundenen Rissproblems hinsichtlich der Integrität dieser.*

In einer weiteren grundlegenden Arbeit demonstrierte *Irwin* [220], dass alle Rissprobleme durch die Überlagerung von drei elementaren Rissöffnungsarten darzustellen sind; vgl. Abbildung 2.9b. Diese sind die Konsequenz der drei Beanspruchungsarten:

- Normalbeanspruchung,
- Längsschubbeanspruchung und
- Querschubbeanspruchung.

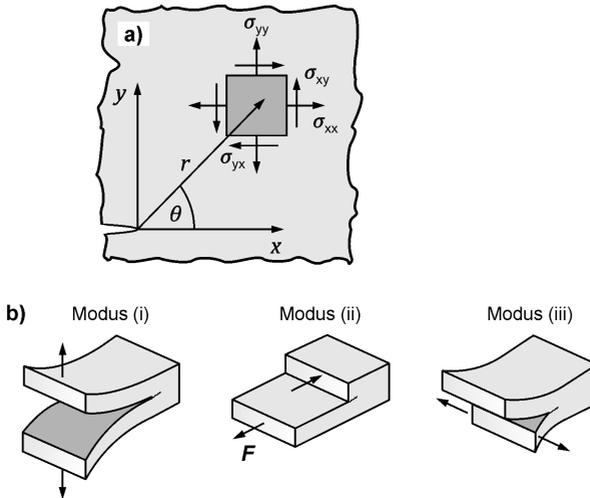


Abbildung 2.9: Spannungsfeld vor einer Risspitze im ebenen Spannungszustand. In (a) ist die Nomenklatur des Spannungsfeldes definiert. Neben den Spannungskomponenten σ_{ij} für den EDZ sind Radius r , und Polarwinkel θ angegeben. Abbildung (b) zeigt die drei Grundbeanspruchungsarten nach *Irwin* [220]. Eigene Darstellung in Anlehnung an Ref. [57].

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* [209, 221], auch unter dem Namen *Sneddon Gleichungen* [222] zu finden, ermöglicht das K-Konzept bei bekannter

Spannungsintensität die Beschreibung der Verläufe der einzelnen Spannungskomponenten vor der Rissspitze, in der Form

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_m}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(m)}(\theta) \quad (2.7)$$

mit den Parametern Abstand von der Rissspitze als Radius r sowie Polarwinkel θ ; vgl. Abbildung 2.9a. 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 der Nahfeldlösung nicht berücksichtigt. *Die vereinfachten Gleichungen von Irwin [209] und Williams [221] bzw. Sneddon [222] sind nur im Nahbereich der Rissspitze gültig. Unterschiede zu der Lösung von Westergaard [223] für die Airy'sche Spannungsfunktion [224] werden ab etwa einer Distanz von der Rissspitze ausgeprägt, welche etwa 10 % der Risslänge entspricht.* Für Positionen, die nicht auf dem Ligament liegen, ist für das Lösen der Formulierung nach Westergaard [223] das Ausrechnen eines imaginären Anteils mittels einer Taylor-Reihenentwicklung erforderlich. Auf der gleichen Weise können im Nahbereich die elastischen Verschiebungen Δ_i entlang der Probenachse i beschrieben werden

$$\Delta_i(r, \theta) = \frac{K_m}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} f_i^{(m)}(\theta) \quad (2.8)$$

wobei im Unterschied zur Beschreibung des Spannungsfeldes für die Berechnung der Verschiebungen zusätzlich der Schubmodul μ erforderlich ist.

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 [57]. Unter dieser Voraussetzung ist der Einfluss der plastischen Zone im Verhältnis zum Materialvolumen im linear-elastischen Lastregime in dem Bereich mit ausreichendem Abstand zur

Riss Spitze als geringfügig zu bewerten und folglich die Auswirkung auf die freigesetzte potentielle Energie.

Wird das Ziel verfolgt, den Widerstand eines Materials gegen instabile Rissausbreitung, also die Bruchzähigkeit zu quantifizieren, besteht weiterhin die Forderung, dass für einen gültigen Versuch die ermittelte Maximalkraft das 1,1-fache der Kraft bei etwa 2 % stabiler Rissverlängerung nicht übersteigen darf. Dieses Kriterium stellt die Anwendbarkeit der linear-elastischen Bruchmechanik sicher, da das Auftreten eines plastischen Kollapses vermieden und Rissverlängerung gewährleistet wird. Soll die Bruchzähigkeit als geometrieunabhängige Eigenschaft (dominierender ebener Dehnungszustand, EDZ) nach ASTM E399 [225] bestimmt werden, so ist hierfür festgelegt worden, dass die Vorgaben

$$W - a_0 \left. \vphantom{W - a_0} \right\} \geq 2.5 \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (2.9)$$

für die Länge des Startrisses a_0 , die Ligamentweite $W - a_0$ und die Probedicke t einzuhalten sind. Die Befolgung dieser Kriterien [57] gewährleisten die Ermittlung von konservativen Ergebnissen für die Bruchzähigkeit, die als Basis für die Auslegung von Komponenten herangezogen werden dürfen. Der Geltungsbereich der linear-elastischen Bruchmechanik ist jedoch weiter zu fassen und nicht mit den Randbedingungen aus ASTM E399 [225] deckungsgleich. *Geometrien, welche die in Gleichung 2.9 beschriebenen Minstdimensionen unterschreiten, bergen jedoch die Gefahr, dass geometrieabhängige Ergebnisse ermittelt werden, welche die wahre Bruchzähigkeit überschätzen. Diese dürfen nicht die Grundlage einer Auslegung von Konstruktionen bilden. Die Geometrieabhängigkeit des kritischen Spannungsintensitätsfaktors beruht auf einem zunehmenden Anteil der Probedicke im ebenen Spannungszustand (ESZ).* Die Eindringtiefe des ESZ pro Oberfläche entspricht in erster Näherung der Ausdehnung der plastischen Zone an der Probenoberfläche [226]. Die Dickenabhängigkeit der experimentellen Ergebnisse ist bei der späteren Bewertung der im Rahmen dieser Arbeit ermittelten kritischen Spannungsintensitätsfaktoren als „scheinbare“ Bruchzähigkeiten elementar.

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

Aufbauend auf der Spannungsverteilung vor der Rissspitze kann mittels der Versetzungstheorie das Gleiten von Versetzungen und ihre Nukleation in diesem Spannungsfeld berechnet werden. Das Gleiten von Versetzungen an der Rissspitze verringert die lokale Spannungsintensität und der kritische Spannungsintensitätsfaktor wird erst bei einer höheren globalen Last erreicht. Die Folge ist eine Zunahme der Bruchfähigkeit. Dieser Zusammenhang wird durch Modelle der Rissspitzenplastizität beschrieben; vgl. z. B. den Ansatz nach *Hirsch et al.* [109], *Roberts* [227] bzw. *Hartmaier et al.* [228].

Nach den oben genannten Modellen basiert Rissspitzenplastizität auf der Annahme, dass eine Versetzung, die durch ihr langreichweitiges Spannungsfeld mit der Rissspitze wechselwirkt, mindestens drei sequenziell ablaufende Prozesse durchläuft. Diese Prozesse sind:

- i. Die Nukleation der Versetzung,
- ii. ihre Bewegung (Nukleation und die Bewegung werden auch als Emission der Versetzung zusammengefasst) und
- iii. die Annihilation oder Speicherung der Versetzung.

Unter Zuhilfenahme von Abbildung 2.10a werden nachfolgend diese Einzelprozesse erläutert. In den hier zu erörternden Modellen wird als Versetzungsquelle ein Dipol angenommen. Die Versetzungsquelle wird bei dem Erreichen einer vorher festgelegten lokalen Spannung zum ersten Mal aktiviert und generiert ein Versetzungspaar mit reinem Stufencharakter und entgegengesetztem Burgers-Vektoren auf parallelen Gleitebenen. Die Versetzungsquelle ist mit einem gewissen Abstand zur Rissspitze platziert und erlaubt das Gleiten einer Stufenversetzung in Richtung der Rissspitze, während sich die verbleibende Stufenversetzung von der Rissspitze entfernt. Beide Versetzungen gleiten in der Ebene maximaler Schubspannung, die für den Lastfälle Modus (i) unter einem Winkel von $70,5^\circ$ zur Rissebene verläuft [229]. Aufgrund der Spiegelsymmetrie des in Abbildung 2.10a skizzierten Riss-

problems entlang der Rissebene [14] ist das Vorliegen eines identischen Aufbaus in der unteren Bildhälfte nur durch die Andeutung einer weiteren Gleitebenen angezeigt.

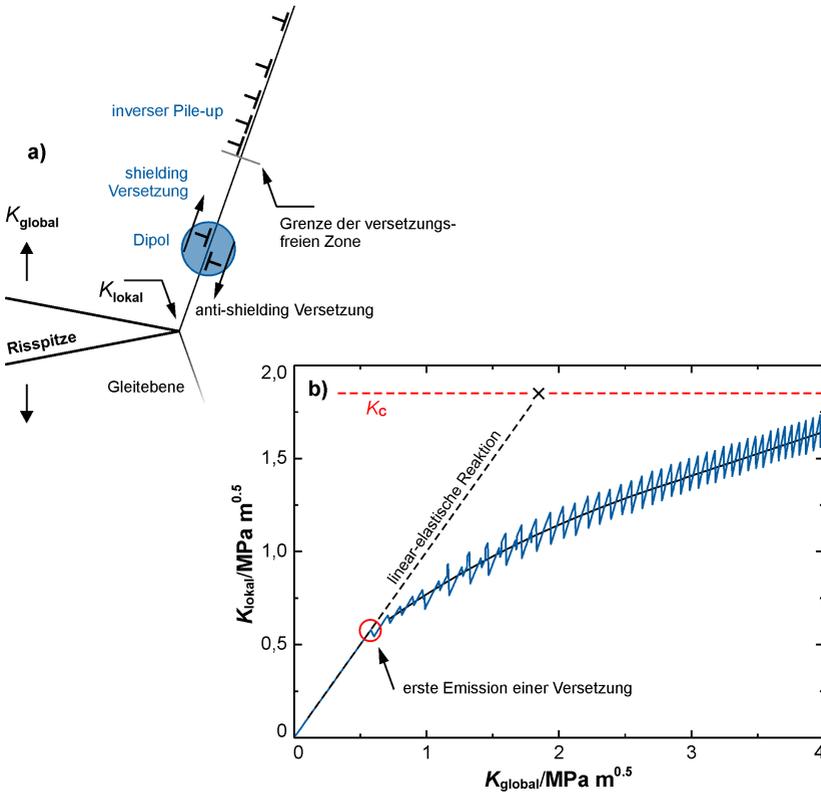


Abbildung 2.10: 2D Modell der Rissspitzenplastizität und Simulation der durch Emissionen verringerten lokalen Spannungsintensität. In (a) sind die Prozesse der Rissspitzenplastizität verdeutlicht. Die Auswirkungen der Rissspitzenplastizität verdeutlicht Diagramm (b), in dem die Spannungsintensität an der Risspitze K_{lokal} gegen den rechnerischen globalen Wert K_{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. In Anlehnung an Ref. [115, 117].

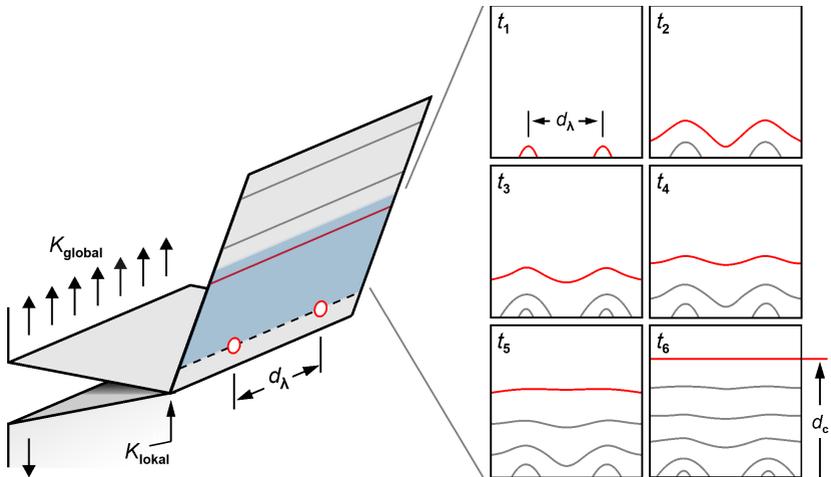


Abbildung 2.11: 3D Modell der Rissspitzenplastizität. Zusätzlich zu den Größen des 2D Modells aus Abbildung 2.10 werden die Parameter *gemittelter Abstand der Versetzungsquellen entlang der Rissfront* d_λ und *Abstand zur Rissfront bis zur Ausbreitung einer parallelen Versetzungslinie* d_c eingeführt. Die Versetzungsquellen und die erste ebene Versetzungsfront sind in Rot eingezeichnet. Die zeitliche Entwicklung der einzelnen Versetzungsringe zu einer kombinierten und ebenen Versetzungsfront kann im rechten Teil der Abbildung nachvollzogen werden. In Anlehnung an Ref. [115, 229].

Die Spannungsüberhöhung vor der Rissspitze führt zu hohen Gleitgeschwindigkeiten im Nahfeld. Als Konsequenz wird die sogenannte versetzungsfreie Zone von einer eben nukleierten Versetzung schnell durchquert. Mit dem Anwachsen der Distanz zur Rissspitze sinkt die Schubspannung und die Gleitgeschwindigkeit ist reduziert. Da sich der Abfluss von Versetzungen nun langsamer vollzieht als die Nukleation von Versetzungen und die Durchquerung der versetzungsfreien Zone kommt es in einiger Entfernung zur Versetzungsquelle zu einem Aufstau von Versetzungen. Diese Situation wird als *Versetzungsaufstauung* bzw. *inverser Pile-up* bezeichnet. Die Stufenversetzung mit Bewegungsrichtung Rissspitze beeinflusst bis zum Austreten an der Rissspitze, und somit nur kurzzeitig (die Ausdehnung der versetzungsfreien Zone ist groß gegenüber der Distanz zwischen Versetzungsquelle und Rissspitze), die Spannungsverteilung an der Rissspitze. Es ist jeweils nur eine

Versetzung in dem Bereich zwischen Versetzungsquelle und Rissspitze existent. Rissabstumpfung, also die Verrundung der zu Beginn atomar scharfen Rissspitze durch das Austreten von Versetzungen aus der Oberfläche (Extrusion), soll an dieser Stelle nicht berücksichtigt werden. Anders die Versetzungen mit entgegengesetzter Bewegungsrichtung. Diese schwächen dauerhaft und damit kumulativ die wahre Spannungsintensität an der Rissspitze. Eine Versetzungsemission ist in Abbildung 2.10b durch den Steilabfall der lokalen Spannungsintensität gekennzeichnet. Die kontinuierliche Steigerung der globalen Spannungsintensität während des Experiments infolge einer kontinuierlich gesteigerten Last bewirkt nach dem Steilabfall einen erneuten Anstieg der lokalen Spannungsintensität, gefolgt durch eine wiederholte Emission eines Dipols, usw. Das kumulierte Spannungsfeld der emittierten Versetzungen ist nicht nur für die Abschirmung der Rissspitze verantwortlich, also bewirkt eine Reduktion der Spannungsintensität an der Rissspitze, sondern ist darüber hinaus dafür verantwortlich, dass die Nukleation von weiteren Versetzungen verzögert eintritt, d. h. hierfür immer höhere lokale Spannungsintensitäten erforderlich sind.

Als Folge der Rissspitzenplastizität ist der lineare Zusammenhang zwischen globaler und lokaler Spannungsintensität aufgehoben. Die Abschirmung der Rissspitze durch das kumulierte Spannungsfeld der aufgestauten Versetzungen steigert die makroskopische Bruchzähigkeit mit zunehmendem Umfang der Rissspitzenplastizität. In Abbildung 2.10b ist die Entwicklung der Spannungsintensität an der Rissspitze bei ideal linear-elastischem Materialverhalten und dem Vorliegen von Rissspitzenplastizität verglichen. Unter linear-elastischen Bedingungen besitzt das Material im abgebildeten Beispiel eine Bruchzähigkeit, die identisch zu dem lokalen kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_c ist. Plastische Verformung vor der Rissspitze steigert bei unverändertem lokalen kritischen Spannungsintensitätsfaktor die Bruchzähigkeit auf mehr als das Doppelte des Ergebnisses für die linear-elastische Materialantwort.

Für die später vorgenommene Interpretation der gesteigerten Bruchzähigkeit von UFG W bedarf es einer dreidimensionalen Erweiterung des Rissspitzenplastizitätsmodells. Soweit identisch zum 2D-Ansatz sind in Abbildung 2.11a

die einzelnen Teilprozesse aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht nochmals beschriftet. Versetzungsquellen sind als rote Ringe angedeutet und mit dem Zwischenraum d_λ 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 Quellendichte 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 dieser. Die Kinetik der Abschirmung ist in Metallen mit thermisch aktivierter Plastizität vorrangig durch die Materialtemperatur bestimmt und wird durch den Teilprozess mit der höchsten Aktivierungsenergie in der Rate limitiert [195]. In Abbildung 2.12 ist die Entwicklung der Bruchzähigkeit als Maß für die Zunahme der Kinetik der Rissspitzenplastizität in Si-Einkristallen über die Prüftemperatur aufgetragen. In erster Näherung repräsentiert der gezeigte Verlauf auch Materialverhalten von Metallen mit krz Gitterstruktur. Bei Raumtemperatur bis zu einer Temperatur von 800 K kann der 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 so weit an, dass nennenswert Rissspitzenplastizität einsetzt und der Widerstand gegen instabile Rissausbreitung

deutlich von den Ergebnissen im Bereich 0 – 800 K unterschieden werden muss. Die Identifizierung des ratenlimitierenden Prozesses der Rissspitzenplastizität in UFG W ist ein Kernbestandteil dieser Ausarbeitung.

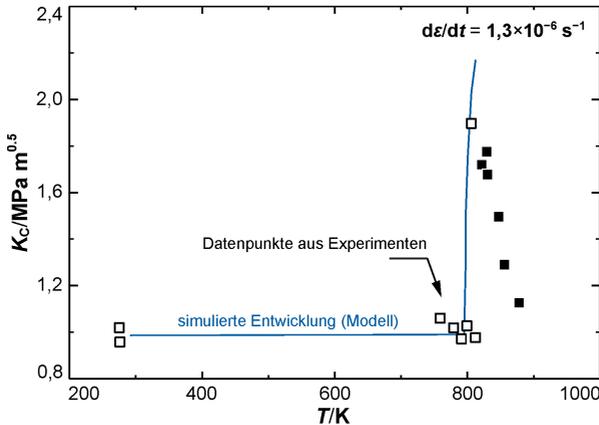


Abbildung 2.12: Vergleich von Modell und experimentellen Daten. Die Entwicklung der Bruchzähigkeit K_C ist gegen die Prüftemperatur T aufgetragen. Datenpunkte entsprechen den experimentellen Ergebnissen von Si-Einkristallen [104]. Notation: (offene Symbole, sprödes Materialversagen), (gefüllte Quadrate, duktiler Materialverhalten), Abbildung nach Roberts [227].

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 Teilprozesses lang in Bezug auf die Wartezeiten der anderen ist. Damit bestimmt dieser eine Teilprozess die Kinetik des gesamten Mechanismus. Als Konsequenz ist die Arrhenius-Aktivierungsenergie des studierten Mechanismus

mus identisch mit der Aktivierungsenergie des ratenkontrollierenden Teilprozesses. Experimente zur Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur von W-Materialien zeigen auf, dass in einkristallinem W und bei grobkörniger Mikrostruktur das Gleiten der $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung bzw. der Prozess der Kinkenpaarbildung die plastische Verformung limitiert.

In Kapitel 2.1.4 /S. 35 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 Annahme einer Energiebarriere im Reaktionspfad eines thermisch aktivierbaren Prozesses. Diese Energiebarriere behindert die Einnahme eines Zustands niedrigerer Energie, wird jedoch nach einer Vielzahl von thermischen Fluktuationen überwunden: *Der Prozess ist thermisch aktiviert. Werden sehr viele thermische Aktivierungen eines Prozesses betrachtet, ist die mittlere Wartezeit bis zur Überwindung der Energiebarriere ein Maß für die Reaktionskinetik [195]. Zwischen der Kinetik und der Temperatur wird häufig ein exponentieller Zusammenhang gefunden, der von der Arrhenius-Gleichung wiedergegeben wird. Somit kann die ratenlimitierende Energiebarriere in Form einer Arrhenius-Aktivierungsenergie abgebildet werden.* Die experimentelle Bestimmung von Arrhenius-Aktivierungsenergien erfolgt für gewöhnlich durch die Beobachtung der Änderung einer Rate bzw. einer hiervon abhängigen Materialeigenschaft in Folge einer Variation der Temperatur. In dieser Ausarbeitung hingegen wird für die Ermittlung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien ein Ansatz verfolgt, für den die Zunahme der von extern aufgezwungenen Spannungsintensität verschieden gewählt wird. Es wird die Prüftemperatur gesucht, bei der in erster Näherung innere und äußere Rate im Gleichgewicht stehen. Konkret beruht die angewandte Methode auf der experimentellen Quantifizierung der resultierenden Verschiebung der BDT-Temperatur infolge eines Wechsels der Lastrate. *Nach dem soeben erörterten Ansatz kennzeichnet die Übergangstemperatur die niedrigste der Prüftemperaturen, bei der ein induzierter Anstieg der Spannungsintensität durch plastische Verformung nennenswert kompensiert wird.*

Die in dieser Arbeit ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien beruhen auf dem von *Hartmaier et al.* [170] beschriebenen Zusammenhang

$$\dot{K} = A \exp\left(-\frac{E_A}{k_B T_{\text{BDT}}}\right) \quad (2.10)$$

wobei \dot{K} die aufgebrachte Lastrate ist, k_B die Boltzmann-Konstante und T_{BDT} die resultierende Übergangstemperatur. Als Grundlage dient der Anstieg der Spannungsintensität pro Zeiteinheit im linearen Bereich der Kraft-Verschiebungs-Kurve. In experimentelle Arbeiten, die Zug- oder nicht-gekerbten Biegeproben verwenden, wird in Abwandlung zu Gleichung 2.10 die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie auf der Grundlage der Formulierung

$$\dot{\epsilon} = A \exp\left(-\frac{E_A}{k_B T_{\text{BDT}}}\right) \quad (2.11)$$

bestimmt. Der präexponentielle Faktor wird unabhängig von der experimentellen Herangehensweise im Rahmen einer Messreihe als eine Konstante aufgefasst. Als Rechtfertigung hierfür wird angeführt, dass die Temperatursensitivität des präexponentiellen Faktors geringfügig ist, sofern die Modifikation der Exponentialfunktion bei einer Änderung der Temperatur als Maßstab angelegt wird. Der präexponentielle Faktor wird stark von der Wahl des Messaufbaus beeinflusst.

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 [195]. Damit ist die Gibbs-Energie der Aktivierung die Kenngröße, die für einen Vergleich mit experimentell bestimmten Arrhenius-Aktivierungsenergie mit dem Zweck der Identifizierung des ratenkontrollierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität herangezogen werden muss.

Tabelle 2.2.: Studien zur Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur in W: Daten für Zug- und Biegeversuche (Proben ohne Kerbe)

Referenz	Material	Experimentelles	Definition BDT-Temperatur	Schlussfolgerungen
<i>Chilton et al.</i> [230] / (1969)	gesinterter Stab polykristallin rekristallisiert	Zugprobe	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	dehnratenabhängig
<i>Giannattasio et al.</i> [14] / (2010)	polykristallin; 99,99 % Reinheit	4P-Biegeballen	unbekannt	BDT-Aktivierungsenergie unabhängig von der Art der Probenart; Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur nur vom Material kontrolliert; 1,0 ± 0,1 eV
<i>Harmon</i> [27] / (1960)	polykristallin; rekristallisiert	Zugprobe	Temperatur, bei der die Bruch-einschnürung 1 % übersteigt	Steigerung der Dehnraten führt zu höheren BDT-Temperaturen;
<i>Magnusson et al.</i> [231] / (1957)	rundgehämmert Stab polykristallin wie verformt	Zugprobe	Temperatur, bei der sich die Kurve (Brucheinschnürung) erstmals auf einen spröden Wert einpendelt	BDT-Temperatur zeigt Arrhenius-Verhalten; 1,0 eV
<i>Németh et al.</i> [232] / (2015)	gewalztes Blech technische Reinheit polykristallin rekristallisiert	4P-Biegeballen	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	BDT in grobkörnigen W von der Bewegung der Schraubenversetzung kontrolliert; 2,9 eV
<i>Németh et al.</i> [232] / (2015)	hochgradig gewalztes Blech technische Reinheit ultrafeinkörnig Mikrostruktur	4P-Biegeballen	tiefste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in ultrafeinkörnigem W feststellbar

Tabelle 2.3: Studien zur Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur in W: Daten für bruchmechanische Experimente

Referenz	Material	Experimentelles	Definition BDT-Temperatur	Schlussfolgerungen
<i>Abernethy et al.</i> [233] / (2019)	einkristallin technische Reinheit nach Bestrahlung um 1,2 wt.-% Re; 1,67 dpa bei 1173 K, High Flux Reaktor	4P-Biegebalken {100};{001} Riss EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität; SEM-Analyse der Bruchflächen	Bewegung der Schraubenversetzung kontrolliert den BDT vor und nach Bestrahlung; 0,99 eV
<i>Ast et al.</i> [234] / (2018)	einkristallin	Mikrobiegebalken {100};{001} Riss FIB-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität und Auswertung des J-Integrals	Oberhalb der BDT-Temperatur ist die Bewegung der Schraubenversetzungen thermisch aktiviert und verhindert den Spaltbruch; 0,36 eV
<i>Bonnekoh et al.</i> [33] / (2020)	gewalztes Blech technische Reinheit polykristallin rekristallisiert	SE(T) L-T Rissystem EDM-Kerbe	2%-Kriterium	Kinkenpaarbildung bzw. das Gleiten der Schraubenversetzung kontrolliert den BDT 1,34 ±0,04;
<i>Gaganidze et al.</i> [19] / (2014)	geschmiedeter Stab technische Reinheit polykristallin etwa 80 % Durchmesserreduktion	3P-Biegebalken L-R Rissystem EDM-Kerbe poliert	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	Es wurde kein nennenswerter Einfluss der Lastrate auf die BDT-Temperatur ermittelt
<i>Giannattasio et al.</i> [14, 53] / (2007) (2010)	polykristallin feinkörnig 99,99 % Reinheit	4P-Biegebalken EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	BDT-Aktivierungsenergie unabhängig ob Proben mit oder ohne Kerbe versehen ist; Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur nur von Material kontrolliert; Gleiten der Schraubenversetzung kontrolliert den BDT; 1,1 ±0,1 eV;

<i>Giannattasio et al.</i> [14] / (2010)	polykristallin heißverformt technische Reinheit	4P-Biegebalken EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	BDT-Aktivierungsenergie in Übereinstimmung mit dem Modell zur spannungsassistierten Kinkenpaarbildung; 1,45 ± 0,12 eV
<i>Giannattasio et al.</i> [53] / (2007)	einkristallin wie gewachsen	4P-Biegebalken {100}<(001)> Riss EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	KP-Bildung bzw. das Gleiten der Schraubenversetzung kontrolliert den BDT; 1,0 ± 0,04 eV;
<i>Riedle Gumbusch et al.</i> [52, 55] / (1995) (1998)	einkristallin hochrein	3P-Biegebalken {110}<(110)> Riss angeschwungen	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	Bewegung der Stufenversetzung kontrolliert den BDT; 0,2 eV
<i>Rupp et al.</i> [235] / (2011)	gewalzter Stab polykristallin technische Reinheit wie gewalzt	3P-Biegebalken R-L Rissystem EDM-Kerbe poliert	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	BDT-Temperatur zeigt Arrheni- us-Verhalten; 1,44 eV
<i>Rupp et al.</i> [235] / (2011)	gewalzter Stab polykristallin technische Reinheit wie gewalzt	3P-Biegebalken R-L Rissystem EDM-Kerbe poliert	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	BDT-Temperatur zeigt Arrheni- us-Verhalten; 1,32 eV

Die Existenz von Rissspitzenplastizität setzt nach *Caillard et al.* [183] nachfolgende Teilprozesse voraus:

- i. Die Nukleation,
- ii. dem Gleiten und
- iii. der Annihilation oder Speicherung von Versetzung.

Der ratenlimitierende Prozess der Rissspitzenplastizität an der Übergangstemperatur und der Prozess, der den BDT kontrolliert sind identisch und stimmen demnach in ihren Aktivierungsenergien überein [228]. Es sind sowohl Modelle postuliert worden, in denen der BDT als einen durch die Nukleation von Versetzungen kontrollierten Prozess aufgefasst wird [236, 237] als auch Ansätze auf Grundlage des thermisch aktivierten Gleitens von Versetzungen als ratenlimitierenden Prozess [227, 228]. *Heute besteht Konsens, dass in krz Metallen das Versetzungsgleiten den BDT kontrolliert.* Experimentelle Arbeiten zur Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur von W sind in Tabelle 2.2 und Tabelle 2.3 zusammengestellt. Bereits 1957 wiesen *Magnusson et al.* [231] darauf hin, dass in W die BDT-Temperatur Arrhenius-Verhalten unterliegt. Obwohl nach 1957 veröffentlicht, ist in einigen der aufgelisteten Berichte [27, 230] auf die Angabe von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien verzichtet worden. Für diese sind im Rahmen dieser Ausarbeitung die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie rekonstruiert worden; vgl. Tabelle 5.4 /S. 240.

3 Motivation und Zielsetzung

Wolfram ist berüchtigt für sein sprödes Materialverhalten und seine hohe BDT-Temperatur. In heutigen Anwendungen übernimmt W daher schwerpunktmäßig funktionelle Aufgaben, die zumeist in Zusammenhang mit der hohen Schmelztemperatur von 3700 K bzw. der hohen Massendichte von $19,3 \text{ g cm}^3$ stehen [1]. Bevor eine Anwendung als Strukturmaterial erfolgen und die hohe Schmelztemperatur von W z. B. in Anlagen der Hochtemperaturenergiekonversion zum Vorteil gedeihen kann, muss die hohe BDT-Temperatur als Ursache der Sprödigkeit unterhalb Raumtemperatur herabgesetzt werden. In den 1960ern und 70ern Jahren primär in den Luft- und Raumfahrtprogrammen der Supermächte beheimatet, heutzutage zumeist im Kontext der weltweiten Anstrengungen der Fusionsforschung eingebunden, unterstreichen die 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 im industriellen Maßstab zu wettbewerbsfähigen Kosten erlauben, weiterhin fehlen.*

Motivation

Einen entscheidenden Meilenstein hinsichtlich der zukünftigen Verwendung von W als Strukturmaterial stellen Materialien mit ultrafeinkörniger (UFG) Mikrostruktur dar. *Valiev et al.* [238] und *Wei et al.* [239] konnten anhand von Zug- bzw. Kompressionsversuchen zeigen, dass die Generierung einer UFG Mikrostruktur eine Reduktion der BDT-Temperatur und eine Zunahme der Duktilität von W bei Raumtemperatur bewirkt. In späteren Studien konnte sogar weit unterhalb von Raumtemperatur ein ausgeprägtes nicht-lineares Regime nachgewiesen werden [232]. Ultrafeinkörnige W-Materialien besitzen in der Konsequenz eine überlegene Bruchzähigkeit bei tiefen Testtemperaturen. Die Ergebnisse von *Faleschini et al.* [13] zeigen auf, dass die Bruchzähigkeit von UFG W bei Raumtemperatur die Ergebnisse von

konventionell hergestellten Materialien bei identischem Messaufbau um ein Vielfaches übertrifft. Einen weiteren Durchbruch bei der Duktilisierung von W stellen die Laborstudien von *Wei et al.* [207] über das hochgradige Warm- und Kaltwalzen 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), über die nur wenige Gramm an Werkstoffvolumina generiert werden können. Wolframbleche, die hochgradig warm- und kaltgewalzt wurden, zeigen im Zugversuch ein ausgeprägtes plastisches Regime [207]. *Reiser et al.* [240–242] erbrachten den Nachweis, dass diese Ansatz auch im industriellen Umfeld erfolgreich zur Herstellung von UFG W eingesetzt werden kann. Mit dem Fortfall der durch den Laborcharakter auferlegten Mengenbegrenzungen bei der Produktion mittels SPD, markiert die demonstrierte Skalierbarkeit ein neues Level in der Verfügbarkeit von UFG W-Materialien. An industriell hergestellten W-Blechen mit UFG Mikrostruktur konnte in der Folge gezeigt werden, dass diese bei Raumtemperatur sowohl in Zugversuchen eine für W ausgeprägte plastische Verformbarkeit aufweisen [199, 243], als auch in bruchmechanischen Experimenten unter quasistatischer Belastung [122, 243–245], sowie unter zyklierenden Bedingungen [246] die Beobachtung von stabilem Risswachstum erlauben. Mit 170 K im Bruchmechanikversuch [243] ist hochgradig warm- und kaltgewalztes W mit weitem Abstand der Materialzustand mit der niedrigsten jemals für W dokumentierten BDT-Temperatur. Diese Bewertung inkludiert auch die in Kapitel 1 /S. 1ff 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 [247], 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:

- Das Aktivierungsvolumen der plastischen Verformung bei Raumtemperatur für UFG W ist vergleichbar mit den Ergebnissen für W-Einkristalle und moderat umgeformte Materialien. Es wird gefolgert, dass bei Raumtemperatur der ratenlimitierende Prozess der plastischen Verformung in UFG W ungeachtet der beobachteten Raumtemperaturduktilität weiterhin die Kinkenpaarbildung der $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen ist [185, 200, 248, 249].
- 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 bei Raumtemperatur verantwortlich ist [142–144, 250].

Versetzungs-Korngrenzen-Wechselwirkungen sind ebenfalls Bestandteil der Diskussion zum ratenlimitierenden Prozess in UFG Refraktärmetallen [251–253]. Es gibt Hinweise auf eine thermisch aktivierte Annihilation von Versetzungen an Korngrenzen als ratenlimitierenden Prozess der plastischen Verformung in Metallen [254]. Aktuelle Ergebnisse legen jedoch nahe, dass dieser Mechanismus für W erst bei Verformungstemperaturen um 600 K Bedeutung gewinnt und um die Knietemperatur dominant wird [185, 200, 248, 251, 253, 255]. Damit wird aller Wahrscheinlichkeit nach Raumtemperaturduktilität in UFG W nicht durch Versetzungs-Korngrenzen-Wechselwirkungen ausgelöst.

Zielsetzung

Es ist die Intention dieser Arbeit dem oben beschriebenen Dissens bei der Beurteilung des ratenlimitierenden Mechanismus der plastischen Verformung in UFG W an der BDT Temperatur 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 unverformter Zustand als Referenz herangezogen werden. Wenngleich die Meinung vertreten werden kann, dass die Kontamination mit Fremdelemente heutzutage in industriell gefertigten W-Materialien eine untergeordnete Rolle einnimmt [134], wird eine vergleichbare chemische

Zusammensetzung aller Materialien angestrebt. Dieses Ziel im Blick, wird die Garnitur der gewalzten Bleche aus demselben Ausgangsmaterial hergestellt. Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung können so auf ein Minimum begrenzt werden. 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 von *Reiser et al.* [232, 245] wird für das höchstumgeformte Material eine BDT-Temperatur um Raumtemperatur oder niedriger erwartet. Ein weiterer Forschungsschwerpunkt ist die Aufdeckung von Zusammenhängen zwischen der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur und den während des Walzens erfolgten Modifikationen der Mikrostruktur. Hierfür ist in Ergänzung zum bruchmechanischen Versuchsprogramm eine elektronenmikroskopische Charakterisierung der Materialien vorgesehen. *Mit dieser Arbeit wird angestrebt, erstmals folgende Punkte darzustellen zu können:*

- Die Entwicklung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie durch den Produktionsprozess als Funktion des Umformgrades,
- BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien für UFG W im Allgemeinen und für UFG W mit einer Übergangstemperatur um Raumtemperatur 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, die wie folgt formuliert worden sind:

- Welcher Mechanismus ist ratenlimitierend für die Rissspitzenplastizität am BDT in UFG W mit Raumtemperaturduktilität?
- Was ist der Mechanismus der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in hochgradig umgeformtem W, der bei Vorliegen einer UFG Mikrostruktur, W als ein sehr sprödes Material in einen Zustand mit Raumtemperaturduktilität transformiert?

Arbeitshypothesen

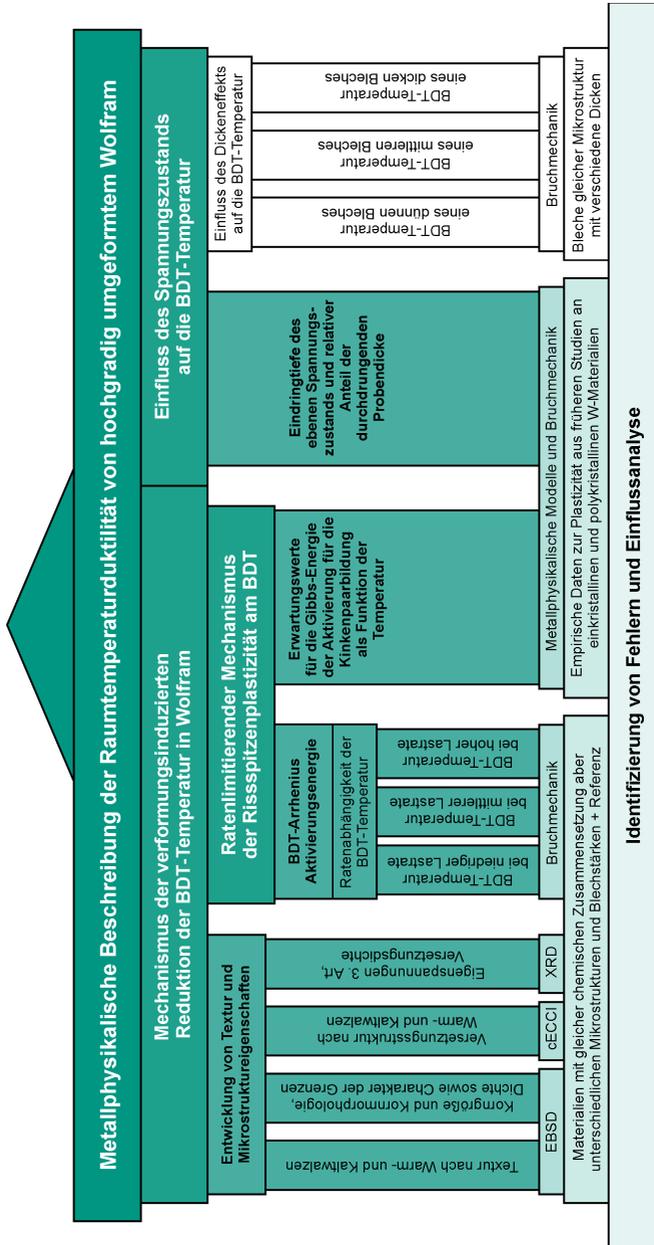
Für eine zielgerichtete Bearbeitung des experimentellen Programms im Kontext dieser Leitfragen werden Arbeitshypothesen formuliert. Hinsichtlich der Frage nach dem ratenlimitierenden Prozess der Rissspitzenplastizität, werden dabei die nachfolgenden Punkte im Besonderen gewürdigt: (i) Die oben angeführten Arbeiten zum Aktivierungsvolumen der plastischen Verformung bei Raumtemperatur zeigen keinen Unterschied zwischen den Ergebnissen für UFG W, W-Einkristalle und konventionell produzierten W-Materialien auf. (ii) Die Mehrheit der Arbeiten zum BDT in W identifiziert die Kinkenpaarbildung als ratenlimitierenden Prozess in einer Vielzahl von Materialzuständen; vgl. Tabelle 2.2 /S. 63 und Tabelle 2.3 /S. 64. (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 somit: Auch in UFG W wird der BDT durch die Kinkenpaarbildung als zugrundeliegender ratenlimitierender 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 komplex. Als mikrostrukturelle Einflussgrößen werden in der Literatur unterschiedliche Gitterdefekte diskutiert, zum Teil mit konträren Schlussfolgerungen; siehe Tabelle 2.112 für einen Überblick. Ultrafeinkörnige Mikrostrukturen sind durch die hohe Dichte von Korngrenzen mit Großwinkelcharakter gekennzeichnet. Aktuelle in-situ Studien zur Versetzungsnukleation in der Umgebung der Rissspitze berücksichtigend [123], werden in dieser Ausarbeitung Korngrenzen vorzugsweise als Versetzungsquellen angesehen. Vielfach konnte in Simulationen gezeigt werden, dass die Quellendichte bzw. der mittlere Abstand und die Verteilung von Versetzungsquellen entlang der Rissfront maßgeblichen Einfluss auf die Effektivität der Abschirmung der Rissspitze besitzen [117, 125, 140, 256, 257]. *Es wird daher als Arbeitshypothese zu Leitfrage 2 formuliert: Die assistierte Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen in Verbindung mit der hohen Dichte von Korngrenzen erlaubt in UFG W eine effiziente Abschirmung der Rissspitze und führt in der Konsequenz zu niedrigeren BDT-Temperaturen als für konventionell hergestelltem W charakteristisch. Weiterhin wird in Anlehnung an Reiser et al.*

[117] *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 Orte der Versetzungsnukleation.*

Auf Basis dieser Überlegungen können Maßnahmen abgeleitet werden, welche eine Verifikation bzw. die Falsifikation der getroffenen Annahmen ermöglichen sollten. Aus diesen Maßnahmen und ihrer logischen Abfolge kann eine Struktur der Arbeit entworfen werden. Diese ist in Abbildung 3.1 skizziert. 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. Dies sind Fakten. In der nächsthöheren Ebene ist mit der Bestimmung der BDT-Temperaturen eine Eigenschaft höherer Ordnung Gegenstand der Betrachtung, die jedoch eine Interpretation der Messergebnisse voraussetzt. Es folgt die Ermittlung der Ratenabhängigkeit der BDT-Temperatur und von zugehörigen Arrhenius-Aktivierungsenergien. Durch den Vergleich dieser mit den Erwartungswerten wird schlussendlich eine finale Bewertung der Daten vorgenommen, die potenziell eine Beantwortung der Leitfrage nach dem ratenlimitierenden Prozess ermöglicht.

Abbildung 3.1: 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 zur Reduzierung der Komplexität dieser Dissertation Gegenstand einer nachfolgenden Veröffentlichung.



4 Experimentelle Methoden sowie Identifikation von Fehlern und Fehlereinflussanalyse

4.1 Werkstoffproduktion

In Kooperation mit dem langjährigen KIT Industriepartner Plansee SE, Metallwerk Reutte, Österreich wurde eine Garnitur bestehend aus fünf verschieden stark umgeformten W-Materialien produziert. Die Herstellung erfolgte entlang einer pulvermetallurgischen Prozesskette mit anschließender Walzumformung. Die Pulveraufbereitung, die Herstellung eines Sinterlings, sowie das Umformen mittels Heißwalzen und die daran anschließenden Warm- und Kaltwalzschritte erfolgten nach einer geschützten Produktionsroute der Plansee SE. Die hier vorgenommene Unterteilung der Umformschritte in Heiß- (HR), Warm- (WR) und Kaltwalzen (CR) orientiert ist an dem von *Trefilov et al.* [258] [Tab. 1] aufgestelltem Schema für die Umformung von krz Refraktärmetallen orientiert, das auf Schätzungen der Rekristallisationstemperatur und Knettemperatur beruht. Erstere liegt in moderat verformten W-Materialien bei einer Glühdauer von 1 h um 1600 K [259] [Abb. 2]. In W-Einkristallen mit hoher Reinheit (5N) beträgt die Knettemperatur unter quasistatischer Belastung mit einer Dehnrates von 10^{-3} s^{-1} etwa 800 K [50] [Abb. 5]; bezüglich der Ratenabhängigkeit der Knettemperatur siehe Abbildung 5.22 /S. 249. An dieser Stelle ist hervorzuheben, dass entsprechend der Unterteilung von *Trefilov et al.* [258] das Kaltwalzen nicht etwa mit einer Umformung bei Raumtemperatur gleichzusetzen ist. In dieser Ausarbeitung ist als Walztemperatur die Temperatur des vorgelagerten und in der Regel mehrmals wiederholten Anwärmens zu verstehen.

Das verwendete Pulver war mit technischer Reinheit (3N7) spezifiziert; bei Exklusion der Mo Konzentration. Die erste Umformung nach dem Sintern erfolgte mittels Heißwalzen. Aus diesem Zustand wurden die, den Kern

dieser Ausarbeitung bildenden fünf Materialien 1,7WR, 2,5WR, 2,9WR, 3,3WR und 4,1CR produziert. Das Walzen erfolgte ausnahmslos in einer unidirektionalen Weise. Die Materialien 1,7WR – 3,3WR variieren im aufgetragenen 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:

- Der vorangestellte numerische Wert gibt Auskunft über den kumulierten logarithmischen Umformgrad [260], welcher durch Bestimmung der mittleren Dickenreduktion ermittelt wurde. Hier wird die Reduktion durch Heißwalzen im Umformgrad nicht berücksichtigt.
- Anhand des dem Umformgrad nachfolgenden Buchstabenpaares kann der letzte Produktionsschritt des jeweiligen Materials abgelesen werden, wobei gilt: Warmwalzen (WR) bzw. Kaltwalzen (CR).

Der in Abbildung 4.1 gezeigte Walzplan verdeutlicht die Herstellung von Materialien mit fünf Umformgraden aus nur einem Sinterling und somit der Umsetzung einer wesentlichen Anforderung zur Vermeidung von Variationen in der chemischen Zusammensetzung unter diesen Materialien; für die Ergebnisse der chemischen Analyse siehe Tabelle 5.1 /S. 153. *Unterschiede in der Mikrostruktur und dem mechanischen Verhalten der Materialien 1,7WR – 4,1WR können in dieser Arbeit somit losgelöst von der chemischen Zusammensetzung diskutieren werden.*

Abbildung 4.1: Methodik der Materialherstellung / Nomenklatur. Es ist der Walzprozess wiedergegeben, mittels dessen aus einem Sinterling (AS) eine Garnitur von warmgewalzten (WR) und kaltgewalzten (CR) Blechen produziert wurde. Die angegebene Blechdicken entsprechen den Nominalwerten, die Umformgrade spiegeln die Ist-Reduktionen wider. Die Bezeichnung der Hauptrichtungen der gewalzten Bleche folgt dem in ASTM E399 [225] definierten Schema.

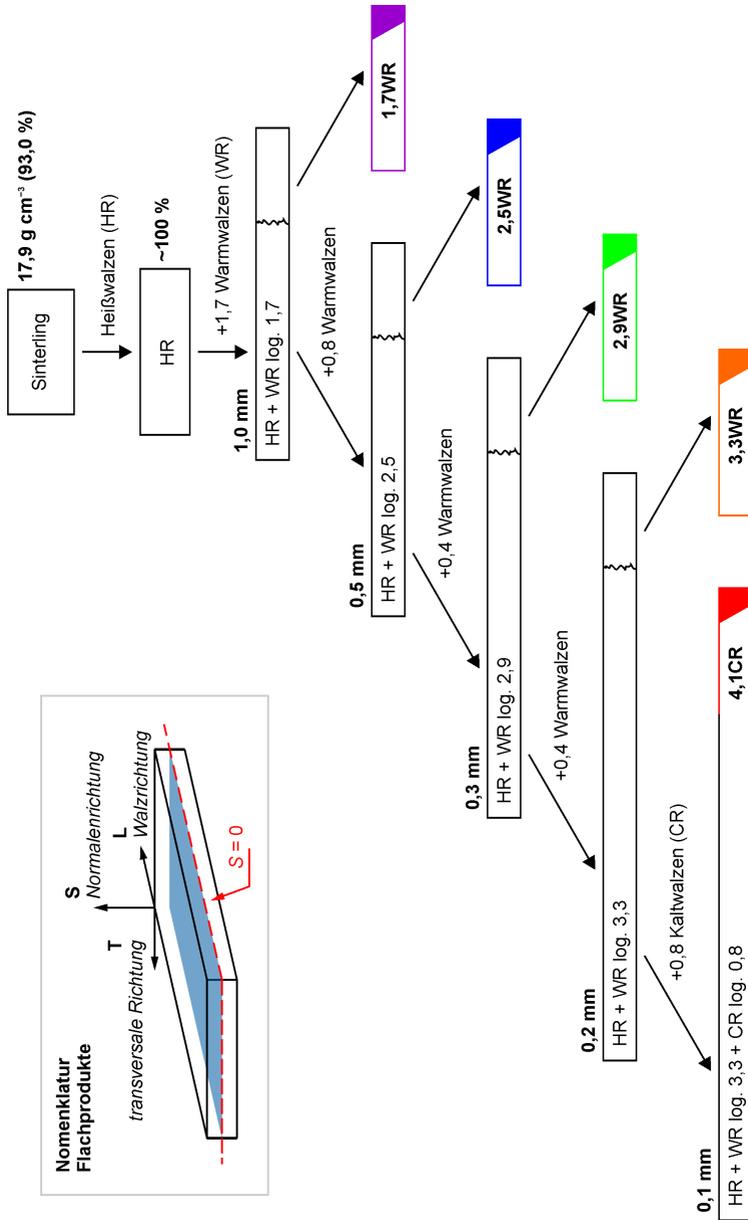


Tabelle 4.1: Produktionsparameter und grundlegende Blecheigenschaften. Die Walztemperaturen T zwischen den Walzdurchgängen sind als homologe Temperaturen ausgewiesen, d. h. ist auf eine Schmelztemperatur von 3700 K [1] bezogen. Angaben zu Variationen in der Blechdicken z referenzieren auf die Standardabweichung. Die relative Dickenreduktion Δz und der logarithmische Umformgrad φ_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 Schlifffebene TS ermittelt worden.

Material	Farbe	T /-	z /mm	Δz /%	φ_z /-	Ra / μm	HV0.1 /kgf mm ⁻²
0AS	schwarz	-	-	-	-	2,06	406 ±12
1,7WR	violett	<0,4	1,09 ±0,01	82	HR + 1,7	2,08	560 ±5
2,5WR	blau	<0,4	0,52 ±0,01	91	1,7 + 0,8	1,56	587 ±8
2,9WR	grün	<0,4	0,34 ±0,01	94	2,5 + 0,4	1,40	595 ±6
3,3WR	orange	<0,4	0,22 ±0,01	96	2,9 + 0,4	1,02	626 ±6
4,1CR	rot	<0,2	0,11 ±0,01	98	3,3 + 0,8	0,29	646 ±7

Material 1,7WR wurde über den Umweg mehrerer zwischengelagerten Anwärmeschritte aus dem heißgewalzten Zustand mittels Warmwalzen hergestellt. Die Unterbrechung der Dickenreduktion mit dem Zweck eines erneuten Anwärmens des Materials wurde auch in den nachfolgenden Warmwalzschritten 1,7WR → 2,5WR, 2,5WR → 2,9WR und 2,9WR zu 3,3WR vielfach vorgenommen. Auf diesen Umstand wird nachfolgend jedoch nicht mehr explizit hingewiesen. Für 1,7WR wurde eine Blechstärke von 1,0 mm angestrebt; vgl. Abbildung 4.1 für den Walzplan. Die Nachmessung ergab eine erzielte Endstärke von 1,09 ±0,01 mm, wobei die Randbereiche nicht berücksichtigt sind. Nach Erreichen der Endstärke wurde 1,7WR zwei weitere Male auf die Walztemperatur angewärmt. (i) Zuerst wurde das Blech entlang der Ebene TS in zwei Abschnitte zerteilt; vgl. Abbildung 4.1 /S.76 für die Darstellung der Nomenklatur. Ein Teil wurde für die Materialcharakterisierung zurückgehalten. Der verbleibende Teil bildete das Ausgangsmaterial für die Produktion der höher umgeformten Materialien. (ii) Der zur Charakterisierung angedachte Abschnitt wurde nochmals angewärmt und rissbehaftete Randpartien mit der Schlagschere entfernt. Das Teilen und das

Besäumen, bilden stets den Abschluss der Produktion von 1,7WR – 3,3WR. Ein dem Walzen nachgelagertes Spannungsfreiglühen erfolgte zu keiner Zeit. Alle warmungeformten Bleche lagen damit in einer dem Walzzustand verwandten Beschaffenheit vor. Das kurzzeitige, zweimalige nachträgliche Anwärmen ist für alle gewalzten Materialien dieser Arbeit zu berücksichtigen. Auch die Produktion der Materialien 2,5WR, 2,9WR und 3,3WR erfolgte mittels Warmwalzen. Die 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). Die in Klammern aufgeführten Werte sind die angestrebten Blechdicken laut Walzplan in Abbildung 4.1.

Mit einem Abschnitt von 3,3WR wurde die Dickenreduktion fortgesetzt. Das Material wurde bis ein kumulierter Umformgrad von 4,1 kaltgewalzt. Damit ist der in der Bezeichnung 4,1CR vermerkte Umformgrad als log. 3,3 durch Warmwalzen und log. 0,8 durch Kaltwalzen zu verstehen; vgl. Tabelle 4.1. Die Blechstärke nach dem Kaltwalzen betrug $0,11 \pm 0,01$, bei einer avisierten Stärke von 0,1 mm. Es sei auf den genutzten Farbcode hingewiesen. *Dieser ist an den Spektralfarben angelehnt und weist den niedrigen Umformgraden die kurzwelligen Bestandteile zu sowie den hochumgeformten Materialien die Farben mit großer Wellenlänge: 1,7WR: Violett, 2,5WR: Blau, 2,9WR: Grün, 3,3WR: Orange und 4,1CR: Rot.*

Mit dem Ziel die verformungsinduzierten Änderungen im mechanischen Verhalten zu quantifizieren, wurde als Referenz W im gesinterten Zustand charakterisiert. Bei Adaption der oben erörterten Materialbezeichnung gilt für eine W-Sinterling: 0AS, d. h. nicht umgeformt und Sintern stellt den letzten Produktionsschritt dar. Material 0AS wurde über Plansee SE, Metallwerk Reutte, Österreich bezogen und ist identisch zu den gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR mit technischer Reinheit (3N7) spezifiziert. 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. Datenpunkte, die 0AS betreffen sind in dieser Ausarbeitung in der Regel in Schwarz dargestellt.

4.2 Elementanalyse: Quantifizierung der Kontamination der Werkstoffe durch den Walzprozess

Die Entwicklung der Fremdatomkonzentrationen mit zunehmendem Umformgrad wurde mittels Dreifachbestimmung adressiert, d. h. durch einen dreifachen Aufschluss und Analyse der Einwaagen. *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 der Analyseberichte von *Brunner et al.* [50], *Tran-Huu-Loi et al.* [130] sowie von *Bonk et al.* [242] bzw. der Herstellerspezifikation¹. Die Probenstücke wurden mittels elektroerosivem Bearbeiten (EDM) entnommen. Es wurden alle Materialien beprobt; also 1,7WR – 4,1CR und 0AS. Frühere Untersuchungen hatten aufgezeigt, dass durch die Verwendung eines Messingdrahtes bei der Probennahme eine nicht zu vernachlässigende Kontamination der Schnittkanten mit Cu und Zn eintritt. Der Verfälschung der Analyseergebnisse konnte durch das Beizen der Proben mit einer neuen Mischung unterbunden werden.

Die chemische Analyse erfolgte unter Zuhilfenahme der Methoden Verbrennungsanalysen, Trägergas-Heißextraktion, TGHE [261] sowie anhand von Untersuchungen auf Basis der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma, ICP-OES [262]. Die Analysen zur chemischen Zusammensetzung der Materialien wurde in der Arbeitsgruppe „Chemische Analytik“ am IAM-AWP durchgeführt.

- Für die Quantifizierung von C- und S-Konzentration mittels Verbrennungsanalyse (im Keramiktiegel im Sauerstoffstrom) wurden ein CS600 (LECO Instrument, Deutschland) genutzt.
- Die Konzentrationen an N und O wurden mittels TGHE unter Verwendung eines LC600 (LECO Instrument, Deutschland) mittels

¹ <https://www.plansee.com/de/werkstoffe/wolfram.html>; abgerufen am 01.11.2018

Schmelzaufschluss unter He-Gasstrom im Graphiteinwegtiegel bestimmt.

- Die Gehalte von Al, Si, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd und Pb wurden mit 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 aufgenommenen Emissionslinien ausgewertet.

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

Die Ermittlung der Walztextur und eine quantitative Analyse der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur erfolgten auf Basis von Orientierungsinformationen aus Experimenten der Rückstreuungselektronenbeugung (EBSD); exklusive der Ergebnisse hinsichtlich der Versetzungsdichte und Versetzungsstruktur. Die Versetzungsdichte wurde nach einem indirekten Ansatz bestimmt. Dieser basiert auf der winkelabhängigen Verbreiterung der Beugungsreflexe, die in Beugungsexperimenten mit monochromatischer Röntgenstrahlung (XRD) gewonnen wurden; *modifizierte Williamson-Hall Methode*. Versetzungsstrukturen wurde am Rasterelektronenmikroskop (SEM) analysiert. Das hierfür verwendete, als *Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI)* bezeichnete, Bildgebungsverfahren wurde mit einer Orientierungsbestimmung mittels EBSD kombiniert. Hierauf weist die von *Zaefferer et al.* [263] geprägte Abkürzung *cECCI* hin: *ECCI under controlled diffraction conditions*.

Die Probennahme wurde mittels elektroerosivem Schneiden (EDM) vorgenommen. Hierbei lag ein besonderes Augenmerk auf die Herstellung von Proben mit intakten Schnittkanten, die in gewalztem W zu Delaminationsris-

sen neigen [64] [Abb. 3.2]. Aufgrund der erwarteten starken Anisotropie der mikrostrukturellen Eigenschaften von hochgradig umgeformten W-Blechen, siehe z. B. *Bonk et al.* [242] [Abb. 2], ist stets die Ausrichtung der Proben in Bezug auf das Koordinatensystem zu beachten, das in Abbildung 4.1 /S. 76 festgelegt wurde.

4.3.1 Rückstreuelektronenbeugung

Die Präparation der metallographischen Schläffe in Vorbereitung für die EBSD-Untersuchungen umfasste das Nassschleifen sowie das mechanische als auch ein elektrochemisches Polieren. Die Probenpräparation erfolgte für alle Materialien parallel, d. h. die Proben der verschiedenen Bleche wurden in gestapelt, mechanisch verbunden sowie warmeingebettet und konnten danach im Verbund präpariert werden.

Das Nassschleifen ist in zwei Bearbeitungsstufen zu unterteilen. In einer ersten groben Schleifstufe wurden Oberflächenbereiche entfernt, die während des EDM-Schneidens modifiziert wurden. Die sich anschließende Feinbearbeitung diente zur schrittweisen Reduzierung der Verformungsschicht; siehe Schaubild in *Petzow et al.* [264] [Abb. 1.5.1]. Für das Feinschleifen wurden nacheinander Schleifstufen inklusive einer 1200er Körnung durchlaufen. Die Schädigungstiefe wurde durch mechanisches Polieren mit polykristallinen Diamantsuspensionen mit den Partikelgrößen 9 μm , 6 μm , 3 μm sowie 1 μm weiter verringert. Die Polierdauer betrug hierbei jeweils 6 min.

Der Abtrag letzter Rauheitsspitzen, doch vor allem die Schaffung einer verformungsfreien Oberfläche, wurde mittels elektrolytischen Polierens realisiert. Dazu wurde der Probenverbund aus dem Einbettmittel herausgelöst und eine wässrige Lösung bestehend aus demineralisiertem H_2O und 0,66 Gew.-% NaOH angesetzt; stark verdünnter Elektrolyt ASTM VII-7 [265] [Tab. 1]. Der Probenverbund wurde als Anode kontaktiert und über den Elektrolyten sowie einer V2A-Ringkathode die Elektropolierzelle aufgebaut. Mit einer Spannung von 10 V konnten gute Resultate erzielt werden. Der Elektrolyt wurde dabei durch einen Rührer kontinuierlich umgewälzt. Die anodische Auflösung der Oberfläche erfolgte in einem gepulsten Betriebs-

modus mit 5 s dauernden Abtrag und einer Pause für 10 s pro Zyklus für eine Nettozeit von 3 min bzw. einer Bruttodauer von 9 min. Nach dem elektrolytischen Polieren betrug die maximale Höhendifferenz innerhalb der Gesamtmessstrecke Rt weniger als 100 nm.

Die Generierung und Erfassung der EBSD-Beugungsbilder (EBSPs) erfolgte mit einem Rasterelektronenmikroskop mit thermischer Feldemissionskathode (FEG-SEM) vom Typ MERLIN (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Deutschland), in Kombination mit einem netto 480×480 Bildpunkte auflösenden EBSD-Detektor EDAX Hikari XP (AMETEK, U.S.A) und EDAX TEAM v4.5 (AMETEK, U.S.A) als Steuerungs- und Aufnahmesoftware. Die Neigung des Probenstückes betrug stets 70° zur Waagerechten. Eine geeignete Ausleuchtung des phosphoreszierenden Detektorschirms wurde für W unter dem gegebenen Messaufbau bei einem 14 mm betragenden Arbeitsabstand erreicht. Die in den einzelnen Versuchsreihen gewählten Strahlparameter und der Betriebsmodus des CCD-Sensors, konkret das gewählte Binning², sind in dem Textabschnitt der jeweiligen Untersuchung ausgewiesen. Die Indizierung der EBSPs erfolgte mithilfe einer Hough-Transformation basierten Algorithmus [266, 267] mit nachgeschaltetem Abgleich der Winkelbeziehungen der gefundenen Triplets mit einer Orientierungsdatenbank [268].

Die Auswertung der Orientierungsdatensätze erfolgte in EDAX OIM Analysis v8.1 (AMETEK, U.S.A). Einträge mit einer geringen Zuverlässigkeit³ wurden herausgefiltert. Weiterhin wurden einzelne Datenpunkte entfernt sowie innerhalb der vorgegebenen Desorientierung zusammenhängende Punktgruppen aus weniger als 5 Messpunkten aus den Orientierungsdatensät-

² Die Angabe über das *Binning* gibt Auskunft über die Anzahl der physischen Pixel des CCD Sensors, die zu einem logischen Pixel zusammengefasst und ausgelesen werden.

³ Die Qualität der Indizierung von EBSPs wurde anhand des Parameters Indizierungszuverlässigkeit (CI) beurteilt. Nach *Field* [269] [Abbildung 1] beträgt der Anteil der korrekt indizierten EBSPs, deren Lösung ein CI von 0,1 zugewiesen wurde, 95 %.

zen herausgefiltert. Ein Teil dieser Datenpunkte wurde jedoch mit dem Routine GCIS⁴ in die Datensätze zurückgeführt.

Ansatz Texturanalyse

Die Identifizierung von bevorzugten kristallographischen Orientierungen und die Quantifizierung ihrer Häufigkeiten erfolgte nach einer direkten Methode. Die Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) ist aus EBSD-Orientierungen errechnet worden und wurde nicht indirekt aus den Intensitäten von Polfiguren zurückgerechnet [270]. Den Empfehlungen von *Wright et al.* [271] sowie *Randle et al.* [272] Rechnung tragend, wurden zur Berechnung der ODFs deutlich mehr als 10k unabhängige Kornorientierungen aufgenommen. Hierzu wurden nach der oben dargelegten Methode metallographische Schiffe der Ebene TS angefertigt. In dieser Ebene wird die höchste Korndichte erwartet [242] [Abb. 2], d. h. bei gegebener Messfeldgröße wird ein Maximum an unabhängigen Kornorientierungen erfasst. Pro Material wurden mehrere Messfelder aufgenommen. Für eine gesteigerte Toleranz gegenüber einer möglichen Werkstoffinhomogenität wurden die Messfelder über die gesamte Breite der Proben verteilt, d. h. über 10 mm [273]. Gewalzte Refraktärmetalle sind für Texturgradienten entlang der S-Richtung bekannt; vgl. *Engler et al.* [270] bzw. *Lied et al.* [241] [Abb. 8]. Die Positionen der Messfelder wurde in dieser Arbeit daher so gewählt, dass ausschließlich Orientierungsdaten entlang der Blechmitte aufgenommen wurden, also nach Abbildung 4.1 /S. 76 Positionierungen entlang der T-Richtung bei S {0}. *Nach Engler et al.* [270] sind damit die durchgeführten Untersuchungen zur Orientierungsverteilung als Analysen der Mikrotextur zu klassifizieren, d. h. die Orientierungsverteilungen besitzen einen Ortsbezug und stellen nicht

⁴ Grain-CI Standardization (GCIS): Bei der GCIS wird die Plausibilität der Orientierungen der herausgefilterten Datenpunkte hinsichtlich der Orientierungen ihrer Nachbarpixel bewertet. Alle zusammenhängenden Messpunkte mit einer Desorientierung kleiner eines Grenzwinkels wird der höchste CI in dieser Punktgruppe zugewiesen. Datenpunkte mit einem CI unterhalb von 0,1 jedoch „korrekt“ indiziertem EBSD werden somit dem Datensatz wieder hinzugefügt. *Die Routine GCIS modifiziert den CI von Messpunkten. Die gemessene Orientierung wird jedoch nicht verändert.*

notwendig eine Beschreibung des gesamten Probenvolumens dar. Im Folgenden ist mit dem Begriff *Textur* stets die *Mikrostruktur* adressiert.

Tabelle 4.2: 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 δ 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 Ebenen $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$, Differenz zwischen berechnetem und extrapoliertem wahren TI ΔJ und der relative Fehler e_j des berechneten TI angegeben.

Material	U /kV	I /nA	δ /nm	$y; z$ / μm	N /-	A / μm^2	n /-	\bar{S} /-	ΔJ /-	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

Die Erfassung von Orientierungsdaten für eine Texturbestimmung hat die Ermittlung von möglichst vielen Kornorientierungen als Ziel; nicht die detaillierte Abbildung der Mikrostruktur [273]. Dies spiegelt sich in der gewählten Anzahl und Größe der Messfelder sowie der Schrittweite der verwendeten Messraster wider. Auf Basis von Voruntersuchungen sind auf das jeweilige Material abgestimmte Schrittweiten definiert worden. *Jepson et al.* [274] folgend entsprechen die in dieser Arbeit gewählten Schrittweiten etwa $\frac{1}{3}$ der Korndimension entlang der S-Richtung. Damit sind die Messras-

ter für die Texturbestimmung wesentlich größer als die Vorgaben für die Messung von Mikrostruktureigenschaften [272, 275]. Durch die Festlegung von individuellen Schrittweiten, die an die jeweiligen mittleren Korngröße gekoppelt sind, konnte eine ressourcensparende Erfassung von unabhängigen Kornorientierungen realisiert werden; unter Beibehaltung der Bewertung der Plausibilität jeder einzelnen Orientierungsmessung auf Basis von Nachbarschaftsbeziehungen im Post-processing. Die Auswahl der Anzahl an Messfeldern pro Material und ihre Größe beruht auf Annahmen zur Inhomogenität der Mikrostruktur; vgl. Tabelle 4.2 bzgl. der Symmetrie der Polfiguren. Untersuchungen von *Lied et al.* [241] [Abb. 2] an vergleichbar produzierten W-Blechen zeigen auf, dass eine zu Beginn deutlich ausgeprägte Heterogenität bei zunehmenden Umformgrad vernachlässigbar wird.

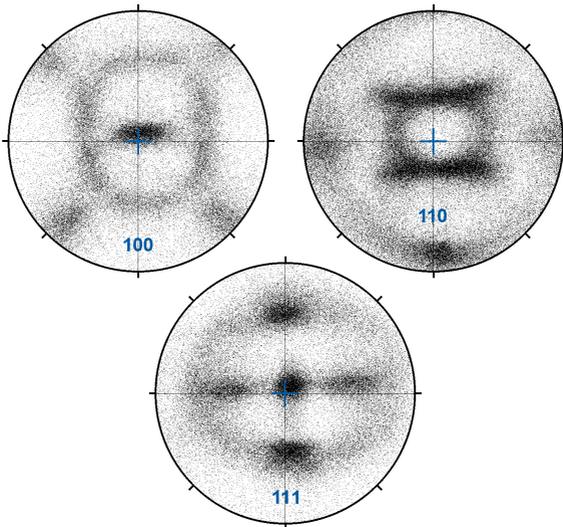


Abbildung 4.2: Korrektur der Datensätze bezüglich der Probenlage. Es sind die diskreten Polfiguren für die Richtungen $\{100\}$, $\{110\}$ und $\{111\}$ in 1,7WR dargestellt. Jeder schwarze Pixel repräsentiert eine Orientierungsmessung. Die S-Richtung befindet sich im Zentrum der Polfiguren. Die L-Richtung zeigt nach oben; vgl. Legende in Abbildung 4.5. Die Verdrehungen sind zur Verdeutlichung überzeichnet dargestellt.

Für die Orientierungsmessungen im Rahmen der Texturanalyse wurde eine Beschleunigungsspannung von 20 kV und einem Strahlstrom von 20 nA gewählt. Die EBSPs wurden mit einer Geschwindigkeit um 250 fps aufgenommen; 5×5 Binning des CCD-Sensors. In der Nachbearbeitung wurden die Versuchsdaten der einzelnen Messfelder in einen Gesamtdatensatz zusammengefasst. Eine Analyse der Orientierungsdaten offenbarte leichte Verdrehungen in Bezug zu den erwarteten Ideallagen der Hauptkomponenten der Walztextur. Diese sind höchstwahrscheinlich in leichten Ungenauigkeiten bei der Entnahme der Proben aus den W-Blechen begründet, bzw. sind eine Folge der Präparation und der Ausrichtung im SEM. Wie von *Kocks* [276] empfohlen, wurde die Abweichungen von den Ideallagen durch eine geringfügige Rotation der gemessenen Orientierungsdaten korrigiert. In Abbildung 4.2 ist die vorgefundene Situation illustriert. Für ein besseres Verständnis sind in Abbildung 4.2 die Verdrehungen der Polfiguren $\{100\}$ und $\{111\}$ hinsichtlich des Probenkoordinatensystems überzeichnet dargestellt, also wesentlich stärker ausgeprägt als für die Datensätzen dieser Arbeit festgestellt.

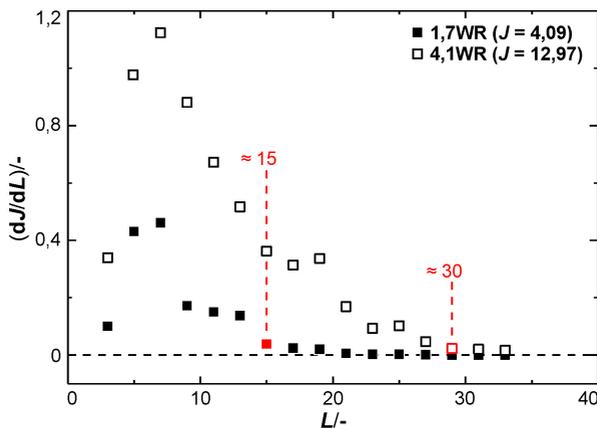


Abbildung 4.3: Evolution der Orientierungsverteilungsfunktion mit zunehmendem Entwicklungsgrad. Es ist die Änderung des Texturindex pro Entwicklungsschritt der harmonischen Reihenentwicklung dJ/dL über den Entwicklungsgrad L aufgetragen. Es sind für 1,7WR und 4,1CR die Entwicklungsgrade hervorgehoben, nach denen keine nennenswerte Änderung im TI erfolgt.

Nach der Justage der Orientierungsdaten wurden die ODFs auf Basis der Reihenentwicklung *Generalized Spherical Harmonic Expansion* (GSHE) nach Bunge [277] [Gl. 5.1] berechnet. Der erwarteten hohen Orientierungsdichten einzelner Vorzugskomponenten Rechnung tragend [241] [Abb. 7] und die Gefahr von sogenannten *Ghosting-Artefakten*⁵ berücksichtigend, sind die ODFs bis Reihenglied 34 entwickelt worden. Die Intensitäten jeder Orientierung wurden dabei über eine Glockenkurve mit einer Halbwertsbreite von 5° abgebildet; für mehr Details siehe Niezgoda [278] [Gl. 12.14] sowie Bozzolo et al. [279] [Abb. 7]. 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 [279]. Die Reihenentwicklung erfolgte unter Vorgabe von orthotroper⁶ Probensymmetrie. Nach visueller Kontrolle der ODF-Schnitte und Analyse der Entwicklung des Texturindex (TI) über den Entwicklungsgrad konnte verifiziert werden, dass bei der Anwendung der oben angegebenen Entwicklungsparameter weder (i) Ghosting-Artefakte auftreten, noch (ii) nennenswerte Veränderungen in der ODF bei der Wahl einer längeren Reihenentwicklung zu erwarten sind; vgl. Abbildung 4.3. *Es wird geschlossen, dass der Entwicklungsgrad mit 34 hoch genug angesetzt wurde und die ODF, wenigstens an und im Umkreis der Hauptkomponenten der Textur, mit hoher Wahrscheinlichkeit die wahren Orientierungsverteilung wiedergibt.*

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 die Hauptkomponenten der Textur entlang charakteristischer Strecken im Euler-Raum verlaufen.* Im Fall der Verformung im ebenen Dehnungszustand (EDZ) sind α -Faser (hkl)[110] und γ -Faser (111)[uvw] hervorzuheben. In Abbildung

⁵ E. Bruder, TU Darmstadt: Persönliche Kommunikation

⁶ Orthotrope Probensymmetrie bedingt zwei Spiegelebenen. In gewalzten Blechen sind diese die Ebenen normal zu der L- bzw. T-Richtung [270]; vgl. Nomenklatur in Abbildung 4.1 /S. 78. In Abbildung 4.5 (links oben) sind die äquivalenten Orientierungen für eine beliebige Würfellage dargestellt.

4.4b 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 φ_1 $\{0 - 360^\circ\}$, Φ $\{0 - 180^\circ\}$ und φ_2 $\{0 - 360^\circ\}$ auf die Grenzen φ_1 $\{0 - 360^\circ\}$, Φ $\{0 - 90^\circ\}$ und φ_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 φ_1 $\{0 - 90^\circ\}$, Φ $\{0 - 90^\circ\}$ und φ_2 $\{0 - 90^\circ\}$ bzw. die Darstellung des Euler-Raumes in den Grenzen φ_1 $\{0 - 90^\circ\}$, Φ $\{0 - 90^\circ\}$ und φ_2 $\{45^\circ\}$ ist durch das Vorliegen von orthotroper Probensymmetrie gerechtfertigt bzw. der Tatsache geschuldet, dass die Komponenten, die für die Beurteilung der Walztextur von krz Metallen benötigt werden, in dieser Schnittebene lokalisiert sind [270].

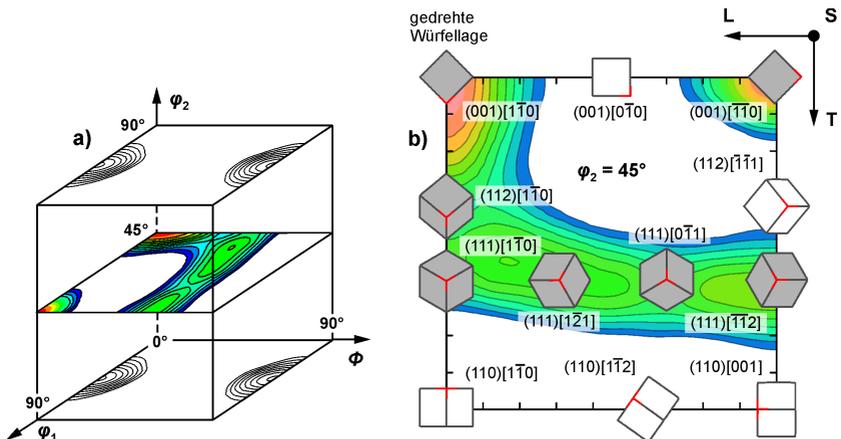


Abbildung 4.4: Darstellung von Orientierungen im Euler-Raum: In (a) ist der reduzierte Euler-Raum, d. h. in den Grenzen $\{0 - 90^\circ\}$ für alle drei Raumachsen, gezeigt. Wichtige Lagen sind für die in Abbildung (a) eingefärbte Schnittebene $\varphi_2 \{45^\circ\}$ in Darstellung (b) dargestellt. Die typischen Texturkomponenten in gewalztem W sind in (b) hervorgehoben. Darstellung (a) in Anlehnung an *Spieß et al.* [280]. 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; vgl. Abbildung 4.1 /S. 76.

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 zugrundeliegenden Stichprobe gekoppelt.* Darüber hinaus beeinflussen die Parameter der Reihenentwicklung die errechneten Intensitätsmaxima und sind für eine quantitative Texturanalyse auf die erwarteten Intensitäten sowie die Stichprobengröße abzustimmen.

Entlang der Mittelefaser (hinsichtlich der Blechdicke) wird vorausgesetzt, dass die resultierende Verformungsstruktur auf eine plastische Verformung im EDZ zurückzuführen ist. Dies bedingt die Ausbildung einer orthotropen Probensymmetrie während des Walzens. Orthotrope Probensymmetrie ist direkt in den in Abbildung 4.5 dargestellten $\{100\}$ -Polfiguren für 1,7WR identifizierbar. Jedoch geht die Symmetrie der Polfiguren, d. h. die Übereinstimmung der Quadranten 1, 2, 3 und 4, mit der Abnahme der Stichprobengröße zurück und könnte auf Basis der Stichproben mit 460, 1,8k bzw. 6,9k unabhängigen Kornorientierungen nur vermutet werden. Diese Beobachtung kann nach einem Ansatz von *Wright et al.* [271] [Gl. 6] quantifiziert werden. In diesem wird die Symmetrie der Polfigur (eigentlich die Asymmetrie dieser) über die Beziehung

$$S_{\{hkl\}} = \frac{1}{B} \sum_{\alpha=0}^{90^\circ} \sum_{\beta=0}^{90^\circ-b} \{ [P(\alpha, \beta) - P(\alpha, 180^\circ - \beta)]^2 + [P(\alpha, \beta) - P(\alpha, 180^\circ + \beta)]^2 + [P(\alpha, \beta) - P(\alpha, -\beta)]^2 \}^{0,5} \quad (4.1)$$

beschrieben, wobei die Größen α , β und b den Polarwinkel bzw. Azimut sowie die Winkelauflösung beider Winkel in der zur Berechnung zugrundeliegenden Polfigur entsprechen. Da die Winkelauflösung der Polfiguren von Studie zu Studie variieren kann, wird die Vergleichbarkeit von Symmetriefaktoren durch die Hinzunahme eines Korrekturfaktors B gewährleistet. Der Korrekturfaktor entspricht der Anzahl der Datenpunkte der Polfigur.

Im Falle von orthotroper Symmetrie gilt für den Einfluss des Umfangs der Stichprobe, d. h. der Anzahl an unabhängigen Kornorientierungen im Datensatz n , in Hinblick auf die Asymmetrie der Polfiguren:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} S_{\{hkl\}} = 0 \quad (4.2)$$

Unter Annahme einer orthotropen 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 Abbildung 4.5 anhand der in Rot hervorgehobenen Werte nachvollzogen werden. Ideal-symmetrische Polfiguren werden für 1,7WR laut Extrapolation ab einer Datensatzgröße von etwa 140k unabhängigen Kornorientierungen erzielt.

Der experimentelle Aufwand, der mit der Generierung von Stichproben mit einem Umfang von 140k Körnern verknüpft ist, wäre unverhältnismäßig hoch. Die Abweichung einer auf Stichproben basierenden ODF von der wahren Textur kann jedoch bereits aus kleineren Datensätze errechnet werden. Hierfür bietet sich die Betrachtung in der Variation des Texturindex (TI) nach Bunge [277] [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 Teilstichprobe 11-mal wiederholt. Jede Berechnung des TI erfolgte unter Vorgabe von orthotroper Probensymmetrie. Aus diesen jeweils 11 Einzelergebnissen für den TI wurden Median sowie die Spannweite der Ergebnisse ermittelt. Exemplarisch sind in Abbildung 4.6a der Median der TIs und die jeweilige Spannweite für 1,7WR über den Kehrwert der Stichprobengröße aufgetragen. Der Median nimmt mit zunehmendem Umfang der Kornstatistik (linke Seite) ab; ebenso die Spannweite zwischen dem höchsten und niedrigsten Teilergebnis. *Anhand modellierter Daten konnten Matthies et al. [281] demonstrieren, dass die Abnahme des TI mit dem Kehrwert der Kornstatistik n korreliert.* Somit erlaubt die in Abbildung 4.6a angegebene 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.

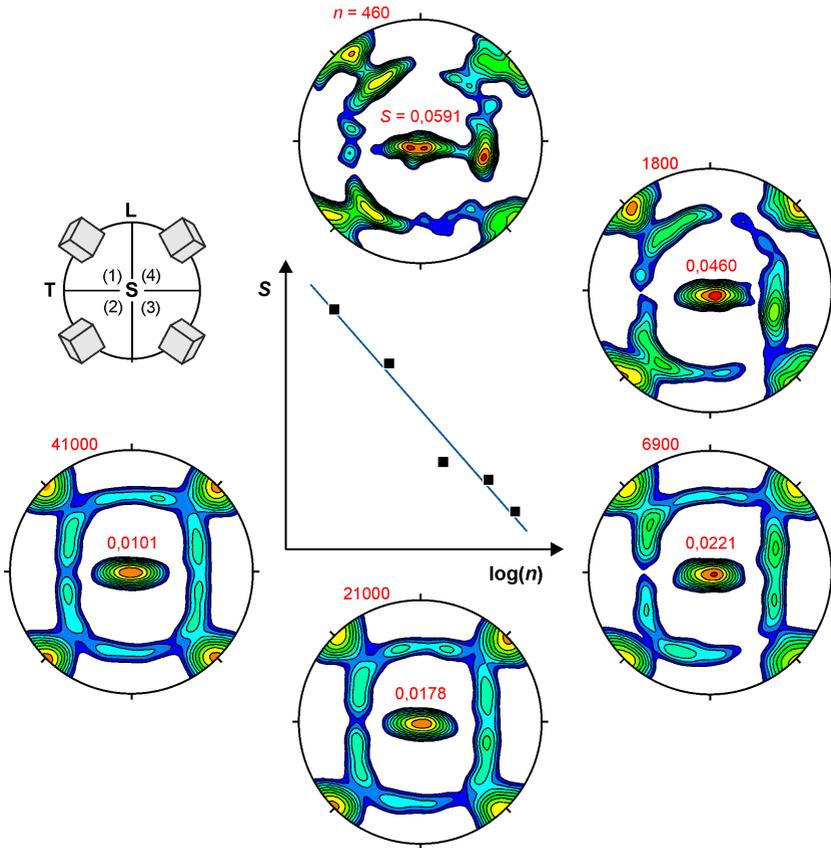


Abbildung 4.5: Einfluss der Kornstatistik auf die Polfigursymmetrie. Es sind die Polfiguren $\{100\}$ des Materials 1,7WR für die Stichprobengrößen 460, 1,8k, 6,9k, 21k sowie 41k gezeigt; Berechnung ohne Vorgabe von Probensymmetrie. Die Werte zur Beurteilung der Symmetrie der Polfiguren sind jeweils im Zentrum vermerkt. Die Entwicklung der Asymmetrie der Polfiguren S ist zentral als Funktion der Anzahl der Kornorientierungen im Datensatz n dargestellt; vgl. Tabelle 4.2 für gleichgelagerte Ergebnisse zu den Materialien 2,5WR – 4,1CR.

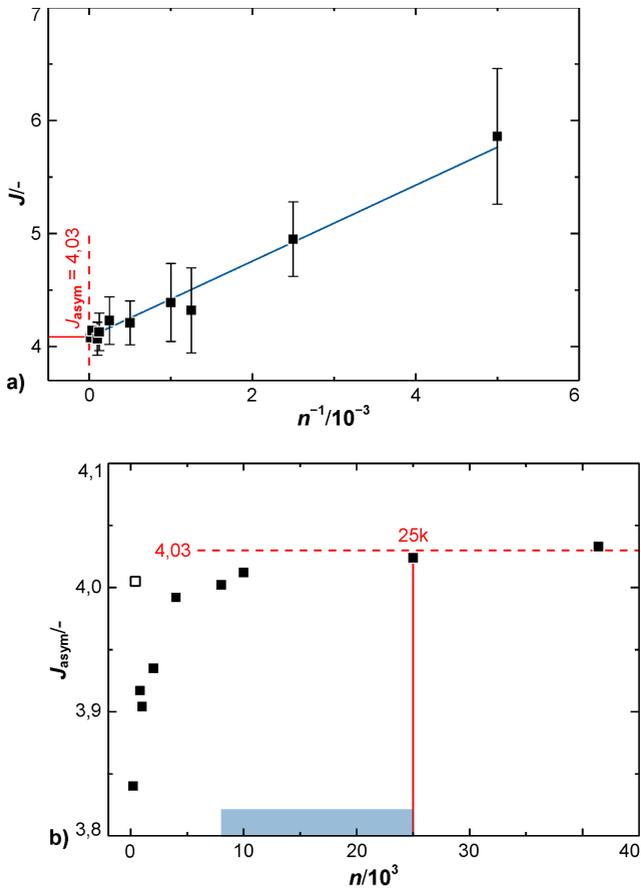


Abbildung 4.6: Abschätzung der erforderlichen Stichprobengröße für 1,7WR für die quantitative Texturanalyse. In (a) ist die Extrapolation des Texturindex J zur Bestimmung des wahren TI J_{asym} für $n \rightarrow \infty$ demonstriert (Berechnungen der experimentellen Texturindizes ohne erzwungene Probensymmetrie). 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. Tabelle 4.2 für die gemessenen und extrapolierten wahren TIs der Materialien 2,5WR – 4,1CR.

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

Eine Erweiterung des oben beschriebenen Ansatzes ermöglicht es ferner Schlüsse über die Stabilität der in Tabelle 4.2 gelisteten wahren TIs zu ziehen. Dies ist für 1,7WR in Abbildung 4.6b 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 Abbildung 4.6b an der Koordinate 1k entspricht der Regressionsgeraden der TIs in Abbildung 4.6a mit einer Kornstatistik von 1k und niedriger; also 1k, 800, 400, etc. Nach Abbildung 4.6b wird um 10k unabhängigen 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 die Materialien 2,5WR – 4,1CR beobachtet und bestätigt den Bereich 8k – 25k für die notwendige Anzahl von Körnern im Datensatz, ab der eine quantitative Texturanalyse gerechtfertigt ist. *Mit Kornstatistiken von geschätzt 0AS: 38k, 1,7WR: 41k, 2,5WR: 30k, 2,9WR: 18k, 3,3WR: 15k und 4,1CR: 9,4k wird diese Anforderung in dieser Arbeit für alle Materialien erreicht.*

Ansatz Mikrostrukturanalyse

Auch die metallographischen Schlitze für die Mikrostrukturanalyse wurden nach der oben beschriebenen Methodik präpariert. Es wurden Schlitze der Ebenen LS und TS angefertigt. 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 Bereich der Blechmitte, d. h. die Höhe S beträgt {0}. Je Material und Schlitzebene wurden vier Messfelder mit 50×40 µm Größe

aufgenommen, wobei der erste Wert die Höhe vertikal, d. h. in erster Näherung parallel der S-Richtung, 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 Aufnahme- rate betrug etwa 150 fps unter Vorgabe eines 4×4 Binning für den CCD-Sensor. In Tabelle 4.3 sind die experimentellen Randbedingungen zusammengefasst.

Tabelle 4.3: Versuchsschema der EBSD basierten Mikrostrukturuntersuchungen. Die Messfeld- dimensionen entlang der L-Richtung x , T-Richtung y , und S-Richtung z sind pro Material und Schliffebene bzgl. der Schliffebene 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 δ , 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 & Ebene	U /kV	I /nA	δ /nm	$x; z$ /μm	N /-	A /μm^2	n /-	f /%
0AS	30	20	500	2,9k; 2,3k	2	13340k	3,8k	97,8
1,7WR /LS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	2,8k	99,9
2,5WR /LS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	4,6k	99,8
2,9WR /LS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	6,5k	99,9
3,3WR /LS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	11K	99,8
4,1CR /LS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	10k	99,8
1,7WR /TS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	3,5k	99,9
2,5WR /TS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	10k	99,1
2,9WR /TS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	11k	99,3
3,3WR /TS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	15k	99,8
4,1CR /TS	15	20	40	50; 40	4	8,0k	19k	99,2

Während der Nachbearbeitung wurden nach Material und Schliffebene sortiert die einzelnen Messdaten zu einem gemeinsamen Datensatz zusammengefasst. Im nächsten Schritt wurden die oben beschriebene Filter-Routine

durchlaufen. Anhand der zusammengeführten Datensätze wurden Mittelwerte und Verteilungskurven abgeleitet. Mit dem Ziel Standardabweichungen ausweisen zu können, erfolgte eine Auswertung der individuellen Datensätze.

In dieser Ausarbeitung sind in Anlehnung an *Hansen et al.* [282] Kleinwinkelgrenzen (LABs) als Gitterrotationen zwischen benachbarten Messpunkten im Bereich $2 - 15^\circ$ definiert. Differenzen mit einer Desorientierung größer 15° 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 ausgewiesenen Korngrenzenabstände beruht auf der Anwendung des Linienschnittverfahrens [283].

Fehlerbetrachtung Mikrostrukturanalyse

Ultrafeinkörnige Mikrostrukturen stellen hohe Anforderungen an die Ortsauflösung der verwendeten Abbildungsmethode. Durch die starke Probenneigung bei EBSD ist die *physikalische Ortsauflösung* (meist: in welchem Abstand von einer Korngrenze kommt es zur Überlagerung der Beugungsmuster des beprobten Kristalls und des angrenzenden Kornes) 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.* [284] verwiesen. Für W im FEG-SEM und einer Beschleunigungsspannung von 30 kV geben *Isabell et al.* [285] die physikalische laterale Auflösung mit 50 nm an. In einer neueren Veröffentlichung von *Tripathi et al.* [286] ist für W unter den experimentellen Bedingungen 30 kV, 10 nA ein Wert von 100 nm ausgewiesen⁷. Dieser Unterschied von Faktor zwei könnte in den verwendeten Elektronenquellen begründet sein: Während *Isabell et al.* [285] ihre Messungen mit einer kalten Feldemissionskathode (cFEG) vornahmen,

⁷ A. Tripathi, Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf: Persönliche Kommunikation

verwendeten *Tripathi et al.* [286] einen Emitter, der nach dem Prinzip der warmen Feldemission (Schottky Type) arbeitet. Auch wenn nicht näher von *Isabell et al.* [285] spezifiziert, kann infolge des bauartbedingt stark eingeschränkten Strahlstroms von cFEGs [287] [Tab. 1.1] auf eine Differenz im Stahlstrom beider Studien von mindestens eine Größenordnung geschlossen werden. In Hinblick auf diese Ausarbeitung sollte der Bericht von *Tripathi et al.* [286] repräsentative Werte für die physikalische laterale Auflösung von EBSD an W enthalten.

Die praktisch nutzbare Auflösung von EBSD, nachfolgend *effektive laterale Auflösung* genannt, wird neben der physikalischen Auflösung auch von dem verwendeten Software-Algorithmus für die Indizierung der EBSPs bestimmt [288]. Da bei der Überlagerung von zwei Beugungsmustern in einem EBSP häufig die Kikuchi-Bänder einer Orientierung merklich schwächere Intensitäten aufweisen, kann verlässlich zwischen beiden Mustern unterschieden werden. Damit besitzt EBSD eine höhere effektive als physikalische laterale Auflösung [288]. *Diese liegt nach aktuellen Studien⁸ an W im Bereich um 10 nm. Damit kann festgehalten werden, dass EBSD auch für die Mikrostrukturanalyse von UFG Materialien eine leistungsfähige Methode darstellt und die gewählte Schrittweite von 40 nm für EBSD geeignet gewählt wurde.* Mit dem experimentellen Aufbau (die S-Richtung verläuft stets horizontal im EBSD-Messraster) wird weiterhin sichergestellt, dass die kleinste Strukturdimension in den hier untersuchten W-Materialien parallel zur Richtung der höchsten Auflösung ausgerichtet ist.

Insbesondere der Ermittlung der mittleren Abstände zwischen Großwinkelgrenzen bzw. Groß- und Kleinwinkelgrenzen kommt in dieser Ausarbeitung eine zentrale Bedeutung zu. Nach DIN ISO 13067 [289] 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 das sich hieraus ergebene Messraster für 1,7WR als Referenz festgelegt. Aus der Tatsache, dass die

⁸ S. Zaefferer und A. Tripathi, beide Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf: Persönliche Kommunikation

Schrittweite sowie Größe und Anzahl der Messfelder für die Datenaufnahme zur Mikrostrukturanalyse für alle Materialien und Schlifffebenen konstant gehalten wurden, folgt, dass Tabelle 4.3 für die Materialien mit hohen Umformgraden eine wesentliche umfangreichere Kornstatistik ausweist; etwa 10k für 4,1CR in der LS-Ebene. Die Ergebnisse, die auf den Untersuchungen der Schlifffebenen TS basieren, beruhen infolge der anisotropen Kornmorphologie auf etwa doppelt so viel gemessenen Körnern. Damit übertreffen die Datensätze dieser Arbeit in ihrem Umfang deutlich den in DIN ISO 13067 [289] formulierten Anforderungen für eine zuverlässige Bestimmung der Korngröße nach dem Linienschnittverfahren.

Neben einer angemessenen Kornstatistik identifiziert *Humphreys* [275] des weiteren (i) die Häufigkeit von nicht- bzw. falsch-indizierten Messpunkten und (ii) die gemittelte Anzahl der Messpunkte pro Linienabschnitt der Messlinie als weitere Einflussfaktoren bei der verlässlichen Bestimmung von Korndimension nach dem Linienschnittverfahren bei Anwendung auf einen EBSD-Datensatz. Ein Auszug der Studie von *Humphreys* [275] ist in Abbildung 4.7 wiedergegeben. Während nicht- und falschindizierte EBSPs zu künstlichen Korngrenzen führen und in der Folge die gemittelte Korngröße nach dem Linienschnittverfahren nach Abbildung 4.7a mit zunehmendem Anteil dieser EBSPs nicht konservativ ist, muss der Tatsache, dass die Länge eines einzelnen Linienabschnittes immer ein Vielfaches der Schrittweite des Messrasters beträgt, mit einer Überschätzung des mittleren Korngrenzenabstandes Rechnung getragen werden; vgl. Abbildung 4.7b. 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 mittleren Anzahl an Messpunkten pro Abschnittslänge ist hingegen nichtlinear. Unterschreitet die Anzahl von Messpunkten zwischen zwei als Korngrenzen definierten Merkmalen im Mittel den Quotienten $\{5\}$, ist mit einem hyperbolischen Anstieg des systematischen Messfehlers zu rechnen. In den von *Humphreys* [275] [Abb. 9] publizierten Daten liegt der systematische Fehler bei der Bestimmung des mittleren Korngröße bei der Anwendung der von *Radle* [272] genannte Empfehlung für die Mikrostrukturanalyse von 10 Messpunkten pro erwarteter mittlerer Abschnittslänge zwischen 1 – 2 %.

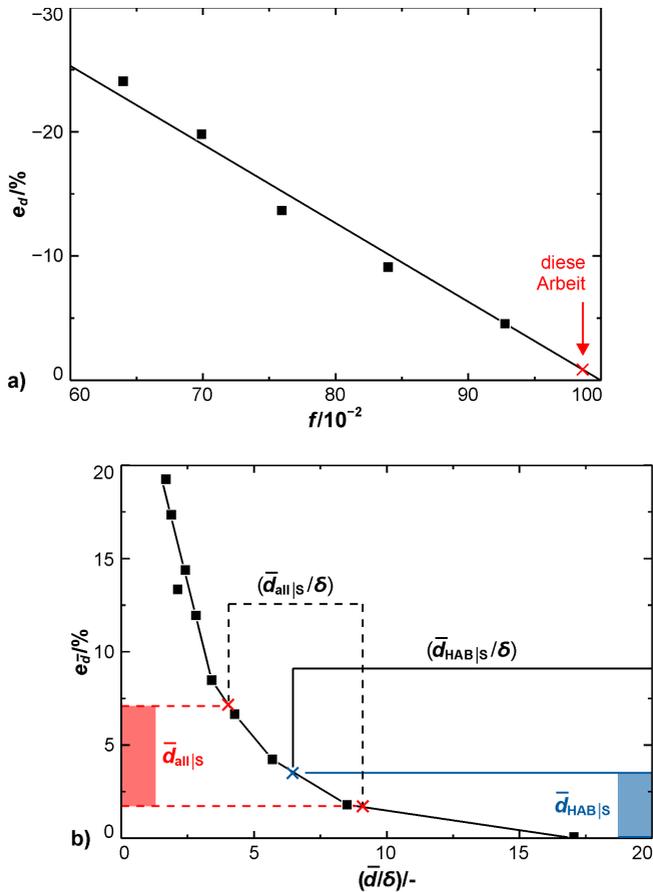


Abbildung 4.7: Fehler bei der Bestimmung von mittleren Korngröße nach dem Linienschnittverfahren. Diagramm (a) und (b) zeigen den erwarteten relativen Fehler $e_{\bar{d}}$ bei der Ermittlung der mittleren Korngrenzenabstände. In (a) ist der Fehler über dem Anteil f an korrekt indizierten EBSPs aufgetragen. In (b) ist der relative Fehler $e_{\bar{d}}$ über der gemittelten Anzahl an Messpunkten entlang der Messlinie zwischen zwei Linienschnitten gezeigt. Dies ist als gemittelter Korngrenzenabstand \bar{d} normiert auf die Schrittweite δ des Messrasters dargestellt. Die zu Grunde liegenden Daten sind *Humphreys* [275] entnommen.

Nun sollen diese Zusammenhänge auf die Materialien 1,7WR – 4,1CR angewendet werden. Zuerst sei auf den Anteil an fehlerhaft indizierten EBSPs eingegangen. Laut Tabelle 4.3 liegt in dieser Arbeit der Anteil von Messpunkten mit einem CI größer 0,1 stets oberhalb von 99 %. Es ist dabei 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 wurden⁹, so ist nach Abbildung 4.7a der systematische Fehler bei der Bestimmung der mittleren Korngrenzenabstände kleiner als 1 % und damit unwesentlich. Ähnlich wird der systematische Fehler bewertet, der durch die gewählte Schrittweite von 40 nm hervorgerufen wird. In Abbildung 4.7b sind die ermittelten Quotienten für die S-Richtung eingetragen; d. h. für die Richtung entlang der kleinsten Korndimensionen. Dabei wird zwischen dem mittleren Abstand von HABS \bar{d}_{HABS} bzw. HABS und LABs $\bar{d}_{\text{all|S}}$, also alle Grenzen, unterschieden. *Die gemessenen mittleren Abstände zwischen HABS sind demnach im Maximum (ein Quotient von 6,4 für 4,1CR) um etwa 3 % überschätzt und können damit ebenfalls vernachlässigt werden.* Werden alle Grenzen mit mehr als 2° Desorientierung bei der Ermittlung der mittleren Linienabschnitte berücksichtigt, beträgt der Quotient für 4,1CR 4,0 und im Maximum 9,3 (1,7WR). *Das lässt auf eine systematische Überschätzung der mittleren Korngröße entlang der S-Richtung bei der Berücksichtigung aller Grenzen um 2 % – 7 % schließen.* Dies wird in Anbetracht der experimentellen Natur dieser Ausarbeitung als tolerierbar eingestuft. Untersuchungen zum Einfluss der Schrittweite auf den gemessenen mittleren Korngrenzenabstand entlang der S-Richtung in der Arbeitsgruppe¹⁰ bekräftigen die oben getätigten Aussagen. *Erst unterhalb eines Quotienten von etwa 2,5 weicht die experimentell bestimmte mittlere Korngröße von der wahren Korngröße deutlich ab und die wahre Korngröße wird um mehr als 10 % überschätzt.*

⁹ Field [269] 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.

¹⁰ P. Lied, KIT, Karlsruhe: Persönliche Kommunikation

4.3.2 Röntgendiffraktometrie

Für eine Abschätzung der Eigenspannungen 3. Art [290] [Abb. 1] 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.* [291] ausgewertet. Diese modifizierte Variante unterscheidet sich von der ursprünglich von *Hall* [292] und *Williamson et al.* [293] sowie Anderen [294] erarbeiteten Methode der Differenzierung von Größen- und Versetzungseffekt durch die Berücksichtigung der mittleren Kontrastfaktoren der von den Versetzungen besetzten Gleitsystemen als Funktion des Beugungsvektors.

Bemerkungen zum Kontrastfaktor von Versetzungen

Ausgehend von der grundlegenden theoretischen Arbeit von *Krivoglaz* [295, 296], demonstrierten *Wilkins* [297] und *Ungár et al.* [291], 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 und dem besetzten Gleitsystem abhängig. Ebenso ist die Gitterverzerrung, die von Versetzungen hervorgerufen werden, von der Wechselbeziehung untereinander (Korrelation in Bezug auf ihre Spannungsfelder bzw. Dehnungsfelder) bestimmt.* Diese Komplexität soll durch die Darstellung der Einflussgrößen in der Schreibweise

$$\langle \varepsilon_g^2 \rangle \sim \bar{\rho}, b, M, \bar{C} \quad (4.3)$$

nochmals unterstrichen werden, wobei $\bar{\rho}$ und b die mittlerer Versetzungsdichte bzw. den Betrag des dominierenden Burgers-Vektors repräsentieren. Der Faktor M , auch als *Wilkins-Faktor* oder *Wilkins-Parameter* [298] bekannt, ist selbst eine Funktion der Versetzungsdichte und beschreibt den Grad der 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 daher teilweise kompensiert werden, gilt: $M < 1$; vgl. *Ribárik* [299] [Abb. 2.10]. Die letzte Einflussgröße in dieser Aufzählung, die Eigenschaft \bar{C} , ist unter der Bezeichnung des mittleren Kontrastfaktors geläufig. Bei gegebenen Beugungsbedingungen kann der Kontrastfaktor¹¹ als ein Maß für die „Sichtbarkeit“ der von einer Versetzung verursachten Gitterverzerrung verstanden werden [291]. 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) der Beugungsreflexe 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.*

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

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2) \quad (4.4)$$

¹¹ 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. Die von der Versetzung hervorgerufene Gitterverzerrung erzeugt keinen Bildkontrast [300].

und ferner die Eigenschaft

$$H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + h^2+l^2)^2} \quad (4.5)$$

bestimmt werden [301] [Gl. 7] und [302] [Gl. 10]. Dabei wird deutlich, dass die Berechnung des Orientierungsparameters H^2 , nur Kenntnis über den Beugungsvektor voraussetzt; ausgedrückt als Miller'sche Indizes. Zusammen mit dem Parameter q gibt der Orientierungsparameter den mittleren Versetzungs- \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 [303]: $\{h00\} = \{200\}$. Für kubische Materialien sind die Werte für \bar{C}_{h00} und q als Funktionen der elastischen Konstanten in Ungár et al. [301] [Tab. 6 – 9] dokumentiert. Das Programm ANIZC¹² [304] erlaubt darüber hinaus die Bestimmung der individuellen Kontrastfaktoren der Versetzungen gleichen Typs und die individuelle Ausgabe der mittleren Kontrastfaktoren für Stufen- und Schraubenversetzungen getrennt; siehe Featherstone [305] [Tab. 3] für die benötigten Nachgiebigkeitsfaktoren von W als Funktion der Temperatur. *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 ist¹³. Jedoch wird die modifizierte WH-Auftragung auch vielfach für umgeformte (d. h. die Belegungsdichten können variieren) und Materialien mit Textur eingesetzt; vgl. z. B. Ref. [306–308]. In diesem Fall kann für q nicht auf die in Ref. [301] dokumentierten Werte zurückgegriffen werden und es bedarf einer experimentellen Bestimmung dieses Parameters bzw. der gemittelten Kontrastfaktoren.*

¹² ANIZC; abrufbar unter: <http://metal.elte.hu/anizc/>, Abrufdatum: 24.11.2020

¹³ W. Pantleon, Danmarks Tekniske Universitet, Lyngby, Dänemark:
Persönliche Kommunikation

Probenpräparation und Aufnahme von Beugungsprofilen

Proben mit den Dimensionen 20×15 mm wurden den Blechen entnommen. 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 elektrolytischen Polierens von anhaftenden 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 H₂O mit 2 Gew.-% 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; siehe in Tabelle 4.4 dokumentierte Rauheitswerte.

Tabelle 4.4: Rauheiten vor und nach der Elektropolieren. Es ist der Mittenrauwert Ra 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 µm.

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

Die Beugungsexperimente erfolgten auf einem Röntgendiffraktometer mit Bragg-Brentano-Geometrie (Seifert, Deutschland) und einem Messkreisradius von 210 mm. Als Strahlungsquelle diente eine Cu-Anode vom Typ DX Cu 12x0.4-s. Probe und Liniendetektor Modell Meteor 1D (600 Einzelsegmente

mit $0,01^\circ$ Auflösung) waren auf einem Goniometer vom Typ MZ IV montiert. Zur Abschwächung der Intensitäten von Bremsstrahlung und $\text{CuK}\beta$ -Emissionslinie war ein Ni-Filter in dem Strahlengang eingebracht. 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; der Einstrahlwinkel variiert mit dem Abfahren 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 [280] [Abb. 2.8a]. Der Anodenstrom betrug 30 mA.

Abschätzung der Versetzungsdichte

Vor der Anwendung der modifizierten WH-Methode erfolgte eine Nachbearbeitung der Beugungsprofile. In einem ersten Schritt wurde der Untergrund korrigiert sowie die $\text{CuK}\alpha_2$ -Dubletten mittels der mathematischen Rachinger-Korrektur [300] entfernt. Beide Operationen wurden in der Software Seifert RayfleX Analyze v2.503 vorgenommen. In Schritt zwei wurde die Verbreiterung, der $\text{CuK}\alpha_1$ -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.* [303] [Kap. 14, Gl. 8]. Das Geräteprofil war zuvor durch die Messung des Standards NIST SRM 660c (LaB_6 -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 Grades [291] und einer Abwandlung dieser Variante durch die Bildung der Reflexbreite als geometrische Summe [301], ist auch eine Version der modifizierten WH-Methode entwickelt worden, welche die Beschreibung der Reflexverbreiterung über den Beugungswinkel durch eine quadratische Funktion vorsieht [309]. In dieser Ausarbeitung werden ausschließlich Ergebnisse gezeigt, die mit der ursprünglichen Formulierung erzielt worden sind; additiver Ansatz. Nach *Ungár et al.* [291] [Gl. 5] kann nach dieser Formulierung die FWHM im reziproken Raum eines Reflexes $\{hkl\}$ als

$$\Delta K_{hkl} = \frac{0,9}{D} + \beta K_{hkl} \sqrt{\bar{C}_{hkl}} \quad (4.6)$$

beschrieben werden, wobei über die Beziehungen

$$\Delta K_{hkl} = \frac{2 \cos(\theta_{hkl}) * B_{hkl}}{\lambda} \quad (4.7)$$

sowie

$$K_{hkl} = \frac{2 \sin(\theta_{hkl})}{\lambda} \quad (4.8)$$

die FWHM B_{hkl} und zugehöriger Beugungswinkel θ_{hkl} als Eigenschaft im reziproken Raumgitter ausgedrückt werden [291] [Gl. 3]. Die Größe D beschreibt die mittlere Länge der Zone kohärenter Beugungsereignisse parallel zum Beugungsvektor (*coherent scattering domain size*). Die mittlerer Versetzungsdichte $\bar{\rho}$ ist eine Funktion der Variable β und kann durch das Umstellen des Ausdrucks

$$\beta = \frac{\pi M^2 b^2}{2} \bar{\rho} \quad (4.9)$$

ermittelt werden [302] [Gl. 15], wobei b den Betrag des Burgers-Vektors repräsentiert und M der bereits oben adressierte Wilkens-Faktor [298] 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.* [301] [Abb. 1] bzw. der Ermittlung nach *Borbély et al.* [304] verzichtet werden. Eine Kenntnis über die Kontrastfaktoren ist jedoch für die Lösung von Gleichung 4.6 zwingend erforderlich. Um diese Einschränkung zu umgehen, wurde in dieser Ausarbeitung ein experimenteller Ansatz [308] für die Ermittlung der mittleren Kontrastfaktoren der Reflexe $\{hkl\}$ verfolgt. Dieses Vorgehen bedingt in einem ersten Schritt die iterative Bestimmung des Parameters q aus Gleichung 4.4 mittels Fehlerbetrachtung. Auf diesen Ergebnissen aufbauend wurden in Schritt zwei die mittleren Kontrastfaktoren aller Reflexe unter Zuhilfenahme von Gleichung 4.5 berechnet. Die Feststellung von q erfolgte nach

$$\Delta K_{hkl} \sim K_{hkl} \sqrt{1 - q \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + h^2 + l^2)^2}} \quad (4.10)$$

wobei der rechte Ausdruck aus dem Einsetzen von Gleichung 4.5 in Gleichung 4.4 sowie dieses Ausdrucks in Gleichung 4.6 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 (ΔK_{hkl} , $f(q)$ aus Gleichung 4.6 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 Tabelle 4.5 sind die Ergebnisse für q aufgelistet.

Diese sind darüber hinaus in Abbildung 4.8a eingetragen. Zusätzlich ist in Blau der theoretisch ermittelte Bereich für q als Funktion des *Zener-Verhältnisses* [310] eingetragen. Der theoretische Bereich ist für ein Material ohne Textur und bei einer einheitlichen Belegung der Gleitsysteme berechnet worden. In W liegt für Raumtemperatur das Zener-Verhältnis um $\{1,0\}$, vgl. *Featherstone* [305] [Tab. 3].

Als weitere Folge der Walztextur können aus q keine Schlüsse zu den Anteilen von Stufen- bzw. Schraubenversetzungen gezogen werden. *Ungár et al.* [291] 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 [301]. Nach der Bestimmung bzw. Festlegung von q und \bar{C}_{h00} erfolgte anhand Gleichung 4.4 und Gleichung 4.5 die Berechnung der übrigen mittleren Kontrastfaktoren; für jedes Material individuell. In Abbildung 4.8b 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 in *Ungár et al.* [301] dokumentierten, bzw. mittels ANIZC [304] bestimmten, theoretischen Werte (offene rote Quadrate) für die mittleren Kontrastfaktoren der Reflexe $\{hkl\}$ über den Beugungswinkel aufgetragen. Es werden deutliche Unterschiede festgestellt. Diese sind in erster Linie mit der Textur von 1,7WR zu begründen.

Nachdem für alle Reflexe sowohl (i) die FWHMs, (ii) die Reflexpositionen und (iii) die Kontrastfaktoren bestimmt waren, erfolgte die Berechnung des versetzungssensitiven Faktors β aus Gleichung 4.6 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. Abbildung 4.9b. Auf Basis der Beugungsreflexe mit einer Intensität größer 3k wurden Regressionsgeraden bestimmt. Das jeweilige Bestimmtheitsmaß ist in Tabelle 4.5 ausgewiesen. Die Bestimmtheitsmaße für den modifizierten Ansatz nach *Ungár et al.* [291] liegen deutlich oberhalb derer, die nach der

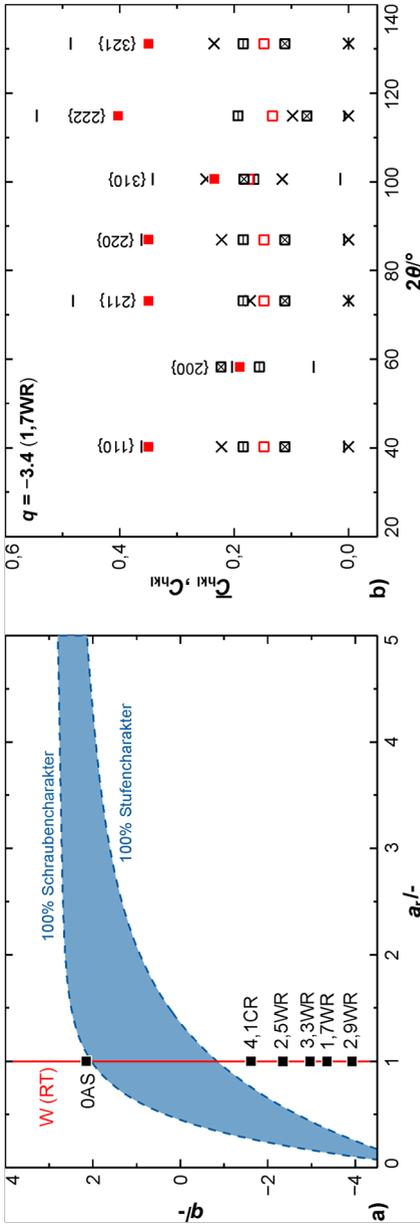


Abbildung 4.8: Experimentelle Kontrastfaktoren und theoretische Lösungen. In (a) sind die Lösungen für den Parameter q über dem Zener-Verhältnis a_i aufgetragen; Python-Skript für die experimentelle Bestimmung von q auf Anfrage verfügbar. In (b) sind die mittleren Kontrastfaktoren C_{hkl} der Reflexe $\{hkl\}$ durch rote gefüllte Quadrate für die Beugungsvektoren bzw. die zugehörigen Beugungswinkel 2θ 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 jeweiligen Beugungsvektor an.

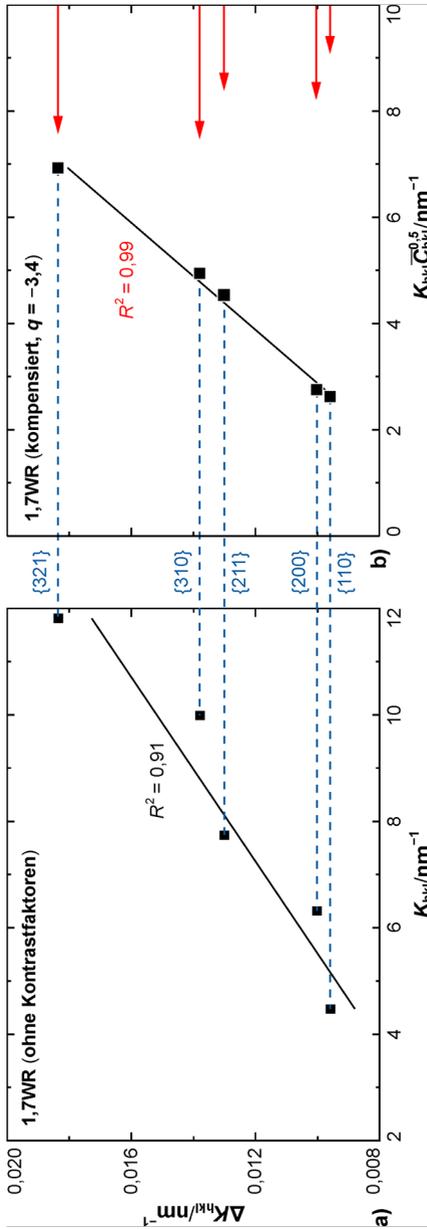


Abbildung 4.9: Entwicklung der Reflexbreite. Es sind die FWHMs als Eigenschaft des reziproken Raums ΔK_{hkl} über der Reflexposition K_{hkl} bzw. $K_{hkl} C_{hkl}^{0.5}$ aufgetragen. In (a) ist der Verlauf ohne, in Diagramm (b) mit kompensierter *strain anisotropy* dargestellt. Die Pfeillängen auf der in (b) sind proportional zu der Verschiebung der Positionen infolge der Multiplikation mit den mittleren Kontrastfaktoren für die jeweiligen Beugungsreflexe.

Tabelle 4.5: 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/δ . 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.* [301] entnommen; da \bar{C}_{h00} mit \bar{C}_{200} gleichgesetzt wurde. Die für die Bestimmung von q herangezogenen Beugungsreflexe sind durch {x} gekennzeichnet.

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

klassischen WH-Methode erzielt werden¹⁴. Die Verstetigung der Entwicklung der Reflexverbreiterung durch die Anwendung der modifizierten WH-Auftragung ist in Abbildung 4.9 demonstriert. Die Steigung der Regressionsgeraden entspricht dem Faktor β aus Gleichung 4.6. Durch Umstellen von Gleichung 4.9 sind die mittleren Versetzungsdichten berechnet 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 [299].

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.

Aufgrund der hohen Dichte ist W ein effizientes Absorbermaterial [1]. Dieser Vorzug begrenzt die Informationstiefe von XRD auf oberflächennahe Regionen. Der Grad der tiefenabhängigen Absorption der ursprünglichen Intensität des Röntgenstrahls kann durch die Funktion

$$A = 1 - \exp\left(-\mu t \left[\frac{1}{\sin(\omega)} + \frac{1}{\sin(2\theta - \omega)} \right]\right) \quad (4.11)$$

angenähert werden [280] [Gl. 3.101], wobei t die Eindringtiefe ist und μ den Material- und Wellenlängenspezifischen Schwächungskoeffizient repräsentiert. Daten zum Schwächungskoeffizient wurden aus dem in *Prince et al.* [311] [Tab. 4.2.4.3] tabellierten Massenschwächungskoeffizienten berechnet. Die Faktoren ω und 2θ entsprechen Einstrahlwinkel bzw. Beugungswinkel. Für die Bragg-Brentano Geometrie kann in Gleichung 4.11 die Vereinfachung $\omega = \theta$ vorgenommen werden. Wird als Informationstiefe die Distanz

¹⁴ Vergleich der Bestimmtheitsmaße für die modifizierten 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); Auflistung mit ansteigendem Umformgrad der Materialien.

zur Oberfläche definiert, bei dem die Intensität des einfallenden Röntgenstrahls auf die Hälfte vermindert ist ($A = 0,5$), erlaubt Gleichung 4.11 die Konstruktion eines Tiefenprofils. In Abbildung 4.9 ist die Informationstiefe t_{50} für W bei Anwendung von $\text{CuK}\alpha 1$ -Strahlung über den Beugungswinkel 2θ berechnet. Für die in den Beugungsprofilen dominanten Reflexe $\{110\}$, $\{200\}$ sowie $\{211\}$ beträgt die Informationstiefe demnach: 0,36; 0,51 bzw. 0,63 μm . Auch für den in der aktuellen Arbeit erfassten größten Beugungswinkel von 135° $\{321\}$ überschreitet die Informationstiefe nicht 1 μm . *Damit muss dieser Untersuchungsmethode konstatiert werden, dass nur die oberflächennahen Bereiche mit der einfallenden Röntgenstrahlung wechselwirken. In der Konsequenz sind Defekte hervorgerufen durch den Präparationsprozess als kritisch zu werten. Dies gilt im Speziellen für Reflexe, die kleinen Beugungswinkeln zugeordnet sind.* Infolge der starken Walztextur werden in dieser Arbeit für 1,7WR – 4,1CR die Reflexe mit den höchsten Intensitäten unterhalb von 80° (2θ) 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.

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 nur eine niedrige Anzahl von Reflexen auf. Zusätzlich sollten die Reflexe in Hinblick auf das Intensitätsmaximum und der FWHM gewissen Anforderungen erfüllen: *Langford* [312] 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 werden musste. Wird das Maß nach *Spieß et al.* [280] 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. Die Mindestintensität wurde daher für diese Ausarbeitung auf 3k Impulse reduziert, sodass für 4,1CR die Berechnung der Regressionsgeraden anhand von vier Datenpunkten erfolgen konnte. Für die weiteren Materialien wurden fünf Datenpunkte oder mehr genutzt; siehe blaue Kennzeichnung {x} in Tabelle 4.5. Die FWHMs, der nach dem Kriterium 3k ausgewählten Beugungsreflexe, erfüllen dem zweiten von *Langford* [312] aufgestellten Grenzwert von mehr als fünf Messschritten, wobei die Tabelle 4.5 aufgelisteten Ergebnisse bereits um den Betrag der Instrumentenverbreiterung korrigiert sind. Damit steht in dieser Arbeit eine für kubische Materialien typische Anzahl von Reflexen für die Auswertung der Versetzungsdichte zur Verfügung.

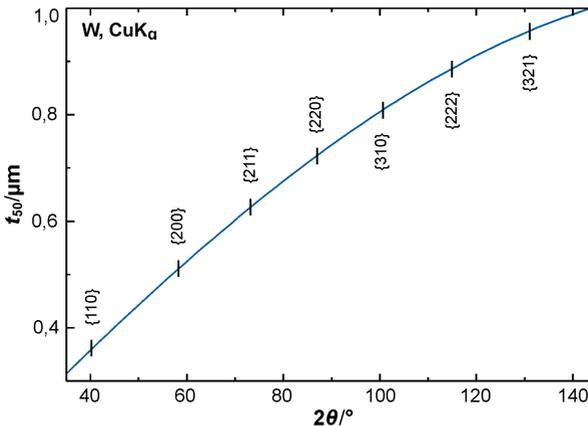


Abbildung 4.10: Abschätzung der Informationstiefe. Es ist die Eindringtiefe, bei die Strahlintensität auf 50 % des ursprünglichen Wertes abgefallen ist t_{50} , über den Beugungswinkel 2θ aufgetragen. Werte gültig für die Kombination aus $\text{CuK}\alpha_1$ -Strahlung und W. Ergebnisse beruhen auf Gleichung 4.11.

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 Unbe-

stimmtheit des in Gleichung 4.9 vorkommenden Wilkens-Faktors M begründet. Ribárik *et al.* [299, 313] spezifizieren den Wertebereich für M mit $1 - 2$, sofern die Versetzungsdichte kleiner 10^{14} 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 [291], d. h. einfache Addition von Polynomen ersten Grades für Größeneffekt und Gitterverzerrung (Lorentz), und der abgewandelten Variante (Gauß) auf Basis einer geometrischen Summe [301], 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 [309] 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 Unterschiede in der Versetzungsdichte quantitativ interpretiert, die absoluten Werte jedoch lediglich qualitativ bewertet.

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

Versetzungsstrukturen 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:

- Eine komplexe und ungleichmäßige Herstellung [200] von Proben der Ebenen LS und TS mittels elektrolytischem Ausdünnen (z. B. Tenu-pol), oder alternativ
- eine überlagernde Stahlschädigung [314] nach der FIB-Präparation und

- eine wenige 10 nm dicke Probe [300], die ein hohes Verhältnis von Oberfläche zu Materialvolumen aufweisen und nicht zwingend Strukturen und Bewegungsmuster von Versetzungen 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 Gitterrotationen aus den bei hohen Vergrößerungen als konstant anzunehmenden Hintergrund hervortreten [315]. 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*¹⁵ 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 Kikuchi-Beugungsbild [315] via dem 4QBSD-Signal bestimmt und anschließend die Orientierung nochmals unter Verwendung von EBSD ermittelt. Aus beiden Orientierungsmessungen wurde die Desorientierung beider Systeme berechnet.

Während für die Abbildung eines EBSP lediglich ein sehr geringes Materialvolumen mit dem PE-Strahl wechselwirken muss [286], wird für die Beobachtung von ECPs ein großflächiger, möglichst defektfreier Kristallbereich benötigt. Mit die Strahlablenkung beim Abrastern der Probe variiert der Einstrahlwinkel der PEs zum Kristallgitter. Unter einem Winkel nahe jedoch nicht identisch mit dem Bragg-Winkel tritt ein Minimum der BSE-Intensität

¹⁵ 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.* [263] verwiesen.

auf [263]. Die Gesamtheit der Positionen mit niedriger BSE-Intensität bilden pseudo Kikuchi-Linien; vgl. *Kamaladas et al.* [316]. Mit der Wahl der kleinsten einstellbaren Vergrößerungen variiert der Einfallwinkel des PE-Strahls zur Probe mit der abgerasterten Ortskoordinate größtmöglich (maximale Strahlablenkung) und der darstellbare Ausschnitt des ECP wird maximal [316]. Selbst unter diesen Bedingungen ist nur ein sehr begrenzter Ausschnitt des ECP abbildbar, wie in Abbildung 4.11a verdeutlicht. Bei bekannter Kristallorientierung erlaubt das ECP jedoch einen Abgleich zwischen Soll- und Ist-Orientierung.

Alle ECCI-Aufnahmen wurden mit einem FEG-SEM vom Typ MERLIN in der in Kapitel 4.3.1 /S. 82 beschriebenen Konfiguration angefertigt. Die Kalibration des Verbunds aus BSE- und EBSD-Detektor, bzw. die Feststellung der Desorientierung der nach beiden Systemen ermittelten Orientierungen, erfolgte anhand eines Ge-Einkristall (CrysTec, Deutschland) mit einer nominell zu {001} planparallel verlaufenden Oberfläche. Für beste Strahlkonvergenz [263] [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 [316]. 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. Für die Mittelwertbildung 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 erfolge unter Zuhilfenahme der Software T.O.C.A. v2.3 [317] auf einer manuellen Weise. Konkret wurde die Orientierung gesucht, welche die beste Überlagerung von ECP und simulierten Kikuchi-Linien aufweist; vgl. Abbildung 4.11b. Der Abgleich der so bestimmten Orientierung mit dem Ergebnis der EBSD-Messung deckte eine Abweichung von etwa 2° zwischen beiden

Systemen auf. Die Analyse des in Abbildung 4.11c dargestellten EBSP offenbart, dass diese Differenz in erster Linie auf eine Verdrehung des Azimuts zurückzuführen ist. Die Kenntnis hierüber erlaubt die Anpassung der mittels EBSD bestimmten Orientierungen für die Versetzungsanalyse in den ECCI-Abbildungen.

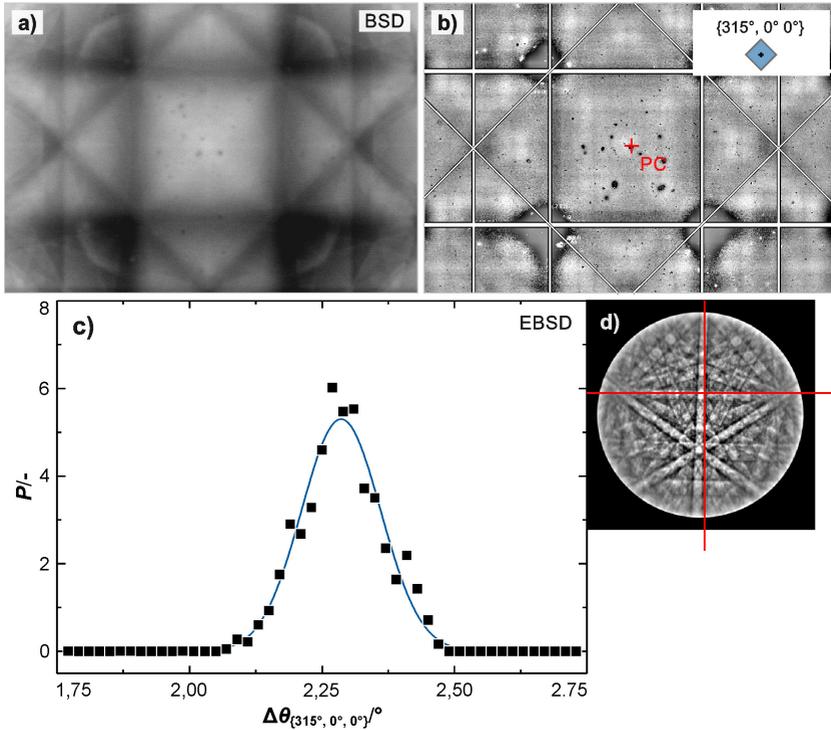


Abbildung 4.11: Abgleich der Detektoren für BSE und EBSD. In (a) ist ein ECP eines Einkristalls abgebildet (Mikroskop im *depth of field* Säulenmodus). Die Indizierung des ECP der $\{100\}$ -Zone (*analytic mode*) mittels T.O.C.A. v2.3 ist in (b) demonstriert. Das Pattern Center (PC) ist äquivalent mit 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 Desorientierungen θ 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.

Entwicklung einer Untersuchungsmethode für UFG W

Die Dokumentation von Versetzungen mittels ECCI stellt höchste Anforderungen an die Schliﬀqualität, da die ECCI-Abbildung in sehr oberflächennahen Bereichen generiert wird [263]. 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 (Kapitel 4.3.1 /S. 82) wurde für ECCI die Schliﬀpräparation um eine etwa 120 s andauernden Endpolitur unter Verwendung einer basischen Lösung mit kolloidalen SiO₂ (ATM Eposil F) erweitert. Hierdurch konnte die durch das elektrolytische Polieren hervorgerufene Passiv- bzw. Oxidschicht [264] 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 Korns in der ungünstigen 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 Korns während des Transfers der Probe von der ECCI- in die EBSD-Position und umgekehrt, bzw. eine hohe Unsicherheit bei der Relokalisierung des zuvor 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 und der perspektivischen Verzerrung ebenfalls nicht erfolgreich. Aus diesen Erkenntnissen wurde das Fazit gezo-

gen, 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 die Notwendigkeit der Entwicklung einer neuen Präparationsmethode, welche neben der Forderung der Beibehaltung der bereits erzielten hohen Schliffqualität 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 erforderlichen Größenordnung eignet sich die Abscheidung von Pt aus einer mittels GIS (*Gas Injection System*) eingebrachtem Vorprodukt (*Precursor*) sowie das FIB-Sputtern mit Ga^+ (*FIB milling*). In dieser Arbeit wurde der Ansatz des lokalen Abtrags mit dem fokussierten Ionenstrahl verfolgt. Zwei Arten von Markierungen wurden eingebracht:

- Größere „Fangmarken“ zur Auffindung des Probenbereiches. Hierfür wurden kreuzförmige Kennzeichnungen vorgenommen. Die Kantenlänge des umhüllenden Quadrats betrug etwa $15\ \mu\text{m}$. Die Fangmarken (in Zeiss FIB Control unter dem Stichwort *alignment mark* aufzufinden) 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 $1\ \mu\text{m}$.
- 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 Strahlparametern 30 kV und 500 pA. Hieraus gingen Spuren mit einer Breite von etwa $0,5\ \mu\text{m}$ hervor.

Die Erprobung der Handhabung einer mit Markierungen versehenen Probe bestätigte ein stark vereinfachtes Auffinden der ausgewählten Region nach einer Rotation des Probentisches; auch bei nicht schrittweisem Anfahren der EBSD- bzw. BSE-Positionen. Die Betrachtung der mit Markierungen ausgestatteten Probenregion im BSE-Detektor (Abbildung 4.13a-b) offenbarte

jedoch eine hochgradige Strahlenschädigung durch das Bombardement mit Ga^+ [318]; vgl. *Horváth et al.* [314] für eine Studie der Strahlenschäden in W nach der FIB-Präparation. Diese meist als Punktdefekte ausgeprägte Schädigung überdeckt selbst nach einer Bestrahlung mit 30 kV, 50 pA (mehrere Bildeinzüge) den größten Teil der Versetzungsstrukturen; siehe Pfeile in Abbildung 4.13a. 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.

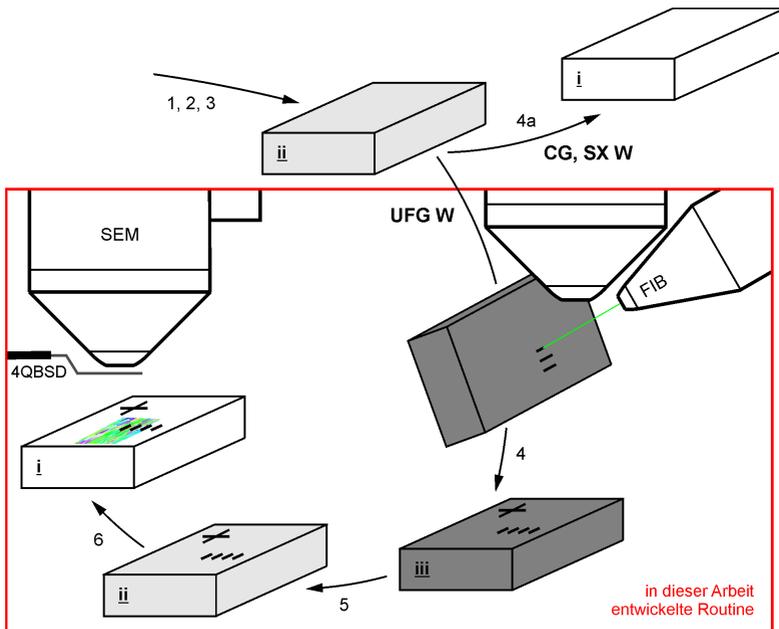


Abbildung 4.12: Probenpräparation für cECCI an UFG Materialien. Im Bereich oben (das sind die Schritte 1, 2, 3 und 4a) ist die Route für grobkörnige (CG) Materialien bzw. einkristallines W gezeigt. Die Route für solche Materialien umfasst (1) das Grob- und Feinschleifen sowie (2) mechanisches Polieren mit Diamantsuspensionen, (3) das elektrolytische Abtragen (alle nicht dargestellt) und (4a) das Polieren mit kolloidaler 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 mit SiO_2 .

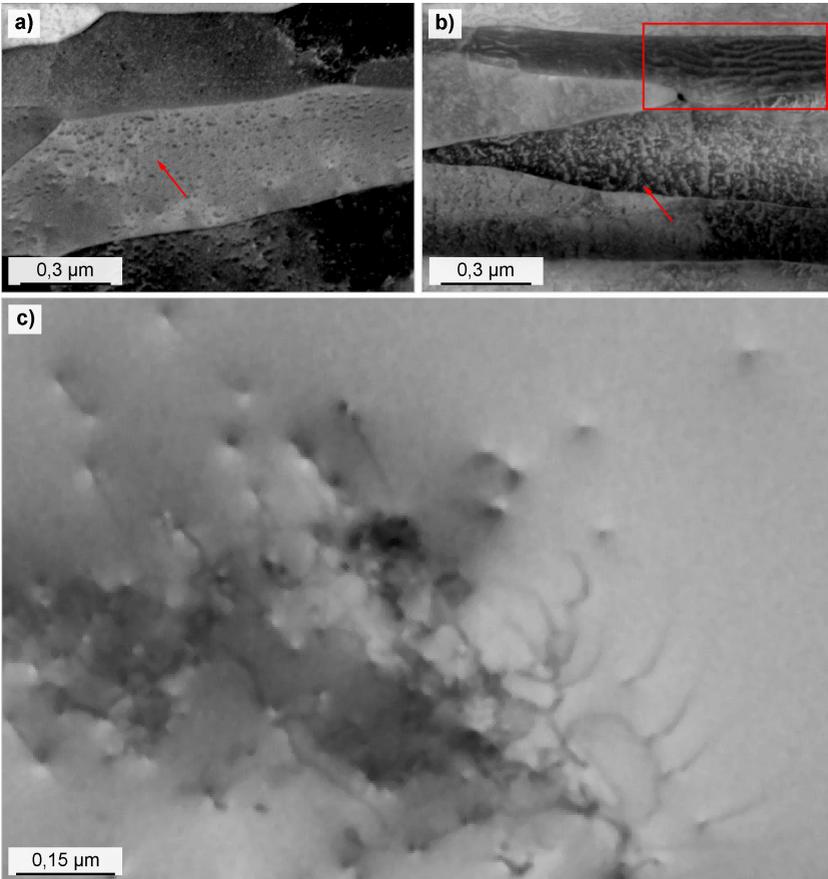


Abbildung 4.13: Oberflächenschädigung nach FIB durch Bildeinzug. In Aufnahme (a) ist die Schädigung bei 50 pA, in Bild (b) für einen hohen Ga^+ -Strom von 500 pA gezeigt. Beide Zustände sind das Resultat von Kollisionen der Ga^+ mit der Probe bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV. Die Pfeile weisen auf Bereiche mit einer für FIB typischen Schädigung mit Punktdefekten hin; vgl. *Horváth et al.* [314]. In Abbildung (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 der geschädigten Probe wieder Versetzungsstrukturen zu beobachten; Abbildung (c).

Das Abtragen der durch Ga^+ geschädigten Oberflächenschicht wurde durch ein elektrolytisches Polieren realisiert. Vorherige Versuche des Abtrags durch mechanische Polituren mit kolloidaler SiO_2 -Lösung zeigten auf, dass die Schädigungstiefe bei einer Beschleunigung der Ga^+ mit 30 kV die Möglichkeiten des Materialabtrags dieser Methode übersteigt. Die Polierdauer ist durch die basische Natur der Lösung begrenzt, da ein selektiver Ätzangriff eintritt, welcher bei längeren Polierdauern die Ausbildung einer unerwünschten Oberflächentopographie zur Folge hat. Das elektrolytische Abtragen erfolgte mit dem in Kapitel 4.3.1 /S. 82 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 SiO_2 -Lösung (ATM Eposil F) wurde auch für die hier entwickelte cECCI 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. Aktivitäten von *Bonk* [200] in diesem Feld. Die eingebrachten Markierungen stellen eine signifikante Erleichterung für die Anwendung der cECCI Methode dar, ohne dass ein Verlust in der Abbildungsqualität akzeptiert werden muss.

In Abbildung 4.12 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 Diamantsuspension, sowie (3) elektrolytisches Abtragen verweisen. Die römischen Ziffern und die Abstufung in den Einfärbungen sind ein Maß für die Schädigung der Oberfläche und tieferliegende Regionen als Resultat der Probenpräparation. Zustand (ii) repräsentiert den Schliff nach dem elektrolytischen Abtragen (Oberflächenschicht frei von Störungen) und der Versetzungscontrast 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. Abbildung 4.13a und Abbildung 4.13b. (5) Nach einem erneuten elektrolytischen Abtragen wird von Neuem eine Schliiffqualität des Zustands (ii) erreicht. Der Zustand (i) kennzeichnet eine Schliiffbeschaffenheit, die frei von Störungen und Schädigungen ist sowie keine Oxidschicht aufweist und wird nach dem Polieren mit kolloidaler SiO₂-Lösung (6) bzw. (4a) erzielt. Zustand (i) erfüllt die zu Anfang dargelegten Anforderungen an die Schliiffqualität 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 ein Bildkontrast erzielt, wie er aus Hellfeldabbildungen mittels TEM vertraut ist. Es wurde eine Beschleunigungsspannung von 30 kV gewählt, um beste Strahlkonvergenz [263] [Tab. 3] und eine maximale Informationstiefe sicherzustellen. Ein guter Kompromiss zwischen geringem Strahldurchmesser und hoher Signalintensität wurde bei einem Strahlstrom von 2 nA gefunden. Der eingestellte Arbeitsabstand für ECCI betrug etwa 7 mm. Die Aufnahme der EBSD-Karten erfolgte ebenfalls mit 30 kV, 2 nA. Die Neigung des Probenstückes 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 [319] als auch in Experimenten für die Schrauben- [320] bzw. Stufenversetzung [321] nachgewiesen werden, dass die Bedingung $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ als Kriterium für die Auslöschung des Versetzungs- kontrastes 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 erwarteten 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 [317] 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 Probenfolien bis zu einer maximalen Dicke¹⁶ von etwa 150 nm limitiert (Funktion der Beschleunigungsspannung, siehe Gleichung 4.12; eine Distanz von etwa zwei Extinktionslängen ist durchstrahlbar). Infolge der Bildkräfte [186] können auf beiden Seiten der TEM-Folie bis zu einem Oberflächenabstand von etwa 10 – 20 nm [263] mobile Versetzungen das Materialvolumen verlassen. *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 100 nm [322]. *Wilkinson et al.* [319] 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 unter diesen Beugungsbedingungen entspricht;

¹⁶ M. Klimenkov, KIT, Karlsruhe: Persönliche Kommunikation

das sind 52 nm bei einer Anregung mit 40 kV. 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 Beugungscontrast bei. Die Extinktionslänge für ein gegebenes Material [323] [Tab. 7.2] und bekannten Beugungsbedingung kann nach *Reimer et al.* [323] [Gl. 13.4] über die Beziehung

$$\xi_{\text{hkl}} = \frac{\pi V_c \cos(\theta_{\text{hkl}})}{\lambda F_{\text{hkl}}} \quad (4.12)$$

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

$$F_{\text{hkl}} = 2 f_{\text{hkl}} \quad (4.13)$$

beträgt, also dem doppelten des Formfaktors für Elektronenbeugung (*atomic scattering amplitudes*) entspricht. Die Formfaktoren sind in *Prince et al.* [311] [Tab. 4.3.1.1] als Funktion des Beugungswinkels θ_{hkl} tabelliert. Weiterhin enthält Gleichung 4.12 das Volumen der Elementarzelle V_c und die Wellenlänge des PE-Strahls. Für eine Beschleunigungsspannung von 30 kV ergibt sich nach *Reimer et al.* [324] [Gl. 2.12] die Wellenlänge des Elektronenstrahls zu 0,007 nm. Die relativistische Lösung entspricht in diesem Bereich noch etwa der Lösung nach der Newtonschen Mechanik. Die für die oben genannten experimentellen Bedingungen konstruierbaren Verläufe sind in Abbildung 4.14 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.* [322] für 20 kV in krz Fe einen Richtwert von 80 nm an.

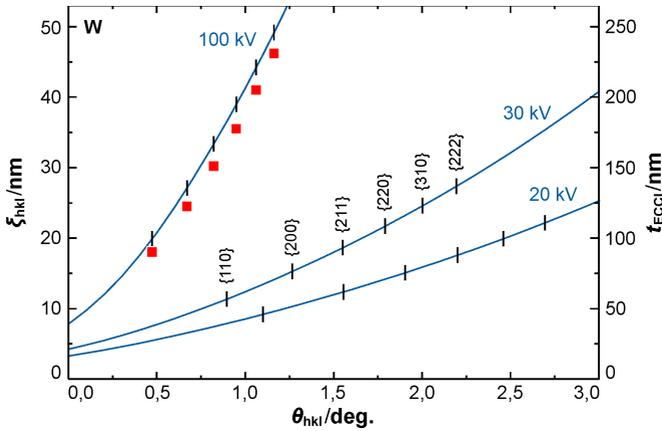


Abbildung 4.14: Einschätzung der maximalen Tiefe für die Beobachtung von Versetzungen mittels ECCI. Es sind die Extinktionslängen ξ für die Beschleunigungsspannungen 100 kV, 30 kV und 20 kV als Funktion des Beugungswinkels θ gegeben. Datenpunkte in Rot sind *Reimer et al.* [320] [Tab. 7.2] entnommen und gelten für 100 kV. Rechts ist die erwartete maximale Informationstiefe t unter den jeweiligen Beugungsbedingungen aufgetragen; bei Annahme von fünf Extinktionslängen als Informationstiefe von ECCI. In dieser Arbeit wurde ECCI ausschließlich bei 30 kV angewendet. Alle Berechnungen wurden ohne Temperaturkorrektur vorgenommen.

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 α als Winkel zwischen Oberfläche und

Versetzungslinie und $\Delta\alpha$ als Intervall, beliebig viele Lösungen, die Linie auf der Projektionsebene abzubilden; siehe Abbildung 5.15 /S. 202. Die Übereinstimmung von erwarteter und beobachteter Projektion besitzt daher keinen Beweischarakter, wie einer Analyse mit dem Kriterium $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ 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 Kapitel 4.3.1 /S. 82 aufgeführten Unsicherheiten bei der Indizierung von EBSPs in Regionen hoher Versetzungsdichte [325] sowie den Toleranzen in der Mechanik der Probenbühne.

4.4 Metallphysikalische Charakterisierung: Identifizierung des ratenlimitierenden Mechanismus der Rissspitzenplastizität

Nach *Hartmaier et al.* [228] 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 die 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* [205] und *Ziebart* [81] ermittelten Helmholtz-Energie

der Aktivierung für das Gleiten der Schraubenversetzung bzw. die Bildung eines Kinkenpaares. Wie in Kapitel 2.1.4 /S. 35 dargelegt, erfordert dies die Reduzierung der Helmholtz-Energie der Aktivierung um den Betrag, welcher dem System in Form von mechanischer Arbeit zugeführt wurde.

4.4.1 Bruchmechanikversuche

Anhand von Zugversuchen bestimmte BDT-Temperaturen können stark von der Oberflächenbeschaffenheit der Proben verfälscht werden [37]. Um einen Effekt der verschiedenen Oberflächenqualitäten der in dieser Arbeit geprüften Materialien möglichst auszuschließen, erfolgte die Bestimmung der Übergangstemperaturen anhand von Flachzugproben mit Randriss [219], 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. Abbildung 4.1 /S. 76 und Abbildung 5.26 /S. 274. Die Kerblänge betrug stets die Hälfte der Probenbreite. Die Proben aller Materialien entsprachen den in Abbildung 4.15b ausgewiesenen Maßen, wobei die Dicke durch die in Tabelle 4.1 /S. 78 notierten Blechstärken vorgegeben war, also abhängig vom Umformgrad zwischen $1,09 \pm 0,01$ mm (1,7WR) und $0,11 \pm 0,01$ mm (4,1CR) variierte. Für OAS wurden die Proben auf ein Nennmaß von 1,0 mm geschnitten. Eine Nachmessung ergab ein Istmaß von $1,02 \pm 0,01$ mm. *Auf das Einbringen eines scharfen Anrisses durch Zyklieren wurde verzichtet. Infolge des spröden Materialverhaltens von W stellt dies eine akzeptierte Vorgehensweise dar.* Gludovatz et al. [326] [Tab. 2] bietet eine Gegenüberstellung von verschiedenen Techniken zum Einbringen von Anrissen in W-Proben. Rissausbreitung musste somit an der erodierten Oberfläche im Kerbgrund beginnen. Der Kerbgrund wurde nach dem EDM-Schneiden nicht nachbehandelt und wies einen Kerbradius von etwa $75 \mu\text{m}$ auf. Eine SEM Studie ergab, dass der Kerbgrund (unabhängig vom untersuchten Material) mit kurzen, parallel verlaufenden Rissen dekoriert war, die aller Wahrscheinlichkeit nach während des EDM-Schneidens thermisch induziert wurden. Die Fronten dieser

Sekundärrisse liegen innerhalb des Spannungsfelds der Kerbe. Eine SEM Aufnahme des Kerbgrundes ist in Abbildung 4.15c gezeigt.

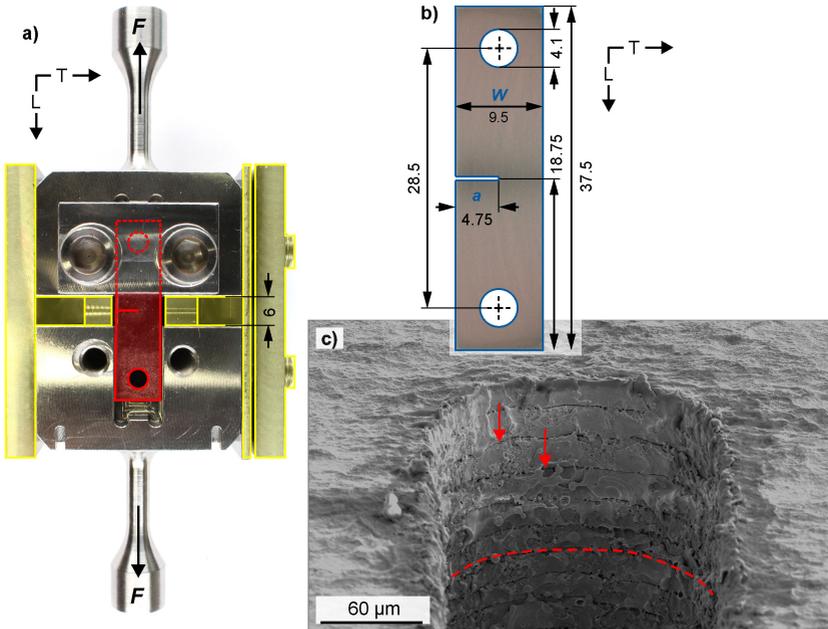


Abbildung 4.15: Experimenteller Messaufbau der bruchmechanischen Versuche. In (a) ist Geometrie des Probenhalters und der Montagevorrichtung (gelb hervorgehobene Komponenten) gezeigt. Der Halter ist montiert (oben) und offen (unten) zur Verdeutlichung der Lage der roten SE(T)-Probe abgebildet. Die Maße 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 μm . Hinsichtlich technischer Zeichnungen für Halter und Montagevorrichtung siehe Anhang A.

Die Prüfung der SE(T)-Proben wurde unter Zuhilfenahme des in Abbildung 4.15a dargestellten Halters vorgenommen. Dieser wurde nebst Montagevorrichtung im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und bietet im Vergleich zu den Vorgängermodellen vielfältige Vorteile:

- Die Kraft wird über eine Flächenpressung auf die Probe übertragen. Dadurch wird eine homogenere Krafteinleitung bzw. Spannungsverteilung in der Probe in der Nähe der Krafteinleitung erzielt, als dies durch die Verwendung einer formschlüssigen Verbindung realisiert werden könnte.
- 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.* [122] [Abb. 3].
- Durch das Klemmen der Proben, in Kombination mit einer freien Probenlänge zwischen der oberen und unteren Halterbaugruppe von lediglich 6 mm konnte auf das Anbringen eines sogenannten Beulschutzes verzichtet werden.
- Durch die Auslegung der Probenköpfe mit konusförmigen Übergang war beim Anfahren der Vorkraft eine automatische Zentrierung des Probenhalters in der Aufnahme der Prüfmaschine gewährleistet. *Dies erlaubt ein Aufheizen, bzw. Abkühlen der Prüfkammer, ohne Verbindung von Probenhalter und unterem Zuggestänge. So konnte sichergestellt werden, dass während des Anfahrens der Zieltemperatur keine zusätzlichen Kräfte (ausgelöst durch einen thermischen Drift der Kraftmessdose bei kraft geregelter Steuerung, bzw. durch die thermische Längenänderung des Zuggestänges bei einem lagekontrollierten Halt der Prüfmaschine) auf die Probe übertragen werden.* Der Formschluss Probenhalter-Prüfmaschine wurde erst nach der thermischen Stabilisierung der Kraftmessdose und dem Nullabgleich der Kraft herbeigeführt.
- Der Einsatz einer Montagevorrichtung erlaubte einen definierten und wiederholbaren Einbau der SE(T)-Proben in den Probenhalter, ohne dass nennenswerten Kräfte auf die Probe übertragen wurden.

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.). Mit Ausnahme des Sinterlings 0AS konnten mit dieser Gerätekonfiguration alle BDT-Temperaturen ermittelt werden. Die Versuche mit Klimakammer erfolgten ohne Einsatz von Schutzgas. Die Minimumdifferenz zwischen benachbarten Prüftemperaturen wurde für diese Konfiguration auf 15 K festgelegt. 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. Das Prüfintervall wurde auf 25 K festgesetzt.

Die Probenprüfung erfolgte lagegerecht. 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 wurde für 1,7WR eine Messkampagne bei 500 MPa m^{0,5} s⁻¹ gefahren.

Unter Zuhilfenahme eines im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Python-Skripts wurden sowohl die tatsächlich aufgebrachten Lastbedingungen nachgeprüft 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 Tabelle 5.3 /S. 212 aufgelistet. Als die wichtigsten Versuchsergebnisse für die Beurteilung des Materialverhaltens sind zu erwähnen: (i) – (iv) Die kritische sowie maximale Kraft, bzw. den kritischen und maximalen Spannungsintensitätsfaktor. Nach *Tada et al.* [219] wurde als Geometriefaktor 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 Energie bestimmt. Nach *Rice et al.* [327, 328] kann ebenfalls das J-Integral

auf diese Weise erfasst werden. Sofern das Bruchereignis charakterisiert werden soll, entspricht das J-Integral der Näherungslösung [329]

$$J = \frac{U}{t(W - a_0)} \eta_{pl} \quad (4.14)$$

wobei U stellvertretend für die von der Probe aufgenommene Energie, t für die Probendicke und $W - a_0$ für Ligamentweite stehen. Der Beiwert η_{pl} ist an den Probentyp gebunden [330]. Für den SE(T)-Probentyp sind keine Angaben zum Beiwert bekannt, sodass in dieser Arbeit die Ergebnisse als Quotient aus J-Integral und Korrekturfaktor dargestellt sind.

Festlegung von BDT-Temperaturen

Soll die BDT-Temperatur aus experimentellen Daten ermittelt werden, kann aus einer Vielzahl von Kriterien gewählt werden. Es besteht keine einheitliche Herangehensweise. Die Methodik variiert mit dem gewählten Prüfverfahren jedoch auch bei der Verwendung identischer Prüfmethoden. Dies ist überrascht nicht, gibt z. B. ASTM E370 [331] für die Bestimmung von BDT Temperaturen nachfolgende Verfahrensempfehlung mit an die Hand: „*Definition of Transition Temperature – For specification purposes, the transition temperature is the temperature at which the designated material test value equals or exceeds a specified minimum test value.*“ Also: „Die Übergangstemperatur ist als die Temperatur festgelegt, bei der der angegebene Materialprüfwert einen bestimmten Minimum-Testwert erreicht oder überschreitet.“ *In der vorgelegten Arbeit wurden zwei Kriterien zur Ermittlung der BDT Temperatur ausgewählt.* Im weiteren Verlauf werden daher auch zwei Übergangstemperaturen pro Versuchsreihe ausgewiesen. Die BDT-Temperatur nach Kriterium (i) basiert auf dem Materialverhalten jeder einzelnen Probe, während Kriterium (ii) auf dem Verlauf der Energie über alle Versuche der Messreihe beruht.

Der Klassifizierung nach *Schwalbe et al.* [332] [Abb. 3] folgend wurde für Kriterium (i) zwischen drei Materialantworten unterschieden. Diese sind in Abbildung 4.16 verdeutlicht:

- *Spröde Materialantwort*: Das Risswachstum erfolge instabil und der Verlauf der Kraft über Verfahrweg bis zum Bruch ist in weiten Teilen linear.
- *Semi-duktilen Verhalten*: Der Bruch erfolgt als Folge von anfänglich im sehr begrenzten Umfang stabilen, nachfolgend instabilem Risswachstum. Im Messschrieb kann ein nennenswerter nichtlinearer Verlauf identifiziert werden. „Nennenswert“ ist durch das Schneiden der Kraft-Weg Kurve mit der 95 %-Tangente definiert. Die 95 %-Tangente entspricht dem 0,95-fachen der ermittelten Steigung im linear-elastischen Bereich und beginnt ebenfalls im Koordinatensystemursprung; vgl. ASTM E399 [225] [Abb. 7]. Nach *Anderson* [57] ist der Abfall der Probensteifigkeit um 5 % mit einer stabilen Rissverlängerung von etwa 2 % der Ligamentweite gleichzusetzen.
- *Duktilen Materialverhalten*: Die Probe zeigt über einen großen Bereich des Ligaments stabiles Risswachstum und der Messschrieb weist ein ausgeprägtes Kraftmaximum auf.
- Die nach diesem Schema eingruppierten Versuche wurden anhand ihrer kritischen Spannungsintensität über der Prüftemperatur aufgetragen. Die tiefste Prüftemperatur, bei der ausschließlich semi-duktilen oder duktilen Materialantworten beobachtet wurden, entspricht der BDT-Temperatur nach Kriterium (i). Alle bei dieser Temperatur geprüften Proben zeigten mindestens 2 % stabiles Risswachstum. *Die BDT-Temperatur nach Kriterium (i) ist somit als die tiefste Prüftemperatur in der Testserie ohne sprödes Materialverhalten festgelegt. Angelehnt an die Forderung nach einem Mindestmaß an stabilen Risswachstum wird Kriterium (i) im weiteren Verlauf als das 2%-Kriterium bezeichnet.*

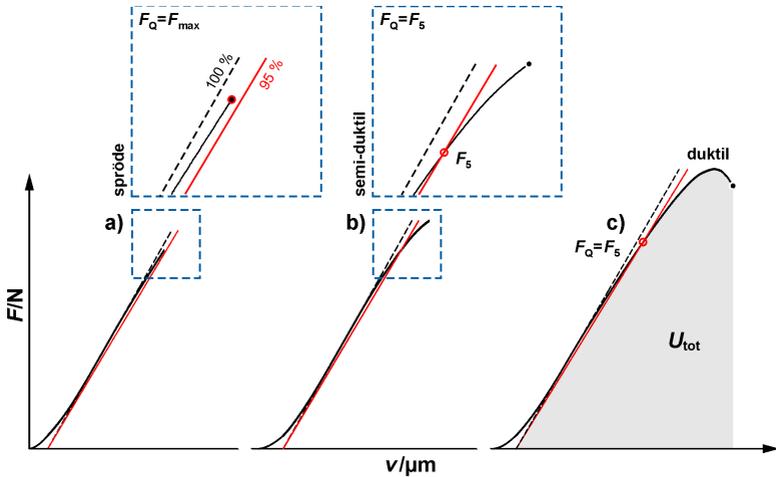


Abbildung 4.16: Klassifizierung des Materialverhaltens. In Anlehnung an die von *Schwalbe et al.* [332] [Abb. 3] vorgenommene Unterteilung wird beruhend auf dem Schrieb der Kraft F über den Fahrweg der Traverse v zwischen spröder, semi-duktiler und duktiler Materialantwort unterschieden. Es ist die Bestimmung der Kräfte F_{max} , F_Q und F_5 sowie die integrierte Fläche für die Berechnung der Energie U_{tot} gezeigt.

Für die Festlegung der BDT-Temperatur nach Kriterium (ii) wurden entsprechend Gleichung 4.15 die J-Integrale der Einzelversuche bestimmt und nach Testserien getrennt über der Prüftemperatur aufgetragen. Auf dieser Darstellungsform beruhend, wurde die Entwicklung des J-Integrals, hinsichtliches Überganges von der Tieflage in die Hochlage, mit der Beziehung

$$J = \left(\frac{a+b}{2} \right) + \frac{a-b}{2} \tanh \left(\frac{T-c}{2m} \right) \quad (4.15)$$

angenähert [333] [Gl. 1]; vgl. auch *Cao et al.* [334] für einen Vergleich verschiedener mathematischer Ausdrücke zu diesem Zweck. Hierbei charakterisieren a und b das gemittelte Level der Hochlage bzw. der Tieflage. Mit dem Ziel der Reduktion der Freiheitsgrade wurde in der aktuellen Ausarbeitung die Tieflage für alle Materialien auf 5 J mm^{-2} festgelegt. Dieser einheitliche Schätzwert deckt die Ist-Werte bei sprödem Materialverhalten für 1,7WR – 4,1CR und 0AS sinnvolle ab. Der Parameter m ist ein Maß für den

Anstieg des J-Integrals im Übergangsbereich bzw. für die Breite des Übergangsbereiches. Der eingeklammerte erste Term repräsentiert das 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. Um diesen Sachverhalt zu unterstreichen wird Kriterium (ii) im Folgenden als das Mittellinienkriterium bezeichnet.*

Fehlerbetrachtung Bruchmechanikversuche

Nachfolgend wird der experimentelle Ansatz 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.

Die Wahl des Geometriefaktors beeinflusst auch die ausgewiesenen Lastraten. Der *Tada et al.* [219] zu entnehmende Wert von 2,85 gilt für SE(T)-Proben, bei denen die Kraft über eine Bohrung eingeleitet wird und der Quotient aus Abstand von Kerbe zu Bohrung in Bezug zur Probenweite mindestens $\{1\}$ beträgt. Dies beinhaltet die freie Rotation um die Stifte im Zentrum der Bohrung in den Probenköpfen. Bei dem in Abbildung 4.15 abgebildeten Probenhalter wird die Kraft jedoch über eine Klemmverbindung auf die Probe übertragen, die im Verhältnis zur Probenweite nahe an der Kerbe endet. Der Quotient beträgt 0,32. Die Untersuchungen von *Yan* [335] [Tab. 1] über den Einfluss des Verhältnisses aus Abstand Bohrung – Kerbe zu Probenweite zeigen auf, dass mit abnehmendem Abstand der Geometriefaktor zunimmt. Für Klemmverbindungen, welche keine Rotationen am Probenkopf erlauben, sind in *Tada et al.* [219] deutlich kleinere Geometriefaktoren als 2,85 dokumentiert [219]. Ist der Quotient aus Abstand und Weite groß, geben *Blatt et al.* [336] [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

die konusförmig gestaltet wurde. Daher ist auch die in *Blatt et al.* [336] für die Klemmverbindung definierte Bedingung von gesperrter Rotation nicht für den experimentellen Aufbau dieser Arbeit zutreffend. *Da keine abschließende Beurteilung vorgenommen werden kann, ob die Rotation frei erfolgen kann oder in welchem Umfang diese behindert wird, wird an dem Geometriefaktor von 2,85 festgehalten. Der möglicherweise hieraus resultierende Fehler ist für alle Materialien gleich einzuschätzen und sollte sich somit nicht auf einen Vergleich vom 1,7WR – 4,1CR bzw. 0AS untereinander auswirken.*

Ein Kriterium für die Einordnung des ermittelten kritischen Spannungsintensitätsfaktors als ein geometrieunabhängiger Materialkennwert ist die Forderung nach vorherrschendem ebenen Dehnungszustand (EDZ). Für die Konformität mit den Annahmen der linear-elastischen Bruchmechanik werden weiterhin gewisse Mindestdimensionen der Proben gefordert, welche die Risslänge und die Ligamentweite betreffen. Die Einhaltung der Forderungen an die Probenmaße kann durch die Anwendung der in Gleichung 2.9 dargelegten Bedingungen überprüft werden. Eine Umformulierung in die Schreibweise

$$K_Q^{\max}(T) = \sqrt{\frac{t}{2,5}} \sigma_{ys}(T) \quad (4.16)$$

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 eine Kenntnis über die Entwicklung der Streckgrenze über der Prüftemperatur voraus. Streckgrenze von W-Blechen mit ähnlicher Produktionshistorie zu dem Herstellprozess der Materialien dieser Arbeit sind in *Lied et al.* [243] [Abb. 3] dokumentiert. Jedoch lag mit Experimenten bis 1073 K der Fokus in der Studie von *Lied et al.* [243] auf der Quantifizierung der Warmfestigkeit. In dem für die aktuelle Arbeit wesentlichen Temperaturbereich von 150 – 500 K war mit 300 K nur

ein Datenpunkt erfasst worden. Für eine Beschreibung der Streckgrenze in dem angegebenen Temperaturbereich musste somit ein anderer Ansatz ersonnen werden. Es wurde der von *Bonk et al* [199] gezeigte Umstand zum Vorteil genutzt, dass die für W-Einkristalle geltende Formulierung aus Gleichung 2.1 auch für die Streckgrenze von polykristallinen Materialien übertragbar ist. Demnach ist die Streckgrenze von polykristallinen W über die Beziehung

$$\sigma_{ys} = (0,00366T^2 - 4,74T + 1893) + \sigma_a \quad (4.17)$$

darstellbar, 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 Gleichung 4.16 erzeugten Grenzkurven sind in Abbildung 4.18 gezeigt 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 Tabelle 4.1 /S. 78 aufgelisteten Blechstärken. Die Ligamentweite beträgt stets 4,75 mm; vgl. Abbildung 4.15b.

Zuerst werden die Grenzkurven in Abbildung 4.17a diskutiert. Diese zeigen den Verlauf der maximalen Spannungsintensität unter Ausschöpfung des nach ASTM E399 [225] erlaubten Dickenanteils im ESZ. Entgegen der bereits festgestellten Zunahme des athermischen Anteils für hohe Umformgrade nehmen mit dem Fortschreiten des Walzprozesses die erlaubten kritischen Spannungsintensitäten ab. Diese Abnahme ist der während des Walzens ebenfalls zu beachtender Reduktion der Blechstärke (=Probendicke) zuzurechnen. Versuche weisen darauf hin, dass für einen überwiegenden Teil der Experimente in dieser Arbeit nicht von einem dominierendem EDZ ausgegangen werden darf. Lediglich bei niedrigen Prüftemperaturen sollte das Dickenkriterium erfüllt werden. *Die im Ergebnisteil gezeigten kritischen*

Spannungsintensitätsfaktoren sind somit nicht als Materialkennwerte zu verstehen, sondern als scheinbare Bruchzähigkeit zu interpretieren.

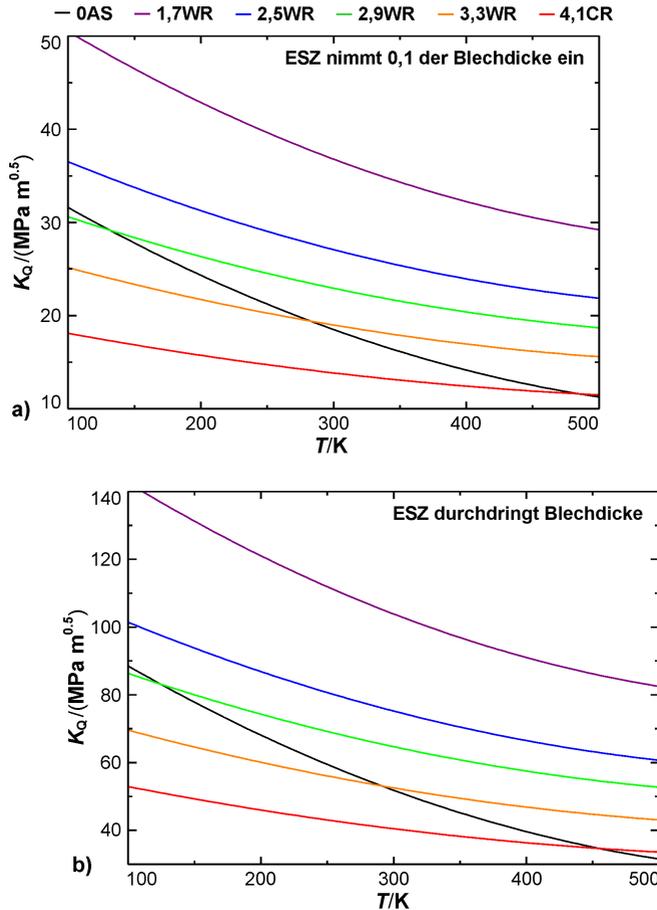


Abbildung 4.17: Abschätzung der Grenzen der linear-elastischen Bruchmechanik (2). Es ist die kritische Spannungsintensität K_Q über die Temperatur T aufgetragen. In (a) sind die Limits für die Einhaltung des EDZ nach ASTM gezeigt. In (b) sind die Spannungsintensitätsfaktoren angegeben, bei dem die Probe vollständig vom ESZ durchdrungen ist.

Ebenfalls darf das Fehlen eines scharfen Anrisses infolge von Wechselbelastung nicht unterschätzt werden. *Auf Basis der von Palacios et al. [337] [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 Spannungsintensitätsfaktors durch den Spannungszustand nicht eingerechnet.*

Die scheinbare Zunahme der Bruchzähigkeit durch einen wachsenden Anteil der Probe im ESZ erreicht mit vollständiger Durchdringung der Probendicke vom ESZ sein Maximum. Die kritische Spannungsintensität, bei der 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 [226] [Abb. 86], über den Ausdruck

$$r_p = \frac{1}{x \pi} \left(\frac{K}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (4.18)$$

ermittelt werden [57], wobei für den ESZ gilt: $x = 2$; im EDZ 6. Es ist zu berücksichtigen, dass der ESZ von beiden Probenseiten einwirkt. In Abbildung 4.17b sind die so konstruierten Grenzkurven abgebildet und zeigen erwartungsgemäß zu Abbildung 4.17a identische Verläufe, jedoch auf einem höheren Level. Dank diesen Berechnungen sind im Ergebnisteil dieser Arbeit drei Bereiche abgrenzbar:

- *Zwischen den Grenzkurven in Abbildung 4.17a und b:* In diesem Bereich unterliegen die kritischen Spannungsintensitäten den Änderungen im Spannungszustand und steigen mit zunehmendem Anteil der Probe im ESZ.
- *Oberhalb der Kurven in Abbildung 4.17b:* Die Ergebnisse stellen eine scheinbare Bruchzähigkeit dar. Eine weitere Zunahme der kritischen Spannungsintensität beeinflusst jedoch nicht den Spannungszustand.
- *Unterhalb der Grenzkurven in Abbildung 4.18:* Hier sind die ermittelten kritischen Spannungsintensitätsfaktoren als geometrieunabhängige Materialkennwerte zu interpretieren, die jedoch von dem Kerbradius

beeinflusste werden, d. h. im Vergleich zu Proben mit scharfem Anrisse nicht konservativ sind.

Die Forderung in ASTM E399 [225] nach dominierenden EDZ entspricht der Vorgabe konservative und geometrieunabhängige Materialkennwerte für die Auslegung von Strukturen zu ermitteln [226]. *Liegt der Fokus der Experimente jedoch auf anderen Fragestellungen, ist die linear-elastische Bruchmechanik auch im ESZ anwendbar.* Die Limits sind erreicht, sobald die plastische Zone im Verhältnis zur Ligamentweite nennenswert ist [226], wobei nennenswert durch den aus Gleichung 2.9 ableitbaren Betrag definiert ist. Verläufe stellvertretend für die Grenze der linear-elastischen Bruchmechanik sind in Abbildung 4.18 gezeigt. Im Kontrast zu den oben diskutierten Verläufen weisen die Grenzkurven untereinander lediglich eine Parallelverschiebung auf. Die Steigung der Kurven an einer beliebigen Temperatur ist für alle Materialien identisch. Darüber hinaus ist die Reihenfolge der Kurven in Hinblick auf die erlaubten kritischen Spannungsintensitäten invertiert. In Abbildung 4.17a und b wies 4,1CR die niedrigsten Grenzwerte auf, in Abbildung 4.18 ist dieses Material am längsten in Übereinstimmung mit der Anforderung. Dieses gegensätzliche Verhalten erklärt sich durch die Probenmaße. Während für Abbildung 4.17a und b die Probendicken in Gleichung 4.16 Eingang fanden, ist das für Abbildung 4.18 verwendete Maß die Ligamentweite. Diese war unabhängig vom Material für alle getesteten SE(T)-Proben identisch.

Wird die Größe der plastischen Zone (EDZ) berechnet und auf die geforderte Mindestweite des Ligaments bezogen, beträgt der Grenzwert für den Anteil ohne linear-elastischen Materialverhalten im Ligament etwa 2 %. Wie anhand von Abbildung 4.17a erläutert, 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. Gleichung 4.18. Unter Beibehaltung von 2 % der Ligamentweite als Zielgröße werden unter Annahme von ESZ konservativere Werte für die erlaubte kritische Spannungsintensität ermittelt. Diese sind in Abbil-

dung 4.18 auf der rechten Ordinate aufgetragen und sind um den Faktor $\sqrt{3}$ kleiner als die die Ergebnisse für den EDZ auf der linken Achse.

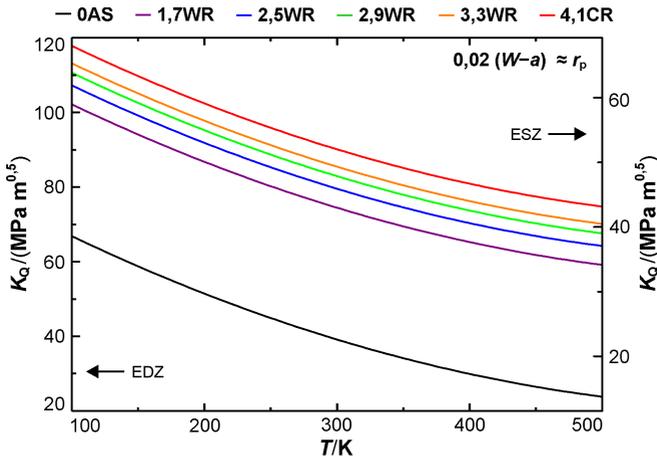


Abbildung 4.18: Abschätzung der Grenzen der linear-elastischen Bruchmechanik (1). Es ist die kritische Spannungsintensität K_Q über die Temperatur T aufgetragen. Es ist der Verlauf der Grenzkurven für den Fall, dass die Ausdehnung der plastischen Zone r_p einen Anteil von etwa 2 % an der Ligamentweite $(W - a)$ nicht übersteigen soll. Dies ist für die plastische Zone im ebenen Dehnungszustand (EDZ) als auch für den ebenen Spannungszustand (ESZ) aufgetragen.

An dieser Stelle sei nochmals darauf hingewiesen, dass auch infolge des Verzichtes auf einen scharfen Anriss die in dieser Arbeit ermittelten kritischen Spannungsintensitäten nicht konservativ sind und keinesfalls als Bruchfähigkeit der hier untersuchten Materialien angesehen werden dürfen; vgl. Riedle [52] [Tab. 6.2], Palacios *et al.* [337] [Abb. 11] und Nikolić [338] [Abb. 5]. Auch die ermittelten BDT-Temperaturen sind aller Wahrscheinlichkeit nach in Bezug zur angegebenen Lastrate nicht konservativ; siehe Seigle *et al.* [112] [Tab. 2], Stephens [120] [Abb. 3] und Riedle [52] [Abb. 6.53]. Weiterhin besteht Unsicherheit über den wahren Geometriefaktor des Messaufbaus. Das Ziel der Experimente ist jedoch nicht die Bestimmung der Bruchfähigkeit für die Auslegung von Komponenten, stattdessen die Anfertigung von Trends über der Prüftemperatur mit dem Zweck BDT-Temperaturen abzuleiten.

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 erfordert Referenzwerte für die verschiedenen Prozesse der plastischen Verformung. Mit Verweis auf *Schadler* [145] geben *Gumbsch et al.* [55] die Peierls-Barriere der Stufenversetzungen in einkristallinem W mit 0,2 eV an. Für die Kinkendiffusion in Schraubenversetzungen in W ermittelte *Ziebart* [81] in guter Übereinstimmung eine Peierls-Energie von 0,2 eV. Die Ergebnisse für die Stufenversetzung sind damit eine Größenordnung geringer als die Peierls-Energie der $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung, die mit 2,1 eV ausgewiesen wird. [80, 81, 205]. Unterhalb der Krietemperatur wird die Peierls-Barriere durch eine Addition von der zur Verfügung stehender thermischer Energie und der an der Versetzungslinie geleisteten mechanischen Arbeit überwunden. *Die Existenz zweier Energiequellen führt zu der Konsequenz, dass vor der Beurteilung von experimentellen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien zuerst die Helmholtz-Energie der Aktivierung um den Betrag der geleisteten mechanischen Arbeit zu reduzieren muss. Denn nur die thermische Komponente der Helmholtz-Energie der Aktivierung (d. h. der Betrag der Gibbs-Energie der Aktivierung) weist eine Ratensensitivität auf.*

Die für die Berechnung der Gibbs-Energie der Aktivierung herangezogene Formelsätze basieren auf den Arbeiten von *Seeger* [339] zum KPM. Es sind hierbei zwei Ansätze zu unterscheiden [183]:

- *Das Elastic-Interaction (EI) Modell:* Das EI-Modell ist bei geringen effektive Schubspannungen, konkret bei Verformungstemperaturen zwischen der Krietemperatur und der sogenannten *Upper-Bend-Temperatur* valide; vgl. die Grenzen von Regime (i) in Abbildung 4.19a.
- *Das Linienspannungsmodell auch LT-Modell:* Wird also die Upper-Bend-Temperatur unterschritten, d. h. die effektive Schubspannung nimmt weiter zu, überwiegt der Einfluss von kurzreichweitigen Wech-

selwirkungen zwischen positiver und negativer Kinke eines Kinkenpaares. Die Annahmen des EI-Modells (langreichweitige Wechselwirkungen zwischen den Kinken) treffen damit nicht mehr zu. Nach *Seeger* [339] ist unter diesen Bedingungen das LT-Modell zum Einsatz zu bringen.

Annahme von dominierend langreichweitigen Wechselwirkungen

Für W ist die Annahme von isolierten Kinken und somit die Anwendung des EI-Modells bis einer effektiven Schubspannung von etwa 110 MPa gerechtfertigt; Abbildung 4.19a. Bei Verformungen unter den Randbedingungen für die effektive Schubspannung und Materialtemperatur von 0 – 110 MPa bzw. 600 – 800 K sind Kinken über größere Distanzen hinweg separiert und langreichweitige Wechselwirkungen überwiegen zwischen dem positiven und negativen Segment. Die langreichweitige Wechselwirkungen können in Form einer Coulomb-Beziehung beschrieben werden [183]. Bei Anwendung des EI-Modells ergibt sich die allgemeine Formulierung aus Gleichung 2.2 zu der spezifischeren Variante

$$\Delta G_{(EI)}^* = \Delta F^* - 2\alpha\sqrt{\tau^*} \quad (4.19)$$

wobei ΔF^* der Helmholtz-Energie der Aktivierung von zwei unabhängigen Kinken repräsentiert. Für diese ist nach *Brunner* [205] und *Ziebart* [81] eine Energie von 2,1 eV einzusetzen. Der von der Helmholtz-Energie der Aktivierung abzuziehende Term entspricht der an der Versetzungslinie geleisteten mechanischen Arbeit, wobei der Vorfaktor α den Ausdruck

$$\alpha = \sqrt{\frac{h^3 b \gamma_0}{2}} \quad (4.20)$$

substituiert [201] [Gl. 12]. In diesem gehen u. a. die Kinkenhöhe h , also die Distanz eines Elementarschrittes entlang der Gleitrichtung, als auch der Betrag des Burgers-Vektors b ein; vgl. Abbildung 2.3 /S. 27. Der Vorfaktor der Linienspannung wird durch γ_0 abgebildet [205] [Gl. 28]. Die nach Gleichung 4.19 ebenfalls benötigten Informationen zu der Entwicklung der

effektiven Schubspannung als Funktion der Verformungstemperatur können in Abbildung 4.19a abgelesen werden.

Annahme von maßgeblich kurzreichweitigen Wechselwirkungen

Wird die Beziehung zwischen positiver und negativer Kinke durch die kurzreichweitigen Wechselwirkungen bestimmt, ist für eine isolierte Betrachtung von thermisch bereitgestellter Energie und mechanisch geleisteter Arbeit in der Bildungsphase das LT-Modell zu verwenden [183]. Als Kriterium für den Wechsel im anzuwendenden Modell definiert *Brunner* [205] das Über- bzw. Unterschreiten von der Upper-Bend-Spannung bzw. der Upper-Bend-Temperatur; vgl. Abbildung 4.19a für W. Unter anderem *Brunner* [205] folgend, ist in der aktuellen Ausarbeitung der thermische Anteil der Helmholtz-Energie der Aktivierung – d. h. die Gibbs-Energie der Aktivierung in Regime (ii) und Regime (iii) – unter Zuhilfenahme der Formulierung

$$\Delta G_{(LT)}^* = \Delta F^* - hb \sqrt{\frac{\gamma_d}{E_p''(h)}} \left[1 + \ln\left(\frac{\tilde{\tau}}{\tau^*}\right) \right] \tau^* + O(\tau^{*2}) \quad (4.21)$$

berechnet worden [201] [Gl. 21]. In Gleichung 4.21 repräsentiert E_p den Verlauf des Peierls-Potentials als Funktion der von der Versetzungslinie zurückgelegten Distanz auf der Ortskoordinate der Gleitrichtung; siehe Abbildung 2.6 /S. 37 für eine grafische Erläuterung. Für den Verlauf des Peierls-Potentials sind verschiedene mathematische Formulierungen vorgeschlagen worden. In *Caillard et al.* [183] [Gl. 4.12ff] ist eine Auswahl dieser angegeben. Wie in der Arbeit von *Brunner* [205] liegt den Berechnungen in der vorgelegten Ausarbeitung die Formulierung nach *Eshelby* [340] zugrunde. Der in Gleichung 4.21 geforderte Betrag der zweiten Ableitung des Peierls-Potentials an der Position h , wird für Eshelby-Potential über den Ausdruck

$$E_p''(h) = 2\sqrt{3^3} b h^{-1} \tau_p \quad (4.22)$$

berechnet [183] [Gl. 4.27], die Kenntnis über die Peierls-Spannung τ_p des betrachteten Materials voraussetzt. Experimentelle Daten für W sind hierzu

von *Brunner* [205] [Tab. 2] durch den Einsatz des Mittels der Extrapolation¹⁷ abgeschätzt worden. Ebenfalls der Wahl des Peierls-Potentials unterliegt die Konstante $\tilde{\tau}$ [183]. *Caillard et al.* [183] [Gl. 4.27] geben als Lösung für das Eshelby-Potential geben Ausdruck

$$\tilde{\tau} = 12\sqrt{3} \tau_P \quad (4.23)$$

an. Ebenfalls wird mit Gleichung 4.21 die Linienspannung der Versetzung γ_d eingeführt. Diese ist nicht mit dem in Gleichung 4.20 geforderten Vorfaktor γ_0 zu verwechseln. Die Linienspannung der Versetzung lässt sich unter Verwendung der Konstanten $\tilde{\tau}$ aus Gleichung 4.23 über den Ausdruck

$$\gamma_d = \gamma_0 \left[1 + \ln \left(\frac{\tilde{\tau}}{\hat{\tau}^*} \right) \right]^{-2} \frac{\tilde{\tau}}{\hat{\tau}^*} \quad (4.24)$$

beschreiben, wobei $\hat{\tau}^*$ die effektive Schubspannung am Upper-Bend ist; vgl. Abbildung 4.19a. Die effektive Schubspannung am Upper-Bend beträgt für W unter quasistatischer Belastung – konkret für eine plastische Dehnrate von $8,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ – nach *Brunner* [205] etwa 110 MPa.

Ergebnisse der Kalkulation der Erwartungswerte für die Gibbs-Energie der Aktivierung von W unter quasistatischer Belastung

Soweit nicht abweichend angegeben, sind die für die Berechnungen zu Hilfe genommenen Kennwerte *Brunner* [205] entnommen und in Tabelle 4.6 zweckmäßig aufbereitet. Auch die für die Berechnungen gewählte plastische Dehnrate von $8,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ kann auf der Arbeit von *Brunner* [205] zurückgeführt werden.

¹⁷ Je nach Methode sind Unterschiede in den ausgewiesenen Peierls-Barrieren in der Größenordnung von einigen 100 % keine Seltenheit. In DFT-Rechnungen werden für die Peierls-Spannungen der $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung in W im Bereich von 1700 MPa bis 2800 MPa gefunden [98, 341, 97]. Rechnungen auf Basis von BOP-Molekulardynamik liefern sogar ein Ergebnis von 4300 MPa [342]. Die Extrapolationen der experimentell ermittelten Werte für die CRSS legen deutlich niedrigere Werte für die Peierls-Spannung in W im Bereich von 800 – 1200 MPa nahe [129, 80, 343]. Es sei auf die Arbeiten von *Rodney* [181], *Gröger et al.* [344] sowie *Proville et al.* [167] verwiesen.

Beruhend auf den obigen Formelsätze gibt Abbildung 4.19b den erwarteten Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung wieder. Weiterhin ist in Abbildung 4.19b die Helmholtz-Energie der Aktivierung als Funktion der Temperatur dargestellt. Jede berechnete Gibbs-Energie der Aktivierung referenziert auf einen Messwert der in Abbildung 4.19a wiedergegebenen Entwicklung der effektiven Schubspannung. Gibbs-Energien der Aktivierung, die unter Einsatz des EI-Modells erlangt wurden, sind grau gekennzeichnet. Die Differenzierung in die thermische und mechanische Komponente auf Basis des LT-Modells wird durch die Verwendung von schwarzen Datenpunkte angezeigt.

Tabelle 4.6: 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* [205] für die verschiedenen Regime. Die zugehörigen Wertebereiche der effektiven Schubspannung τ^* sind angegeben. Die benötigten Größen sind die Peierls-Energie ΔF^* bzw. die Peierls-Spannung τ_p , die Kinkenhöhe h , der Vorfaktor der Linienspannung γ_0 vgl. Gleichung 4.19ff.

Regime	τ^* MPa	ΔF^* eV	τ_p MPa	h 10^{-10} m	γ_0 10^{-10} N	ξ -
(i)	110	2,06	-	4,65	9,55	-
(ii)	450	1,75	820	4,46	9,55	155
(iii)	τ_p	1,27	980	3,15	9,55	186

Identisch zu *Brunner* [205] ist in der aktuellen Ausarbeitung neben unterschiedlichen Berechnungsansätzen auch auf eine stückweise Formulierung des Verlaufs der Helmholtz-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung zurückgegriffen worden; d. h. in Regime (i) beträgt die Barrierenenergie 2,1 eV, in Regime (ii) 1,75 eV und unter niedrigen Verformungstemperaturen in Regime (iii) 1,27 eV. *Die Berechnungen für die Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung offenbaren gemäß Abbildung 4.19b ebenfalls eine Sprungstelle an der Regimegrenze (i) zu (ii). Dieser Umstand soll an dieser Stelle toleriert werden. Im Ergebnisteil wird das Für und Wider abschließend diskutiert.* Eine Folge der Sprungstelle ist die stückweise Definition, welche die Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung als Funktion der Temperatur beschreibt. *Aus dem Phononenspektrum*

folgt, dass bei 0 K die Gitterschwingungen nicht zu der Überwindung der Peierls-Barriere beitragen und damit Versetzungsgleiten unter dieser Bedingung allein durch die mechanische Komponente getrieben ist. Die Abwesenheit von thermischer Energie geht mit dem Verlust der Ratenabhängigkeit bei den Eigenschaften der plastischen Verformung einher. Transferiert auf den Verkauf der Gibbs-Energie der Aktivierung bedeutet dies einen Verlauf durch den Koordinatenursprung.

Fehlerbetrachtung

Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung

Im Unterschied zum Zugversuch ist bei der Verwendung von Proben der Bruchmechanik die plastischen Dehnraten nur schwierig zu bestimmen, da diese auf die Region unmittelbar vor der Rissspitze begrenzt ist. Zudem variiert die plastische Dehnraten infolge der $r^{-0,5}$ Abhängigkeit der Spannung vor der Rissspitze [226] [Gl. 27] mit der Entfernung von der Rissspitze; vgl. *Andresen* [345]. *Kenntnis über die plastische Dehnraten in der Prozesszone, also in dem Bereich der plastischen Zone, in der durch das Aufbrechen der Bindungen Rissverlängerung eintritt* [57], *ist jedoch gerade für die Berechnung der Gibbs-Energie der Aktivierung erforderlich.* Mit der plastischen Dehnraten in $[s^{-1}]$ und der Rate für den Anstieg der Spannungsintensität in $[ksi \text{ in}^{0,5} s^{-1}]$ weisen *Hahn et al.* [346] [Gl. B7] für die Dehnraten in der Prozesszone als Faustformel den Zusammenhang

$$\dot{\epsilon} \approx 10^{-3} \dot{K} \quad (4.25)$$

aus, wobei eine Adaption mit 10 % Fehler auf die SI-Einheiten $[s^{-1}]$ sowie $[MPa \text{ m}^{0,5} s^{-1}]$ erfolgen kann. Danach ist die mittlere der in dieser Arbeit aufgebrachten Lastraten in guter Näherung mit der plastischen Dehnraten der Referenzdaten von *Brunner et al.* [50]. In Zahlen ausgedrückt bedeutet dies: Mit geschätzt $1 \times 10^{-3} s^{-1}$ entspricht die Dehnraten für die Belastung bei 1 MPa $\text{m}^{0,5} s^{-1}$ in etwa der Referenz von $8,5 \times 10^{-4} s^{-1}$, wobei der zweite Wert als plastische Dehnraten zu verstehen ist. Nach *Schwalbe* [226] dominiert vor einer Rissspitze bereits bei sehr kleinen globalen Lasten die plastische Verformung. *Daher soll für die aktuelle Ausarbeitung angenommen werden,*

dass vor einer Rissspitze in erster Näherung plastische und totale Dehnrate gleichzusetzen sind.

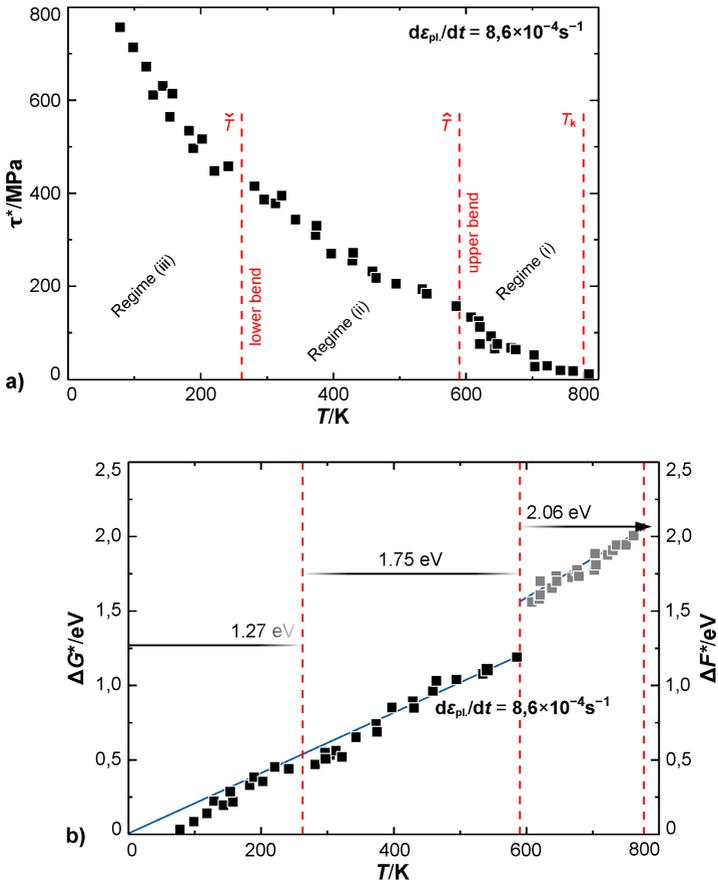


Abbildung 4.19: Experimenteller Verlauf der effektive Schubspannung und berechnete Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung in W. Diagramm (a) zeigt die als Ausgangswerte benutzten effektiven Schubspannungen τ^* über der Temperatur T ; Daten aus Brunner *et al.* [50]. In Abbildung (b) ist die Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung ΔG^* für die plastische Dehnrate $d\varepsilon_{pl}/dt$ von $8,6 \times 10^{-4} s^{-1}$ aufgetragen.

Die als Gleichung 4.25 aufgegriffene Faustformel nach *Hahn et al.* [346] gilt für Proben mit scharfem Anriss. Als Folge des Fehlens eines Ermüdungsris-ses wird diese Voraussetzung nicht von den in dieser Arbeit verwendeten SE(T)-Proben erfüllt. Diese waren lediglich mit einer Kerbe – eingebracht durch EDM – versehen worden. Mit der damit einhergehenden reduzierten Spannungsüberhöhung ist aller Wahrscheinlichkeit auch die Dehnrate in der Prozesszone niedriger als durch Gleichung 4.25 vermittelt; vgl. *Anderson* [57] [Gl. 2.10], Als Konsequenz sind die BDT-Temperaturen der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ ein erster guter Anhaltspunkt, um die ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien zuzuordnen. *Die wirklichen BDT-Temperaturen der plastischen Dehnrate $8,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sollten demnach etwas oberhalb der Übergangstemperaturen für $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ liegen und damit zwischen den Ergebnissen für die Lastraten $1,0$ 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 Sprödbruchverhalten

Studien zur Übergangstemperatur von W haben demonstriert, dass die Konzentrationen von Fremdelementen von bedeutendem Rang sein können. In der vorgelegten Arbeit sind die Materialien auf das Walzen des gleichen Sinterlings zurückzuführen. Dies geschah mit dem Ziel, Modifizierungen der BDT-Temperaturen infolge von Variationen in der chemischen Zusammensetzung bei den Materialien dieser Arbeit möglichst zu minimieren. Die chemischen Analysen belegen eindrücklich, dass mittels der angewandten Methodik Materialien produziert worden sind, die ungeachtet der verschiedenen Umformgrade dennoch eine identische chemische Zusammensetzung besitzen.

Vor allem den interstitiell gelösten Fremdatomen wird in W eine verspröden- de Wirkung zugeschrieben; vgl. *Stephens* [129] [Abb. 7] sowie *Campbell et al.* [128] [Tab. 4]. Kontaminationen mit C und O im Umfang von einigen Gew.-ppm haben das Potential erheblich auf das Materialverhalten einzuwirken; vgl. auch *Stephens* [129] [Abb. 2]. Für die Beurteilung möglicher Effekte hinsichtlich von Variationen in der chemischen Zusammensetzung (als Ergebnis des Walzprozesses und damit einhergehenden Kontaminationen mit Fremdelementen) auf die in dieser Arbeit ermittelten BDT-Temperaturen wurde eine detaillierte chemische Analyse vorgenommen. Dazu wurden die Konzentrationen von 19 Elementen durch eine Dreifachbestimmung festgestellt, d. h. die dreimalige Messung aller Materialien in Bezug auf ihre C, N, O, Al, Si, P, S, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd bzw. Pb-Gehalte. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.1 aufgelistet. *Sowohl für die gesinterte*

Referenz 0AS als auch in den gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR liegt die Summenkonzentration über allen geprüften Elementen bei etwa 70 Gew.-ppm. Dieser Befund stellt sich im Einzelnen wie folgt dar: 73,9 (0AS), 71,3 (1,7WR), 67,7 (2,5WR), 69,8 (2,9WR), 69,0 (3,3WR) sowie 72,4 Gew.-ppm (4,1CR). Die kumulierten Fremdelementkonzentrationen beinhalten die detektierten Gehalte bzw. die Nachweisgrenzen für Konzentrationen unterhalb dieser. Eine individuelle Betrachtung der Elemente fördert jedoch 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 als Ausgangspunkt für 1,7WR – 4,1CR fungierte, wahrscheinlich nicht derselben Charge zugehören. Angaben zu typischen Konzentrationen beruhen auf den Herstellerinformationen.

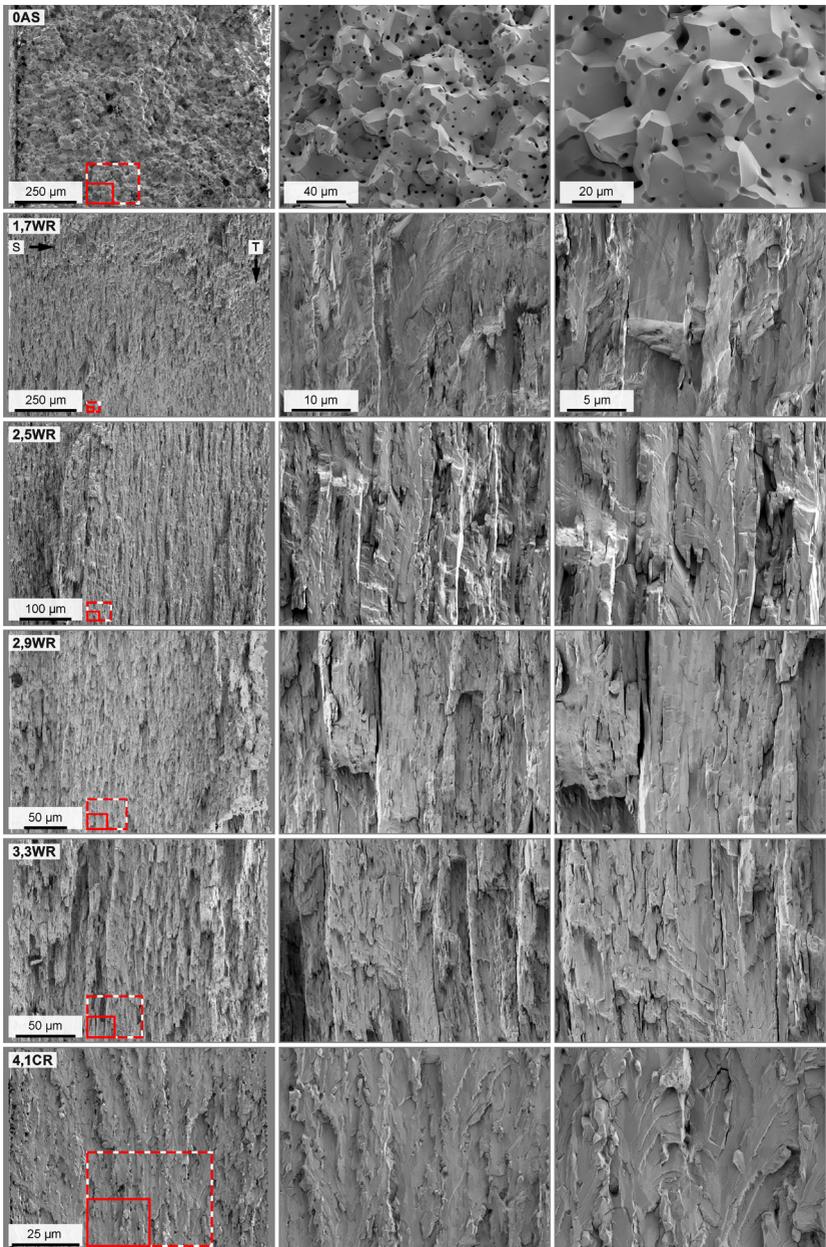
Diese Vermutung kann nach einer Analyse der Konzentrationen von V und Mo als offenkundiger Sachverhalt angesehen werden; vgl. Tabelle 5.1. Für V und Mo wird unter sortenreinen Produktionsbedingungen (wie sie im Walzwerk Reutte der Plansee SE vorzufinden sind) kein Eintrag in das W-Produkt erwartet. Zwischen 0AS und 1,7WR – 4,1CR beträgt die Differenz in der V-Konzentration gleichwohl mehr als eine Größenordnung. Der Unterschied für Mo beträgt mehr als 10 Gew.-ppm (bei nur 70 Gew.-ppm als Summenkonzentration). *Diese Abweichungen beeinflussen jedoch nicht den Gesamteindruck, dass 0AS sowie 1,7WR – 4,1CR hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung als quasiidentisch aufzufassen sind. Diese Einschätzung beruht auf dem Sachverhalt, dass die als kritisch angesehenen interstitiellen Elemente C, N und O nur in Ausnahmen oberhalb der Nachweisgrenzen liegen und keiner erkennbaren Entwicklung folgen.* Auch aus den Summenkonzentration wird zu der Feststellung gelangt, dass Warm- und Kaltwalzen zu keiner merklichen Kontamination der hier untersuchten W-Bleche führte.

Tabelle 5.1: Chemische Zusammensetzung. Die Fremdelementgehalte sind in Gew.-ppm angegeben, wobei im Fall von Konzentrationen unterhalb der Nachweisgrenze (<) diese angegeben ist. Abweichungen in den Bestimmungsgrenzen zwischen 0AS und 1,7WR – 4,1CR sind durch die zeitliche Differenz zwischen den Messreihen zu erklären. Die ausgewiesenen Fehler referenzieren auf die Standardabweichung der dreifachbestimmten Konzentrationen. Die Summenkonzentration inkludieren sowohl die gemessenen Konzentrationen als auch die Nachweisgrenzen, abhängig welcher Gehalt größer ist.

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

Global konstante Konzentrationen von einzelnen Fremdelementen erlaubt jedoch keine Aussage über den Sachverhalt, ob die konstanten Gehalte an Fremdatomen in allen Materialzuständen einem identischen Gewicht in Hinblick auf ihren Effekt auf die BDT-Temperatur beizumessen sind. Das mechanische Verhalten von Werkstoffen wird auch stark von lokalen Konzentrationsmaxima der Fremdelemente bestimmt. Zu diesem Punkt soll in erster Linie die Dekoration von Versetzungen bzw. Korngrenzen mit Fremdatomen angeführt werden. Nach *Pan et al.* [147] [Abb. 3] ist in W die Triebkraft für die Segregation von Fremdatomen an die Korngrenzen größer als dies für das ebenfalls in der zitierten Studie bearbeitete krz-Refraktärmetalle Ta gefunden wird. *Korngrenzen in W agieren demnach als starke Senken für Fremdatome. Konnten die Fremdatome einen nennenswerten Diffusionsweg zurücklegen, sollten die Korngrenzen in W eine stärkere Belegung mit Fremdatomen aufweisen, als dies die globalen Konzentrationen widerspiegeln. Die Gesamtfläche aller Korngrenzen und die kumulierte Länge der Versetzungslinie variiert für die Materialien dieser Arbeit fundamental; vgl. Tabelle 5.2 /S. 176. Für eine gegebene globale Konzentration eines Fremdelements ist somit auch der Grad der Dekoration der Korngrenzen und Versetzungen mit diesem von den Defektdichten abhängig. Dies könnte in UFG W sowohl der Kohäsion von Korngrenzen als auch der Versetzungsmobilität zum Vorteil gedeihen.* Eine niedrigere Belegungsdichte von kohäsions-senkenden Elementen auf Korngrenzen, infolge einer hohen Korngrenzendichte, wird von *Wei et al.* [239] als möglicher Grund für die überlegene Duktilität von W mit UFG Mikrostruktur bei Raumtemperatur angeführt.

Abbildung 5.1: 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. Mit allen Proben wurde das L-T Risssystem geprüft.



In Abbildung 5.1 ist eine Auswahl von Bruchflächen von 0AS, 1,7WR – 4,1CR nach der Prüfung unter Anwendung von SE(T)-Proben gezeigt. Alle abgebildeten Bruchflächen repräsentieren Proben mit makroskopisch spröden Materialverhalten; also nach energiearmen Materialversagen. Der Sinterling 0AS weist bei Prüfung unterhalb der BDT-Temperatur ein interkristallines Bruchbild auf. Dieser Befund korrespondiert mit dem in der Literatur für rekristallisierte oder schwach verformte W-Materialien beschriebenen primären Risspfad bei Sprödbbruch [35, 130, 326]. In klarer Abgrenzung hierzu dokumentiert Abbildung 5.1 für 1,7WR – 4,1CR eine vorherrschende transkristalline Materialseparation. Dies könnte als ein Beleg für den von *Wei et al.* [239] vorgeschlagenen Zusammenhang zwischen der Korngrenzendichte in UFG W und der einer geringen Belegungsdichte der Korngrenzen mit Fremdatomen gewertet werden. Bei diesen Überlegungen sollte jedoch die durch das hochgradige Walzen erfolgte Modifikation der Kornmorphologie nicht außer Acht gelassen werden. In Kapitel 5.5.2 /S. 266 wird dieser Aspekt im Rahmen einer ausführlichen Diskussion gewürdigt. *Unabhängig von der Rolle der Fremdatome auf die Kohäsion der Korngrenze kann jedoch festgestellt werden, dass beim Sprödbbruch der Materialien 1,7WR – 4,1CR diesem Effekt kein Gewicht beigemessen werden muss: 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 1,7WR und 4,1CR sollte von Fremdelementen hervorgerufenen Einflüssen auf die Kohäsion von Korngrenzen losgelöst betrachtet werden können.* Ein weiterer Aspekt, welcher bei der Bewertung des Einflusses der chemischen Zusammensetzung auf die BDT-Temperatur zu berücksichtigen ist, sind die Wechselwirkungen der Fremdatome mit den Versetzungen. Dieser Effekt kann an dieser Stelle jedoch nicht substantiiert beurteilt werden.

5.2 Auswertung der Walztextur und Abgleich der mittels EBSD ermittelten Mikrotexturen mit Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie

In W-Einkristallen unterliegt die BDT-Temperatur dem Einfluss der kristallographischen Orientierung parallel zu der Messlänge im Zugversuch [51] bzw. des gewählten Rissystems bei der Anwendung von Methoden der Bruchmechanik [55]. In polykristallinen W 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. Den Sinterling 0AS ausgenommen, besitzen alle Materialien dieser Arbeit eine starke Walztextur. Charakteristisch für die Walztextur von 1,7WR – 4,1CR ist die unvollständige α -Faser. Es wird ebenfalls eine Belegung der Komponenten der γ -Faser festgestellt. Stets wird die klar höchste Orientierungsdichte für oder in der Nähe der gedrehten Würfellage festgestellt. Ein Vergleich mit den XRD-Intensitätsverläufen weist darauf hin, dass die Ergebnisse der EBSD-Untersuchungen zur Mikrotextur auch die Makrotexturen beschreiben.

Die Textur von gewalzten W-Blechen ist durch das Auftreten von α - und γ -Faser geprägt [347]. Ein erster Eindruck über die verformungsinduzierten Modifikationen kann bereits aus den Linienprofilen der Röntgenbeugungsexperimente (XRD) herausgelesen werden. Durch die Verwendung eines Röntgendiffraktometers mit Bragg-Brentano-Geometrie und die Bestrahlung der Walzebene sind die XRD-Beugungsvektoren stets parallel zur S-Richtung ausgerichtet; vgl. Abbildung 4.1 /S. 76. Die in Abbildung 5.2 aufbereiteten Linienprofile bilden die Volumenhäufigkeit von Körnern mit entsprechender kristallographischer Orientierung ab, wobei die relativen Intensitäten der jeweiligen Reflexe zu berücksichtigen sind; vgl. *Lassner et al.* [1] [Abb. 1.7]. An erster Position ist das Linienprofil von 0AS abgebildet. Unterhalb sind aufsteigend die Ergebnisse für 1,7WR – 4,1CR angeordneten. In allen Linienprofilen sind neben den gemessenen Zählimpulsen als Funktion des Beu-

gungswinkels 2θ auch die Erwartungswerte der niedrig-indizierten kristallographischen Ebenen eingetragen. Die Berechnung der Erwartungswerte beruht auf der Annahme von polykristallem W mit regelloser Ausrichtung der Kristallite. Der erforderliche Abgleich von relativen Intensitäten¹ und absoluten Zählimpulsen erfolgte unter Zuhilfenahme der Intensität von {110} im Linienprofil von 0AS. In Abbildung 5.2 sind die Erwartungswerte als rote Kreuze zu erkennen.

Die gemessenen Intensitäten von 0AS entsprechen überwiegend den berechneten Erwartungswerten. Eine deutliche Diskrepanz wird jedoch für {211} identifiziert. Bei 41k Zählimpulsen übersteigt der Messwert die erwartete Intensität um mehr als 10k; also etwa dem 1,5 mal des berechneten Wertes. Eine Erklärung hierfür kann auf Basis der XRD-Ergebnisse nicht gegeben werden. *Die Entwicklung der Linienprofile von 0AS zu 1,7WR – 4,1CR belegt fundamentale Änderungen in den Volumenhäufigkeiten der einzelnen Kristallorientierungen nach dem Walzen:* Der nach dem Sintern mit 130k Zählimpulsen maximal belegte {110}-Reflex ist nach log. 1,7 Warmumformung signifikant in der Intensität reduziert; 0AS \rightarrow 1,7WR. Für 1,7WR werden 35k Impulse gezählt. Damit besitzt im Linienprofil von 1,7WR der Reflex {110} eine minimal höhere Intensität als {211}; 35k zu 31k Zählimpulse; vgl. Tabelle 4.5 /S. 111. Entgegen des für {110} beobachteten Generaltrends kommt es nach dem Produktionsschritt 1,7WR \rightarrow 2,5WR zu einem deutlichen Ansteigen der XRD-Intensität, welches in etwa mit Verdoppelung der Reflexhöhe beschrieben werden kann. In den nachfolgenden Warmwalz-

¹ Die Erwartungswerte wurden nach *Cullity et al.* [303] [Gl. 21] berechnet und anschließend normiert, wofür die für 0AS am Reflex {110} gemessene Anzahl der Zählimpulse die Referenz bildete. Der Strukturfaktor beträgt im krz Kristallgitter zweimal den Atomformfaktor (atomic scattering factor). Daten zum Atomformfaktor sind aus Paakkari et al. [348] [Tab. 1] bzw. *Cullity* [303] [Anhang 10] entnommen. Ebenfalls *Cullity* [303] entstammen die Flächenhäufigkeitsfaktoren (multiplicity factors) und die Daten zum Winkelfaktor (Lorentz-polarization factor); siehe [303] [Anhang 11] und [303] [Anhang 12]. Die Temperaturfaktoren wurden nach Ref. [303] [Gl. 18] mit Daten aus [Anhang 13] berechnet. Die Debye-Temperatur für W um 300 K stammt aus *Jani* [204] [Abb. 2]; die Atommasse von W aus *Cardarelli* [40] [Tab. A5]. Zusätzlich wurde die Abnahme der Brennfleckgröße mit zunehmendem Einstrahlwinkel geometrisch korrigiert; siehe Anhang A. Die Ergebnisse gelten für CuK α 1-Strahlung mit einer Wellenlänge von 0,1540562 nm [303] [Anhang 7].

schritten 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 → 4,1CR. *Damit ist während des Walzens etwa 98 % des Kristallvolumens mit einer {110}-Richtung parallel zu Beugungsvektor – d. h. parallel zur S-Richtung – ausgelöscht worden.* Qualitativ kann dieser Befund auf die Mehrzahl der Beugungsreflexe übertragen werden. Mit {200} und {211} als Ausnahme, heben sich im Linienprofil von 4,1CR die Intensitäten der Reflexe nicht wesentlich vom Hintergrund ab. Während der letztgenannte Bragg-Reflex eine uneinheitliche Entwicklung durchläuft (d. h. eine starke Reduktion der Intensität von 0AS zu 1,7WR; in 2,5WR nahezu unverändert zu 1,7WR; starker Anstieg zwischen 2,5WR → 2,9WR sowie 2,9WR → 3,3WR; in 4,1CR ein Abfallen auf etwa 50 % der Intensität von 3,3WR) wird für {200} eine kontinuierliche Zunahme der Zählimpulse mit zunehmenden Umformgrad verzeichnet. Ausgehend von 23k in 0AS steigt die Intensität von {200} über die Zwischenschritte 31k (1,7WR), 43k (2,5WR), 87k (2,9WR) und 155k (3,3WR) auf eine finale Anzahl der Zählimpulse von 180k (4,1CR) an. Damit ist die Intensität in 4,1CR auf das 7,8x vom Sinterling angewachsen. Für die Hervorhebung der festgestellten Dominanz der Kristallite mit Orientierungen von Typ {001}⟨uvw⟩ in 4,1CR sind nachfolgend die Zählimpulse der drei Reflexe mit den höchsten Intensitäten genannt: {200}: 180k, {211}: 28k und {222}: 3,9k; vgl. Tabelle 4.5 /S. 111. *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 sein muss.* Bei Kenntnis über die typische Walztextur in krz Metallen im Allgemeinen [347] und für W im Speziellen [241], wird aus den Linienprofilen von 1,7WR – 4,1CR auf eine hohe Orientierungsdichte die gedrehte Würfel-lage {001}⟨110⟩ geschlossen; bei gleichzeitiger Existenz einer γ -Faser, also von Kristallorientierungen vom Typ {111}⟨uvw⟩. Da XRD-Linienprofile nur die Häufigkeiten von Ebenen normal zum Beugungsvektor wiedergegeben (hier parallel zur S-Richtung), bedürfen die oben getätigten Aussagen zu möglichen Orientierungsdichten einer Verifizierung.

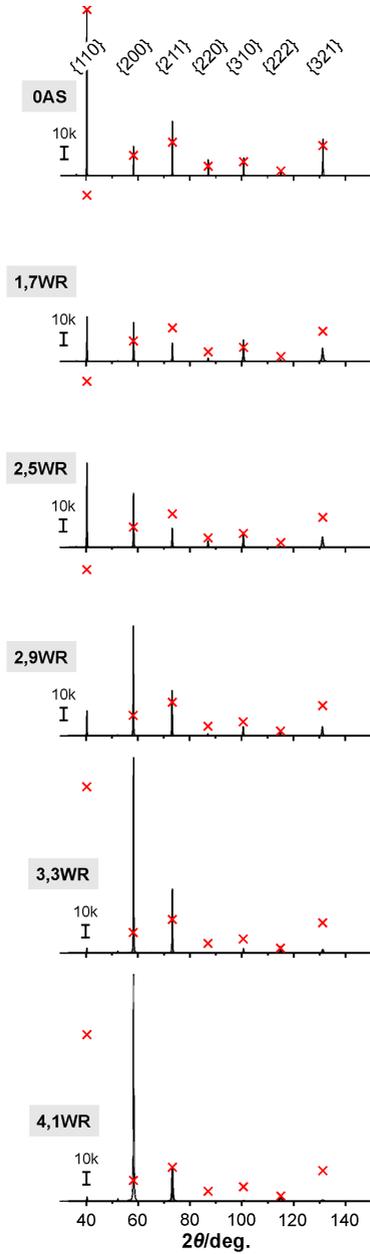


Abbildung 5.2: Entwicklung der XRD-Linienprofile mit Beugungsvektoren parallel zur S-Richtung. Es sind die Zählimpulse über den Beugungswinkel 2θ aufgetragen. Die eingezeichneten Maßbalken repräsentieren 10k Impulse. Die untere Begrenzung des Maßbalkens befindet sich auf der Höhe von 10k Zählimpulsen. Mit roten Kreuzen sind weithin die nach *Cullity et al.* [303] berechneten Erwartungswerte für W mit regellos verteilten Kornorientierungen eingetragen. Ergebnisse für CuK α 1-Strahlung.

Unter Einsatz von EBSD kann die Orientierung eines beprobten Kristallvolumens direkt festgestellt werden [270]. Aus der Summe aller Orientierungen im Datensatz wird in einem nachfolgenden Arbeitsschritt eine Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) errechnet. In Abbildung 5.3 sind Schnitte der ODF für 0AS gezeigt. Den Position in den Schnitten sind bestimmte Kristallorientierung $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ im Probenkoordinatensystem zuzuordnen; Nomenklatur nach *Bunge* [277]; für weiterführende Erläuterungen sei auf Abbildung 4.4 /S. 89 verwiesen. Die Orientierungsdichte wird über den in Abbildung 5.3 angegebenen Farbcode abgelesen. Die Schnitte enthalten nur Orientierungsdichten oberhalb von 1 m.t.r. Von den in Kapitel 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.* [270] [Tab. 2.3]. In Abbildung 5.3 sind zwei Schnitte des Euler-Raums abgebildet; bei $\varphi_2 = 0^\circ$ sowie 45° . 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 höchste Orientierungsdichte wird mit 1,5 m.t.r. gefunden. Im Wesentlichen haben diese Aussagen auch für den Schnitt $\varphi_2 = 45^\circ$ Bestand. Durch eine stichprobenartige Untersuchung kann kein Zusammenhang zwischen den Orientierungen mit leicht erhöhten Häufigkeiten und der Abweichung zwischen Mess- und Erwartungswert für $\{211\}$ im XRD-Linienprofil von 0AS belegt werden. Damit ist diese Unregelmäßigkeit aller Wahrscheinlichkeit nach mit der Kornstatistik zu begründen. Die Korn-

durchmesser in OAS sind um mehr als eine Größenordnung größer als in den übrigen Materialien; siehe Tabelle 5.2 /S. 176. Bei gleicher Brennfleckgeometrie beruht das Linienprofil von OAS auf der geringsten Kornstatistik. Eine finale Aufklärung dieses Sachverhalts ist mit den zur Verfügung stehenden Daten jedoch nicht möglich. *Unabhängig hiervon soll herausgestellt werden, dass OAS in Relation zu den nachfolgend besprochenen ODFs der gewalzten Zustände die Anforderungen an eine texturfreie Referenz erfüllt. Dieses Urteil wird auch durch den Texturindex² (TI) von OAS bestärkt. Mit 1,0 nimmt der TI einen Wert an, der für ein texturfrees Material erwartet wird; vgl. Bunge [277] [Gl. 4.210].*

Aus Tabelle 4.2 /S. 85 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 Probensymmetrie zugelassen werden. Eine weitere 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 Abbildung 5.4 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 α - und γ -Faser klar identifiziert werden; siehe Raabe *et al.* [347, 350–353] für eine Übersicht zu den Verformungs- und Rekristallisationstexturen der krz Metalle. Die Komponenten der α -Faser weisen im Vergleich zur γ -Faser in 1,7WR eine

² Texturindex (TI) nach Bunge [277] [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.* [349] auszugsweise 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 Ergebnisse zu Ge-Einkristallen.

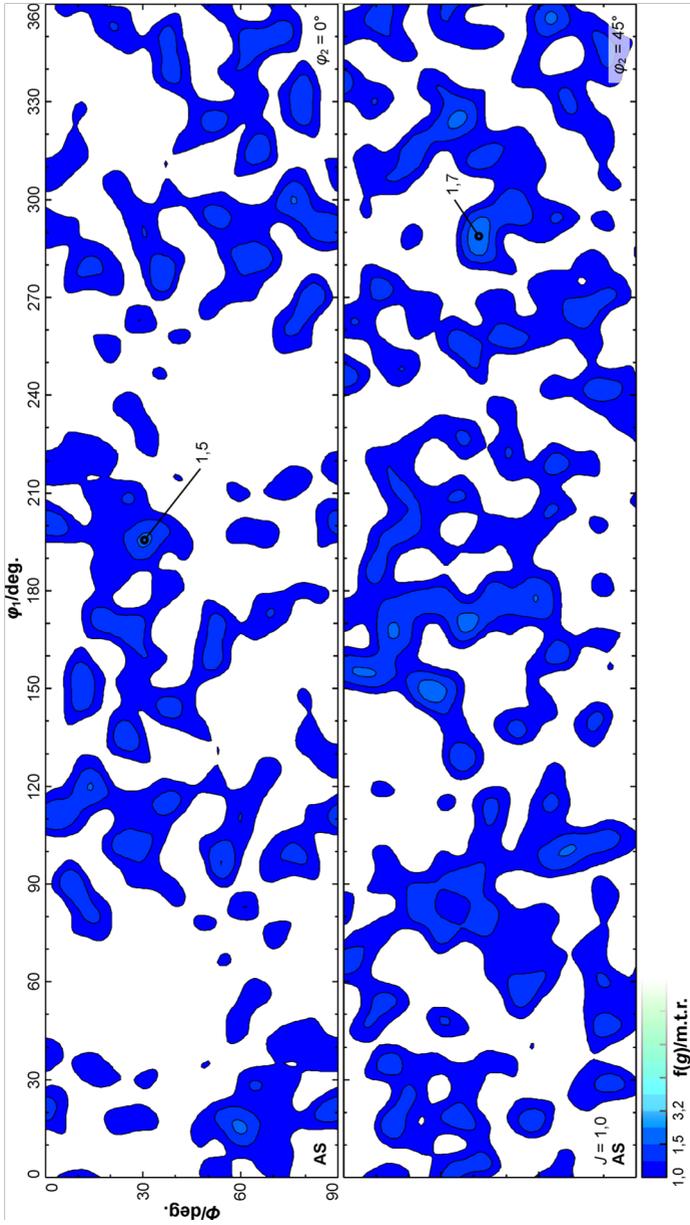


Abbildung 5.3: Schnitte der Orientierungsverteilungsfunktion für den Sinterling 0AS. Es sind die Schnitte $\varphi_1 \{0 - 360^\circ\}$, $\varphi \{0 - 90^\circ\}$ des Euler-Raumes für die Ebenen $\varphi_2 = 0^\circ$ und $\varphi_2 = 45^\circ$ abgebildet. Schwarze Linien repräsentieren Linien gleicher Häufigkeit (Iso-Linien). Weiterhin ist der Texturindex J angegeben. Die Einfärbung der Orientierungsdichte $f(\mathbf{g})$ ist auf die Ergebnisse der gewalzten Materialien abgestimmt.

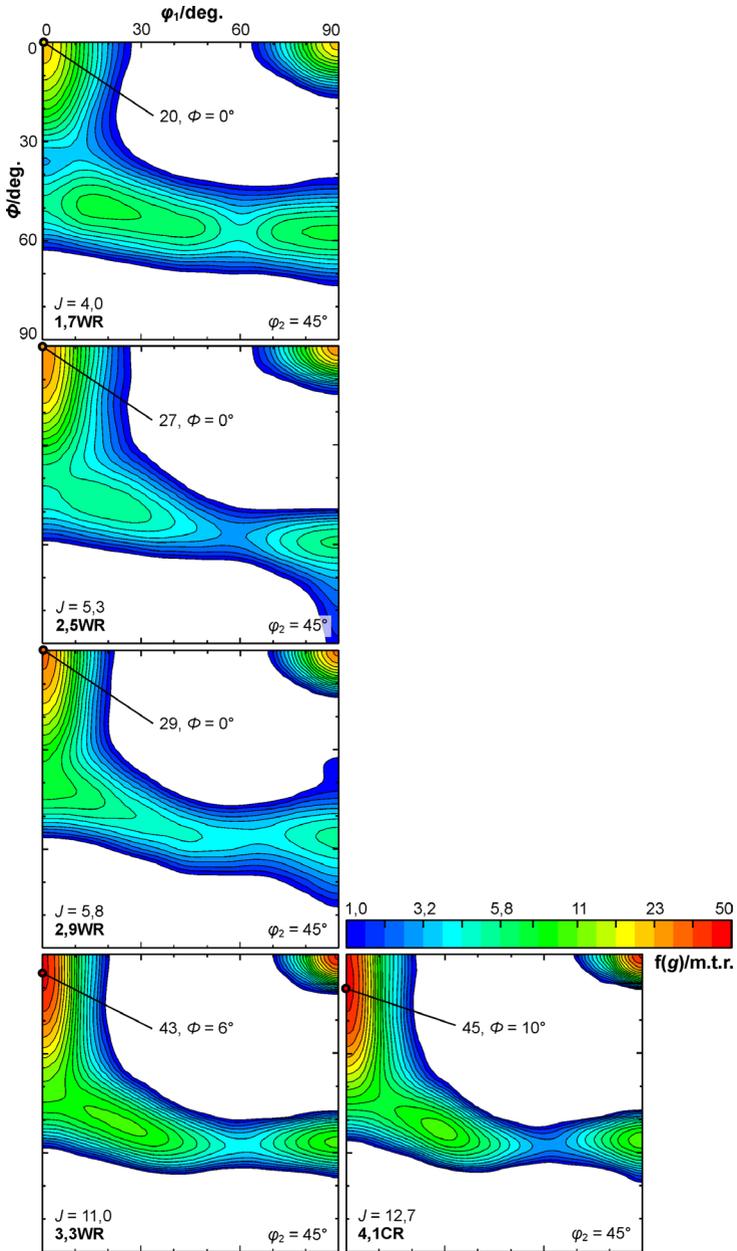


Abbildung 5.4: Präsentation der Walztextur anhand von Schnitten der Orientierungsverteilungsfunktion. Es sind die ODFs $f(g)$ für die Schnitte $\varphi_2 = 45^\circ$ des reduzierten Euler-Raumes $\varphi_1 \{0 - 90^\circ\}$, $\Phi \{0 - 90^\circ\}$ gezeigt. Schwarze Linien repräsentieren Positionen gleicher Orientierungsdichte (Iso-Linien). Es sind der Texturindex J und die Orientierung mit der höchsten Orientierungsdichte ausgewiesen. Für die Positionen / Orientierungen der wichtigsten Texturkomponenten siehe Abbildung 4.4b /S. 89, bzw. *Bunge* [277] [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.

etwas höhere Orientierungsdichten auf. Dies gilt im Besonderen für die gedrehte Würfellage $\{001\}\{110\}$, die bereits in diesem am wenigsten verformten Material die Komponente mit maximaler Orientierungsdichte darstellt. Die α -Faser ist nach log. 1,7 Warmumformung bereits unvollständig und endet bei etwa $\Phi = 60^\circ$, d. h. etwa am Schnittpunkt von α - und γ -Faser. Dies ist insofern abweichend zu den von *Raabe* [347] [Abb. VII-31ff] charakterisierten W-Blechen mit 60 bzw. 70 % Dickenreduktion (somit mit Umformgrad 0,9 bzw. 1,2), als dass beide eine vollständige, d. h. bis zu $\{110\}\{110\}$ reichende, α -Faser besitzen. Ob dieser Widerspruch durch die niedrigere Walztemperatur von etwa 800 K oder den geringeren Umformgrad in der Studie von *Raabe* [347] 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 [241]. Für die Materialien 2,5WR sowie 2,9WR wird mit zunehmendem Umformgrad eine leichte Steigerung der Intensität dieser Komponente ausgemacht; von 20 m.t.r. in 1,7WR auf 29 m.t.r. für 2,9WR. Im Gegensatz hierzu ist der Walzschritt 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 Orientierung der gedrehten Würfellage zusammen-

fällt. Stattdessen ist die Ebene $\{001\}$ um etwa 6° 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 Abbildung 4.4b. Diese Rotation wird durch den finalen Kaltwalzschritt $3,3\text{WR} \rightarrow 4,1\text{CR}$ verstärkt. *Raabe et al.* [351] [Abb. 5] berichten für hochgradig kaltgewalztes $\alpha\text{-Fe}$ eine Verschiebung der Komponente höchster Orientierungsdichte von der gedrehten Würfellage hinzu $\{112\}\langle 110 \rangle$. Die in dieser Arbeit ab $2,9\text{WR} \rightarrow 3,3\text{WR}$ beginnende Rotation um die Walzrichtung könnte den Beginn einer gleichartigen Entwicklung in W kennzeichnen. Für $3,3\text{WR} \rightarrow 4,1\text{CR}$ ist keine nennenswerte Zunahme der Orientierungsdichte des Maximums festzustellen. Tatsächlich wird für die gedrehte Würfellage ein leichter Rückgang der Häufigkeit beobachtet. Insgesamt führt auch der Kaltwalzschritt 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 Zerfall der γ -Faser zu erklären. Diese wird in einem zunehmenden Maße auf die $\{112\}\langle 110 \rangle$ Komponente reduziert.

In Abbildung 4.5 /S. 92 konnte anhand der Symmetrie von Polfiguren bzw. in Abbildung 4.6 /S. 93 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.* [270] ist eine mittels EBSD gemessene ODF als Mikrotextrur klassifiziert. Mikrotextruren beschreibt nicht zwingend repräsentativ die Orientierungsverteilung des gesamten Probenmaterials, geben stattdessen die lokale Ausprägung von Vorzugsorientierungen in einem Fragment der Probe wieder. Mit Abbildung 5.5 wird ein Versuch unternommen, Indizien für eine mögliche Diskrepanz zwischen Mikro- und Makrotextrur zu gewinnen. Die Entwicklung der Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage (EBSD) ist gegen das Vielfache der XRD-Zählimpulse für den $\{200\}$ -Beugungsreflex aufgetragen. Das Vielfache entspricht dem Multiplex der Zählimpulse des Reflexes $\{200\}$ in 0AS. Aufgrund des wesentlich größeren mit dem Röntgenstrahl wechselwirkenden Materialvolumens werden mittels XRD ermittelte ODFs als Makrotextrur eingeordnet [270]. *In Abbildung 5.5 wird zwischen dem Kennwert der Mikrotextrur und den Ergebnissen der Röntgenbeugung eine starke Korrelation gefunden. Die*

lineare Trendlinie beschreibt für vier der fünf Datenpunkten den Zusammenhang akkurat. Dies wird durch ein Bestimmtheitsmaß von 0,96 bestätigt. Lediglich der Datenpunkt für 2,5WR liegt etwas abseits der Trendlinie. Die Zunahme der Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage 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 Abbildung 5.5 enthaltenen 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 Kapitel 5.5.1 /S. 260erfolgt.

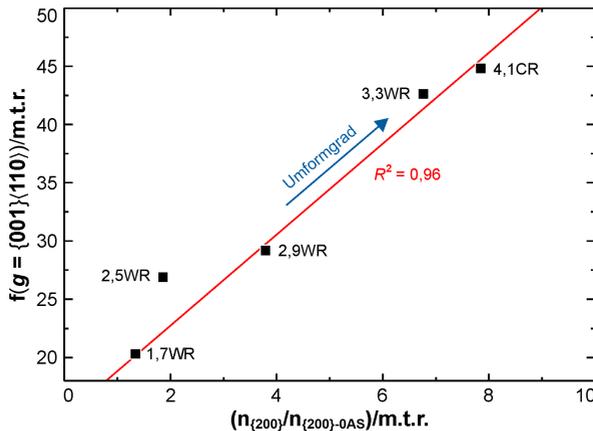


Abbildung 5.5: Vergleich der Intensitäten der EBSD- und XRD-Experimente. Es ist die Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage $f(g)$ über dem Vielfachen der XRD-Zählimpulse am Bragg-Reflex $\{200\}$ aufgetragen; in Bezug auf die Intensität für 0AS.

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

Die Produktionshistorie von W determiniert elementar die beobachtete Übergangstemperatur. Dieser Zusammenhang wird mit Modifikationen in der Mikrostruktur erklärt. Im Zentrum des Interesses stehen hierbei Wechselwirkungen der Versetzungen mit Korngrenzen sowie die Eigenschaft von Korngrenze sowohl als Barriere für das Versetzungsgleiten zu wirken als auch ein Ort der vereinfachten Versetzungsnukleation darzustellen. Zwischen der mittleren Korngröße und der resultierenden BDT-Temperatur wird häufig eine Art von Hall-Petch (HP) Beziehung berichtet [29]. Die nachfolgend erörterten verformungsinduzierten Modifikationen in den Eigenschaften von Korngrenzen und Versetzungen sind das Fundament für die spätere Diskussion der UFG Mikrostruktur³ vor dem Hintergrund der Raumtemperaturduktilität von UFG W.

5.3.1 Korngröße, Korngrenzendichte und -charakter

Die Ergebnisse zu den nachfolgend diskutierten Kenngrößen sind aus EBSD-Datensätzen abgeleitet. Für 1,7WR – 4,1CR wurde sowohl die Entwicklung in der Ebene LS als auch für TS charakterisiert. Infolge der anzunehmenden Isotropie des Sinterlings 0AS wurde in diesem Zusammenhang nur eine Schlieffebene untersucht. Der mit Abstand größte Betrag für die mittlere Korngröße wird für 0AS gemessen. Damit einhergehend ist dem Sinterling auch die geringste Korngrenzendichte zuzuordnen. Die Materialien 1,7WR –

³ Für die Einteilung von Materialien in die Klasse *ultrafeinkörnig* (UFG) existiert keine einheitliche Vorgabe. In der Regel werden Materialien mit mittleren Korngrößen unterhalb von 1 μm [354] bzw. 0,5 μm [249] als UFG definiert. *In der vorgelegten Ausarbeitung wird für Materialien mit mittleren Korndimensionen kleiner als 1 μm die Bezeichnung UFG gebraucht.*

4,1CR besitzen UFG Mikrostrukturen. *Die Kornmorphologie ist nach dem Walzen jedoch stark anisotrop, wobei parallel zur S-Richtung der gemittelte Abstand von Korngrenzen am geringsten sind; vgl. Abbildung 4.1 /S. 76 bzgl. der Nomenklatur der Richtungen. Entlang der Walzrichtung sind die Körner stark gestreckt. In einem geringeren Maß gilt dies auch für die Korngröße entlang der 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.

Mit Abbildung 5.6 wird ein erster Ausblick auf die mikrostrukturellen Modifikationen gegeben, die aus dem hochgradigen Warm- und Kaltwalzen resultieren. Es sind Ausschnitte der EBSD-Datensätze zu 0AS sowie 1,7WR – 4,1CR gezeigt. Für die gewalzten Materialien sind die Ergebnisse zu der Schlifffebene LS abgebildet. In der Zusammenstellung steigt die plastische Verformung, mit der die Materialien beaufschlagt wurden, mit abnehmender Position entlang der Vertikalen. Die obere Zeile bildet die Mikrostruktur des Sinterlings ab. Karten entlang der horizontalen Achse zeigen jeweils dasselbe Material. Auf der linken Seite sind die Karten in einer Vergrößerung abgebildet, welche ermöglicht, einen repräsentativen Eindruck über die Mikrostruktur zu erlangen. In der mittleren und rechten Spalte sind Detailansichten gezeigt. Von links nach rechts nimmt in Abbildung 5.6 die Vergrößerung zu. Die mit höherer Vergrößerung abgebildeten Bereiche sind in den Übersichtskarten (links) markiert. Auf der linken Seite und die Karten in der zentralen Spalte geben die für jeden Messpunkt ermittelte kristallographische Richtung parallel zur Walzrichtung wieder. Die Zuordnung erfolgt dabei über den Farbcode der inversen Polfigur (IPF). Die Karten der rechten Seite bilden den KAM (Kernel Average Misorientation) Wert jedes Datenpunkts ab. Mit der mittleren Vergrößerung beginnend, sind Korngrenzen als schwarze (HABs) bzw. weiße Linien (LABs) eingezeichnet.

Nach dem Sintern kann bezüglich der Verteilung von Kornorientierungen ein regelloser Eindruck gewonnen werden. Die Körner weisen eine isotrope Morphologie auf und sind frei von Farbgradienten, die auf eine ausgeprägte Subkornstruktur hinweisen würden. Für die Mikrostruktur von 0AS soll der

sehr homogene Gesamteindruck herausgestellt werden. Der mittlere Abstand der HABs beträgt $18,9 \mu\text{m}$ und die Angabe als Korndurchmesser erscheint legitim. Die Trennung der einzelnen Kristallbereiche erfolgt in aller Regel entlang HABs. Der Anteil der LABs in Bezug auf die Länge aller Grenzen mit einer Missorientierung größer als 2° wird zu weniger als 8 % festgestellt, wobei der wahre Wert nochmals geringer ausfallen dürfte. Diese Prognose beruht auf der Oberflächentopologie des metallographischen Schliffes als Folge der nach dem Sintern verbleibenden Porosität. Die Porosität kann anhand der in Abbildung 5.6 gewählten Darstellungsarten nicht zufriedenstellend beurteilt werden. *Sinterporen sind jedoch nach Abbildung 5.1 elementarer Bestandteil der Mikrostruktur von 0AS. Dies bestätigt auch die mittels der Archimedes-Methode bestimmte Dichte nach dem Sintern.* Die relative Dichte 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 Zwischenprodukts ergaben, dass in diesem bereits die Poren vollständig verschlossen sind. Daher findet der Aspekt der relativen Dichte bei den Betrachtungen zu 1,7WR – 4,1CR keine Erwähnung.*

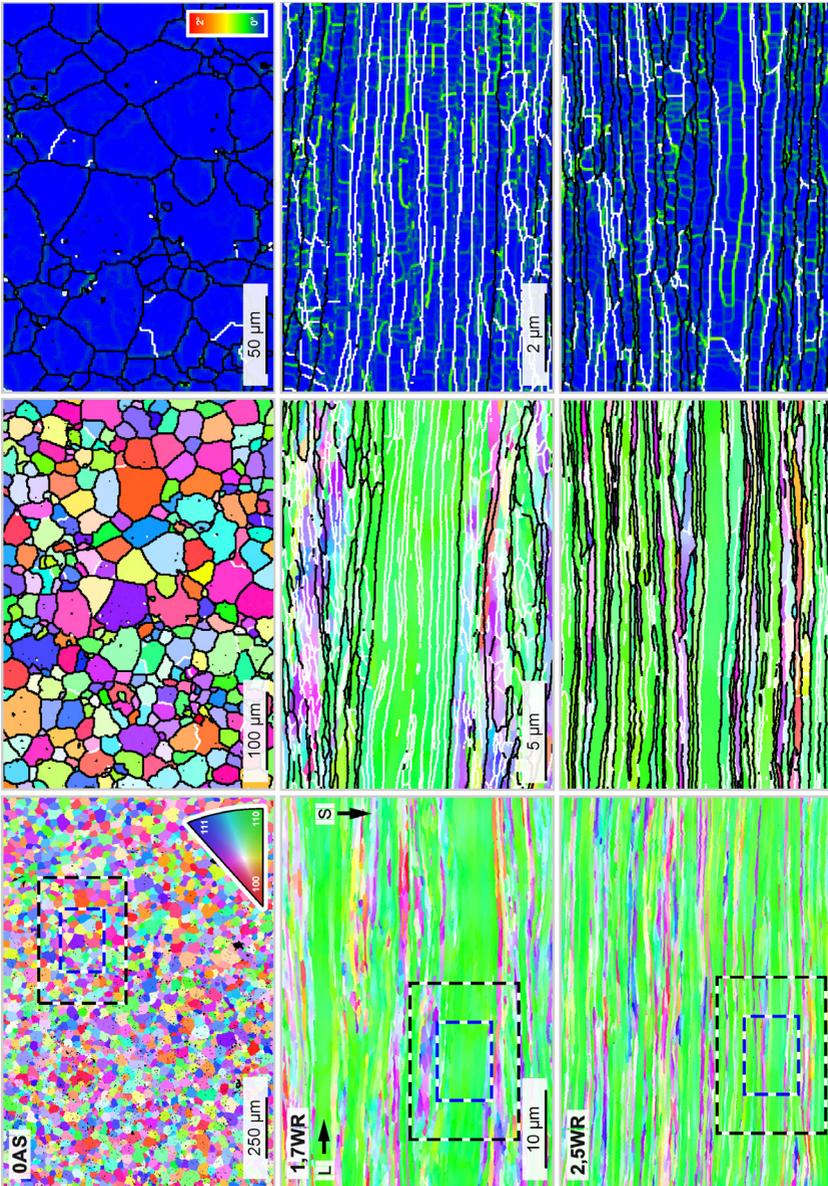
Die Kornmorphologie in 1,7WR – d. h. dem Material mit dem niedrigsten Umformgrad aus der Gruppe der gewalzten Materialien – ist bereits stark anisotrop. Entlang der Walzrichtung sind die Körner lang gestreckt, in der S-Richtung begrenzt; vgl. Abbildung 5.6. Weiterhin ist die Mikrostruktur von 1,7WR durch eine Zeiligkeit geprägt, damit als inhomogen zu bewerten. Die Zeiligkeit äußert sich in Form von Orientierungsbändern, in denen ausschließlich Orientierungen der α -Faser vorliegen; d. h. Orientierungen vom Typ $\{hkl\}\langle 110 \rangle$; vgl. Abbildung 4.4b. Ein solches Orientierungsband und benachbarte Regionen mit eher regellosen Kornorientierungen sind in Abbildung 5.6 bei höheren Vergrößerungen gezeigt; Teilabbildungen zentral bzw. auf der rechten Seite. Charakteristisch für Orientierungsbänder ist die Abwesenheit von HABs. Die Ausdehnung des Orientierungsbands in Abbildung 5.6 beträgt parallel zur S-Richtung etwa $5 \mu\text{m}$. Damit beträgt der Abstand zwischen HABs ein Vielfaches des für 1,7WR gemittelten Wertes von $0,82 \mu\text{m}$. 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

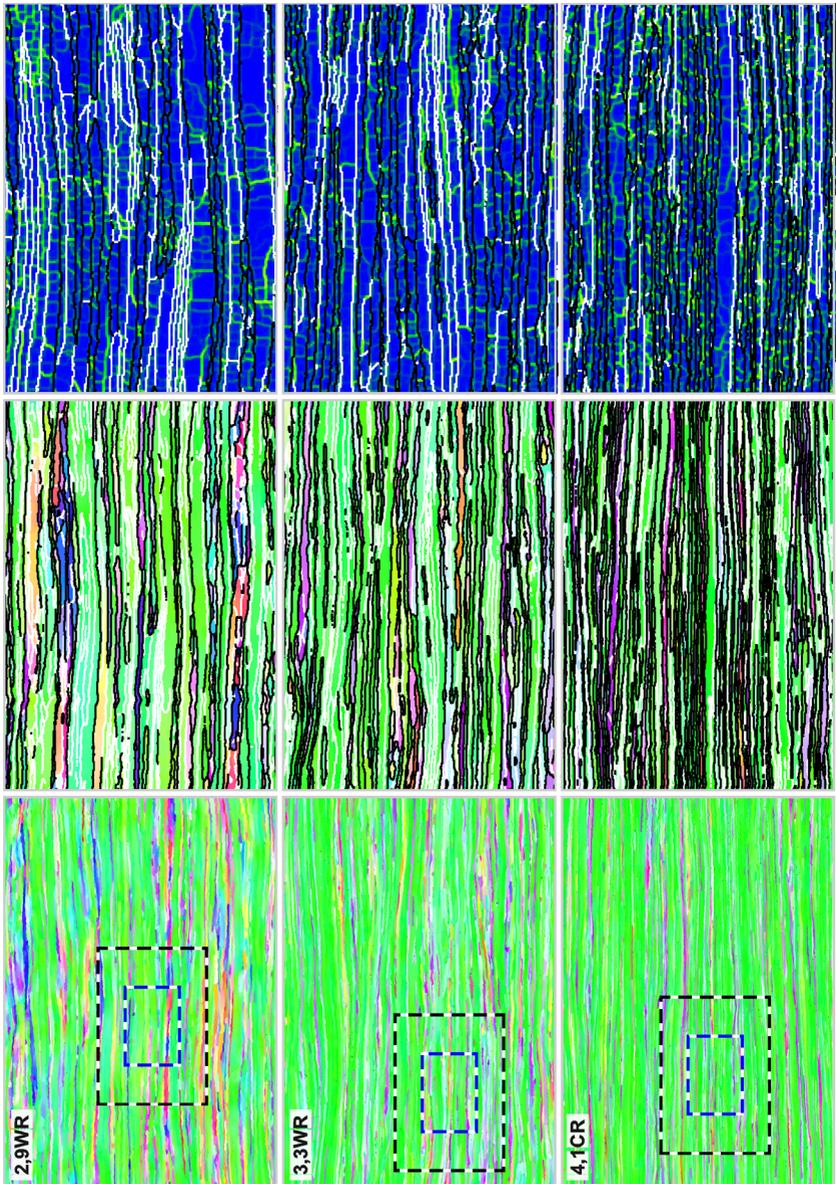
HABs und LABs im Orientierungsband mit $0,37\ \mu\text{m}$ in erster Näherung dem globalen Mittel. Auch die KAM-Karte liefert keine Hinweise auf signifikante Unterschiede in der Subkornstruktur der verschiedenen Bereiche.

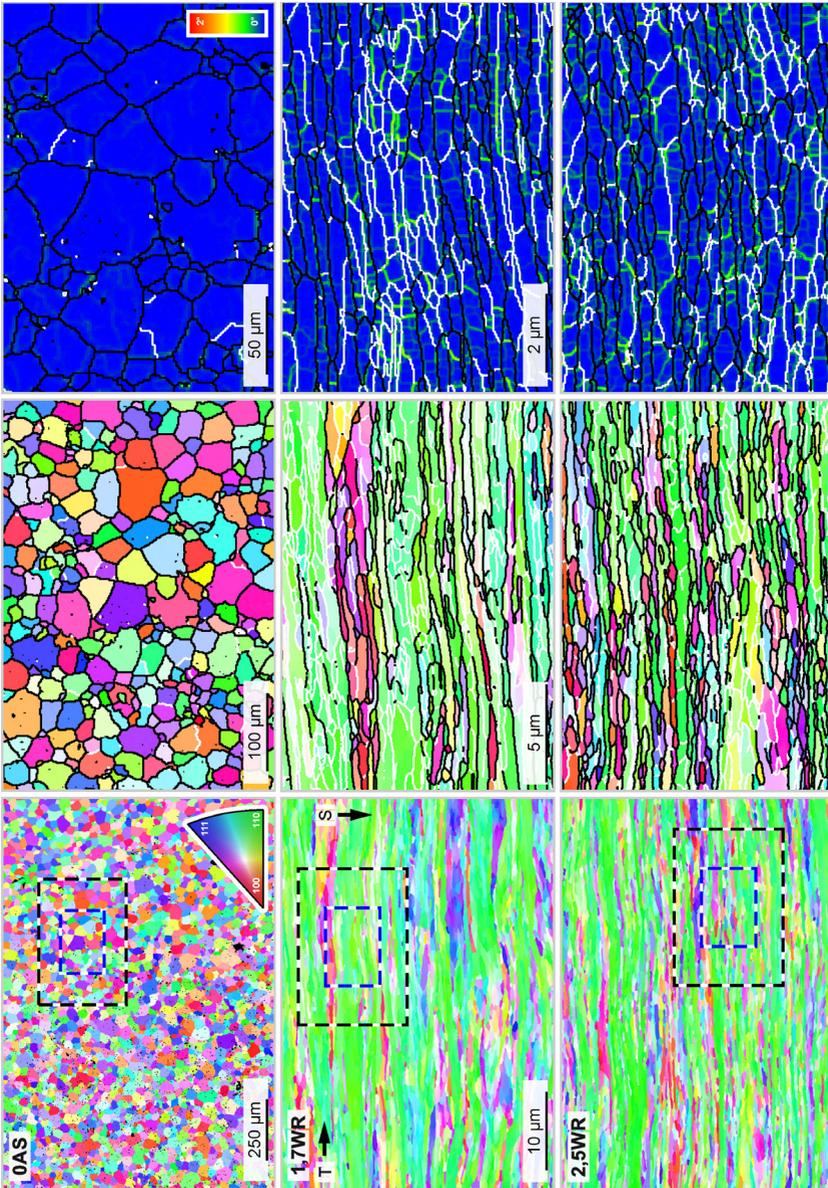
Mit zunehmendem Umformgrad wird die Zeiligkeit abgebaut. Nach dem Walzschrift $1,7\text{WR} \rightarrow 2,5\text{WR}$ ist die Höhe der Orientierungsbänder bereits deutlich reduziert. Generell sind die charakteristischen Distanzen entlang der S-Richtung in $2,5\text{WR}$ in Vergleich mit $1,7\text{WR}$ reduziert. Der mittlere Abstand zwischen HABs entlang der S-Richtung ist von $0,82$ auf $0,51\ \mu\text{m}$ gesunken. Der Abstand zwischen Grenzen mehr als 2° Missorientierung beträgt in $2,5\text{WR}$ $0,27\ \mu\text{m}$. Für $1,7\text{WR}$ sind $0,37\ \mu\text{m}$ ermittelt worden. Das Seitenverhältnis der Körner entlang der Walzrichtung hinsichtlich der S-Richtung hat zugenommen; vgl. Tabelle 5.2. Die soeben für $1,7\text{WR} \rightarrow 2,5\text{WR}$ beschriebenen Entwicklungen setzen sich mit zunehmenden Umformgrad fort. *Die Mikrostrukturen sind zunehmend lamellar strukturiert.* Nach Beendigung des Warmwalzens ($3,3\text{WR}$) beträgt der mittlere Abstand zwischen HABs entlang der S-Richtung $0,31\ \mu\text{m}$ und bei der Berücksichtigung aller Grenzen oberhalb von 2° wird ein Mittel von $0,19\ \mu\text{m}$ festgestellt. Das Seitenverhältnis von den gemittelten charakteristischen Distanzen entlang L zu entlang S beträgt in $3,3\text{WR}$ $8,3$. Dabei ist es in erster Näherung vernachlässigbar, ob die Korn- oder Subkornmorphologie die Grundlage der Auswertung bildet.

Abbildung 5.6: Mikrostrukturen in der Schnittebene 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 $1,7\text{WR}$ gelten für alle Materialien. Die Positionen der Detailaufnahmen sind in den Übersichtskarten (links) angegeben. Schwarze Linien repräsentieren HABs, weiße LABs. Vor der Ableitung der KAM wurde ein dreistufiger Kuwahara-Filter angewendet, vgl. Erläuterungen hierzu in den Ref. [355, 356]. (Die Abbildung befindet sich auf der nachfolgenden Doppelseite)

Abbildung 5.7: Mikrostrukturen in der Schnittebene TS. Es gelten die Hinweise wie zu Abbildung 5.6 angemerkt. (Die Abbildung befindet sich auf der übernächsten Doppelseite)







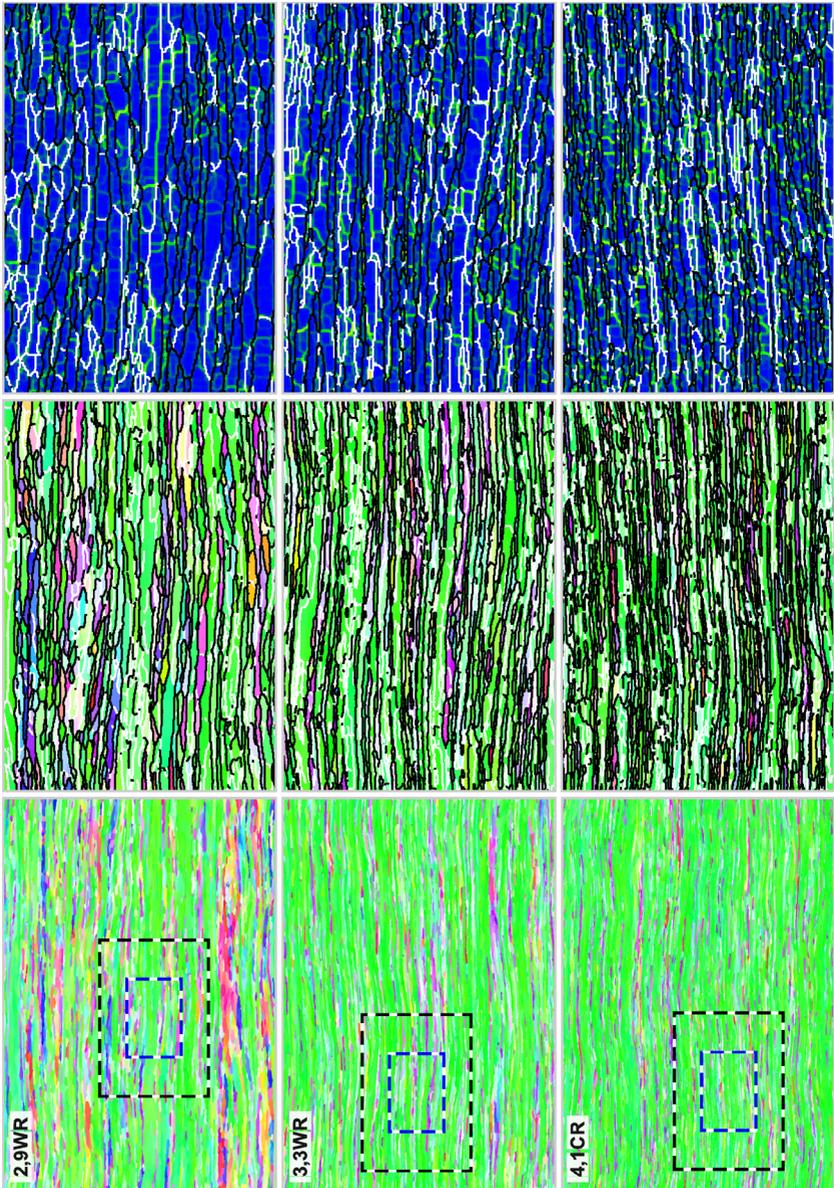


Tabelle 5.2: Zusammenstellung von Mikrostrukturkennwerten. In den ersten vier Zeilen sind Angaben zu der statistischen Anzahl n von Körnern und Subkörnern in den EBSD-Datensätzen zu finden. Danach folgen ausgewählte Mikrostruktureigenschaften. Die Variablen \bar{d}_s repräsentieren die mittleren Korngröße in der S-Richtung. Es ist zwischen den Abständen zwischen HABs und allen Grenzen oberhalb von 2° Missorientierung zu unterscheiden. Die in Klammern angegebene Korngrößen entsprechen den vermuteten wahren Korngrößen, die um den Einfluss der EBSD-Schrittweite auf die Korngröße korrigiert wurden; vgl. Abbildung 4.7a/S. 99. Die Seitenverhältnisse der Körner und Subkörner entlang der L-Richtung und T-Richtung sind als $\tau_{L|S}$ und $\tau_{T|S}$ 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., Kapitel 4.3.1. Auch für den Anteil der CSL-Grenzen $\Sigma_3 - \Sigma_25$ sind zwei Werte angeben. Der Anteil (an allen Grenzen $2^\circ - 62,8^\circ$) in der jeweils ersten Zeile wird bei der Anwendung des Brandon-Kriterium ($\Sigma^{-1/2}$) [357] ermittelt. Für die Werte in Klammern wurde nach *Humphreys* [275] der Toleranzbereich ($\Sigma^{-5/6}$) gewählt

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 \pm 0,17	0,811 \pm 0,021	0,547 \pm 0,051	0,397 \pm 0,023	0,312 \pm 0,016	0,255 \pm 0,005
$\bar{d}_{S,HAB} / \mu m$ (TS)	-	0,835 \pm 0,026	0,462 \pm 0,033	0,376 \pm 0,010	0,315 \pm 0,016	0,249 \pm 0,012

$\bar{d}_{S,HAB} / \mu\text{m}$ (Σ LS, TS)	-	0,823	0,505	0,387	0,314	0,252
$\bar{d}_{S,all} / \mu\text{m}$ (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
$\bar{d}_{S,all} / \mu\text{m}$ (TS)	-	0,360 ±0,032	0,268 ±0,003	0,226 ±0,005	0,187 ±0,013	0,157 ±0,004
$\bar{d}_{S,all} / \mu\text{m}$ (Σ LS, TS)	-	0,371 (0,365)	0,270 (0,261)	0,231 (0,222)	0,194 (0,184)	0,158 (0,147)
$\tau_{L S,HAB} / -$ (LT)	1,0	4,31	5,77	7,76	7,65	12,2
$\tau_{T S,HAB} / -$ (LT)	-	3,32	3,65	5,21	5,17	6,77
$\tau_{L S,all} / -$ (LT)	1,0	4,28	6,48	7,51	8,25	12,0
$\tau_{T S,all} / -$ (LT)	-	3,19	3,97	4,68	5,25	6,09
$\bar{S}_{v,LAB} / \mu\text{m}^{-1}$ (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
$\bar{S}_{v,LAB} / \mu\text{m}^{-1}$ (TS)	-	2,343 ±0,216	1,967 ±0,160	2,151 ±0,080	2,497 ±0,174	2,569 ±0,111
$\bar{S}_{v,HAB} / \mu\text{m}^{-1}$ (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
$\bar{S}_{v,HAB} / \mu\text{m}^{-1}$ (TS)	-	2,01 ±0,08	3,20 ±0,17	3,88 ±0,08	4,68 ±0,39	5,70 ±0,29

Tabelle 5.2 (Fortsetzung): Zusammenstellung von Mikrostrukturkennwerten

Kennwert	0AS	1,7WR	2,5WR	2,9WR	3,3WR	4,1CR
$\bar{s}_{v,all} / \mu\text{m}^{-1}$ (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
$\bar{s}_{v,all} / \mu\text{m}^{-1}$ (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)

Die Umformung 3,3WR \rightarrow 4,1CR ist durch Kaltwalzen realisiert worden. Die von Materialien mit hohem Umformgrad bereits bekannte lamellare Kornstruktur [358] ist in 4,1CR voll ausgebildet. In dieser sind HABs vorwiegend parallel zur Walzrichtung ausgerichtet und sind durch kurze, entlang der S-Richtung verlaufene Segmente mit meist geringer Missorientierung verbunden. Das kaltgewalzte Material 4,1CR besitzt eine mittlere Korn- und Subkorngröße entlang der S-Richtung von $0,26\ \mu\text{m}$ bzw. $0,16\ \mu\text{m}$ und ist damit bezüglich beider Eigenschaften minimal. Die Anisotropie der Kornabmessungen folgt einer inversen Entwicklung. Zu dem mittleren Abstand von HABs entlang der S-Richtung ins Verhältnis gesetzt, nimmt die Kornstreckung in der Walzrichtung das Maximum ein. Das Seitenverhältnis beträgt etwa 12:1; vgl. Tabelle 5.2.

Mit abnehmender Korngröße steigt der erwartete systematische Fehler bei der Bestimmung dieser Materialeigenschaft. Dieser Zusammenhang ist auf das für alle gewalzten Materialien konstant gehaltene EBSD-Messraster zurückzuführen. Mit der Reduktion der Korngröße durch die plastische Verformung nimmt daher auch die Anzahl der Messpunkte pro Korn ab; vgl. Abbildung 4.7. Bei einem mittleren Korngrenzenabstand von $0,16\ \mu\text{m}$ (HABs + LABs) für 4,1CR und einer Schrittweite im Messraster von $40\ \text{nm}$ liegen zwischen Korngrenzen im Durchschnitt lediglich 4 Messpunkte. Nach Humphreys [275] [Abb. 9] sollte unter diesen Randbedingungen die wahre Korngröße um 7 % geringer ausfallen als der gemessene Betrag. In absoluten Werten ausgedrückt bedeutet dies eine Differenz von $0,158\ \mu\text{m}$ (gemessen) auf $0,147\ \mu\text{m}$ (wahr). Bei einem linearen Umgang der Korngröße ist diese Abweichung zu vernachlässigen.

In Abbildung 5.7 sind die Mikrostrukturen der gewalzten Materialien entlang der Schlifffebene TS gezeigt. Die Organisation und die Darstellungsmethoden sind analog zu den in Abbildung 5.6 erläuterten. Die IPF- und KAM-Karten in Abbildung 5.7 sind in Einklang mit den oben getätigten Aussagen zur verformungsinduzierten Entwicklung der Mikrostruktur. Dies ist für alle Materialien anhand der in Tabelle 5.2 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 EBSD-Untersuchungen auf der Ebene TS. Konkret bedeutet dies, dass für ein gegebenes Material das arithmetische Mittel der einen Schliffebene in der Spannweite einer Standardabweichung des Ergebnisses der zweiten Schliffebene liegt. Dies ist ein deutlicher Fingerzeig hinsichtlich der hohen Wertigkeit der Ergebnisse zu den hier diskutierten Mikrostrukturkennwerten; vgl. Tabelle 4.3 /S. 95 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 für die Mehrzahl der untersuchten Materialien bestätigt werden. Lediglich für 2,5WR wird ein größerer Unterschied in den Mittelwerten für die LS- bzw. TS-Ebene festgestellt; vgl. Tabelle 5.2. Auch die Standardabweichung ist größer als in die restlichen Datensätzen. Dies ist aller Wahrscheinlichkeit nach mit einer noch nicht vollständig erfolgten Auflösung der Orientierungsbänder zu begründen. Erwartungsgemäß werden bei anderen Mikrostruktureigenschaften systematische Unterschiede der Ergebnisse zu den Schliffebene 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 in der Schliffebene 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 vonstattengeht, vgl. Tabelle 5.2. In 1,7WR beträgt die Korngröße entlang L zu dem Messwert für die T-Richtung 1,3:1. Die Streckung entlang der Walzrichtung ist in 4,1CR 2x größer als quer zur Walzrichtung. Nach diesem ersten Überblick soll festgehalten werden, dass

- die Mikrostrukturen mit zunehmendem Umformgrad an Homogenität gewinnt und spätestens mit dem Erreichen von 3,3WR als hoch zu bewerten ist.
- Infolge der hochgradigen Walzumformung nimmt die Mikrostruktur eine lamellare Struktur an, d. h. die Morphologie der Körner entlang der Walzrichtung und T-Richtung an sind in Bezug auf die Maße parallel zu S lang gestreckt.

- Wird die Korngröße entlang der S-Richtung als maßgeblich definiert, sind 1,7WR – 4,1CR als UFG Materialien zu klassifizieren.

In Abbildung 5.8a ist der mittlere Abstand 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 ist. Im ersten dokumentierten Walzschrift 1,7WR \rightarrow 2,5WR wird eine Reduktion des mittleren Abstands zwischen HABs entlang der S-Richtung um 0,32 μm (0,40 μm) erzielt, wobei der in Klammern ausgewiesene Betrag pro Einheitsumformgrad gerechnet ist. Die im Kaltwalzschrift 3,3WR \rightarrow 4,1CR vollbrachte Reduktion wird lediglich zu 0,06 μm (0,08 μm) gemessen, geht also nur mit 20 % der Effizienz von 1,7WR \rightarrow 2,5WR vorstatten. Die Abnahme der Subkorngröße entlang der S-Richtung ist bei Betrachtung der gleichen Walzschritte wesentlich geringer. *In der Konsequenz erfolgt eine Annäherung von Korn- und Subkorngröße mit Zunahme der plastischen Verformung.* Diese Feststellung wird auch nach einer relativen Betrachtung bestätigt: Von 2,2:1 für 1,7WR sinkt der Quotient in 4,1CR auf 1,6:1. Dadurch wird jedoch die Aussage zur Konvergenz beider Kenngrößen etwas relativiert.

In Abbildung 5.8a gibt eine dritte Trendlinie den Verlauf der geometrischen Korngröße wieder, der aus der Abnahme der Blechdicke prognostiziert werden kann. Dabei wird die Anzahl der Körner über der Blechdicke als unveränderlich angenommen. Diese Trendlinie ist rot hervorgehoben und mit der Korngröße von 1,7WR als Startbedingung verknüpft. *Der Vergleich der geometrischen Referenz mit der tatsächlich gemessenen Entwicklung führt zu der Feststellung, dass mit den Walzschriften 1,7WR \rightarrow 2,5WR bis 3,3WR \rightarrow 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. [282]. 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 [359] [Abb. 4] berichtet sowohl für kfz als auch krz Metalle, dass mit einem Umformgrad von {1} beginnend, die Abnahme der Korngröße entlang der S-Richtung pro Umformgrad eine Verlangsamung widerfährt; vgl. *Gil Sevillano et al.* [360] [Abb. 3.22] für Details zu den von Nes [359] diskutierten Studien. *Hughes et al.* [361] [Abb. 17] berichten für hochgradig kaltgewalztes Ni eine Verlangsamung bereits unterhalb eines Umformgrades von {1}, die im Ergebnis zu einer Nettoabnahme der Anzahl der Körner in der Blechdicke führt.

In dem Bericht von Nes [359] [Abb. 4] wird ferner ausgeführt, dass oberhalb eines Umformgrades von etwa {2} die Abnahme der Subkorngröße invers proportional zu dem Umformgrad verläuft. Diese Beobachtung aufgreifend sind in Abbildung 5.8b die mittleren Abstände zwischen allen Grenzen größer 2° Missorientierung über dem Kehrwert des Umformgrades aufgetragen. Die Entwicklung der offenen Symbole ist nahezu ideal linear, wie das hohe Bestimmtheitsmaß von 0,99 unterstreicht. *Damit kann in dieser Ausarbeitung die von Nes [359] 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 $3,3WR \rightarrow 4,1CR$ in keiner sichtbaren Modifikation dieses Trends resultiert. Es wird geschlossen, 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 einer invers-proportionalen Korrelation kann in weiten Teilen auch für die Entwicklung des mittleren Abstandes zwischen HABs nachgewiesen werden; also bei der Betrachtung von Grenzen oberhalb von 15° . Datenpunkte, die auf Korngrenzen vom Typ HAB referenzieren sind in Schwarz dargestellt. Im Unterschied zu der Entwicklung der Subkorngröße können nur die warmgewalzten Mikrostrukturen $1,7WR - 3,3WR$ über eine gemeinsame Trendgerade beschrieben werden. Die gemessene Korngröße für $4,1CR$ weicht deutlich von dem Erwartungswert ab, da die Reduktion in dem Kaltwalzschritt $3,3WR \rightarrow 4,1CR$ geringer ausfällt als dies durch eine Extrapolation der Trendlinie prognostiziert wird. Dieser Sachverhalt überrascht auf dem ersten Blick, da sich die Entwicklung der Größe der Subkörner (als

elementare Bestandteile der Körner) vollständig linear vollzieht; in der gewählten Achsenskalierung von Abbildung 5.8b.

Die Korngrenzendichte ist weitere mikrostrukturelle Kenngröße, die im späteren Verlauf dieser Ausarbeitung in Zusammenhang mit der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in W thematisiert werden wird. Bei der Ableitung aus einem (2D) EBSD-Datensatz entspricht die Korngrenzendichte der Länge aller Korngrenzen in der untersuchten Ebene bezogen auf die ausgewertete Fläche in ebendieser. In Abbildung 5.9 ist die Entwicklung der Korngrenzendichte über dem Umformgrad dargestellt, wobei *Gil Sevillano et al.* [360] [Abb. 3.1] folgend, die Korngrenzendichten logarithmiert wurden. Diagramm (a) gibt die Entwicklung in der Schlifffebene LS wieder. Abbildung (b) beruht auf den Datensätzen zu der TS-Ebene. In Abweichung zu dem Umgang mit den Korngrößen entlang der S-Richtung sind infolge der unterschiedlichen Kornstreckungen entlang (L) bzw. quer der Walzrichtung (T) die Korngrenzendichten in der LS- sowie TS-Ebene als unabhängige Größen zu behandeln. *Bei logarithmischer Auftragung der Resultate für die LS-Ebene schreitet die Entwicklung der Korngrenzendichte $HAB + LAB$ in einer ideal linearen Weise voran. Auch für die Zunahme der Korngrenzendichte in der TS-Ebene ist die Annahme einer logarithmischen Entwicklung zutreffend. Das Bestimmtheitsmaß für die lineare Entwicklung der offenen Datenpunkte in Abbildung 5.9a,b beträgt 1,0 bzw. 0,99. 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!

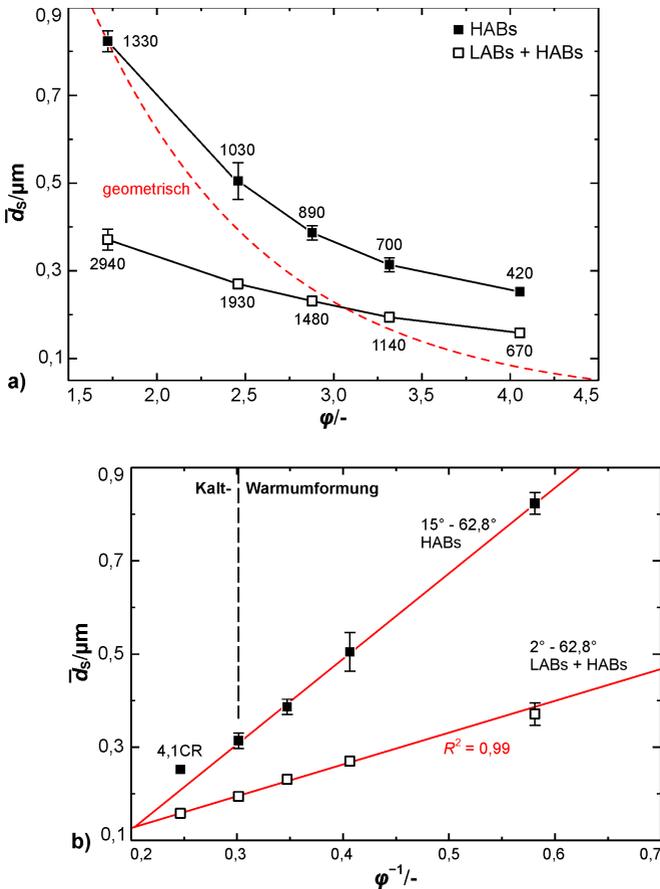


Abbildung 5.8: Entwicklung der Korngröße parallel zur S-Richtung. In (a) sind die mittleren Korngrößenabstände \bar{d}_S parallel zur S-Richtung über dem Umformgrad ϕ aufgetragen. Die Abstände zwischen HABs und die mittleren Abstände zwischen allen Grenzen größer als 2° Missorientierung sind separat 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.* [362] [Abb. 14.11]. In (b) sind die Korn- und Subkorngrößen über den Kehrwert des Umformgrades dargestellt. Auftragung (b) in Anlehnung an *Nes* [359] [Abb. 4]. Alle Datenpunkte beruhen auf den Mittelwerten aus den Ergebnissen zu den Schliffebene LS und TS; vgl. Tabelle 5.2.

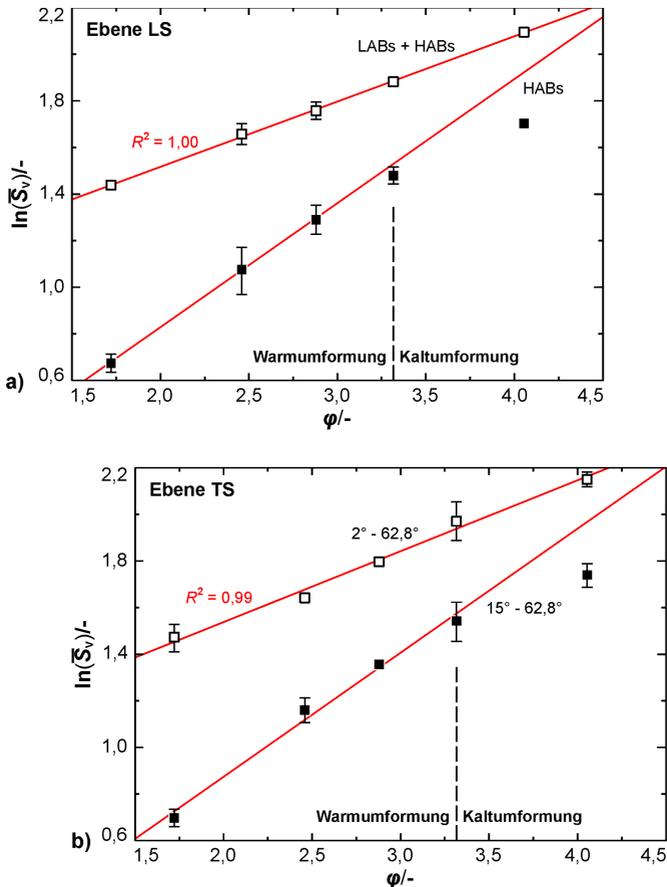


Abbildung 5.9: Entwicklung der Korngrenzendichte. In (a) und (b) ist die Entwicklung der mittleren \bar{S}_V Korngrenzendichte über dem Umformgrad ϕ aufgetragen, jedoch für die Schliffebene LS und TS getrennt. Es sind die Korngrenzendichten der HABs (Missorientierungen größer 15° ; schwarze Symbole) und die Korngrenzen aller Grenzen größer 2° (HABs + LABs; offene Symbole) ausgewiesen. Art der Auftragung in Anlehnung an *Gil Sevillano et al.* [360] [Abb. 3.1].

Werden nur die HABs hinsichtlich ihrer Liniendichte in der Fläche ausgewertet, kann zu Beginn ebenfalls eine logarithmische Entwicklung bescheinigt werden. Dies gilt für die Ergebnisse zu 1,7WR – 3,3WR, wobei für 3,3WR

bereits eine leichte Differenz von der Trendlinie auftritt. Diese Abweichung wird insbesondere in Abbildung 5.9a identifiziert (LS), aber auch die Entwicklung aus Abbildung 5.9b (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 seiner Standardabweichung unterhalb der Trendlinie, die aus den Ergebnissen für $1,7WR - 3,3WR$ gebildet wurde. 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 (d. h. HABs + LABs) 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 jedoch als wenig wahrscheinlich bewertet. *Als eine mehr zutreffende Erklärung für die Abweichung in der Entwicklung mikrostrukturellen Eigenschaften auf Basis von HABs in Walzschrift $3,3WR \rightarrow 4,1CR$ wird das Phänomen der Koaleszenz (grain coalescence) angesehen.* Beim Auftreten von Koaleszenz verschmelzen unabhängige Elemente; konkret Körner, d. h. 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° unterschritten, kommt es per Definition zu der Verschmelzung dieser Körner. Zwischen den zuvor durch eine HAB getrennten Bereichen verläuft nun eine Grenze vom Typ LAB. Nach *Humphreys et al.* [362] sind durch Koaleszenz eher HABs als LABs betroffen, d. h. die Auslöschung bzw. Transformation von Korngrenzen sollte zuerst in der Entwicklung der HABs nachzuweisen sein. Dies ist in Einklang mit den auf Basis von Abbildung 5.8b und Abbildung 5.9 erörterten mikrostrukturellen Entwicklungen.

Auch in Abbildung 5.10a ist die Korngrenzendichte der Untersuchungsgegenstand. Im Unterschied zu den vorherigen Betrachtungen ist diese winkelsensitiv dargestellt, wobei die Korngrenzendichte mit einer Fraktionsbreite von 1° aufgelöst ist. Jedem Material ist eine Kurve zuzuordnen. Auf eine Abbildung der Korngrenzendichte im gesinterten Zustand wird an dieser Stelle verzichtet, da die Schrittweiten der EBSD-Messraster für 0AS und 1,7WR – 4,1CR um mehr als eine Größenordnung variieren; vgl. Tabelle 4.3 /S. 95. Die Kurve für 0AS sollte dem Ergebnis für regellos verteilte Kornorientierungen bei kubischer Kristallstruktur nach *Mackenzie* [363] [Abb. 2] entsprechen. Die Fläche unter den Kurven stimmt mit den zuvor besprochenen absoluten Korngrenzendichten überein, wobei die Integrationsgrenzen auf die betrachteten Korngrenzen 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 Lage unveränderlich. Die Belegung der Fraktion höchster Korngrenzendichte folgt in Hinblick auf den Umformgrad keinem ersichtlichen Trend. Dieses Urteil wird durch die Feststellung untermauert, dass die Reihenfolge der Materialien bei aufsteigender Nennung der Belegung in den Schliffebenen LS und TS variiert. *Die Korngrenzendichte rechts des LAB-Maximums lassen jedoch einen Einfluss des Umformgrades erkennen.* Dieser ist durch die nachfolgenden Sachverhalte belegbar:

- Die Korngrenzendichte im hinteren LAB-Regime bzw. im erweiterten Übergang zum HAB-Regime steigt mit dem Umfang der plastischen Verformung an. Dies ist mit der Kumulation von Versetzungen in den Korngrenzen zu erklären [364].
- Es wird ferner erkannt, dass im HAB-Regime die Kurven, dem Umformgrad folgend, gestapelt angeordnet sind.

Die Korngrenzendichten 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-

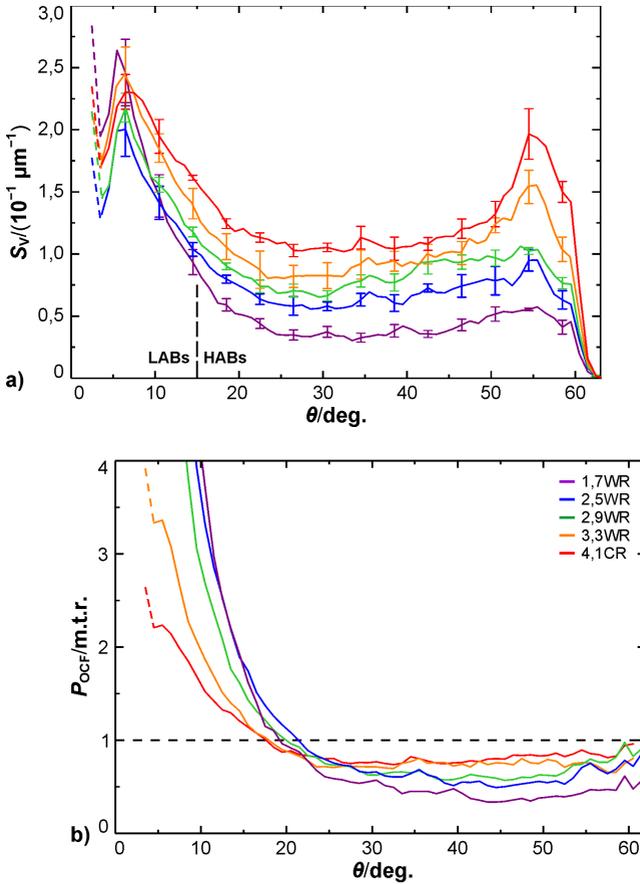


Abbildung 5.10: Verteilung der Korngrenzichte. In (a) ist die Korngrenzichte S_V über der Missorientierung θ aufgetragen. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichung der Ergebnisse der verschiedenen Datensätze, die auf der Schlifffebene TS gemessen wurden; für das gleiche Material. Diagramm (b) bildet die OCF ab. Es ist die Häufigkeit der Korngrenzen P mit der Missorientierung θ in Bezug auf eine der Mackenzie-Verteilung [363] 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° . In (a) sind die Fehlerbalken für eine verbesserte Lesbarkeit jedoch nur im 2° -Intervall eingezeichnet.

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 % für den Anteil der HABs an allen Grenzen oberhalb von 2° Missorientierung das Verhältnis von HABs zu LABs weitestgehend ausgeglichen. Nach dem Kaltwalzen wird ein Spitzenwert von knapp 70 % HABs erzielt. Dies spiegelt den bereits von *Alexandrov et al.* [365] sowie *Wei et al.* [142] berichteten Trend wider, dass die Mikrostruktur von hochgradig umgeformtem W von HABs geprägt wird. Es ist dabei für die Materialien 1,7WR – 4,1CR unerheblich, ob die Korngrenzendichte auf der LS- oder TS-Ebene gründen. *In Tabelle 5.2 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 Schlifffebene beeinflusste Eigenschaft darstellt.*

In Abbildung 5.10b ist die *Orientation Correlation Function*⁴ (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 [270]. Die OCF gibt die Belegung der Winkelbraktionen als ein Vielfaches der Belegung der Referenzverteilung als Funktion der Missorientierung wieder. Die Referenzverteilung entspricht der

⁴ Die OCF (Orientation Correlation Function) 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.* [270] als ODDF für Orientation Difference Distribution Function abgekürzt ist. 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.* [270] [Abb. 9.20] für eine ausführlichere Erklärung. Die ODDFs der Materialien 1,7WR – 4,1CR sind in Ref. [366] [Abb. 11] veröffentlicht worden. Anders als bei MODF und ODDF nimmt die Fläche unterhalb der OCFs nicht für alle Materialien einen identischen Betrag an.

MODF eines Materials mit regellos verteilten Kornorientierungen; vgl. *Mackenzie* [363] [Abb. 2]. Aus dieser Datenaufbereitung folgt, dass die OCF eines Materials ohne Textur und unter idealisierten experimentellen Bedingungen zu einer bei 1 m.t.r. horizontal verlaufenden Trendlinie führt. 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 Missorientierungswinkel wird analog zu Abbildung 5.10a 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* [363] abgebildet. Die Häufigkeit von Korngrenzen im LAB-Regime ist daher in der Mackenzie-Verteilung gering und strebt für kleine Missorientierungen gegen null [363] [Abb. 2]. Die verformungsinduzierte Entwicklung der Subkornstruktur ist vermutlich auch für den Rückgang der Häufigkeit verantwortlich, der für die Funktionswerte der OCF für kleine 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 untergliedert, als dies für die weniger verformte Materialien festgestellt wird; vgl. hierzu das Verhältnis der Anzahl von Subkörnern zu Körnern im Kopf von Tabelle 5.2.

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° und erstreckt sich bis zur maximalen Missorientierung. Je höher der Umformgrad der Materialien ist, desto mehr nähern sich die Funktionsgraphen der Referenzlinie an. *Charakteristisch für alle OCFs in Abbildung 5.10b ist der Verlust des Maximums im HAB-Regime, welches die Verteilungsfunktionen der Korngrenzendichte (correlated MODF) in Diagramm a auszeichnet. Damit kann als Ursache für die hohe Häufigkeit von Korngrenzen mit einer Missorientierung von 54° klar die Walztextur ausgemacht werden und ist nicht etwa auf die Ausbildung spezieller Verformungsstrukturen zurückzuführen.* Ein Studium der Lage der α - und γ -Faser im Euler-Raum führt zu der Erkenntnis, dass die Komponenten der γ -Faser zu der gedrehten Würfellage die bewusste

Missorientierung von 54° aufweisen; vgl. Abbildung 4.4b /S. 89 sowie *Bunge* [277] [Abb. 2.20]. Die exponierte Korngrenzendichte im HAB-Regime um 54° ist somit auf eine hohe Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage zurückzuführen, die mit benachbarten Kristallbereichen der γ -Faser, dieses Charakteristikum in der correlated MODF hervorrufen.

Die in Abbildung 5.10b gezeigten OCFs erlauben weiterhin einen Zugang 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 [367]. Über die hier betrachteten CSL-Grenzen vom Typ $\Sigma 3 - \Sigma 25$ kann die Bedeutung der CSL-Grenzen anhand der kumulierten Anteile in Tabelle 5.2 abgeschätzt werden. Die ausgewiesenen Anteile spiegeln die Länge der $\Sigma 3 - \Sigma 25$ Grenzen in Bezug auf die Länge alle Korngrenzen mit Missorientierungen größer 2° wider. Für die Festlegung der Winkeltoleranz, d. h. um welchen Betrag die gemessene Missorientierung von dem geometrischen Ideal [367] [Tab. 2.1] abweichen darf, wurden zwei Kriterien angewendet. (i) Das Brandon-Kriterium [357]; vgl. hierzu auch *Randle* [367] [Gl. 2.7]. Dieses ist durch den Ausdruck $\Sigma^{-1/2}$ und 15° als Konstante charakterisiert und findet im Allgemeinen zur Identifikation von CSL-Grenzen Anwendung. *Sharma et al.* [368] 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* [275] bzw. *Randle* [367] folgend, wurde die Formulierung $\Sigma^{-5/6}$ bei unveränderter Konstante von 15° genutzt. Die nach diesem Vorgehen bestimmten Anteile sind ebenfalls in Tabelle 5.2 (in Klammern) ausgewiesen und stellen ein konservatives Ergebnis dar. Nach dem Brandon-Kriterium sind in 1,7WR – 4,1CR fünf bis 8 % aller Grenzen CSLs. Der gesinterte Zustand liegt mit einem Anteil von etwa 12 % leicht über diesen Bereich. Nach *Priester* [369] und *Randle* [367] 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 [369] [Tab. 11.2]. Wird der enger tolerierte Ansatz gewählt, sinken die Anteile der CSL-Grenzen auf ungefähr 1 %. 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, d. h. der Anteil an CSL-Grenzen eine isotrope Eigenschaft 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 Abbildung 5.10b durch einen Ausschlag 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 Abbildung 5.10b vorwiegend horizontal, also parallel zur Referenzlinie und ohne Anzeichen für eine gesteigerte Häufigkeit von bestimmten Korngrenzen. Eine scheinbare Ausnahme wird für die Missorientierung 60° gefunden. Bei diesem Winkel zeigen die Graphen $1,7WR - 4,1CR$ eine leichte Spitze in dem ansonsten als glatt zu bewertenden Verlauf der OCFs bei größeren Missorientierungen. Eine Rotationssymmetrie von 60° ist für die $\Sigma 3$ -Grenze bekannt [367] [Tab. 2.1]. Es ist jedoch an dieser Stelle zu erwähnen, dass (i) diese Spitze sehr gering ist. (ii) Von größerer 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 [370, 371]. Ergebnisse von hochgradig gewalztem W, die mit dem in der vorgelegten Arbeit verwendeten Messsystem erlangt wurden, waren in der Vergangenheit stark von dem Phänomen der sogenannten Pseudosymmetrie bei der Indizierung von EBSPs betroffen; vgl. hierzu die Veröffentlichungen von *Reiser et al.* [240] [Abb. 9] und *Bonk et al.* [242] [Abb. 5]. *Durch Anhebung der Anzahl der bei der Indexierung der EBSPs berücksichtigten Kikuchi-Bänder und Anpassung der Parameter der Hough-Transformation konnte die Fehlerquote zu den zitierten Arbeiten signifikant reduziert werden.* Es wird angenommen, dass die in Abbildung 5.10b erkennbare $\Sigma 3$ -Spitze (60°) jedoch weiterhin auf die fehlerhafte Indizierung weniger EBSPs zurückzuführen ist und weniger in der Mikrostruktur begrün-

det 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 Kapitel 5.5.2 /S. 266 ausgeführt.

5.3.2 Versetzungsdichte und -struktur

Für die Feststellung der Folgen der plastischen Verformung auf die Versetzungsdichte und die Geometrie der Versetzungen wurden im Rahmen dieser Arbeit sowohl indirekte als auch direkte Methoden angewandt. Die Entwicklung der Versetzungsdichte über den Umformgrad wurde unter Zuhilfenahme der modifizierten Williamson-Hall (WH) Auftragung analysiert. Versetzungsstrukturen konnten mittels ECCI abgebildet werden. In Kombination mit Orientierungsinformationen aus EBSD-Messungen wurde weiterhin der kristallographische Verlauf von Segmenten der Versetzungslinien abgeschätzt (cECCI). *Nach bestem Wissen und Gewissen ist diese Arbeit die erste, in der cECCI an UFG Mikrostrukturen erfolgreich angewendet wurde.* Die Ergebnisse auf Basis von Röntgendiffraktometrie weisen auf eine Dreiteilung in der Versetzungsdichte hin: (i) Der Sinterling 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 in Hinblick auf ihre Versetzungsdichten jeweils durch etwa eine Größenordnung voneinander getrennt. *Kaltwalzen bewirkt weiterhin eine Modifikation der Versetzungsstruktur: Während in den warmgewalzten Materialien unregelmäßig geformte Versetzungslinien dominieren, ist die Mikrostruktur in 4,1CR durch gerade verlaufende Versetzungssegmente geprägt.* Diese besitzen höchstwahrscheinlich reinen Schraubencharakter.

Mit dem Ziel der Abbildung der Entwicklung der Versetzungsdichte sind XRD-Linienprofile aufgenommen worden; siehe Abbildung 5.2 /S. 161. In Abbildung 5.11a sind die Halbwertsbreiten (FWHMs) der Beugungsreflexe

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.* [291] [Abb. 2]. (iii) Die FWHMs sind um das Geräteprofil korrigiert. In Abbildung 5.11 wurden nur Reflexe berücksichtigt, die am Maximum wenigstens 3k Zählimpulse aufweisen. Dieser niedrig angesetzte Grenzwert ist eine Maßnahme, trotz der scharfen Walztextur, möglichst viele FWHMs in die Berechnung der Regressionsgeraden zu inkludieren. Nach der modifizierten WH-Methode ist die Versetzungsdichte proportional zu der Steigung der Ausgleichsgeraden. Für eine bessere Lesbarkeit sind in Abbildung 5.11 die Datenpunkte der gewalzten Materialien entlang der y-Achse verschoben; für ein gegebenes Material um einen konstanten Betrag. Die Verschiebung der FWHMs (im reziproken Raum) zu größeren Beträgen erfolgte um die in Klammern angegebenen Zahlenwerte. Für 1,7WR – 4,1CR werden mit dem iterativen Ansatz der Bestimmung der Kontrastfaktoren in erster Näherung lineare Aufreihungen der Datenpunkte erzielt. 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 Versetzungsdichte von $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ nicht aussagekräftig. 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 [33, 372]. Da das Sintern von W in der Regel mit Temperaturen oberhalb von 2000 K verknüpft ist und mehrere Stunden in Anspruch nimmt [1], ist davon auszugehen, dass umgeformt und rekristallisierte Zustände vergleichbare Versetzungsdichten wie gesintertes W besitzen. Die fehlgeschlagene Anpassung der Kontrastfaktoren für 0AS ist wahrscheinlich 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 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 Datenbasis beruhen,

jedoch nach verwandten Ansätzen bestimmten wurden, zeigt, dass die absoluten Ergebnisse auch von dem gewählten Variante beeinflusst sind; vgl. Ungar *et al.* [291] [Gl. 5], [304] [Gl. 11] sowie [309] [Gl. 9] für verschiedenen Varianten der modifizierten WH-Methode. Daher sollen im Weiteren weniger die absoluten Versetzungsdichten diskutiert und stattdessen die Unterschiede untereinander (also in der Gruppe der gewalzten Materialien) in den Vordergrund gerückt werden. Die Entwicklung der Versetzungsdichte durch den Walzprozess ist aus Abbildung 5.12 als Funktion des Umformgrades abzulesen. Es wird eine anfängliche Reduktion der ermittelten Versetzungsdichte beobachtet, die für Material 2,9WR in einem Minimum mündet. Mit dem Walzschrift 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 Abnahme der Versetzungsdichte während der Warmumformung in Zusammenhang mit einer Zunahme der Triebkraft für Erholungs- und Rekristallisationsprozesse steht. Mit dem Anstieg des Umformgrades ist eine Beschleunigung der Kinetik von Defektausheilung und Kornneubildung zu erwarten [373].

*Kaltwalzen ruft eine Zunahme der Versetzungsdichte um etwa eine Größenordnung hervor. Damit besitzt 4,1CR klar die höchste Versetzungsdichte aller hier untersuchten Materialien. Die Versetzungsdichte von $1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ist in einer ähnlichen Region, die Hepp [374] [Tab. 5.16] für gezogene W-Drähte angibt. Auch Oh *et al.* [372] und Ren *et al.* [143] finden in XRD- und TEM-Untersuchungen an kaltgewalzten W-Materialien vergleichbare Versetzungsdichten. Mit dieser nochmaligen Steigerung um eine Größenordnung kann eine Dreiteilung der Materialien dieser Ausarbeitung hinsichtlich ihrer Versetzungsdichten vorgenommen werden. Der gesinterte Zustand besitzt eine um eine Größenordnung, vermutlich jedoch eher um zwei Größenordnungen, niedrigere Versetzungsdichte als 1,7WR – 3,3WR. Die warmgewalzten Materialien weisen ihrerseits im Mittel eine Versetzungsdichte 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.*

Eine direkte Abbildung der Versetzungsstrukturen konnte mittels ECCI realisiert werden. Diese Abbildungsmethode wurde gewählt, da ECCI die Beobachtung von Versetzungen via SEM-BSD an metallographischen Schlifften erlaubt, die nach einer klassischen Vorgehensweise präpariert worden sind. 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 [200]. Ansätze beruhend auf dem elektrolytischen Dünnen (z. B. unter Einsatz von 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 Ga^+ in einem Grad durch Punktdefekte geschädigt, der keine Beobachtung von Versetzungen erlaubte; vgl. *Horváth et al.* [314] [Abb. 2] sowie Abbildung 4.13 /S. 122. In Abbildung 5.13 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 bestätigen die ECCI-Aufnahmen die mittels EBSD ermittelten Charakteristika:* Die Körner sind in der S-Richtung in ihrer Ausdehnung begrenzt und entlang der Walzrichtung langgestreckt. Die Körner in 1,7WR besitzen weiterhin eine heterogene Substruktur. Kleinere Körner existieren neben Körnern mit größeren Abmessungen, wobei letztere eine ausgeprägte Subkornstruktur aufweisen. Bei höherer Vergrößerung können in den Subkorn Grenzen individuelle Versetzungen ausgemacht werden. In Abbildung 5.13b haben die Versetzungslinien eine unregelmäßige, zufällige Morphologie. Die hohe Anzahl von Durchstoßpunkten weist auf einen nennenswerten Anteil von Versetzungen hin, die unter diesen Beugungsbedingungen nicht als Linie abgebildet werden.

Für das kaltgewalzte Material 4,1CR wird eine zu 1,7WR differente Mikrostruktur festgestellt: In dem in Abbildung 5.14 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 Abbildung 5.14 die Bereiche limitiert, in dem die Beugungsbedingungen eine Beobachtung von Versetzungen ermöglichen. Ein Korn nahe der Zweistrahlbedingung ist in Abbildung 5.14 mit (1) markiert und vermutlich durch eine LAB von einem größeren, oberhalb lokalisierten Kornvolumen abgetrennt. Die Orientierung von Korn (1) wird durch die Euler-Winkel $\{317^\circ, 129^\circ, 20^\circ\}$ beschrieben und befindet sich damit annähernd auf dem idealen Verlauf der γ -Faser; vgl. Abbildung 4.4 /S. 89. Dies verdeutlicht die Ausrichtung der in Abbildung 5.14 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. Unter Verwendung einer EBSD-Punktanalyse ist die Kristallorientierung von Korn (2) zu $\{350^\circ, 46^\circ, 189^\circ\}$ bestimmt worden. Die Elementarzelle demonstriert, dass diese Orientierung der α -Faser zugerechnet werden kann und sich nahe der gedrehten Würfellage befindet. Ein leichtes Defizit bei der Planparallelität der $\{001\}$ -Ebene hinsichtlich der Walzebene sein an dieser Stelle zu vernachlässigen. *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; im Gegensatz zu den Beobachtungen für 1,7WR – 3,3WR.*

Gerade Versetzungssegmente sind auch für W-Einkristalle dokumentiert [88, 190, 375] und sind damit nicht zwingend mit der UFG Mikrostruktur von 4,1CR in Verbindung zu bringen. Auch ist dieses Phänomen nicht auf W

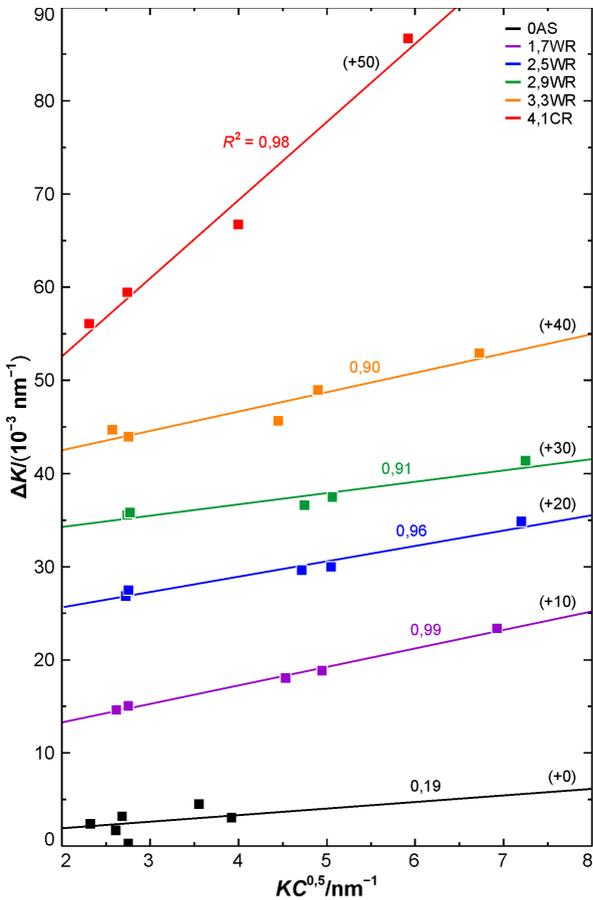


Abbildung 5.11: Entwicklung der Halbwertsbreiten der Bragg-Reflexe. Es sind in der modifizierten WH-Auftragung die FWHMs im reziproken Raum ΔK über den Bragg-Winkel K und Kontrastfaktor C aufgetragen. Für eine verbesserten Lesbarkeit sind die Datenpunkte der Materialien 1,7WR – 4,1CR hinsichtlich der FWHM parallel verschoben. Die Steigung der Regressionsgeraden ist hiervon unbeeinflusst. Die in Klammern eingefassten Zahlen geben Auskunft über den Betrag, um den die Parallelverschiebung vorgenommen wurde.

beschränkt, sondern ebenfalls für α -Fe [376] und einkristallinem Mo [149] beschrieben. Alle aufgeführten in-situ TEM-Studien haben gemein, dass die

plastische Verformung bei Temperaturen erfolgte, die der Kaltumformung zuzurechnen sind; in der Regel Raumtemperatur. *Stephens et al.* [88] und *Tabata et al.* [375] konnten bereits früh zeigen, dass aus einer Kaltumformung resultierende, gerade Versetzungssegmente in W entlang von $\langle 111 \rangle$ -Richtungen verlaufen. Damit ist der Linienvektor parallel zum dominierenden Burgers-Vektor in W ausgerichtet. Dies identifiziert diese Segmente als reine Schraubenversetzungen. *Kubin* [188] erklärt das Auftreten von geraden Schraubenversetzungen mit der eingeschränkten Mobilität der Schraubenversetzung in krz Metallen unterhalb der Knie-temperatur. Unterhalb der Knie-temperatur können die Segmente, die einen Stufen- bzw. gemischten Charakter aufweisen, in gleicher Zeit eine deutlich größere Wegstrecke zurücklegen als Schraubensegmente [377]. Die unterhalb der Knie-temperatur weiterhin sehr mobilen Versetzungen ohne Schraubencharakter eilen den durch den Versetzungsring angebondenen Schraubenversetzungen voraus. Dabei hinterlassen die mobilen Segmente eine gerade Versetzungslinie, welche Schraubencharakter besitzt.

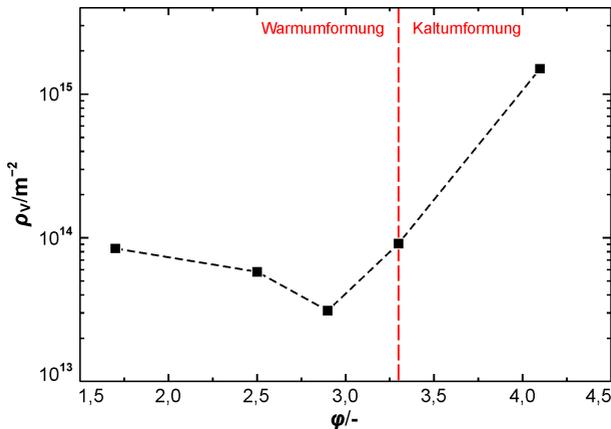


Abbildung 5.12: Versetzungsdichten der Materialien 1,7WR – 4,1CR. Es ist die aus Abbildung 5.11 abgeleitete Entwicklung der Versetzungsdichte ρ_V als Funktion des Umformgrades ϕ beschrieben.

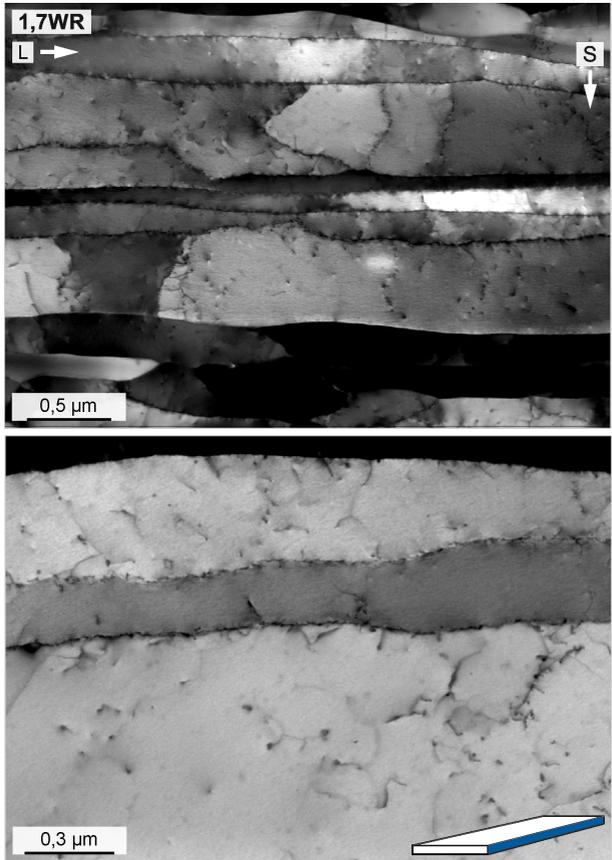


Abbildung 5.13: Subkorn- und Versetzungsstruktur in 1,7WR. Die ECCI-Abbildungen sind mit invertiertem Kontrast dargestellt; helle Körner befinden sich in Beugungsbedingung oder in der Nähe dieser. Die Lage der untersuchten Ebene LS ist in der Übersicht unten rechts verdeutlicht. Bereits in Ref. [378] veröffentlicht.

Nachfolgend wird ein Versuch unternommen, aufzuklären, ob der an kaltverformten Einkristallen abgeleitete Befund zum Charakter der Versetzungssegmente 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.

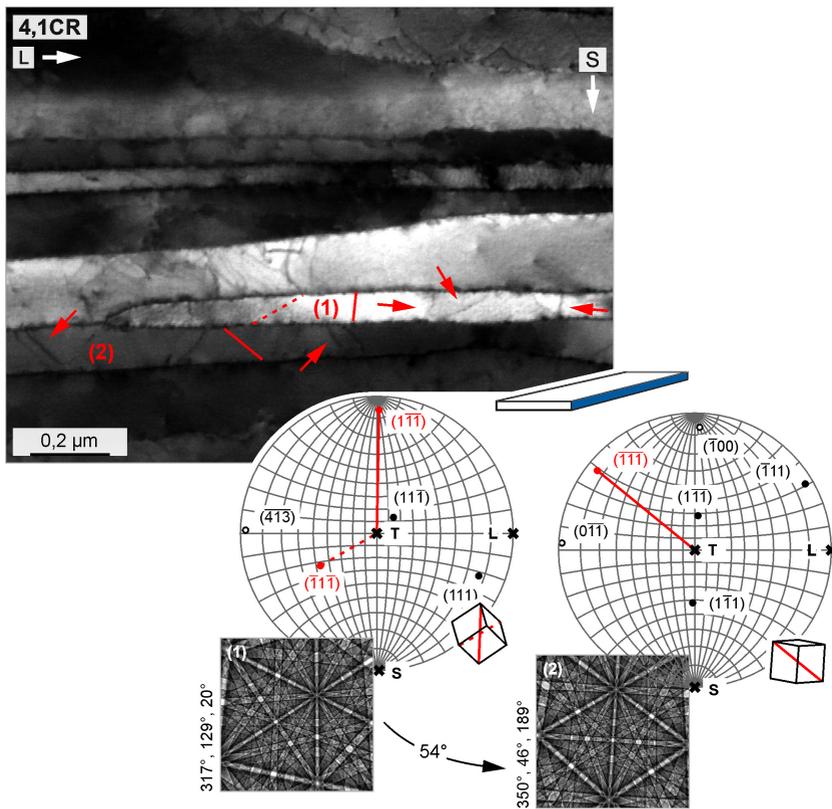


Abbildung 5.14: cECCI an 4,1CR. ECCI-Abbildung mit invertiertem physikalischem Kontrast. Rechts sind für die Körner (1) und (2) die Polfiguren dargestellt. Die beiden mittels EBSD gemessenen Orientierungen sind durch die Abbildung der Einheitszelle verdeutlicht. Die rot eingezeichneten Linien entsprechen 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 bereits in Ref. [378] veröffentlicht.

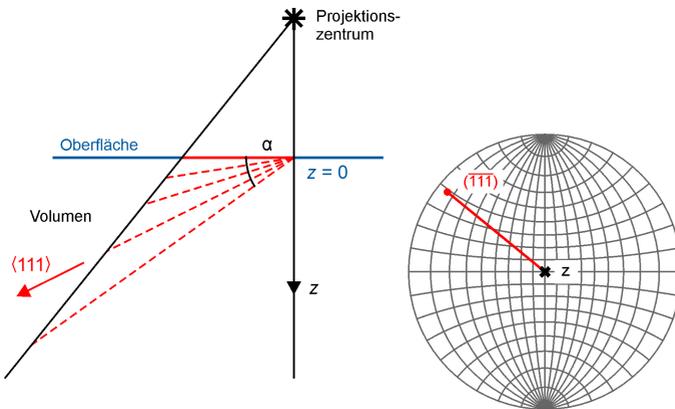


Abbildung 5.15: Projizierter und wahrer Verlauf von Versetzungslinien. Es sind Beispiele für das Auftreten einer Versetzungslinie in einer ECCI-Abbildung hinsichtlich des räumlichen Verlaufs der Versetzungslinie im Kristall gezeigt. Der Winkel α entsteht zwischen der Probenoberfläche und dem wahren Verlauf der Versetzungslinie im Volumen.

Abbildung 5.14 beinhaltet fernerhin die Polfiguren der mit (1) und (2) markierten Kristallbereiche. Für die Verifikation des Schraubencharakters der geraden Versetzungssegmente sind unter Zuhilfenahme der Polfiguren die Spuren konstruiert worden, die Versetzungslinien, welche parallel zur $\langle 111 \rangle$ -Richtung verlaufen, als Projektionen hinterlassen müssten. Die Projektionen wurden durch das Verbinden der Durchstoßpunkte mit dem Projektionszentrum generiert und sind auszugsweise 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 erfolgte ein Übertrag der Spuren aus den Polfiguren in die ECCI-Abbildung. Dies wurde mittels Parallelverschiebung realisiert. In Korn (1) werden für zwei der konstruierten Neigungswinkel gerade Versetzungslinien gefunden. Diese Versetzungen sind in Abbildung 5.14 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.

Eine Versetzungslinie, die zu einer konstruierten Spur einer Versetzungslinie parallel verläuft, ist formal kein Beleg für die Vermutung, dass der Linienvektor des Versetzungssegments vom Typ ist, der für die Konstruktion der Projektion angenommen wurde. Dies ist mit der zweidimensionalen Abbildung einer räumlichen Geometrie im SEM zu begründen. Mit ECCI sind nur die Projektionen von Versetzungslinien im Kristallvolumen zugänglich. Eine Quantifizierung des wahren räumlichen Verlaufs der Versetzungslinie ist nur in Ausnahmen möglich. Der Winkel zwischen Versetzungslinie und Probenoberfläche muss daher als unbestimmt verbleiben. Unter Annahme eines infinitesimalen Winkelinkrements können beliebig vielen mathematischen Lösungen für eine projizierte Spur konstruiert werden. Diese Problematik ist in Abbildung 5.15 verdeutlicht. Korn (2) aus Abbildung 5.14 bildet die Grundlage für die als Beispiel eingeführte Situation. Neben der Polfigur ist ein Querschliff der untersuchten Probe skizziert. Anhand der Achse z wird der Zusammenhang zwischen der im SEM beobachteten Projektion der Versetzungslinie und den möglichen wahren Verläufen im Probenvolumen deutlich. Beträge von z größer null beschreiben eine Position unterhalb der Probenoberfläche. Die im Querschliff entlang der Oberfläche verlaufende (durchgehende) rote Linie entspricht der Projektion einer Versetzungslinie. *Alle unter den Winkeln α eingezeichneten, als rote Strichlinien angedeuteten theoretischen Versetzungslinien, stellen gültige Lösungen für die Quelle dieser einen Projektion dar.* Entgegen der Mathematik verlaufen Versetzungslinien in realen Kristallen jedoch in der Regel parallel zu den dichtestgepackten Richtungen [186]. Für W als Vertreter der krz Metalle bedeutet dies, dass Versetzungssegmente mit Schraubencharakter parallel zu $\langle 111 \rangle$ im beobachteten Kristallbereich verlaufen. *Es kann somit gefolgert werden, dass aus dem in Abbildung 5.15 illustrierten Satz von mathematisch denkbaren Verläufen von Versetzungslinien (rote Strichlinien) nur die Lösung valide ist, die parallel zur $\langle 111 \rangle$ -Richtung verläuft. Die in Abbildung 5.14 für 4,1CR vorgefundenen geraden Projektionslinien entsprechen sehr wahrscheinlich Versetzungssegmenten mit reinem Schraubencharakter.*

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 und Zähigkeit bei Raumtemperatur konventionell hergestelltem W weit überlegen. Einhergehend mit einer BDT-Temperatur unter Raumtemperatur, kann durch das Einstellen einer UFG Mikrostruktur sogar stabiles Risswachstum bei Raumtemperatur beobachtet werden [243, 244]. 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 ist [185, 200, 248, 249] als auch die Bewegung der Stufenversetzung [142, 143] vor. Ferner sind für UFG Materialien auch Versetzungs-Korngrenzen-Wechselwirkungen Gegenstand der Diskussionen zum ratenlimitierenden Prozess der plastischen Verformung [185]. 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 Raumtemperatur und selbst bei

Prüftemperaturen deutlich unterhalb wurde bei quasistatischer 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 Ergebnisse zu 1,7WR wurde die Entscheidung getroffen, die Aufnahme einer zusätzlichen vierten Messreihe zu forcieren. *Zwei Ansätze wurden für die Ermittlung der BDT-Temperaturen verfolgt; siehe Erläuterungen in Kapitel 4.4.1 /S. 133:*

- 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.*
- 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 – in Summe 19 Resultate.

BDT-Temperaturen (i); 2%-Kriterium

In Abbildung 5.16 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 Tabelle 5.3 sind die Übergangstemperaturen aller Messreihen dieser Arbeit aufgelistet; exklusive der für 1,7WR zusätzlich aufgenommenen vierten Messreihe; hierfür sei auf Anhang B verwiesen.

In Abbildung 5.16 befinden sich entlang der Horizontalen die Messreihen eines Materials. Entlang der Horizontalen nimmt die Lastrate von links nach rechts zu. Mit der vertikalen Position in der Zusammenstellung wechselt das untersuchte Material. In der obersten Zeile sind die Daten für 0AS dargestellt. Die nachfolgenden Zeilen beinhalten die Ergebnisse zu 1,7WR – 4,1CR. Dabei nimmt absteigend der Umformgrad zu. Das geprüfte Material und die aufgebrachte Lastrate sind jedem Diagramm über eine jeweils oben links positionierte Bezeichnung zu entnehmen. Über den alphanummerischen Code wird das Material identifiziert. Auskunft über die nominelle Lastrate der Messreihe; in $\text{MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ gibt der Wert nach dem Trennstrich.

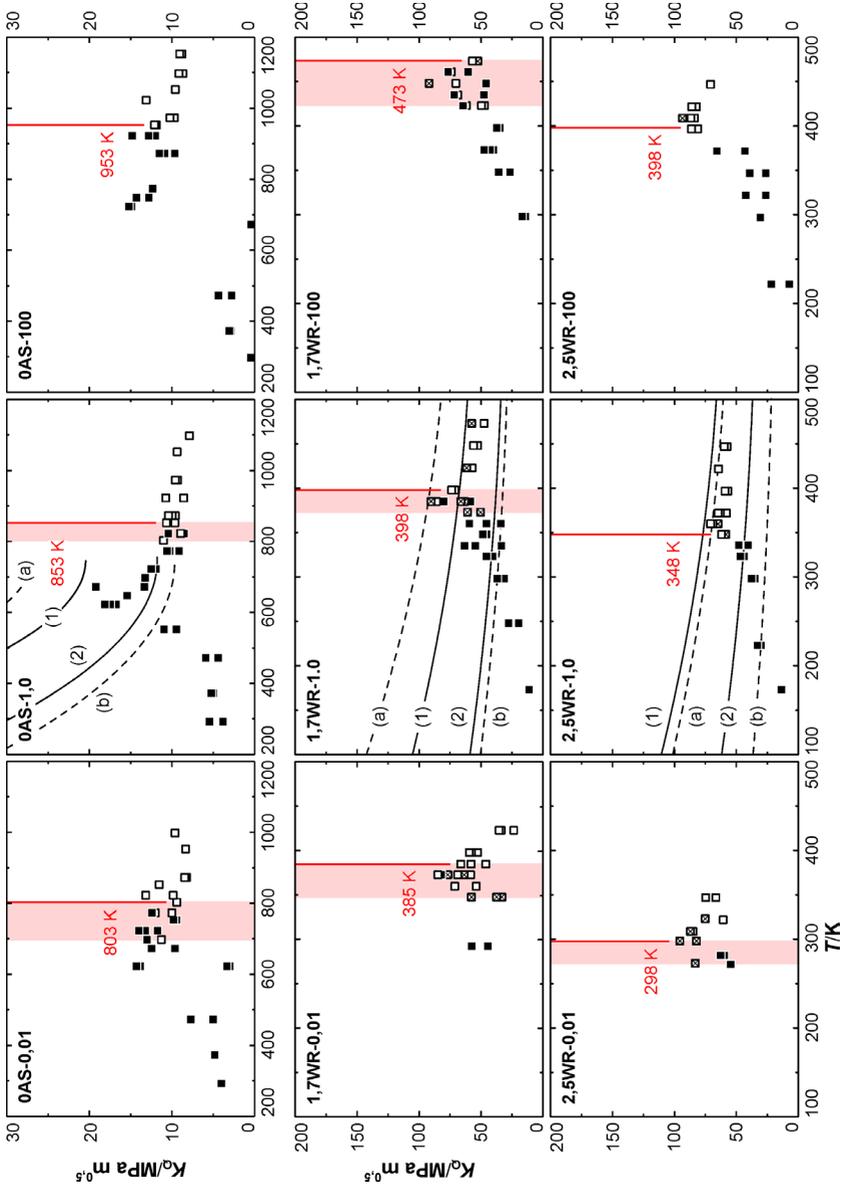
Nach einem ersten Studium der Diagramme aus Abbildung 5.16 können bereits drei elementare Feststellungen getroffen werden:

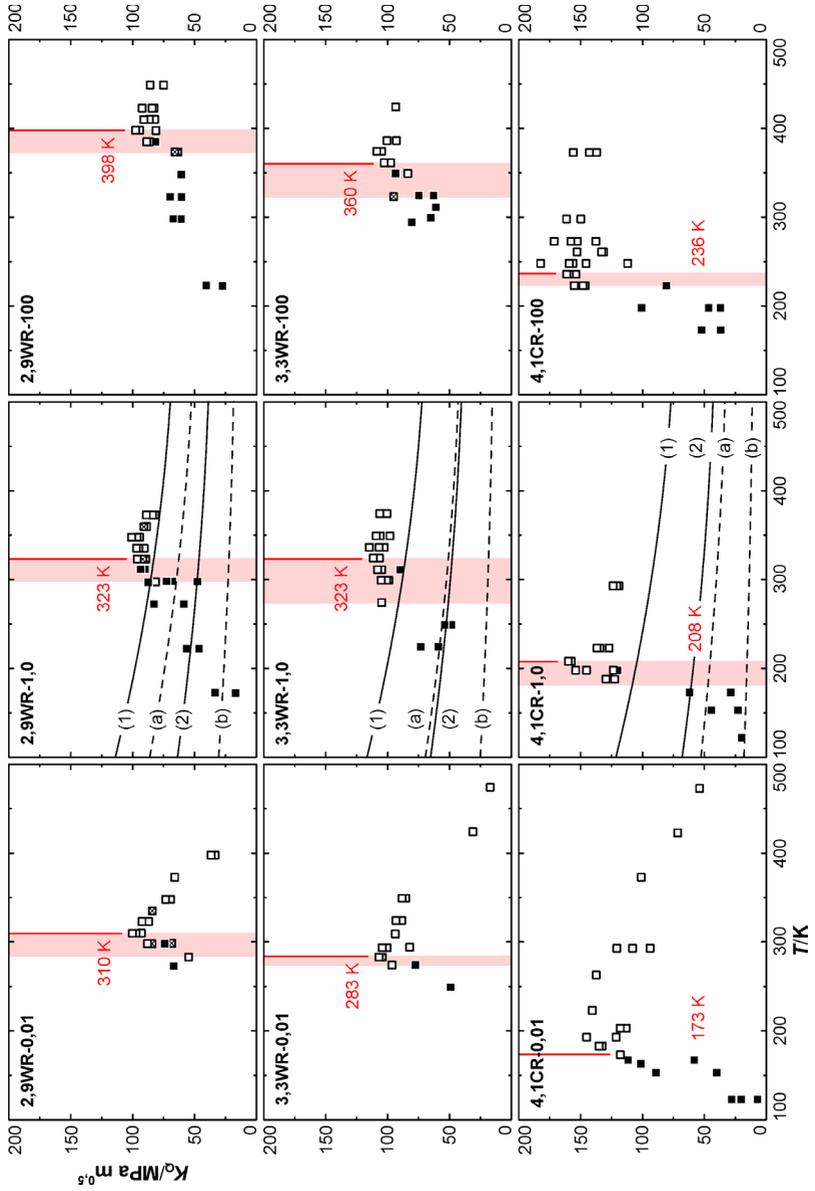
- Im Gesamttrend sinken die BDT-Temperaturen mit zunehmendem Umformgrad der Materialien; unabhängig von der für die Prüfung gewählten Lastrate. *Dies belegt, dass die in der Literatur dokumentierte, bei moderater Umformung von W auftretende Tendenz einer Reduktion der BDT-Temperatur, auch für hohe Umformgrade Bestand hat.*
- *Unter Einsatz von hochgradigem Warm- und Kaltwalzen können in W BDT-Temperaturen unterhalb von Raumtemperatur realisiert werden; bei quasistatischer Belastung und Nutzung von gekerbten Proben. Dies bedeutet stabiles Risswachstum bei Raumtemperatur in W (monolithisch und technisch rein), nachfolgend über den Begriff der Raumtemperaturduktilität zum Ausdruck gebracht.*

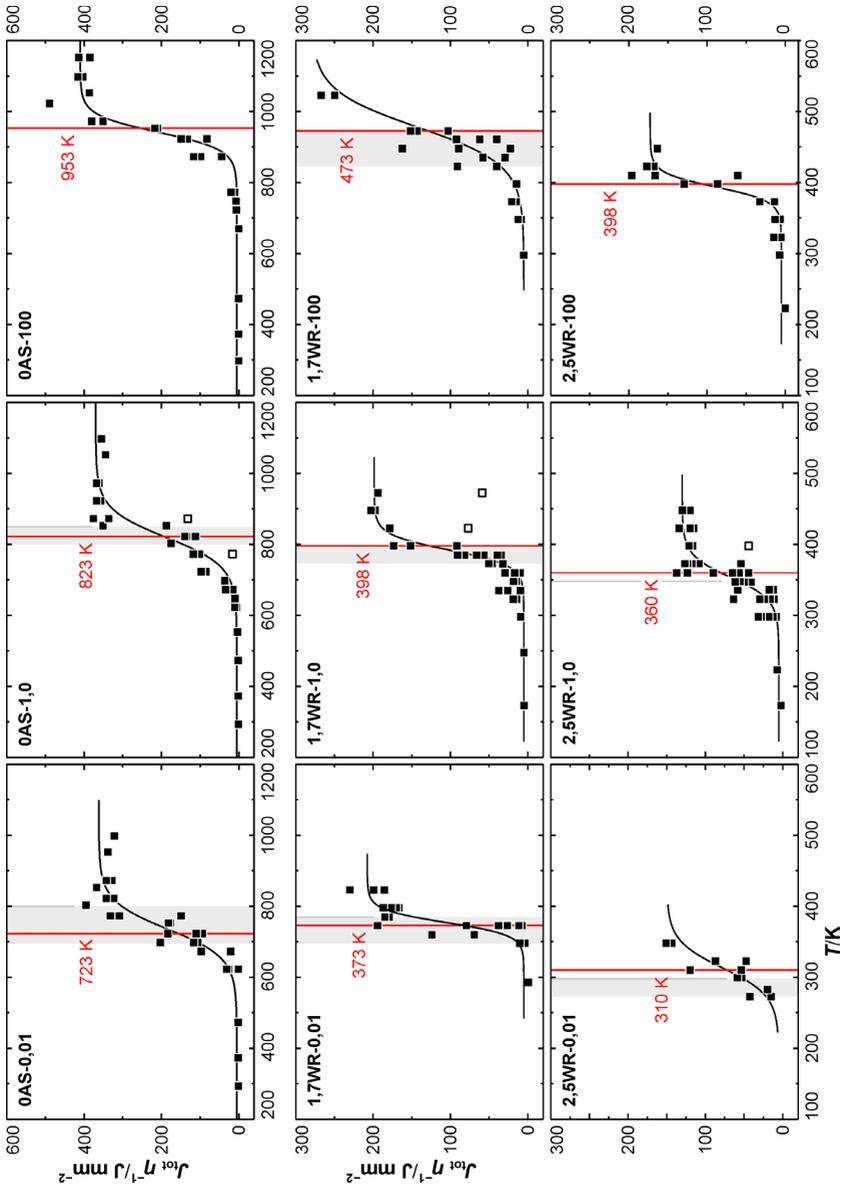
- *Unabhängig vom jeweiligen Umformgrad ist für alle Materialien eine Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur zu identifizieren. Eine Steigerung der Lastrate geht mit einer Verschiebung des BDT zu höheren Temperaturen einher. Es wird gefolgert, dass selbst bei W mit Raumtemperaturduktilität der BDT bzw. der ratenlimitierende Prozess der Rissspitzenplastizität am BDT thermisch aktiviert ist.*

Abbildung 5.16: BDT-Temperaturen (i); 2%-Kriterium. Es ist die kritische Spannungsintensität K_Q über der Prüftemperatur T aufgetragen. Gefüllte Datenpunkte repräsentieren sprödes Verhalten, offene Symbole mit Diagonalen semi-duktilen Verhalten und offene Symbole duktilen Materialverhalten. Rote Linien repräsentieren die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium. Der 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. Kapitel 4.4.1 /S. 136. (Die Abbildung befindet sich auf der nachfolgenden Doppelseite)

Abbildung 5.17: 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 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 B, (Die Abbildung befindet sich auf der übernächsten Doppelseite)







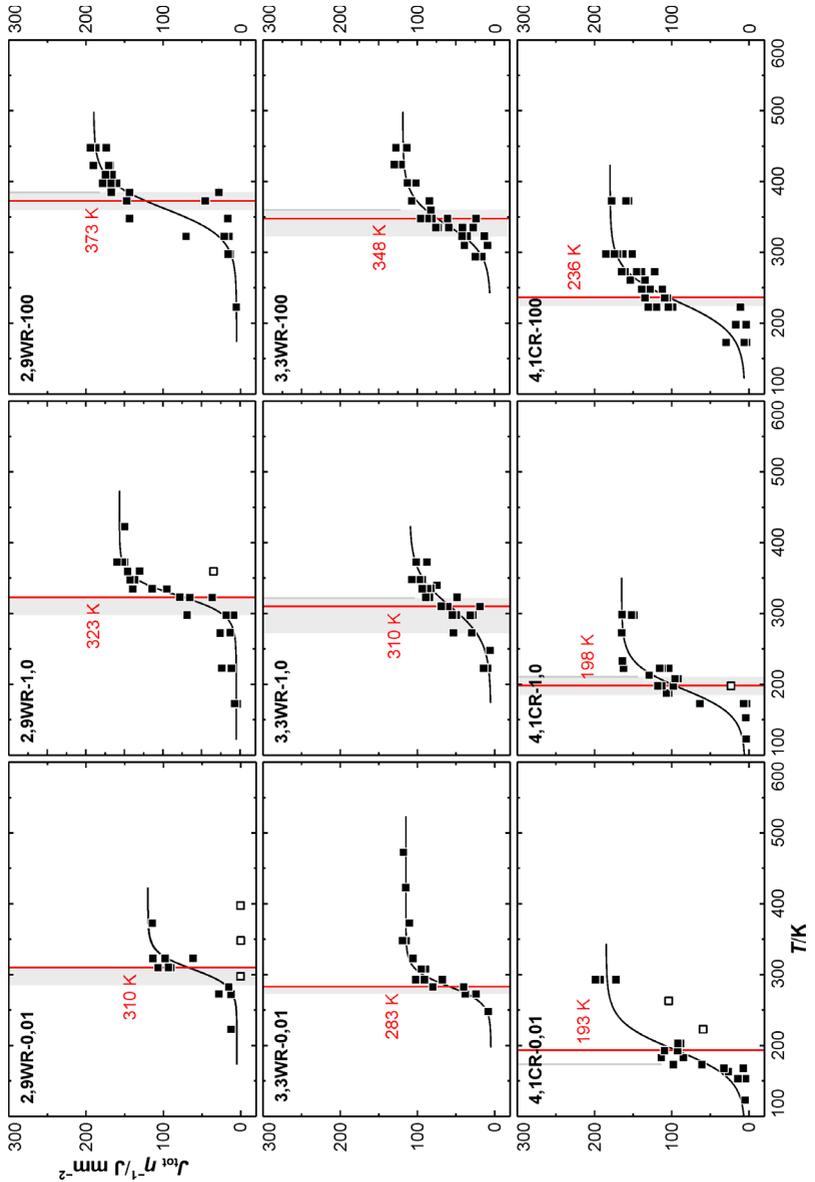


Tabelle 5.3: BDT-Temperaturen und BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. Es sind die Übergangstemperaturen T_{BDT} nach dem 2%-Kriterium (i), Mittellinienkriterium (ii), und kombinierten Ansatz (iii) aufgelistet. Die in den Spaltenüberschriften hochgestellten Werte geben die Soll-Lastrate für die ausgewiesenen 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.

Material	Kriterium	$dK/dt^{0,01}$ /MPa m ^{0,5} s ⁻¹	$T_{\text{BDT}}^{0,01}$ /K	$dK/dt^{1,0}$ /MPa m ^{0,5} s ⁻¹	$T_{\text{BDT}}^{1,0}$ /K	dK/dt^{100} /MPa m ^{0,5} s ⁻¹	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	2,65 ±0,53	0,86
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	1,27 ±0,14	0,93
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	0,92 ±0,10	0,95
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	1,09 ±0,20	0,88

Material	Kriterium	$\frac{dK}{dt^{0,01}} / \text{MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$	$T_{\text{BDT}}^{0,01} / \text{K}$	$\frac{dK}{dt^{1,0}} / \text{MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$	$T_{\text{BDT}}^{1,0} / \text{K}$	$\frac{dK}{dt^{100}} / \text{MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$	$T_{\text{BDT}}^{100} / \text{K}$	E_A / eV	$R^2 / -$
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	1,27 ± 0,14	0,93
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	0,92 ± 0,10	0,95
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	1,09 ± 0,20	0,88
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	1,12 ± 0,10	0,97
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	0,54 ± 0,10	0,88

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 Abbildung 5.16. Mit 850 K besitzt der gesinterte Zustand 0AS die höchste Übergangstemperatur aller im Rahmen dieser Arbeit geprüften Materialien. Ein Vergleich mit Daten zu gesintertem W [11–14] zeigt auf, dass 850 K am unteren Ende des dokumentierten Bereiches angesiedelt ist. In der Mehrzahl der Berichte wird für den BDT im quasistatischen Fall eine Temperatur um 1100 K genannt [11, 12, 14]. Lediglich *Faleschini et al.* [13] [Abb. 1] geben mit 900 K einen mit dieser Ausarbeitung vereinbaren Wert an. Alle zitierten Studien sind als bruchmechanische Versuchsreihen aufzufassen. Für 1,7WR-1,0 wird eine signifikant niedrigere BDT-Temperatur ermittelt. Mit 450 K entspricht die Reduktion ungefähr einer Halbierung des Ergebnisses zum Sinterling 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 Schritt der Warmumformung, repräsentiert durch 3,3WR, beträgt die Übergangstemperatur 320 K. Obwohl die vom Produktionsschritt 0AS \rightarrow 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) für polykristallines W als niedrig zu bezeichnen. Bereits 1,7WR liegt mit 450 K unterhalb des aus Literaturdaten bestimmten Temperaturfensters zu moderat umgeformten W-Materialien von 500 – 850 K [13, 19–26, 38]. Zur Relativierung sei erwähnt, dass in diesem Temperaturfenster auch Übergangstemperaturen von spannungsfrei-geglühte Materialien enthalten sind.

Erst nach dem Kaltwalzen 3,3WR \rightarrow 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 Raumtemperatur. Stabile Rissausbreitung bei*

Raumtemperatur und selbst bei 190 K war zum Zeitpunkt der Experimente für W-Materialien ohne Re beispellos. In der Zwischenzeit konnten Lied et al. [243] [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 seinem Charakter als sehr sprödes Material auch plastische Verformbarkeit bei Raumtemperatur aufweisen kann. Der Schlüssel für die Realisierung dieser Transformation liegt in einer hochgradigen Umformung.

BDT-Temperaturen (ii); Mittellinienkriterium

In Abbildung 5.17 ist das J-Integral über der Prüftemperatur aufgetragen. 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 Abbildung 5.16 beinhaltet jedes Diagramm die gesammelten Ergebnisse einer Messreihe, wobei eine Messreihe durch das geprüfte Material und die Lastrate definiert ist. Die BDT-Temperatur nach dem Mittellinienkriterium ist in durch eine rote Linie markiert. Für einen Vergleich sind in Grau ebenfalls die Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium aus Abbildung 5.16 eingetragen.

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:

- Auch nach dem Mittellinienkriterium beträgt die Differenz der Übergangstemperaturen zwischen 0AS und 1,7WR mehr als 400 K.

- Die umfangreiche Reduktion der BDT-Temperatur durch Kaltwalzen wird bestätigt.
- Die nach dem 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium ermittelten BDT-Temperaturen sind vergleichbar.

Für die Materialien dieser Arbeit sind beide Ansätze – *also sowohl das 2%-Kriterium als auch das Mittellinienkriterium – ohne Unterschied für eine zutreffende Bestimmung von Übergangstemperaturen geeignet*. Die BDT Temperaturen in Tabelle 5.3 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 Temperaturintervalls⁵. 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 und es liegt die Vermutung nahe, dass eines der beiden Kriterien durch einen Ausreißer negativ beeinflusst ist. Ein Ausreißer ist jedoch weder in Abbildung 5.16 noch in Abbildung 5.17 für 0AS-0,01 (d. h. jeweils im Diagramm oben links) zweifelsfrei zu identifizieren. Werden die Verläufe von J-Integral und kritischer Spannungsintensität individuell betrachtet, entsprechen die Entwicklungen 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 0AS-0,01 innerhalb des in Abbildung 5.17 grau eingezeichneten Übergangs-

⁵ Das Prüfintervall für die Messreihen, die auf ZwickRoell 1474 mit Klimakammer durchgeführt wurden, beträgt 15 K und betrifft die gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR. 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. Kapitel 4.4.1 /S. 138.

bereiches; Übergangsbereich Übertrag aus Abbildung 5.16. 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 0AS-0,01; 0AS-1,0; 1,7WR-0,01; 1,7WR-500; 2,9WR-100; 3,3WR-1,0; 3,3WR-100 und 4,1CR-1,0 wird mit dem Mittellinienkriterium eine tiefere BDT-Temperatur ermittelt als nach dem 2%-Kriterium: Für 2,5WR-0,01; 2,5WR-1,0 und 4,1CR-0,01 verhält es sich 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 3x 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 im Vergleich zum Mittellinienkriterium mit leicht höheren BDT-Temperaturen einher geht.* Diese Annahme beruht auf einer theoretischen Betrachtung der statistischen Natur der Kennwerte im Übergangsbereich; vgl. Anderson [57] [Anhang 5a]. Als Folge der Sprödbruchwahrscheinlichkeit 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 Abbildung 5.20a /S.235 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 Tabelle 5.3. *Übergangstemperaturen nach dem kombinierten Ansatz sind hinsichtlich der einzelnen Ergebnisse auf Basis von 2% oder Mittellinienkriterium zu bevorzugen.* Als Argumente sind hierfür anzuführen:

- Die BDT-Temperaturen nach dem kombinierten Ansatz sind bezüglich der Abweichung zwischen Soll- und Ist-Lastrate korrigiert, *also für die Nominalrate rückgerechnet.*
- Jede Ausgleichsgerade beruht auf mindestens sechs Datenpunkten. *In der Konsequenz werden Ausreißer zu einem gewissen Grad ausgeglichen bzw. deren Einfluss auf die Ermittlung der Übergangstemperaturen abgeschwächt.*

Die Vorteile der Anwendung des kombinierten Ansatzes werden nach der Betrachtung der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur in Abbildung 5.18 deutlich. War der anhand Abbildung 5.16 und Abbildung 5.17 diskutierte Gesamttrend noch eindeutig, so wird zum Teil für einzelne Walzschritte eine hiervon abweichende Entwicklung beobachtet; vgl. für das 2%-Kriterium $2,5WR-0,01 \rightarrow 2,9WR-0,01$; $2,5WR-100 \rightarrow 2,9WR-100$ und

2,9WR-1,0 → 3,3WR-1,0 sowie für das Mittellinienkriterium die BDT-Temperaturen der Messreihen 2,5WR-0,01 → 2,9WR-0,01. *Diese Anomalien werden durch die Anwendung des kombinierten Ansatzes eliminiert.* In Abbildung 5.18 ist die Reduktion der Übergangstemperatur auf die Änderung des Umformgrades normiert und über dem kumulierten Umformgrad aufgetragen. Die normierten Verschiebungen in der BDT-Temperatur sind für die Lastraten 0,01 (schwarze Quadrate); 1,0 (offene Symbole mit Diagonalen) und 100 MPa m^{0,5} s⁻¹ (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^{0,5} s⁻¹ ermittelt, danach folgen die Ergebnisse zu den Raten 1,0 und 100 MPa m^{0,5} s⁻¹. 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. In Abbildung 5.18 sind die gemittelten relativen Reduktionen über die drei Lastraten 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 werden drei Trends identifiziert

- Die Reduktion ist kontinuierlich.
- *Bei gleichbleibender Verformungstemperatur (hier Warmwalzen) ist die pro Umformgrad erzielte Reduktion der BDT-Temperatur mit ansteigendem kumuliertem Umformgrad rückläufig.*
- *Zumindest bei hohen kumulierten 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 in 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 Abbildung 5.18 zu identifizieren, beträgt jedoch im Vergleich zu den oben angeführten 440 K für 1,7WR \rightarrow 2,5WR lediglich 70 K. *Ein Vergleich absoluter Reduktionen in der Übergangstemperatur erscheint jedoch infolge der Unterschiede in den Änderungen des Umformgrades der einzelnen Walschritte nicht zielführend.* Die normierte Reduktion durch den Walzschritt 1,7WR \rightarrow 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 zunehmendem Umformgrad rückläufig ist.* Die Reduktion der BDT-Temperatur pro Änderung im Umformgrad beträgt für 1,7WR \rightarrow 2,5WR etwa 30 % des Betrages der für 0AS \rightarrow 1,7WR ermittelt wurde. Die Tendenz einer abnehmenden Effizienz setzt sich in den weiteren Warmwalzschritten fort. Die in Tabelle 5.3 aufgelisteten BDT-Temperaturen weisen für 2,5WR \rightarrow 2,9WR sowie 2,9WR \rightarrow 3,3WR eine Reduktion um 30 K bzw. 20 K aus. Jedoch ist mit log. 0,4 die Änderung im Umformrad in diesen beiden Walzschritten gering. Dies relativiert in einem gewissen Umfang die geringfügigen absoluten Temperaturdifferenzen, die mit diesen Schritten verknüpft sind. Werden diese auf die Änderung des Umformgrades normiert, ergeben sich Differenzen in der Übergangstemperatur 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 [241, 373].

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 Kapitel 5.4.2 /S. 225), sind bei der Überführung von 0AS in den Materialzustand 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; vgl. Abbildung 4.1 /S. 76. 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 Abbildung 5.1

/S. 154 ist die Bruchfläche des Sinterlings 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 pro Kontaktfläche der Körner untereinander herabgesetzt. Schwerwiegender als die Minderung der kraftübertragenden Fläche wird jedoch die Kerbwirkung der Poren auf das Materialverhalten eingeschätzt [379]. Spannungsüberhöhungen an Korngrenzen führen bereits bei niedrigen Spannungsintensitäten zu einer Überschreitung der Kohäsion der Korngrenze. Unter diesen Gesichtspunkten ist aller Wahrscheinlichkeit nach die oben ausgewiesene Temperaturdifferenz 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.

In Abbildung 5.18 wird eine Herangehensweise vorgeschlagen das Gewicht der mikrostrukturellen Modifikationen bei der Reduktion der BDT-Temperatur in 0AS \rightarrow 1,7WR von dem Beitrag des Verschließens der Sinterporen isoliert zu betrachten. Diese beruht auf der Rückwärtsextrapolation 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 als Folge mikrostruktureller Modifikationen für den Walzschritt 0AS \rightarrow 1,7WR ein Betrag von 130 K ermittelt. Nach dem hier postulierten Ansatz der Rückwärtsextrapolation ist somit die Hälfte der Reduktion in 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:*

- Die extrapolierte Trendgerade erfährt durch eine Exklusion des Walzschnittes 2,5WR \rightarrow 2,9WR keine wesentliche Änderung.
- 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 erster Näherung entspricht der Zustand 2300 K, 1 h damit 0AS abzüglich der Sinterporen; vgl. Ref. [33] [Tab. 1]. Für den rekristallisierten Zustand wird aus Ref. [33] [Tab. 3] eine gemittelte BDT-Temperatur von 650 K errechnet. Wird nun ein Gedankenexperiment vollzogen, welches darauf beruht, dass 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 für 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.*

Von der Problematik einer veränderten relativen Dichte / 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 Knettemperatur einer Steigerung von 50 K auf 140 K pro Umformgrad gegenüber und ist damit mehr als doppelt so hoch wie in den vorherigen Warmwalzschnitten. Dies demonstriert, dass Kaltwalzen auch bei hohen Umformgraden eine effiziente Reduktion der BDT-Temperatur von W*

ermöglicht. Ob die erzielbare Reduktion der Übergangstemperatur 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.

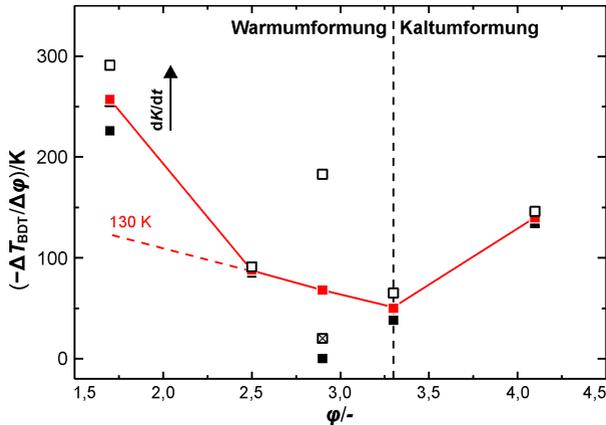


Abbildung 5.18: Normierte Reduktion der BDT-Temperatur. Es ist die Reduktion der Übergangstemperatur nach dem kombinierten Ansatz, bezogen auf die hierfür aufgewendete Umformung $\Delta T_{BDT}/\Delta\phi$, über dem kumulierten Umformgrad ϕ aufgetragen. Die geschlossenen Symbole nehmen Bezug auf eine Lastrate 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.

Die Studie von *Lied et al.* [243] 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 [243] [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.* [243] [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 Walzschritt 3,3WR \rightarrow 4,1CR eine Änderung im Umformgrad von 0,8 erfolgt und in der zitierten Studie von *Lied et al.* [243] 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.* [243] 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.* [380] mit etwa 0,10 μm angegeben wird. *Lied et al.* [243] weisen 0,11 nm als mittlere Korngröße nach dem zweiten Kaltwalzen aus. Eine Diskussion der Sättigungskorngröße erfolgt im späteren Abschnitt dieser Arbeit; in Kapitel 5.5.3 /S. 287.

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* [52] [Abb. 6.53].

Per Definition bedingt die Anwendung der linear-elastischen Bruchmechanik eine im Verhältnis zu der Ligamentweite vernachlässigbare Größe der plastischen Zone. Weiterhin ist die Forderung, dass die Spannung im Ligaments deutlich kleiner als die Streckgrenze ist, zu erfüllen [57]. Auf Basis des in ASTM E399 [225] festgelegten Anteils der Ligamentweite außerhalb der plastischen Zone wurden Verläufe der kritischen Spannungsintensität berechnet bei denen die Gültigkeitsgrenze erreicht wird; vgl. Abbildung 4.18 /S. 142 für mehr Details. Die Grenzkurven sind in Abbildung 5.16 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 Spannungsin-

intensität nicht den Wert der Grenzkurve an der jeweiligen Prüftemperatur übersteigen. An dieser Stelle werden nur die Verläufe mit arabischer Nummerierung betrachtet. Beide sind in Abbildung 5.16 als durchgezogene Linien ausgeführt, wobei (1) auf die Größe der plastischen Zone im EDZ beruht und für (2) 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. Gleichung 4.18 /S. 140. Kurve (1) verläuft ausnahmslos oberhalb von (2).

Die Analyse des Spannungszustands in den Proben am BDT empfiehlt Kurve (2) (ESZ) für eine konservative Bewertung des plastischen Anteils 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 Walzumformung. Aus Abbildung 5.16 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 jedoch nicht auf die nach dem 2%-Kriterium ermittelten Übergangstemperaturen zu, wie der Vergleich der Ergebnisse von 2%-Kriterium und Mittellinienkriterium offenbart.*

5.4.2 Der Einfluss des ebenen Spannungszustands in Hinblick auf die Übergangstemperaturen

Mit dem Unterschreiten einer Grenzdicke unterliegt die kritische Spannungsintensität, die im Experiment für einen Werkstoff ermittelt wurde, einem Einfluss der Probengeometrie. Ursache hierfür ist die anteilige Zunahme 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 [57]. Ungleich umfangreicher Kenntnisse über Einflussgrößen hinsichtlich der kritischen Spannungsintensität [381], sind keine Studien bekannt, die in Hinblick auf die Aufklärung des Einflusses des Spannungszustands auf die BDT-Temperatur konzipiert wurden. Aus Abschätzungen zur Eindringtiefe des ESZ folgt, dass an den Übergangstemperaturen der gewalzten Materialien die Proben vollständig vom ESZ durchdrungen sind. *Damit sollte die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur zwischen 1,7WR und 4,1CR von dem Einfluss des Spannungszustands losgelöst zu beurteilen sein.*

Die Beurteilung des Spannungszustands erfolgte anhand der in Abbildung 5.16 eingezeichneten Strichlinien (a) und (b), die in den zentral angeordneten Diagrammen vorzufinden sind. Eine kritische Spannungsintensität oberhalb von Kurve (a) bedeutet, dass die Probendicke bei der Prüfung vollständig vom ESZ durchdrungen war. Dagegen dominiert unterhalb von (b) der EDZ bei der Betrachtung der gesamten Probendicke; vgl. Abbildung 4.18 /S. 142, hinsichtlich der Konstruktion der Grenzkurven. Dies bedingt, 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 leicht oberhalb von (b). Es kann somit nicht ausgeschlossen werden, dass die Ergebnisse des Sinterlings 0AS am BDT von der Probengeometrie beeinflusst sind. *Für die gewalzten Materialien ist mit Sicherheit eine Abhängigkeit der kritischen Spannungsintensität von der Probendicke zu attestieren.* Die Datenpunkte für 1,7WR – 4,1CR liegen am BDT signifikant oberhalb der Verläufe der Typ (b) Kurven. Dies trifft selbst auf Versuche mit spröder Materialantwort zu. *Als dominierender Spannungszustand am BDT kann für die Experimente dieser Arbeit 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 Ermüdungsrisse) mit einem weiteren Fehler behaftet sind.* Es muss der Vermutung Raum gegeben werden, dass die Übergangstemperaturen in dieser Arbeit durch einen vorherrschenden ESZ nochmals niedrigerer ausfallen, als diese bei der Verwen-

dung von normgerechten Proben festgestellt würden. Dies ist insbesondere für die Ergebnisse zu 1,7WR – 4,1CR zu beachten. Diese Vermutung betrifft die Aussagekraft der ermittelten BDT-Temperaturen im absoluten Kontext. Jedoch werden in dieser Ausarbeitung in erster Linie die Differenzen in den Übergangstemperaturen betrachtet; d. h. die Temperaturänderungen in Relation zu weniger oder stärker umgeformten Materialien.

Es wird postuliert, dass nur in dem Fall einer Änderung im Spannungszustand ein möglicher Einfluss des ESZ 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 BDT-Temperatur ungefähr dem Funktionswert von Kurve (a). Mit zunehmender Walzumformung wird ein Anstieg der kritischen Spannungsintensität an den jeweiligen Übergangstemperaturen ausgemacht. Gleichzeitig – ausgelöst durch die fortlaufend reduzierte Blechdicke – nimmt (b) immer geringere Werten an. In der Konsequenz übersteigen die kritischen Spannungsintensitäten der Materialien 2,9WR – 4,1CR an den zugehörigen BDT-Temperaturen klar den Verlauf der Typ (a) Grenzkurven. Es ist somit davon auszugehen, dass am BDT von 2,9WR – 4,1CR die Probendicke vollständig vom ESZ durchdrungen ist. Bei konservativer Schätzung liegt für 1,7WR sowie 2,5WR wenigstens ein sehr hoher Anteil der Probendicke im ESZ vor. Der Spannungszustand am BDT wird für die gewalzten Bleche damit einheitlich von ESZ determiniert. 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 Modifikation der Mikrostruktur die Quelle der in Abbildung 5.18 quantifizierten verformungsinduzierten Reduktionen der Übergangstemperatur ist.

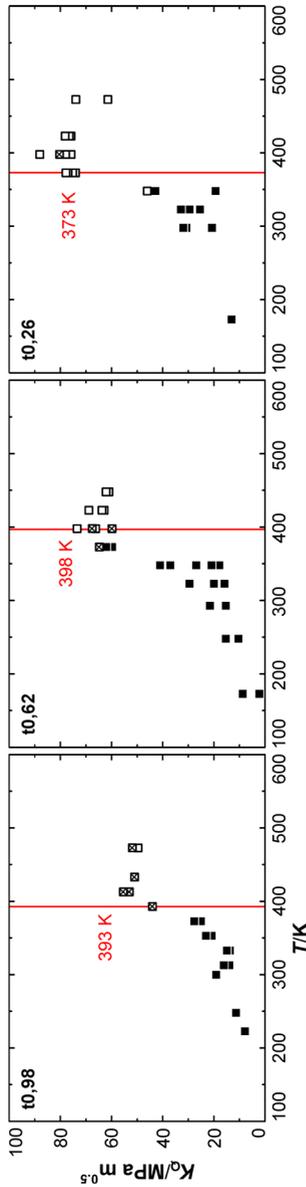


Abbildung 5.19: Einfluss der Blechdicke auf die BDT-Temperatur. Es ist die scheinbare Bruchzähigkeit K_Q über der Prüftemperatur T aufgetragen. Die Gestalt der Datenpunkte kennzeichnen das beobachtete Materialverhalten; vgl. Abbildung 5.16. Die roten Linien markieren die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium. Die Materialbezeichnung beinhaltet die Dicke t der Proben der Messreihe in Millimeter. Die Ergebnisse beruhen auf Versuchen mit der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$.

Die Hypothese einer konstanten BDT-Temperatur bei unverändertem Spannungszustand (bei ebenfalls konstanten Randbedingungen) wird durch die Ergebnisse einer Parallelstudie untermauert. Diese sind als Auszug in Abbildung 5.19 wiedergegeben. In dieser wurde der Effekt einer Änderung in der Probendicke auf die experimentell beobachteten Übergangstemperaturen untersucht: Dazu wurden Teilstücke eines W-Blechtes mit 0,98 mm Stärke auf 0,62 mm bzw. 0,26 mm heruntergeschliffen. Diese Garnitur aus drei Materialien wies somit unterschiedliche Blechstärken auf, während die Mikrostruktur identisch (und zu 1,7WR vergleichbar) war. Für die drei W-Materialien wurden bei identischer Lastrate die Übergangstemperaturen ermittelt. Diese betragen: 393 K (0,98 mm), 398 K (0,62 mm) sowie 373 K (0,26 mm). Das Maximum und Minimum der Übergangstemperatur befinden sich damit innerhalb 25 K und variieren somit in einem Umfang, der vorbehaltlos statistischen Effekten zugeordnet werden kann. Unabhängig von der Materialstärke waren alle Proben dieser Parallelstudie an der BDT-Temperatur vollständig vom ESZ durchdrungen. Auch für den Fall, dass die Verschiebung um 25 K einem Dickeneffekt zuzuschreiben ist, dieser Effekt (vor dem Hintergrund der in der vorgelegten Ausarbeitung zwischen 1,7WR und 4,1CR durch Warm- und Kaltwalzen beschriebenen Reduktion der BDT-Temperatur von 215 K) vernachlässigbar. Die oben getätigte Schlussfolgerung zur Kontrolle der Mikrostruktur bei der verformungsinduzierten Reduktion der BDT-Temperatur 1,7WR \rightarrow 4,1CR hat somit Bestand.

Der Datensatz zum Ringversuch (Round Robin Test) *Euro Fracture Toughness* enthält Ergebnisse zur ermittelten Bruchzähigkeit des Stahls 22NiMoCr37. Die Bruchzähigkeiten wurden von den beteiligten Laboren unter Anwendung von C(T)-Proben mit verschiedenen Dicken und für mehrere Prüftemperaturen ermittelt, vgl. *Heerens et al.* [382]. Auf diesen Datensatz Bezug nehmend, schlussfolgerte *Neale* [105], dass für die Unterschiede in den BDT-Temperaturen von Messreihen an Proben mit verschiedener Dicke keine eindeutige Ursache-Wirkung-Korrelation belegbar ist und eher statistisch zu begründen sind. Informationen zum Spannungszustand sind weder in dem Bereich von *Heerens et al.* [382] noch von *Neale* [105] angegeben. Aus dem Kontext eines Round Robin Tests zur Bruchzähigkeit erscheint es jedoch gesichert, dass stets der Forderung aus ASTM E399 [225]

nach dominierenden EDZ entsprochen wurde und daher dem Aspekt des Spannungszustands keine Bedeutung zu Teil wurde. *Somit liefert auch Neale [105] nur Argumente für die Sichtweise, dass eine Variation der Probendicke bei unverändertem Spannungszustand nicht die im experimentelle BDT-Temperatur modifiziert. In der vorgelegten Ausarbeitung kann daher keine fundierte Aussage zu einem möglichen Einfluss eines wechselnden Spannungszustands auf die festgestellte Übergangstemperatur getätigt werden.*

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

Der Spröd-duktil-Übergang (BDT) und der ratenbestimmende Prozess der Rissspitzenplastizität für die BDT-Temperatur besitzen nach *Hartmaier et al. [228]* identische Arrhenius-Aktivierungsenergien. Die Quantifizierung der Ratenabhängigkeit der Übergangstemperatur ist somit ein Schlüssel zur Identifikation des ratenlimitierenden Mechanismus der plastischen Verformung unter den konkreten Prüfbedingungen. *Mit der vorgelegten Ausarbeitung wird erstmalig 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. Ein Vergleich der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien mit den Erwartungswerten der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung 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.

Tabelle 5.3 /S. 212 belegt, dass die Übergangstemperaturen aller untersuchten Materialien von der Lastrate beeinflusst sind. Selbst für 4,1CR mit Raumtemperaturduktilität steigt die BDT-Temperatur bei einer Zunahme der Lastrate um jeweils zwei Größenordnungen von 177 K auf 203 K bzw. 239 K an. Die Ratenabhängigkeit ist unabhängig vom angewendeten Kriterium, das

zur Bestimmung der Übergangstemperatur herangezogen wird. Von *Németh et al.* [232] war die Übergangstemperatur von UFG W als eine von der Dehnrate unbeeinflusste Eigenschaft beschrieben worden. Damit kann nachfolgend erstmals die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von UFG W (mit und ohne Raumtemperaturduktilität) quantifiziert und eingeordnet werden.

In Abbildung 5.20a sind die Lastraten und die jeweils resultierenden BDT-Temperaturen in der Arrhenius-Auftragung dargestellt, wobei die geschlossenen Datenpunkte auf den Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium beruhen und offenen Symbole die Anwendung des Mittellinienkriteriums kennzeichnen. Die jeweilige Lastrate entspricht dem Mittel aus den nachgerechneten Ist-Werten in der Umgebung der konkreten BDT-Temperatur; wobei die Umgebung als plus-minus einem Intervallschritt definiert wird. Die Regressionsgeraden sind aus den Datenpunkten beider Kriterien berechnet worden; vgl. Beschreibung zum kombinierten Ansatz in Kapitel 5.4.1. Die individuellen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien – d. h. für 2%-Kriterium bzw. Mittellinienkriterium separat berechnet – sind Tabelle 5.3 /S. 212 erfasst. Werden die Positionen der Datenpunkte in Abbildung 5.20a analysiert, so ist (unter Berücksichtigung der Arrhenius-Auftragung) in erster Näherung allen Materialien der erwartete lineare Zusammenhang zwischen Lastrate und Übergangstemperatur zu bescheinigen. Die Bestimmtheitsmaße der Regressionsgeraden auf Basis der Ergebnisse des kombinierten Ansatzes bewegen sich in dem Bereich 0,86 – 0,97. In der Einzelbetrachtung sind die Bestimmtheitsmaße nochmals leicht gesteigert. Unterschiede im Bestimmtheitsmaß werden für 1,7WR und 4,1CR ausgemacht, wobei für das erstere die Ergebnisse des Mittellinienkriteriums enger der Arrhenius-Beziehung folgen während für 4,1CR die Datenpunkte nach dem 2%-Kriterium besser 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. Abbildung 5.20a 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 der Übergangstemperatur für 0AS sowie 1,7WR – 4,1CR im quasistatischen Ratenfenster ein Arrhenius-Verhalten 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; d. h. unter Anwendung des kombinierten Ansatzes *Damit wird dem in Abbildung 5.18 demonstrierten Faktum Rechnung getragen, dass eine Zusammenführung der BDT-Temperaturen und Ist-Lastraten beider Kriterien geeignet erscheint, den statistischen Fehler abzuschwächen.*

In Abbildung 5.20b sind die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien über den Übergangstemperaturen aufgetragen. Die Fehlerbalken beruhen auf der Regression. Der Zentrumspunkt zeigt die Lage der BDT-Temperatur für die Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ an. Die horizontalen Antennen vermitteln die ratenabhängige Verschiebung der BDT-Temperaturen in dem Bereich $0,01 - 100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$. *Für den Sinterling 0AS wird eine BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von $2,65 \pm 0,53 \text{ eV}$ ermittelt.* 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 Knietemperatur erwartet wird, vgl. die Ausführungen in Kapitel 2.1 /S. 9ff hierzu. Für W-Einkristalle mit hoher Reinheit (5N) geben *Brunner et al.* [80] [Abb. 6] die Knietemperatur mit ungefähr 800 K an. Unter Berücksichtigung der höheren Konzentration an Fremdatomen bei technischer Reinheit (4N für die Materialien dieser Ausarbeitung; vgl. Tabelle 5.1 /S. 153) und der daran verknüpften Zunahme der Peierls-Energie [126, 195] tritt bei unveränderter Lastrate eine Verschiebung der Knietemperatur zu höheren Temperaturen ein. Eine Extrapolation der von *Brunner* [205] [Abb. 4] für Regime (i) angegebenen Geradengleichung zu der oberen Grenze der Summe von 2,1 eV [205] und des von *Hull et al.* [126] genannten

Regimes von 0,2 – 0,5 eV als Beitrag der Wechselwirkung der Versetzung mit Fremdatomen ergibt eine abgeschätzte Krietemperatur für W mit technischer Reinheit von 950 K; siehe Abbildung 5.21. *Christian* [195] gibt einen ähnlichen Bereich von 0,3 – 0,5 eV an, der als Folge von Verunreinigungen zur Peierls-Energie des Reinmetalls hinzu zu addieren ist. Für C in W weisen *Sell et al.* [6] eine dediziert Wechselwirkungsenergie von 0,87 eV aus. Aufgrund der Nähe von Krietemperatur und der BDT-Temperatur von 0AS dürfte die mechanisch geleistete Arbeit bei der Überwindung der Peierls-Barriere bei 850 K als geringfügig zu bezeichnen sein.

In diesem speziellen Fall – lediglich für 0AS – gestattet diese Annäherung eine Gleichsetzung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Helmholtz-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung. Der hierbei begangene methodische Fehler wird als tolerabel eingeschätzt. *Im Lichte dieser Vereinfachung fällt die Peierls-Energie für die Kinkenpaarbildung der $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung in dieser Arbeit mit $2,65 \pm 0,53$ eV etwa um 0,5 eV höher aus als in Ziebart [81] und Brunner [205] für einkristallines W mit hoher Reinheit beschrieben.* Dieser Befund wird durch die experimentelle Ergebnisse von *Kappacher et al.* [248] zur Dehnratensensitivität von UFG W mit technischer Reinheit (4N) gestützt. In den Daten zur Gibbs-Energie der Aktivierung wird ab etwa 800 K die Ausbildung eines Plateaus beobachtet [248] [Abb. 6]. 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.* [248] [Abb. 6] oberhalb von 800 K gebildet, wird als Resultat ein Betrag von $2,6 \text{ eV} \pm 0,15 \text{ eV}$ erhalten. Dieser Mittelwert ist weitestgehend deckungsgleich mit der oben mittels Approximation abgeschätzten Peierls-Energie (4N) von $2,65 \pm 0,53 \text{ eV}$. Ebenfalls nach der Bestimmung der Dehnraten- und Temperatursensitivität der Fließspannung beziffert *Bonk*⁶ für ein äquivalent zu 4,1CR produziertes W-Blech die Gibbs-Energie der Aktivierung um 800 K auf 2,89 eV; vgl. Ref. [200] [Abb. 4.30ff]. *Nach theoretischen Betrachtungen und Sichtung der experimentellen Ergeb-*

⁶ S. Bonk, KIT, Karlsruhe: Persönliche Kommunikation

nisse kann an dieser Stelle festgehalten werden, dass in Bezug auf hochreines W für Materialien mit technischer Reinheit ein Anstieg der Peierls-Energie zu verzeichnen ist. Die in der vorgelegten Ausarbeitung abgeschätzte Peierls-Energie für die Kinkenpaarbildung 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 einem untergeordneten Stellenwert der chemischen Zusammensetzung bei der Diskussion dieser ausgegangen. In Abbildung 5.20b wird für die Gruppe der gewalzten Materialien neben der bereits bekannten Reduktion der Übergangstemperatur auch eine parallel hierzu erfolgende Verringerung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien beobachtet. Diese Tendenz ist nicht nur mit 0AS als Referenz klar identifizierbar, auch für die gewalzten Materialien untereinander: *Mit zunehmendem Umformgrad sinkt im Generaltrend sowohl die Übergangstemperatur als auch der Betrag der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie. Für die in Abbildung 5.20b eingetragenen Datenpunkte zu 0AS, 1,7WR – 4,1CR wird in erster Näherung ein linearer Zusammenhang zwischen beiden Kenngrößen konstatiert.* In Anbetracht, dass die Temperatur in eine Form von thermischer Energie übersetzt werden kann, ist diese Korrelation stringent.

Aus der Verteilung der Datenpunkte zu den gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR in Abbildung 5.20b 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 1,7WR geht mit einer Arrhenius-Aktivierungsenergie von $1,27 \pm 0,14$ einher. Dies entspricht 48 % des Ergebnisses für 0AS; $-1,38 \text{ eV}$. Auch bei Betrachtung des jeweils vorausgehenden Zustands bewirkt der Walzschrift $0AS \rightarrow 1,7WR$ relativ sowie auch absolut die umfangreichste Reduktion der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie; relativ gesehen jedoch gleichgestellt $3,3WR \rightarrow 4,1CR$. Die Materialien 2,5WR; 2,9WR und 3,3WR besitzen nochmals leicht reduzierte BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien.

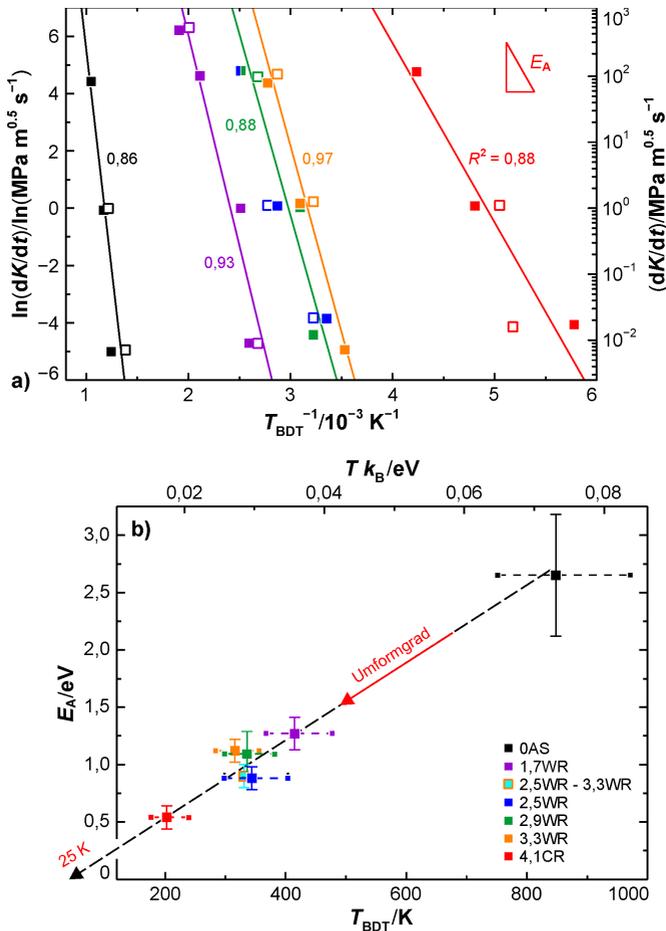


Abbildung 5.20: BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien. In Diagramm (a) sind die logarithmierten Lastraten dK/df über dem Kehrwert der resultierenden BDT-Temperaturen T_{BDT} aufgetragen. Es sind die Ergebnisse nach dem 2%-Kriterium (gefüllte Symbole) und dem Mittellinienkriterium (offene Symbole) eingetragen. Die Regressionsgeraden entsprechen dem Ergebnis nach dem kombinierten Ansatz. In (b) sind BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien E_A nach dem kombinierten Ansatz über der jeweiligen BDT-Temperatur T_{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 Variation der Lastrate auf $0,01$ bzw. $100 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$.

Wie bereits für die Übergangstemperaturen beschrieben, sind auch die die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in Gruppe (ii) sehr ähnlich; vgl. Tabelle 5.3 /S. 212. Auch ist die Tendenz einer abnehmenden BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie für 2,5WR – 3,3WR nicht nachweisbar: Material 2,5WR zeigt unter der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ den BDT bei einer Temperatur von 344 K und besitzt eine BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von $0,92 \pm 0,10 \text{ eV}$. Für 2,9WR werden 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 Betrachtung von 2,5WR – 3,3WR mit dem Ziel der Ableitung einer gemeinsamen Übergangstemperatur sowie BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie für die Materialien aus Gruppe (ii) ergibt 331 K und $0,90 \pm 0,10 \text{ eV}$. Dieses Gruppenergebnis ist in Abbildung 5.20b in Cyan eingetragene und in unmittelbarer Nähe der Trendlinie. Im weiteren Verlauf dieser Ausarbeitung wird hinsichtlich 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 $0,54 \pm 0,10 \text{ eV}$ etwa 60 % diesem und lediglich 20 % der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von 0AS. *Diese Ergebnisse belegen, dass mit zunehmendem Umformgrad immer weniger thermische Energie für die Aktivierung des ratenlimitierenden Prozesses der Rissspitzenplastizität am BDT aufgewendet wird.*

Die verformungsinduzierte Abnahme des thermischen Beitrags bei der Aktivierung der Rissspitzenplastizität am BDT darf jedoch nicht als eine Zunahme der Wahrscheinlichkeit der Überwindung der Peierls-Barriere pro Versuch ausgelegt werden; vgl. Gleichung 2.3 /S. 39. Parallel zur Senkung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie sind auch die reduzierten Übergangstemperaturen von 1,7WR – 4,1CR zu berücksichtigen. Aus der in Abbildung 5.20b ersichtlichen, in erster Näherung als lineare zu bezeichnenden, Korrelation beider Größen kann eine Trendgerade mit konkreter Steigung konstruiert 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 – siehe obere Achsenbeschriftung in Abbildung 5.20b – ist auch die Wahrscheinlichkeit der erfolgreichen Überwindung der

Peierls-Barriere pro Versuch an den BDT-Temperaturen der verschiedenen Materialien identisch; Änderungen im präexponentiellen Faktor sollen an dieser Stelle vernachlässigt werden. Diese Schlussfolgerung erscheint plausibel, da die Regressionsgerade in Abbildung 5.20b auf der verformungsinduzierten Entwicklung der BDT-Temperatur bei gleichbleibender Lastrate beruht. Die in erster Näherung konstante Wahrscheinlichkeit wird ein erstes Indiz gegen einen grundlegenden Wandel beim ratenlimitierenden Prozess gewertet: Eine unveränderte Lastrate bedarf keiner Korrektur der Nettorate der Kinkenpaarbildung.

Unter konstanter Verformungstemperatur wird die Gibbs-Energie der Aktivierung eines gegebenen Materials in erster Näherung über die im Experiment aufgezwungenen plastischen Dehnraten determiniert. Im Kontrast dazu ist die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie auf dem ersten Blick losgelöst von der Wahl der Lastraten zu betrachten, sofern es durch die Variation in der Lastrate zu keinem Wechsel des ratenkontrollierenden Mechanismus kommt. Auf dem zweiten Blick ist die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie in Abbildung 5.21 sehr wohl – wenn auch indirekt – eine von der Lastrate beeinflusste Größe. Die ratenabhängige Natur äußert sich in der Verschiebung der zugehörigen Übergangstemperatur bei gleichbleibendem Betrag der 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 Dehnratenrate einstellt, für welche die Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung berechnet wurde.* In der vorgelegenen Ausarbeitung sind die BDT-Temperaturen anhand von Ergebnissen aus bruchmechanischen Experimenten ermittelt worden. Durch die Lokalisierung der plastischen Verformung auf das Materialvolumen unmittelbar vor der Risspitze ist die plastische Dehnratenrate bei der gewählten Herangehensweise nicht direkt zugänglich; vgl. Kapitel 4.4.2 /S. 148 bezüglich einer Übersicht der Einflussgrößen, die bei der Einschätzung der wahren Dehnratenrate in der Prozesszone zu beachten sind. Nach *Hahn et al.* [346] [Gl. B7] ist die Lastrate, die der plastischen Dehnratenrate von *Brunner* [205] entspricht mit $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ approximiert worden. Eine detaillierte Betrachtung von experimentellen Einflussgrößen verdeutlicht, dass für

eine plastischen Dehnrate in der Prozesszone von $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ aller Wahrscheinlichkeit nach eine Lastrate leicht oberhalb von $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ anzusetzen ist. Somit sind die in dieser Arbeit ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien formal auf einer Horizontalen (Abbildung 5.21) zwischen den Übergangstemperaturen für $1,0$ und $100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ anzutragen. Es wird jedoch davon ausgegangen, dass sich die korrekte Position klar näher an dem Datenpunkt für $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ befindet. Die Verschiebung der BDT-Temperatur mit Änderung der Lastrate im Bereich $0,01 - 100 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ ist an den waagerechten Antennen ablesbar, die an den Datenpunkten angekoppelt sind. Da keine wahre Dehnrate in der Prozesszone spezifiziert werden kann, bilden die Übergangstemperaturen der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ die Grundlage der nachfolgenden Betrachtungen.

Abbildung 5.21: Vergleich von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien und Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung. 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 Kinkenpaarbildung ΔG^* über der Temperatur T aufgetragen (beide Kenngrößen für eine approximierete plastische Dehnrate $d\varepsilon_{\text{pl}}/dt$, die den Experimenten von Brunner *et al.* [50] entspricht). Farbige und schwarze Quadrate sind BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien dieser Arbeit. Erwartungswerte der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung: Schwarze durchgezogene Linie entsprechend der Arbeit von Brunner [205], vgl. Kapitel 4.4.2 /S. 149. Für die Berechnung der schwarzen Strichlinie nach dem Ansatz von Kocks *et al.* [383] siehe Gleichung 5.1 bzw. 5.2. Die kombinierten schwarze Referenzlinien sind nach Brunner [205] und Kocks *et al.* [383] gemäß Gleichung 5.2 konstruiert worden. Aktivierungsenergien aus der Literatur sind in Grau dargestellt. Gibbs-Energien der Aktivierung: Bonk [200]: Sterne, gefüllt; Kappacher *et al.* [248]: Sterne, halb gefüllt; Rose *et al.* [49]: 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.* [234]: Quadrat, untere Hälfte gefüllt; Bonnekoh *et al.* [28]: Quadrat, diagonal unten links gefüllt; Chilton *et al.* [230]: Kreis, offen mit Diagonalen; Giannattasio *et al.* [14, 53]: Kreis, untere Hälfte gefüllt; Quadrate, offen, offen mit Diagonalen und gefüllt; Harmon [27]: Kreis, offen; Magnusson *et al.* [231]: Kreis, gefüllt; Németh *et al.* [241]: Kreis, rechte Hälfte gefüllt; Oude Vrielink *et al.* [384]: Kreis, obere Hälfte gefüllt; Riedle [52] und Gumbsch *et al.* [55]: Quadrat, obere Hälfte gefüllt; Rupp *et al.* [244]: Quadrate, linke Hälfte gefüllt; Quadrate, rechte Hälfte gefüllt; Tarleton *et al.* [110]: Quadrat, rechte Seite gefüllt.

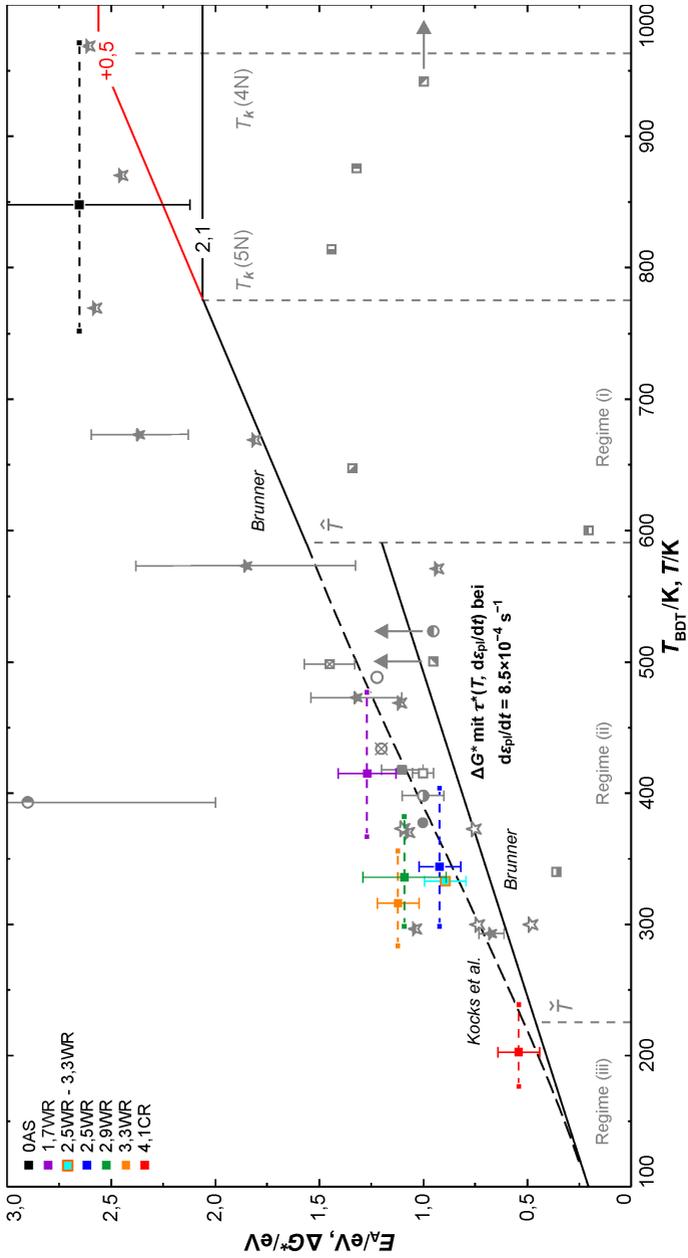


Tabelle 5.4: BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in W. Neben Informationen zum experimentellen Aufbau ist die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie E_A angegeben. Die ausgewiesenen Übergangstemperaturen T_{BDT} sind für eine Dehnrate von $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (Probengeometrien ohne Kerbe oder Anriss sind durch Kreissymbole hervorgehoben) bzw. die Lastrate von $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ (Experimente an gekerbten bzw. angerissenen Proben sind als Quadrate dargestellt) inter- und zum Teil extrapoliert worden. In der ersten Spalte ist das Symbol ausgewiesen, welches in Abbildung 5.21 Verwendung findet.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Definition BDT-Temperatur	T_{BDT} /K	E_A /eV
<i>Abernethy et al.</i> [233] 	einkristallin; bestrahlt: Dosis von 1,67 dpa bei 1173 K in 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 Spannungsensitivität; SEM-Analyse der Bruchflächen	1150 extrapoliert	0,99; 2019
<i>Ast et al.</i> [234] 	einkristallin	Mikrobiegebalken; FIB-Kerbe; {100}<001> Riss-system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsensitivität; Auswertung des J-integrals; BDT-Temperatur in Mikroproben niedriger als in makroskopischen Proben [234]; Möglicherweise ist die Nukleation von Versetzungen an den freien Oberflächen für diesen Effekt verantwortlich [385]	340 interpoliert	0,36; 2018

<i>Bonnekoh et al.</i> [33] ■	polykristallin; rekristallisiert; Blech, gewalzt; technisch rein	SE(T); EDM-Kerbe L-T Rissystem	2%-Kriterium	850	1,34 ±0,04; 2020
<i>Chilton et al.</i> [230] ☒	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> [14] ●	polykristallin; 99,99 % rein	4P-Biegebalken; nicht gekerbt	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungssensi- tät	400 interpoliert	1,0 ±0,1; 2010
<i>Giannattasio et al.</i> [53] ■	polykristallin; feinkörnig; 99,99 % rein	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungssensi- tät	420 interpoliert	1,1 ±0,1; 2007
<i>Giannattasio et al.</i> [14] ☒	polykristallin; heißverformt; technisch rein	4P-Biegebalken; EDM Kerbe	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungssensi- tät	500 interpoliert	1,45 ±0,12; 2010
<i>Giannattasio et al.</i> [53] □	einkristallin; wie gewachsen	4P-Biegebalken; EDM-Kerbe; {100}{001} Rissystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungssensi- tät	415 interpoliert	1,0 ±0,04; 2007
<i>Harmon</i> [27] ○	polykristallin; rekristallisiert	Zugprobe; nicht gekerbt	Temperatur, bei der die Bruch einschnürung 1 % übersteigt	490 interpoliert	1,2*; 1960
<i>Magnusson et al.</i> [231] ●	polykristallin; wie verformt; Stab, rundgehämmert	Zugprobe; nicht gekerbt	Temperatur, bei der sich die Kurve (Bruch einschnürung) erstmalig auf einen spröden Wert einpendelt	380 interpoliert	1,0; 1957

Tabelle 5.4 (Fortsetzung): BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien in W

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Definition BDT-Temperatur	T_{BDT} /K	E_A /eV
<i>Németh et al.</i> [232] 	polykristallin; rekristallisiert; technisch rein	4P-Biegebalken; nicht gekerbt	tieftste Temperatur, bei der plastische Verformung im makroskopischen Umfang beobachtet wird	400 interpoliert	2,9; 2015
<i>Oude Vrielink et al.</i> [384] 	Simulation; polykristallin	Simulation der Kristallplastizität; Gewählte Peierls- Energie 1,75 eV	Temperatur an der die Bruchdehnung 1 % über- schreitet	520	0,91; 2020
<i>Riedle</i> <i>Gumbsch et al.</i> [52, 55] 	einkristallin; hochrein	3P-Biegebalken; angerissen; {110}{110} Riss- system	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	600 extrapoliert	0,2; 1995
<i>Rupp et al.</i> [235] 	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
<i>Rupp et al.</i> [235] 	polykristallin; wie gewalzt; Stab, gesintert und gewalzt;	3P-Biegebalken; EDM-Kerbe poliert; R-L Rissystem	Temperatur am Maximum der kritischen Spannungsintensität	810 interpoliert	1,44; 2011
<i>Tarleton et al.</i> [110] 	Simulation; einkristallin	DDD-Simulation der Spannungsintensität vor einer Risspitze; Gewählte Peierls- Energie 1,75 eV	tieftste Temperatur bei der die Bruchbedingung nicht erreicht wird	648 interpoliert	0,95; 2009

Tabelle 5.5: Gibbs-Energien der Aktivierung für W aus Dehnratenwechselversuchen. Es sind die experimentellen Randbedingungen beschrieben und das Symbol hinsichtlich der Zusammenstellung Abbildung 5.21 ausgewiesen. Die Ergebnisse aus der Studie von *Brunner et al.* [80, 205] sind in Abbildung 5.21 nicht als Einzelwerte, sondern als Trendlinie wiedergegeben.

Referenz	Material	Experimenteller Aufbau	Experimentelle Parameter
<i>Bonk et al.</i> [199, 200] ★	ultrafeinkörnig; wie gewalzt; Blech, warm- und kaltgewalzt; technisch rein	Zugversuche; Zugachse parallel zur Walzrichtung	Raumtemperatur bis 800 K; Dehnratensprung bei 2 %; Dehnratensprung von 1×10^{-3} auf 1×10^{-4} s ⁻¹ und zurück; Gibbs-Energien der Aktivierung berechnet für 1×10^{-3} s ⁻¹ ; 2018
<i>Brunner et al.</i> [80, 205] ■	einkristallin; hochrein (5N)	Zugversuche und Spannungrelaxation; Easy-Glide Orientierung	50 bis 800 K plastische Dehnrate von $8,5 \times 10^{-4}$ s ⁻¹ ; 2000
<i>Kappacher et al.</i> [248] ★	polykristallin; ultrafeinkörnig; wie verformt; Scheibe, verformt mittels High-Pressure Torsion (HPT); technisch rein	Nanoindentierungen	Raumtemperatur bis 1073 K; Dehnratensprung nach 300 nm Verschiebung; Dehnratensprung von 4×10^{-1} zu 4×10^{-2} s ⁻¹ und zurück; Gibbs-Energien für $0,4$ s ⁻¹ berechnet; 2021
<i>Rose et al.</i> [49] ★	einkristallin	Zugversuche; verschiedene Orientierungen	300 K und 373 K; Dehnratensprung bei 0,2 und 6 %; Dehnraten von 4×10^{-2} bis 4×10^{-5} s ⁻¹ ; Gibbs-Energien der Aktivierung berechnet für $4,2 \times 10^{-4}$ s ⁻¹ ; 1962

In Abbildung 5.21 ist der Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung durch schwarze durchgezogene Geraden repräsentiert; vgl. Abbildung 4.19 /S. 149. Ausgelöst durch den Wechsel im Modell – also durch die Anwendung des LT-Modells bis etwa 600 K zum einen und die Nutzung des EI-Modells bei höhere Verformungstemperaturen zum anderen – resultiert an der sogenannten *Upper Bend-Temperatur* eine Sprungstelle in dem Erwartungswert für die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie für die Kinkenpaarbildung. Oberhalb der Knietemperatur nimmt die Gibbs-Energie der Aktivierung einen Plateauwert äquivalent der Peierls-Energie an. Unter den von *Brunner* [205] gewählten Randbedingungen wird in ebendiesem Bericht die Knietemperatur in einkristallinem W mit hoher Reinheit mit 775 K ausgewiesen [205] [Tab. 1]. In Abbildung 5.21 sind die ermittelten BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien, die Rahmen der vorgelegten Ausarbeitung experimentell ermittelt worden sind, als farbige Datenpunkte eingetragen. Eine Ausnahme bildet das Ergebnis für den Sinterling 0AS: Dieses wird durch einen schwarzen Datenpunkt repräsentiert. Wie bereits oben andiskutiert, entspricht die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von 0AS mit $2,65 \pm 0,53$ eV der erwarteten Peierls-Energie von hochreinem W (5N) (2,1 eV) bei Addition von zusätzlich 0,5 eV, um den Effekt einer reduzierten Reinheit abzubilden. *Als Konsequenz der Zunahme der Peierls-Energie ist auch die Knietemperatur (4N) zu höheren Temperaturen verschoben*; bei gleichbleibender Dehnrage. Diesem Faktum wird in Abbildung 5.21 durch eine Verlängerung der Trendlinie für Regime (i) bis zum Schnittpunkt mit der modifizierten Peierls-Energie von 2,6 eV Rechnung getragen. Die Knietemperatur für W (4N) wird nach dieser Methodik um 960 K gefunden. Die sich unter der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ einstellende Übergangstemperatur des Sinterlings 0AS von 850 K liegt somit etwa 100 K unterhalb der prognostizierten Knietemperatur; vgl. Tabelle 5.3 /S. 212. Nach einem Vergleich der Trendline für die Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung und dem Datenpunkt für 0AS in Abbildung 5.21 wird festgestellt, dass die ermittelte BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie um ungefähr 0,40 eV den Erwartungswert übersteigt.

Für Materialien mit einer BDT-Temperatur unterhalb der Knietemperatur sollte der Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die Gibbs-Energie der Aktivierung zu vernachlässigen sein [248] [Abb. 6]. Dies betrifft in der

vorgelegten Ausarbeitung die Materialien 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 Kinkenpaarbildung verglichen. Mit einer BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie von $0,54 \pm 0,10$ eV ist der rote Datenpunkt in Abbildung 5.21 nur wenig oberhalb der Referenzlinie nach Brunner [205] positioniert. Die Differenz „Soll“ zu „Ist“ beträgt lediglich 0,13 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

- Rissspitzenplastizität auch während eines Versuchs unterhalb von Raumtemperatur durch die Kinkenpaarbildung limitiert ist, und
- die UFG Mikrostruktur der hochgradig umgeformten W Materialien dieser Arbeit 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 1,7WR – 3,3WR im Trend von der Referenzlinie nach Brunner [205] abweichen und vor einer finalen Bewertung eine Klärung der Ursache hierfür angestrebt wird.

Wird der Verlauf der Datenpunkte für 1,7WR – 4,1CR linear angenähert ergibt sich nach Abbildung 5.20b, dass mit der Reduktion der Übergangstemperatur auch eine Abnahme der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie erfolgt. 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 Abbildung 5.21 geht hervor, dass im Trend die Differenz zwischen den Erwartungswerten beruhend auf Brunner [205] und den gemessenen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien mit steigender BDT-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.

Die Tendenz einer Divergenz zwischen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Gibbs-Energie der Aktivierung mit dem Anstieg der Temperatur könnte einer fehlerhaften Einschätzung der plastischen Dehnrate an der Riss Spitze zugrunde liegen. *Die Wahl einer zu schnellen plastischen Dehnrate 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 Dehnrate 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 Dehnrate im Experiment und der Datenbasis für die Berechnung des Verlaufs der Gibbs-Energie [205] mutmaßlich in Abbildung 5.21 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 Dehnrate 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 Referenzdehnrate in Übereinstimmung mit der aus Abbildung 5.21 ableitbaren Tendenz.

Die Abweichung zwischen BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergie und Gibbs-Energie der Aktivierung ist für 1,7WR – 3,3WR zum Teil erheblich. In Abbildung 5.22 ist der Versuch unternommen worden, die Differenzen zwischen Mess- und Erwartungswerten vor dem Hintergrund einer unpräzisen Einschätzung der plastischen Dehnrate in der Prozesszone zu erklären. Unter Zuhilfenahme der Kennwerte aus Brunner [205] sind Verläufe der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung konstruiert worden, welche die Ratenabhängigkeit des thermischen Beitrags widerspiegeln. *Für die Konstruktion des Kennlinienfeldes wurde sich die von Hollang et al. [155] [Abb. 10] an Mo-Einkristallen getätigte Beobachtung zunutze gemacht, dass die Knettemperatur ein sogenanntes Arrhenius-Verhalten zeigt.* In der gleichen Publikation [155] können auch Anhaltspunkte über die Beziehung

zwischen Knettemperatur und Upper-Bend-Temperatur gefunden werden. An der Upper-Bend-Temperatur tritt nach *Brunner* [205] ein Sprung in der Gibbs-Energie der Aktivierung der Kinkenpaarbildung auf. *Aus den Daten von Hollang et al.* [155] [Abb. 11] wird geschlossen, dass die Upper-Bend-Temperatur eines gegebenen Materials als ratenunabhängiger Faktor der Knettemperatur ausgedrückt werden kann. In einkristallinem Mo mit hoher Reinheit (5N) beträgt dieser Faktor 0,82; in W-Einkristallen (5N) 0,75; vgl. Ref. [205] [Abb. 1]. *Da zwischen der Knettemperatur und Upper-Bend-Temperatur eine lineare Abhängigkeit besteht, folgt somit auch die Upper-Bend-Temperatur einer Arrhenius-Beziehung.*

In Abbildung 5.22 ist die Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung über der Verformungstemperatur für plastische Dehnraten zwischen 1×10^{-8} und 1 s^{-1} dargestellt. Die Konstruktion gestaltete sich wie folgt:

- i. Die Verschiebung der Knettemperatur und Upper-Bend-Temperatur in Bezug auf die Positionen für die Dehnraten $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ wurden bestimmt.
- ii. Die Gibbs-Energie der Aktivierung an der Knettemperatur entspricht der Peierls-Energie und ist unabhängig von der Dehnraten. Auch die Gibbs-Energie der Aktivierung, die mit der Upper-Bend-Temperatur verknüpft ist, wurde als konstant festgelegt. Dies kann mit dem Sachverhalt begründet werden, dass die effektiven Schubspannung am Upper-Bend in einkristallinem Mo ebenfalls konstant ist [155] [Abb. 11].
- iii. Die so berechneten Datenpunkte wurden gemäß *Brunner* [205] mit Geraden verbunden, welche sich unabhängig von der plastischen Dehnraten an der Koordinate (0 K, 0 eV) schneiden.

In der Theorie lassen sich nach diesem Vorgehen Verläufe der Gibbs-Energie der Aktivierung für beliebige Dehnraten 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.* [155] zu Mo-Einkristallen definiert, welche plastische Dehnraten $5,9 \times 10^{-7} - 1,7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ abdecken. Das Maximum von

$1,7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ist zwei Größenordnungen geringer als die Dehnrates von 1 s^{-1} , welche das Kennlinienfeld in Abbildung 5.22 zum dynamischen Regime abgrenzt. Es kann an dieser Stelle jedoch davon ausgegangen werden, dass sich der Arrhenius-Zusammenhang über das gesamte quasistatische Regime erstreckt. Abbildung 5.22 zeigt Trendlinien der quasistatischen Belastung in Schwarz. Die von *Hollang et al.* [155] als Minimum gewählte plastische Dehnrates ist mit $5,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ bereits deutlich niedriger als die untere Grenze des quasistatischen Regimes, die *Meyers* [15] [Abb. 12.2] auf 10^{-5} s^{-1} festlegt. In der Arrhenius-Auftragung für einkristallines Mo wird jedoch auch die Knettemperatur für $5,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ durch die Fortsetzung des linearen Trends aus dem quasistatischen Regime korrekt prognostiziert [155] [Abb. 10]. *Es darf daher davon ausgegangen werden, dass die plastische Verformung bei dieser Dehnrates weiterhin von der Kinkenpaarbildung kontrolliert ist.* Für $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$, der Dehnrates, welche das Kennlinienfeld in Abbildung 5.22 nach links abschließt, ist somit keine signifikante Abweichung von den Zusammenhängen des quasistatischen Regimes zu erwarten.

Für die Diskussion hinsichtlich eines möglichen Fehlrteils in Bezug auf die angenommene Wechselbeziehung zwischen Anstieg der Spannungsintensität und der plastischen Dehnrates in der Prozesszone sind in Abbildung 5.22 die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien von 1,7WR, 2,5WR – 3,3WR und 4,1CR an den Übergangstemperaturen für die Belastung $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ eingezeichnet. Sowohl die Datenpunkte als auch die abgeleitete Trendlinie sind rot hervorgehoben. Bei der Bestimmung der Regressionsgeraden wurde der Durchgang im Koordinatenursprung festgelegt; d. h. die Berechnung erfolgte mit (0 K, 0 eV) als Stützstelle. *Die rote Trendlinie in Abbildung 5.22 verläuft geringfügig oberhalb der Kennlinie, welche die Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung bei der plastischen Dehnrates $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ repräsentiert. In Kapitel 4.4.2 /S. 148 war auf Basis der Beziehung aus Hahn et al. [346] [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 für die plastische Dehnrates der Prozesszone. Zwar ist bereits in Kapitel 4.4.2 /S. 148*

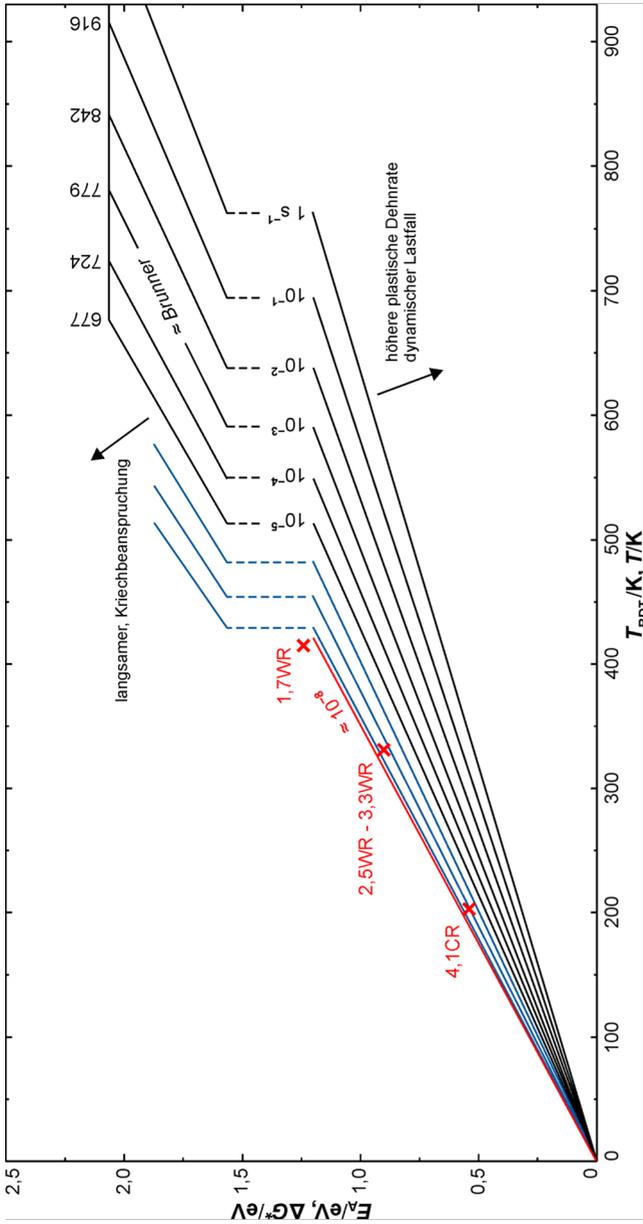


Abbildung 5.22: Dehnratenabhängigkeit der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung. Es ist die Gibbs-Energie der Aktivierung ΔG^* über der Verformungstemperatur T aufgetragen. Von links nach rechts steigt die Dehnrates um eine Größenordnung an. Schwarze Linien kennzeichnen quasistatischen Belastung [15] [Abb. 12.2]. Blaue Linien zeigen die Verläufe für Dehnrates unterhalb des quasistatischen Bereiches; hier als Kriechbeanspruchung bezeichnet. Die rote Regressionsgerade wurde aus den BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien von 1,7WR, dem Gruppenwert 2,5WR – 3,3WR und 4,1CR gebildet; unter der Vorgabe, dass die Trendlinie den Koordinatenursprung schneidet.

ausgeführt, dass eine nicht modifizierte Übernahme der Lösung von *Hahn et al.* [346] wahrscheinlich die wahre Dehnrate in der Prozesszone überschätzt, jedoch war diese Aussage vor dem Hintergrund einer Toleranz im Rahmen einer Größenordnung getroffen worden. In diesem Kontext wurde der Verzicht auf einen scharfen Anriss, die Unsicherheit über den wahren Geometriefaktor, sowie das Gleichsetzen von totaler und plastischer Dehnrate angesprochen. Nach bestem Wissen sollten diese möglichen Fehlerquellen jedoch keine Differenz im Umfang von fünf Größenordnungen hervorrufen.

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 Dehnrate in der Prozesszone wider, welche mindestens drei, eher vier Größenordnungen zu niedrig ist. Nach *Meyers* [15] [Abb. 12.2] ist eine quasistatische Versuchsführung als eine Belastung in dem Dehnratenintervall $1 - 1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ definiert. *Eine Einordnung der nach Abbildung 5.22 ermittelte Dehnrate von $1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ zeigt, dass eine Belastung dieser Art typisch für Zeitstandversuche [386] ist und nicht mit der Versuchsführung in dieser Ausarbeitung in Einklang zu bringen ist. Es wird gefolgert, dass die in Abbildung 5.21 beobachtete Unterschätzung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien durch die Referenzlinie nicht alleinig durch ein Fehlurteil bei der Prognose der wahren plastischen Dehnrate in der Prozesszone zu begründen ist.* Aus dieser Aussage sollte andererseits nicht geschlossen werden, dass ein Beitrag einer zu niedrig eingeschätzten wahren Dehnrate in Gänze zu verwerfen ist.

Seeger [201] folgend, basiert der in Abbildung 5.21 gezeigte Verlauf der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung in Regime (i) auf dem EI-Modell sowie in Regime (ii) und (iii) auf Berechnungen im Rahmen der Anwendung des LT-Modells. *Den Ausführungen von Kiener et al.* [185] [Gl. A12] *zum ratenlimitierenden Prozess der plastischen Verformung von krz Metallen kann entnommen werden, dass das LT-Modell zwischen 35 % und 80 % der Knietemperatur keine Anwendung finden sollte.* Für die plastische Dehnrate $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und der damit verknüpften Knietemperatur von 775 K umfasst das Temperaturfenster nicht valider Ergebnisse den Bereich 230 – 620 K. *Davon sind in erster Näherung alle Gibbs-Energien der Aktivierung in Regime (ii) betroffen. Die in Abbildung 5.21 eingezeichneten*

durchgezogene schwarze Trendlinie im Bereich 230 – 620 K muss somit als Referenz in Zweifel gezogen werden. Dies gilt ebenso für die korrespondierenden Segmente der Trendlinien in Abbildung 5.22. 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 dem Regime (ii) zugeordnet⁷.

Eine finale Beurteilung der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien hinsichtlich der Kontrolle der Kinkenpaarbildung in UFG W erfordert in Regime (ii) eine gültige Referenz. In Abbildung 5.21 sind als Resultat maximaler Recherchebemühungen – neben den Ergebnissen der aktuellen Ausarbeitung – eine Vielzahl weiterer BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus vorherigen Studien angegeben. Datenpunkte, die auf dem Literaturstudium beruhen sind in Grau ausgeführt. Mit Abbildung 5.21 ist erstmals eine aussagekräftige Übersicht zu experimentelle BDT-Arrhenius Aktivierungsenergien geschaffen worden; für W im Speziellen und nach bestem Wissen ebenso für krz Metalle im Allgemeinen. Die Einzigartigkeit der Datenaufbereitung für Abbildung 5.21 beruht auf der erstmaligen 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 Abbildung 5.21 zeigen kreisförmigen Datenpunkten an, dass in der betreffenden Studie ein Probentyp ohne Anriss oder Kerbe verwandt wurde. Diese BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien sind an der jeweiligen Übergangstem-

⁷ Das Elastic Interaction (EI)-Modell ist nur bei niedrigen effektiven Schubspannungen (bis etwa 5 % der Peierls-Spannung) anzuwenden [185]. Das Linienspannungsmodell (LT) führt erst bei verhältnismäßig hohen Beträgen (ab ungefähr 30 % der Peierls-Spannung) zu validen Ergebnissen. In dem Bereich der moderaten effektiven Schubspannungen, d. h. 5 – 30 % der Peierls-Spannung, sind beide Modelle nicht valide. In Temperaturen übersetzt bedeutet dies, dass das LT-Modell erst bei Verformungen unterhalb 30 % der Knettemperatur anwendbar ist und das EI-Modell erst bei Materialtemperaturen oberhalb von 80 % der Knettemperatur.

peratur eingetragen, die mit der Dehnrates $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ einhergeht. Bruchmechanisch gewonnene Ergebnisse werden durch quadratische Symbole repräsentiert. Nach der Näherungslösung von *Hahn et al.* [346] [Gl. B7] sind die Ergebnisse dieser Gruppe an den Übergangstemperaturen eingezeichnet, die nach der Normierung der Lastrate auf $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ berechnet worden ist. *Die Verknüpfung von BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien aus Zug- und Biegeversuchen mit den Ergebnissen von Versuchen aus dem Bereich der Bruchmechanik ist als ein weiteres Alleinstellungsmerkmal der vorgelegten Ausarbeitung hervorzuheben.* Eine Diskussion von möglichen Fehlerquellen bei der Umrechnung zwischen dem Anstieg der Spannungsintensität und der Dehnrates ist in Kapitel 4.4.2 /S. 148 vorgenommen worden.

Neben den Geraden nach *Brunner* [205] enthält Abbildung 5.21 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 Dehnrates- und Temperatursensitivität der CRSS unter den gewählten Verformungsbedingungen; vgl. *Argon* [84] [Gl. 4.63]. Kurzbeschreibungen dieser Studien sind in Tabelle 5.5 dargereicht. Im Hinblick auf die für Abbildung 5.21 angestrebte Vereinheitlichung der Ergebnisse für die Dehnrates zu $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ sind die Daten aus *Bonk* [200] ohne Konvertierung zu nutzen. Auch die Ergebnisse von *Rose et al.* [49] sollten bei direkter Übernahme nur mit einem vernachlässigbaren Fehler behaftet sein. Die Dehnrates ist im Bericht von *Rose et al.* [49] mit $4,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ angegeben. Eine größere Differenz wird in Bezug auf die Ergebnisse aus *Kappacher et al.* [248] erwartet. In der angeführten Studie wurden die Gibbs-Energien der Aktivierung für die Dehnrates von $0,4 \text{ s}^{-1}$ berechnet⁸. 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 erforder-

⁸ *J. Kappacher*, Montanuniversität Leoben, Leoben: Persönliche Kommunikation

lich. Vor diesem Hintergrund ist festzustellen, dass den Datenpunkten von *Kappacher et al.* [248] ein geringeres Gewicht bei der Bewertung der Gesamtsituation entgegenzubringen ist.

Nach diesen Vorarbeiten wird mit *Abbildung 5.21* die bislang umfangreichste Datensammlung zum BDT in *W* präsentiert. Hierdurch können mehrere essentielle Befunde abgeleitet werden:

- 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.
- 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 (dargestellt als quadratische Symbole) zeichnen ein konsistentes Bild.
- Die Gibbs-Energien der Aktivierung aus Dehnratenwechselversuchen (Symbole mit Sternkontur) fügen sich zumeist in das gemeinsame Band der BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien ein.
- Das Band zwischen 220 – 600 K weist die eindeutige Tendenz auf, mit steigender Temperatur von der bisher als Referenz ausgelegten Trendlinie nach *Brunner* [205] abzuweichen.
- Nach der Betrachtung der in *Abbildung 5.21* dargestellten Datenlage 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 Upper-Bend-Temperatur soll als wichtiger Kritikpunkt an dem bisher betrachteten Referenzverlauf nochmals hervorgehoben werden. Nach *Brunner* [205] ist sowohl mit dem Upper-Bend als auch Lower-Bend eine Änderung der Peierls-Energie verknüpft; vgl. *Abbildung 4.19b* /S. 149. Diesbezügliche Interpretationen von *Seeger* [387, 388] sind nach heutiger Kenntnislage jedoch kritisch zu hinterfragen. Hier ist in erster Linie der postulierte Wech-

sel der Ebene der Kinkenpaarbildung und die Transformation des Versetzungskerns zu nennen. Es wird in dieser Arbeit die Position vertreten, dass die Kinkenpaarbildung in W und damit das Gleiten der Schraubenversetzung ausschließlich auf den kristallographischen Ebenen vom Typ $\{110\}$ erfolgt; vgl. hierzu u. a. die Arbeiten von *Gröger et al.* [177] und *Srivastava et al.* [191]. Gleitlinien entlang $\{112\}$ -Ebenen sind zufolge *Srivastava et al.* [191] auch durch das Gleiten auf $\{110\}$ -Ebenen zu erklären. *Marichal et al.* [192] gelang es experimentell eine direkte Korrelation zwischen dem Gleiten auf $\{110\}$ -Ebenen und der Ausbildung von $\{112\}$ -Gleitlinien zu dokumentieren. Damit spricht vieles für die vom *Šesták et al.* [389] [Abb. 14] skizzierte Annahme, dass in krz Metallen zwischen der realen atomistischen und der scheinbaren mikroskopischen Gleitebene zu differenzieren ist.

Mit der oben erfolgten Disqualifizierung des LT-Modells in Regime (ii) fehlt eine gültige Referenz vor dessen Hintergrund die BDT-Arrhenius-Aktivierungsenergien dieser Ausarbeitung hinsichtlich der Kinkenpaarbildung als postulierter ratenlimitierender Mechanismus der plastischen Verformung diskutiert werden kann. Damit dieses Defizit außer Kraft gesetzt wird, sind nachfolgend die BDT-Arrhenius Aktivierungsenergien in Regime (ii) vor dem Hintergrund eines phänomenologischen Ansatzes von *Kocks et al.* [383] [Gl. 43w] betrachtet worden; vgl. auch *Po et al.* [390]. Dieser Alternativansatz gibt die Entwicklung der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung in der Form

$$\Delta G^* = \Delta F^* \left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_p} \right)^{p \cdot q} \right] \quad (5.1)$$

wieder, wobei ΔF^* die Helmholtz-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung ist und der Spannungsquotient das Verhältnis von effektiver Schubspannung τ^* zur Peierls-Spannung τ_p ausdrückt. Bei der Wahl der Exponenten sind nach *Frost et al.* [391] [Gl. 2.8] die Wertebereiche $0 < p \leq 1$ und $0 \leq q \leq 2$ einzuhalten. Laut den Ausführungen von *Kocks et al.* [383] [Abb. 43-7] geben die Exponenten Hinweise zu der Geometrie der Peierls-Barriere. Diesem Zugang wird an dieser Stelle jedoch nicht weiter nachgegangen. *Stattdessen wird das Ziel verfolgt, unter Einhaltung der Werteberei-*

che und Anwendung von Gleichung 5.1, 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 Abbildung 5.21 im Hinblick auf die Lage der Datenpunkte in Regime (ii) geboten. Nach *Frost et al.* [391] [Abb. 2.3] kann bezüglich der Exponenten nicht ein Paar als die vollumfänglich passende Lösung erwartet werden. Eines der in *Frost et al.* [391] [Abb. 2.3] studierten Exponentenpaare mit guter Fitqualität besitzt die Werte: $p = 1$, $q = 2$. Werden diese in Gleichung 5.1 eingesetzt und weiterhin die Ergebnisse von *Brunner* [205] zur Helmholtz-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung sowie zur Peierls-Spannung in einkristallinem W angewendet, kann ein kontinuierlicher Übergang zwischen den Graden nach dem Linienspannungs- und dem Elastic-Interaction-Modell realisiert werden. Der auf Gleichung 5.1 ist in Abbildung 5.21 als schwarze Strichlinie wiedergegeben. Die hierfür benötigte Entwicklung der effektiven Schubspannung wurde in Anlehnung an Gleichung 4.17 /S. 138, über eine Parabelfunktion der Temperatur beschrieben; vgl. 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 zu erheben. In der verwendeten Formulierung ist die Zahlwertgleichung nur für eine Dehnrates von $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ valide, bzw. für Belastungen, die einer ähnlichen Dehnrates zuzuordnen sind. Dadurch ergibt sich eine stückweise Definition der Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung,

$$\Delta G^* = \begin{cases} 30,6 \times 8,617 \times 10^{-5} T & \text{in Regime (i)} \\ 2,1 \left[1 - \left[\frac{(28,8 - 0,029T)^2}{980} \right]^{(1)} \right]^2 & \text{in Regime (ii)} \\ 24 \times 8,617 \times 10^{-5} T & \text{in Regime (iii)} \end{cases} \quad (5.2)$$

wobei die Temperatur T in [K] einzusetzen ist und das Ergebnis der Gibbs-Energie der Aktivierung ΔG^* in [eV] ausgegeben wird.

Mit dem neuen Referenzverlauf für die Gibbs-Energie der Aktivierung für die Kinkenpaarbildung 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 Kinkenpaarbildung 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 [205] 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 Kinkenpaarbildung bescheinigt werden. Damit stützen nun auch Ergebnisse von 1,7WR – 3,3WR die bereits für 4,1CR getätigte Aussage, dass in UFG W die Kinkenpaarbildung den BDT kontrolliert bzw. den ratenlimitierenden Prozess der Rissspitzenplastizität an der Übergangstemperatur darstellt. Die Vermutung über einen Wechsel des Mechanismus ist für die in dieser Ausarbeitung untersuchten UFG Materialien zurückzuweisen.

Falsifikation der Ratenkontrolle der Stufenversetzung

Die auf die Verifikation der Kinkenpaarbildung als ratenlimitierenden Prozess der Rissspitzenplastizität hin ausgerichtete Methodik dieser Arbeit hat starke Argumente für die Korrektheit dieser Arbeitshypothese hervorgebracht. Nachfolgend wird überprüft, ob auch Anhaltspunkte gefunden werden können, die als Argumente für einen von der Bewegung der Stufenversetzung kontrollierten BDT in UFG W interpretiert werden können.

Das Gleiten der Stufenversetzung ist in krz Metallen ebenso wie die Bewegung der Schraubenversetzung thermisch aktiviert [392]. Die dennoch hohe Mobilität der Stufenversetzung in W [145] ist mit einer signifikant niedrigeren Peierls-Barriere zu erklären [168]. Diese wird übereinstimmend mit 0,2 eV angegeben [55, 81]. Wird die für die Konstruktion der Kennlinien in Abbildung 5.22 erarbeitete Methodik genutzt, die Temperatur zu bestimmen, ab der sich Stufenversetzungen in W athermisch verhalten, wird für quasista-

tische Bedingungen etwa 70 K als Lösung erhalten. Dieses Ergebnis liegt deutlich oberhalb der 10 K, die *Duesbery et al.* [393] für den Übergang thermisch-athermisch des Gleitens der Stufenversetzung ausweisen. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass 10 K die Situation in Mo widerspiegeln sollen. Wird der präexponentielle Faktor aus den Ergebnissen von *Brunner* [205] für einkristallines W und die Peierls-Energie für die Kinkendiffusion in einkristallinem Mo [155] [Tab. 3] als Berechnungsgrundlage genutzt, entspricht die gefundene Temperatur für den Übergang thermisch-athermisch in dem von *Hollang et al.* [155] studiertem Mo-Einkristall mit 11 K praktisch dem Ergebnis von *Duesbery et al.* [393]. *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 Rissspitzenplastizität identisch mit dem Mechanismus ist, der die globale plastische Verformung im Zugversuch determiniert, müsste ein Wechsel von der Kontrolle der Schrauben- zur Stufenversetzung auch in der Entwicklung der Temperatursensitivität der Streckgrenze für UFG W abzulesen sein; d. h. die Evolution des thermischen Anteil der CRSS über der Verformungstemperatur sollte deutlich von dem für einkristallinem oder grobkörnigem W bekannten Verlauf 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. Abbildung 2.5 /S. 34. Unter diesen Rahmenbedingungen müsste, die typischerweise mit der Kinkenpaarbildung assoziierte Krietemperatur mit dem thermisch-athermisch Übergang in der Mobilität der Stufenversetzung verknüpft sein.

Mittels Zugversuchen haben *Bonk et al.* [199] [Abb. 4] zwischen 200 – 1100 K die Entwicklung der Streckgrenzen für UFG W ermittelt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.23a wiedergegeben und referenzieren auf W Bleche, welche analog zu den Materialien 1,7WR – 4,1CR produziert wurden. *Die in Abbildung 5.23 gezeigten Verläufen demonstrieren eindeutig, dass (unter den gewählten Lastbedingungen) auch in UFG W die Streckgren-*

ze mit dem Unterschreiten von etwa 800 K zunimmt. Damit ist die Entwicklung der Streckgrenze in UFG W in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen für einkristallinem W [50] [Abb. 5]; siehe auch Ref. [199] [Abb. 4] für eine direkte Gegenüberstellung beider Materialklassen. Bei dieser Aussage ist die Parallelverschiebung des athermischen Anteils zu berücksichtigen. *Es wird somit als bewiesen angesehen, dass in den von Bonk et al. [199] untersuchten UFG W 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.* Mit einer von der Stufenversetzung kontrollierter Plastizität ist ein bis 70 K ähnlich zu dem für kfz Metalle beobachteten Materialverhalten zu erwarten, 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 sehr 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. Diese Sichtweise wird durch Abbildung 5.23b weiter untermauert. In diesem 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. [199]* in einem Diagramm kombiniert. Es sind nur die kritischen Spannungsintensitäten für Versuche mit semi-duktiler bzw. duktiler Materialantwort abgebildet. Bei dieser Auswahl wird ein hoher Grad der Übereinstimmung zwischen der Entwicklung von kritischer Spannungsintensität und Streckgrenze beobachtet.

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 weiterhin negative Ergebnisse gegen eine von der Stufenversetzung kontrollierten plastischen Verformung am BDT sprechen. *Ein weiteres Mal werden die Spekulationen über einen Wechsel im ratenkon-*

trollierenden Mechanismus des BDT durch das Einstellen einer UFG Mikrostruktur in *W* zurückgewiesen.

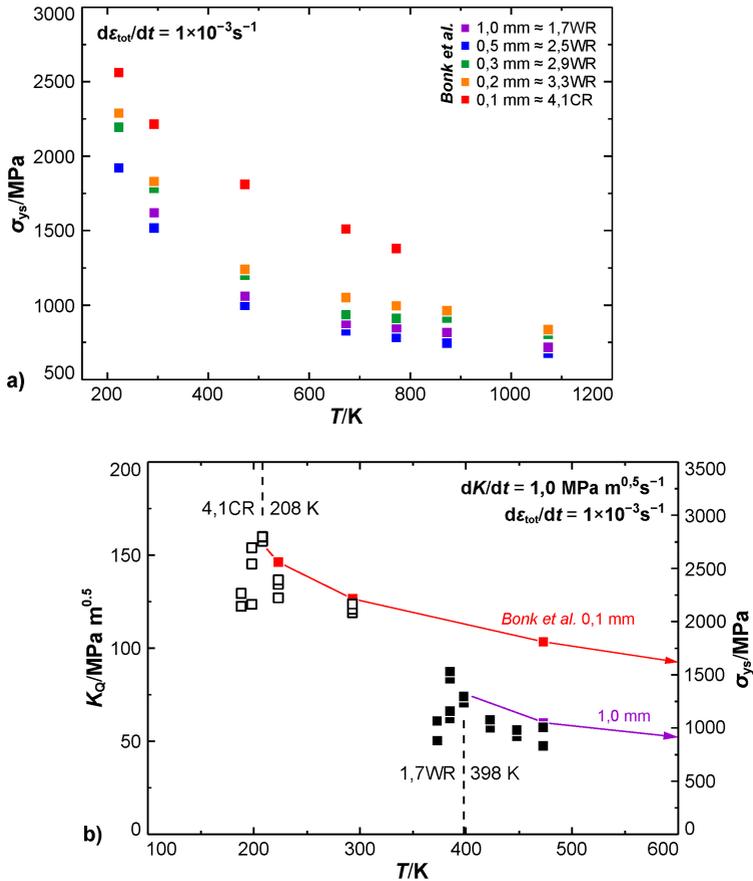


Abbildung 5.23: Vergleich von kritischer Spannungsintensität und Streckgrenze. In (a) ist die Streckgrenze σ_{ys} in weitestgehend äquivalent zu den Materialien dieser Arbeit produzierte *W*-Blechen über der Temperatur T dargestellt. Eigene Darstellung nach Daten aus Bonk *et al.* [199] [Abb. 4]. In (b) ist die Entwicklung der kritischen Spannungsintensität K_Q für 1,7WR und 4,1CR gezeigt und die die Streckgrenzen für die Materialien 1,0 mm und 0,1 mm aus Bonk *et al.* [199] als Trendlinie übertragen worden.; vgl. auch Ref. [366].

5.5 Identifikation von Korrelationen zwischen der Reduktion der BDT-Temperatur und der Entwicklung der Textur sowie verformungsinduzierten Mikrostrukturmodifikationen

Da der BDT in UFG W weiterhin von der Kinkenpaarbildung kontrolliert wird, ist die verformungsinduzierte Reduktion der BDT-Temperatur inklusive des Erzielens von Raumtemperaturduktilität nicht mit einem Wechsel des ratenlimitierenden Prozesses verknüpft. Stattdessen sollten Modifikationen mikrostruktureller Natur in Betracht gezogen werden. Da der ratenkontrollierende Prozess des BDT in W-Einkristallen, grob- und feinkörnigem W, sowie UFG W identisch ist, sollte eine geeignete Formulierung es ermöglichen, die Entwicklung der Übergangstemperatur auf Basis einer Auswahl von Mikrostruktureigenschaften abzubilden. Hierbei steht in dieser Ausarbeitung die Entwicklung der Korngröße im besonderen Fokus. Die positive Wirkung einer Kornfeinung hinsichtlich einer Verbesserung der Übergangstemperatur ist nicht nur für W, sondern für krz Refraktärmetalle [112] [Abb. 8] im Allgemeinen sowie für ferritische Stähle [394] [Abb. 2] bekannt. Über den Einfluss der Textur und der Versetzungsdichte liegen nach bestem Wissen bisher keine systematischen experimentellen Studien vor; vgl. Tabelle 2.1 /S. 12.

5.5.1 Prüfung auf einen Zusammenhang mit der Walztextur

In W-Einkristallen ist die Übergangstemperatur von der Kristallorientierung [51] parallel zur Symmetrieachse der Zugprobe bzw. bei der Verwendung von bruchmechanischen Proben durch die Wahl des Rissystems [55] beeinflusst. Die Spanne zwischen dem Minimum und dem Maximum der BDT-Temperatur beträgt etwa 100 – 175 K [51, 55]. Damit ist die Frage nach einem möglichen Einfluss der Textur auf die Übergangstemperatur in einem polykristallinen Zustand verknüpft, vor allem in stark texturierten Materia-

lien. Auf Basis der in dieser Arbeit gesammelten Ergebnisse kann die Frage nach der Existenz eines Einflusses 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 Abbildung 5.24 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 Abbildung 5.24a wird die Schärfe der Textur durch den globalen Parameter Texturindex (TI) abgebildet. Die Auftragung in (b) beruht auf der Orientierungsdichte der gedrehten Würfellage $\{001\}\{110\}$; vgl. Abbildung 4.4b /S. 89. Werden die TIs der Materialien 0AS und 1,7WR – 4,1CR betrachtet, kann ein klarer Trend identifiziert werden. Der gesinterte Zustand weist mit 1,0 und 850 K sowohl den geringsten TI als auch das Maximum der BDT-Temperatur auf. Die Materialien 1,7WR – 4,1CR besitzt im Vergleich hierzu höhere TIs und reduzierte Übergangstemperaturen. Diese Entwicklung ist auch innerhalb der Gruppe der gewalzten Materialien zu beobachten. Mit zunehmendem Umformgrad steigt der TI und die BDT-Temperatur sinkt: (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 Abbildung 5.24b vermittelt einen ähnlichen Trend. Erwartungsgemäß besitzt 0AS eine Orientierungsdichte um 1,0 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 Kaltwalzschrift 3,3WR \rightarrow 4,1CR geht ebenfalls eine Reduktion der BDT-Temperatur einher, die Orientierungsdichte der Komponente „gedrehten Würfellage“ ist jedoch im Vergleich zu 3,3WR leicht rückläufig; (43 m.t.r.; 316 K) zu (42 m.t.r.; 205 K). Dieser Widerspruch zu der Entwicklung des TI im letzten Walzschrift ist mit der Verschiebung des Maximums der Orientierungsdichte entlang der α -Faser zu erklären; vgl. Abbildung 5.4 /S. 165. Werden nur die bisher beschriebenen Ergebnisse

berücksichtigt, kann zu der Schlussfolgerung gelangt werden, dass die Reduktion der Übergangstemperatur

- mit der Schärfe der Walztextur korreliert und
- ein daher gewichtiger Kausalzusammenhang zwischen beiden Materialeigenschaften nicht ausgeschlossen werden kann.

Werden jedoch auch die Resultate für wärmebehandelte W-Materialien aus Parallelstudien mit in Betracht gezogen, sind diese beiden Folgerungen nicht aufrecht zu halten.

Ergebnisse zu wärmebehandeltem W sind in Abbildung 5.24 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 [33], und (ii) ein Zustand auf Basis von 4,1CR enthalten [395]. 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 Ausarbeitung beschriebenen 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. Mit der Verschärfung der Textur durch den Prozess der erweiterten Erholung ist jedoch ein ausgeprägter Anstieg der BDT-Temperatur verbunden [395] [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 dieser Lastrate.

Ein weiteres Indiz, dass die starke Walztextur auf die in dieser Ausarbeitung untersuchten Reduktion der Übergangstemperatur einen als gering zu gewichtenden 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. [33] [Tab. 3]; zwischen 0AS und 4,1CR sogar 650 K, auch wenn hierbei aller Wahrscheinlichkeit nach, der Aspekt der Versprödung durch 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 Rissssystem entgegen.* Zuerst soll das konservativere Ergebnis von 450 K in Hinblick auf die Arbeit von *Riedle* [52] zu den BDT-Temperaturen an angerissenen W-Einkristallen mit verschiedenen Rissystemen diskutiert werden, wobei die Notation (Rissebene)[Rissfront] gilt. Die Lastrate ist von *Riedle* [52] 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 der Lastrate, auf der die in Abbildung 5.24 enthaltenen BDT-Temperaturen beruhen. Dies geleitet zu der Feststellung, dass die von *Riedle* [52] 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 Tabelle 5.3 /S. 212 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* [52] aufzuaddieren. Aufgrund des experimentellen Charakters dieser Ausarbeitung wird hierauf jedoch verzichtet und nachfolgend die Originalergebnisse diskutiert. *Riedle* [52] 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 Rissystem (110)[001] lokalisiert. Das (110)[001]-Rissystem bildet die Situation in der Mehrzahl der Körner in 1,7WR – 4,1CR ab, sofern das L-T Rissystem geprüft wird; vgl. Abbildung 5.30 /S. 285. *Damit steht eine Reduktion der BDT-Temperatur als mögliche Folge der Textur von etwa 50 K, der in Kapitel 5.4.1 /S. 204 beschrieben Verschie-*

bung 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* [51] gezogen werden, die unter Zuhilfenahme von Zugversuchen an W-Einkristallen ermittelt wurden. Die Dehnrate der Zugversuche betrug $1,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Nach der Näherungsformel von *Hahn et al.* [346] entspricht diese einem Äquivalent um $0,15 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$; vgl. Kapitel 4.4.2 /S. 143. 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* [51] zu klein aus. Der Fehler ist jedoch kleiner als 10 % einzuschätzen. *Garlick* [51] beziffert den Einfluss der Orientierung des W-Einkristalls auf die BDT-Temperatur mit 175 K. Einkristalle der mit $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zu der Zugachse besitzen die niedrigste und $\langle 100 \rangle$ -Proben die höchste Übergangstemperatur [51] [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* [52] [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 Verformung während des Walzens, ohne die Existenz einer maßgeblichen Wechselwirkung.

Als ein weiteres Argument für die oben vertretene Sichtweise wird die Studie von *Zhao et al.* [396] 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 Raumtemperatur im linear-elastischen Anstieg. Im gezogenen Zustand und nach 1273 K, 3 h konnte noch ein ausgeprägter plastischer Bereich beobachtet werden [396] [Abb. 11]. Durch die Wärmebehandlung ist der BDT von unterhalb Raumtemperatur 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.

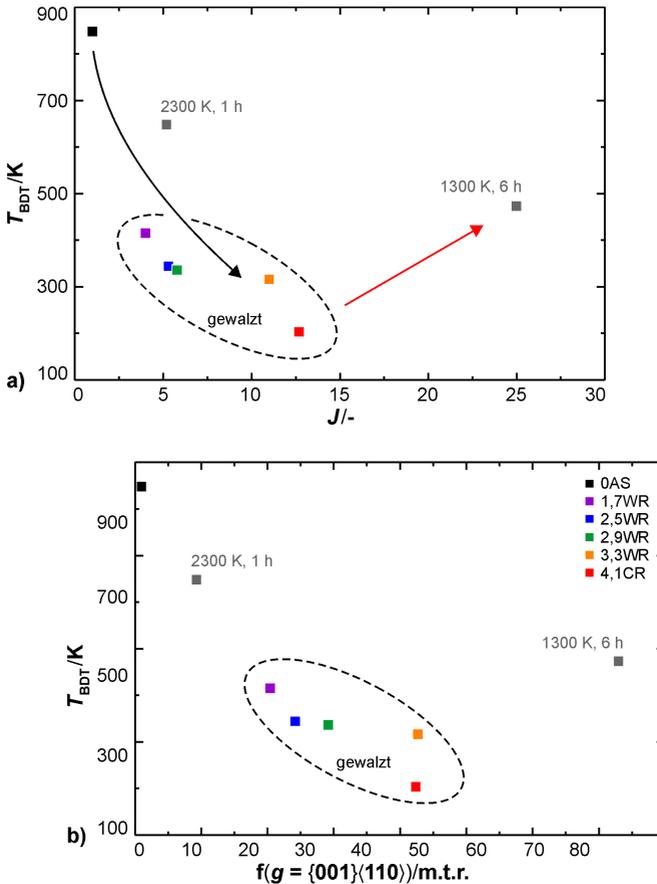


Abbildung 5.24: Korrelation zwischen der BDT-Temperatur und Textur. In (a) ist die Übergangstemperatur T_{BDT} über dem Texturindex, TI J aufgetragen. In (b) ist die BDT-Temperatur über der Orientierungsdichte $f(g)$ der gedrehten Würfellage dargestellt. Alle Übergangstemperaturen sind nach dem kombinierten Ansatz bestimmt und mit der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0.5} \text{ s}^{-1}$ verknüpft. Für die wärmebehandelten Materialien vgl. Ref. [33, 395].

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

Im Kontext der Plastizität 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 verschiedene 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 der BDT-Temperatur in verformtem W als auch die Möglichkeit seine Anisotropie 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.

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 [138, 139]. *Mikhailovskij et al.* [136] 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 [357] für die Ermittlung herangezogen, liegt der Anteil von CSL-Grenzen vom Typ $\Sigma 3 - \Sigma 25$ für die gewalzten W-Bleche dieser Ausarbeitung in dem Bereich 5 – 8 %; in Bezug auf allen Korngrenzen mit einer Missorientierung oberhalb von 2° . Nach *Priester* [369] sind dies typische Werte, die in Materialien mit regellos verteilten Kornorientierungen erwartet werden können. Wird die starke Walztextur in 1,7WR – 4,1CR berücksichtigt, liegen die gefundenen Häufigkeiten für CSL-Grenzen sogar unterhalb der Erwartungswerte [369] [Tab. 11.2]. Wird weiterhin in Betracht gezogen, dass das Brandon-Kriterium

nicht konservativ ist [368] 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 mit einer bevorzugten Bildung von CSL-Grenzen in Verbindung zu bringen ist.

Der Zusammenhang zwischen der Kornfeinung und reduzierten BDT-Temperaturen wurde bereits früh festgestellt [112] [Abb. 8]. Konträr hierzu war jedoch auch vereinzelt eine Reduktion der Übergangstemperatur nach Kornwachstum berichtet worden. *Tahmoush et al.* [394] als auch *Stephens* [120] gelang es diese auf dem ersten Blick 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 μm beobachtet* [120] [Abb. 13]. Materialien mit einer größeren Kornstruktur besitzen niedrigere BDT-Temperaturen. Die Grenze dieser Entwicklung stellen W-Einkristalle dar. Diese sind im Kontext von W mit verhältnismäßig niedrige Übergangstemperaturen verknüpft [51]. Für eine erweiterte Darstellung und eine Interpretation der zweigeteilten Entwicklung der BDT-Temperatur bei einer Verringerung des mittleren Durchmessers oberhalb und unterhalb der kritischen Korngröße sei auf *Reiser et al.* [117] verwiesen. Für Materialien mit mittleren Korndurchmessern unterhalb der kritischen Korngröße von 100 μm kann die Reduktion der BDT-Temperatur durch Kornfeinung mittels einer Hall-Petch (HP) ähnlichen Formulierung angenähert werden [29]. Jedoch wird bereits nach einer verhältnismäßig niedrigen Umformung eine Anisotropie der BDT-Temperatur identifiziert [21, 30]. Damit ist zu erwarten, dass die in Kapitel 5.4.1 /S. 204 angegebenen Übergangstemperaturen ausschließlich für das geprüfte L-T Rissssystem Gültigkeit besitzen. *Die BDT-Temperatur ist somit eine Materialkenngröße, die neben dem Materialzustand, als die in der Regel zu untersuchende Einflussgröße, auch von der Lastrate und Belastungsart, sowie 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 Durchmessers erfolgen kann; anders als dies bei Materialien mit sphärischer Kornmorphologie gelingt. Für Zustände mit stark anisotropen Korndimensionen existiert bislang keine Formulierung, welche neben der Korngröße auch den Einfluss des Rissystems auf die Übergangstemperatur abzubilden vermag.

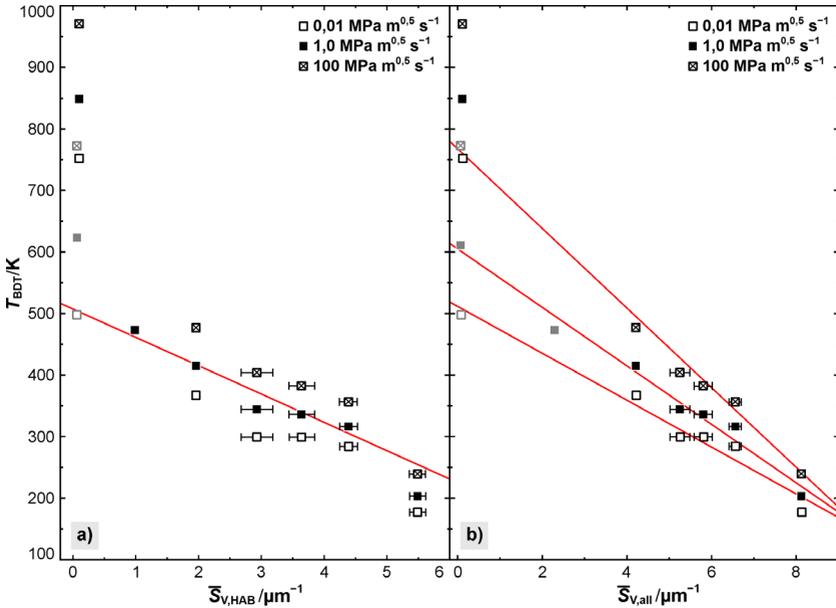


Abbildung 5.25: Korrelation zwischen BDT-Temperatur und der Korngrenzendichte. In (a) ist die Übergangstemperatur T_{BDT} über der mittleren Korngrenzendichte \bar{S}_V der HABs; also der Grenzen mit einer Missorientierung oberhalb von 15° aufgetragen. Angaben zur Korngrenzendichte referenzieren auf die Ergebnisse zu der Schlifffebene 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. [33, 395], für dessen Ermittlung identische Messaufbauten verwendet wurden.

Eine Mikrostruktureigenschaft, die das Potential besitzt, anisotrope Kornmaße bei einer Prognose der BDT-Temperatur abzubilden, ist die Korngrenzen-

dichte. 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.* [36] wurde der Einfluss der Mikrostruktur und der Zugabe von Oxidpartikeln auf die BDT-Temperatur von gewalzten W-Bleichen untersucht. Eine gute Korrelation zwischen beiden Eigenschaften wird nach einer linearen Auftragung beobachtet [36] [Abb. 24]; vgl. auch *Yin et al.* [397] [Abb. 7]. Bei bekannter Mikrostruktur (und konstanter Lastrate) ließe sich die resultierende BDT-Temperatur somit unkompliziert über die Formulierung

$$T_{\text{BDT}} = T_1 - A_1 \bar{S}_V \quad (5.3)$$

vorhersagen, 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 Abbildung 5.25 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 Abbildung 5.25a nur HABs berücksichtigt wurden, zeigt Diagramm (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 [33, 395] in Abbildung 5.25 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 K , 6 h wärmebehandelte Zustand ist die BDT-Temperatur nur für die Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ bekannt [395] [Tab. 2]. Für Abbildung 5.25a 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 $1,7\text{WR} - 3,3\text{WR}$

und das Material 1300 K, 6 h. Links und rechts von der zentralen Zone werden teils beachtliche Diskontinuitäten ausgemacht: Auf der linken Seite des Diagramms prognostiziert die Verlängerung des linearen Trends für 0AS und Material 2300 h, 1 h deutlich zu niedrigen BDT-Temperaturen. Dies gilt insbesondere für 0AS mit einer Differenz zwischen „Soll“ und „Ist“ von mehr als 350 K. Auch 4,1CR ($5,5 \mu\text{m}^{-1}$) am rechten Rand von Abbildung 5.25a 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 Gleichung 5.3 deutlich präzisere Prognosen der BDT-Temperaturen. Die Darstellung der Ergebnisse in Abbildung 5.25b 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 0AS ausgenommen werden. Auch bei der Berücksichtigung von LABs sowie HABs ist die Differenz weiterhin erheblich und beträgt in Abbildung 5.25b weiterhin etwa 250 K; in Diagramm (a) waren dies jedoch noch rund 350 K Unterschied. Da sich die Materialien 0AS 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 0AS in erster Linie auf der Porosität nach dem Sintern beruht; vgl. die Erläuterungen zu Abbildung 5.18 /S. 223. 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 und zusätzlich auf 1300 K, 6 h sowie 2300 K, 1 h zu. *Wird unter diesen Rahmenbedingungen Abbildung 5.25b 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 MPa $m^{0,5}$, fällt die Passgenauigkeit der Trendlinie für 0,01 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 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 Gleichung 5.3 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 der Längen 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 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 Rissysteme nicht zu einem identischen Ergebnis; vgl. Ref. [225] [Abb. 1]. *In gewalzten Blechen existieren sechs unabhängige Rissysteme: L-T, L-S, T-L, T-S, S-L und S-T.* Dies sind auf die 3^2 (9) mögliche Permutationen der Hauptrichtung abzüglich der drei ungültigen Kombinationen L-L, T-T und S-S zurückzuführen. *So gut der Ansatz der Beschreibung der BDT-Temperatur (L-T Rissysteme) auf Basis der Korngrenzendichte nach der Analyse von Abbildung 5.25b erscheint, so ungenügend ist dieser inhärent geeignet sechs unabhängigen Übergangstemperaturen als Folge von sechs Rissystemen bei nur drei möglichen Ebenen gerecht zu werden.* Als Beleg der Notwendigkeit hierfür sind die Studien von *Nikolić et al.* [122, 244] und *Pfeifenberger et al.* [121] anzuführen. In diesen wird für ein identisches Material die BDT-Temperatur bzw. die Materialantwort bei Raumtemperatur für die Rissysteme L-T und T-L [244] sowie für S-L [121] ermittelt. Für alle diese Rissysteme ist die für Raumtemperatur dokumentierte Materialantwort fundamental verschieden. Für das T-L System wird bei Raumtemperatur duktiler Verhal-

ten beobachtet [244] [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.* [244] die BDT-Temperatur für das T-L Rissssystem auf eine Temperatur etwas unterhalb von Raumtemperatur festzusetzen. Die Prüfung des L-T Rissystems bei Raumtemperatur resultierte in sprödem Materialverhalten, wobei die Rissausbreitung von transkristallinem Wachstum dominiert ist. Die Übergangstemperatur für das L-T Rissystem ist somit oberhalb von Raumtemperatur anzusiedeln. Gleiches gilt für das Rissystem S-L. Makroskopisches Materialverhalten und das Bruchbild besitzen bei Raumtemperatur einen spröden Charakter. Rissausbreitung erfolgt jedoch auf eine interkristalline Weise planparallel zur Walzebene [121] [Abb. 7].

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* [398]. Im Folgenden wird ein Versuch unternommen den Verlauf der BDT-Temperatur über einen Ansatz, ähnlich der Formulierung nach *Petch* [399] und *Hall* [400], in der Form

$$T_{\text{BDT}} = T_2 - A_2 \bar{\lambda}^{-0,5} \quad (5.4)$$

anzunähern, wobei im Unterschied zu den ursprünglichen Formulierungen hinsichtlich der Spaltbruchspannung [399] bzw. der Härte von Polykristallen [400], der korngrößensensitive Term mit einem negativen Vorzeichen ausgestattet ist. In Gleichung 5.5 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. [225] [Abb. 1]. In diesem Fall kann die mittlere Sehnenlänge mittels der Formulierung

$$\bar{\lambda} = \left| \bar{g} \bar{d}_S \begin{bmatrix} \bar{r}_{L|S} & \cdots & \cdots \\ \cdots & \bar{r}_{T|S} & \cdots \\ \cdots & \cdots & 1 \end{bmatrix} \right| \quad (5.5)$$

angenähert werden. Durch die Wahl eines geeigneten Vektors \bar{g} für die Beschreibung des Verlaufs der Rissfront erlaubt dieser generalisierte Ausdruck die Berechnung der Sehnenlänge für beliebige Rissysteme und ist nicht auf die Systeme begrenzt, die anhand von Parallelen entlang der drei Hauptlichtungen L, T, bzw. S dargestellt werden können; mit (L, T, S) als Nomenklatur von \bar{g} . Der Faktor \bar{d}_S steht für den mittleren Abstand der Korngrenzen gemessen durch die Ausrichtung der Messlinien parallel zur S Richtung; siehe Abbildung 5.26a. 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 Rissystem geprüft worden.* Die Lösung von Gleichung 5.5 mit dem entsprechenden Orientierungsvektor $(0,0,1)$ zeigt, dass unter dieser Annahme die mittlere Sehnenlänge mit der mittleren Korngröße ergo mit 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 Riss Spitze von *Issa et al.* [123] und (ii) der von *Tanaka et al.* [125] aus Simulationen abgeleiteten Feststellung, dass in UFG Materialien die Nukleation von Versetzungen an Korngrenzen dominiert.

In Abbildung 5.27 sind die BDT-Temperaturen über der Sehnenlänge in einer HP-Auftragung dargestellt. Zuerst soll die Korrelation zwischen Übergangstemperatur und der Sehnenlänge der HABs untersucht werden; auf Basis von Diagramm (a). Wiederum werden die BDT-Temperaturen aller Lastraten berücksichtigt. Es können vergleichbare Feststellungen getroffen werden, wie diese bereits für Abbildung 5.25a: In dem Bereich der Materialien 1,7WR – 3,3WR, zuzüglich des geglühten Zustands 1300 K, 6 h, kann in erster Näherung die Entwicklung über eine Gerade abgebildet 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 zu hoch vorhergesagt. Im Unterschied dazu zeigt die Verlängerung der Ausgleichsgeraden zur linken Diagrammseite, dass die BDT-Temperatur des rekristallisierten Zustands um etwa 100 K unterschätzt wird, also keine konservativen Werte erlangt werden.

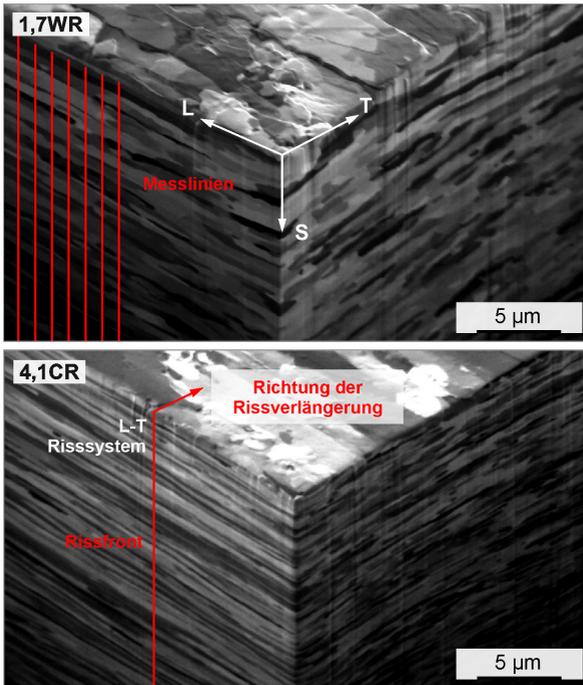


Abbildung 5.26: Erörterung der Eigenschaft Sehnenlänge für das L-T Rissystem. Es sind die Ausrichtung der Messlinien eingezeichnet, die zur Ermittlung der mittleren Korngröße in der S-Richtung genutzt wurden. In dieser Ausarbeitung (nur L-T Rissystem) ist der Korngrenzenabstand parallel zur S-Richtung identisch mit der Sehnenlänge. Mit der wirklichen Mikrostruktur als Untergrund sind die per Definition zugewiesenen Eigenschaften des L-T Rissystems eingezeichnet. Darstellung in Anlehnung an Ref. [378].

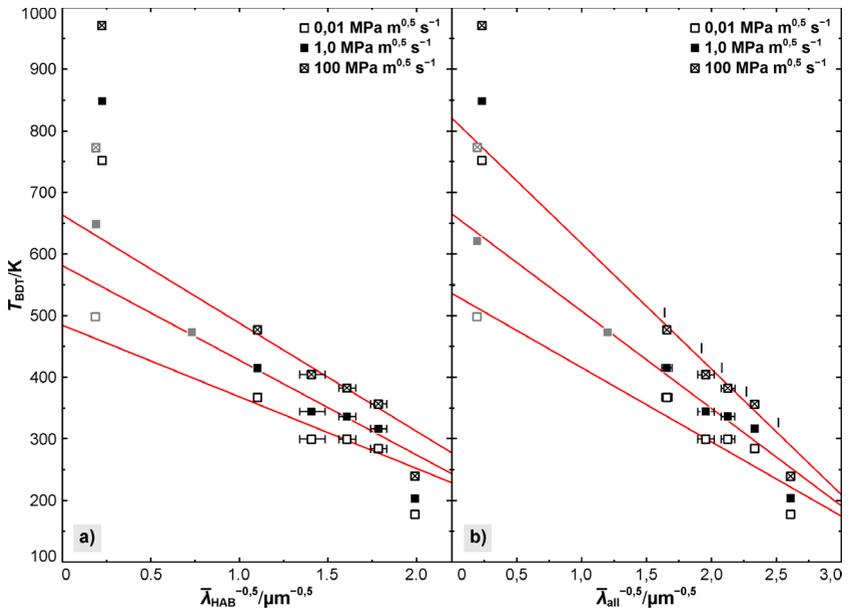


Abbildung 5.27: Korrelation von BDT-Temperatur und der Sehnenlänge in der Hall-Petch (HP) Auftragung. Es ist die Übergangstemperatur T_{BDT} über der mittleren Sehnenlänge $\bar{\lambda}$ aufgetragen. In (a) nimmt die mittlere Sehnenlänge ausschließlich Bezug auf HABS, in Diagramm (b) sind sowohl LABs als auch HABS berücksichtigt. Die Position der Datenpunkte für die gewalzten Materialien 1,7WR – 4,1CR 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. Abbildung 4.7b /S. 99. Die gemessenen Korngrößen sind durch die oberhalb eingezeichneten Marken angezeigt. Graue Symbole kennzeichnen Ergebnisse zu wärmebehandelten W-Materialien aus Ref. [33, 395].

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 im HP-Ansatz mit LABs*

und HABs in Abbildung 5.27b vorspiegelt. Die Abweichung zwischen Datenpunkten und Trendlinie ist jedoch für den Ansatz mit LABs und HABs geringer, als dies in Abbildung 5.27a für die mittleren Sehnenlängen der HABs beobachtet wird. Diese Feststellungen sind unabhängig von der Verwendung der gemessenen mittleren Sehnenlängen oder den nach Abbildung 4.7b /S. 99 korrigierten wahren Sehnenlängen. Die gemessenen Sehnenlängen sind oberhalb der Trendlinien durch Striche markiert. *Weiterhin muss festgestellt werden, dass auch Gleichung 5.4 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 unabhängige 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.* [117] 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 Übergangstemperatur 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 theoretisch abgeleiteten Forderung nach einer Formulierung mit mindestens zwei unabhängigen Variablen. Die aus DDD-Simulationen abgeleitete Beziehung wird von Reiser *et al.* [117] [Gl. 13] mit

$$T_{\text{BDT}} = T_{\text{BDT},0} - A d_{\delta}^{0,5} d_{\lambda}^{-1} \quad (5.6)$$

angegeben, wobei d_{δ} die mittlere freie Weglänge und d_{λ} die mittlere Distanz zwischen Versetzungsquellen entlang der Rissfront ist. Die weiteren Größen $T_{\text{BDT},0}$ und A in der unverändert übernommen Notation sind Konstanten.

Wie im Prolog zu diesem Kapitel 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

$$T_{\text{BDT}} = T_{\text{BDT},0} - A d_8^{0,5} d_\lambda^{-1} \quad (5.7)$$

bzw. in die Formulierung

$$T_{\text{BDT}}^{\text{nm}} = T_3 - A_3 \bar{r}_{x|S}^{0,5} \bar{\lambda}^{-0,5} \quad (5.8)$$

umgeschrieben werden, wobei nm ein Platzhalter für das konkret untersuchte Rissystem 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. Gleichung 5.5. 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 zwei Hauptrichtungen L bzw. T zu substituieren. Sowohl die Ergebnisse bei Wahl der L- als auch der T-Richtung sind in dieser Ausarbeitung untersucht worden. Die Größe $\bar{\lambda}$ repräsentiert die gemittelte Sehnenlänge.

In Abbildung 5.28 ist die Entwicklung der BDT-Temperatur dargestellt, wobei die Position der Datenpunkte entlang der Abszisse aus dem in Gleichung 5.8 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. Hierbei wird zuallererst für die Ergebnisse nach Auswertung der HABs eingegangen. Im Vergleich zu dem vorher untersuchten Ansatz vom HP-Typ ist die in Abbildung 5.28a erprobte Auftragung wesentlich besser geeignet,

um die BDT-Temperaturen von 1,7WR – 4,1CR auf Basis einer einzigen Trendlinie zu beschreiben. Der in der Diskussion von Abbildung 5.27 besprochene markant ausgeprägte Abfall der Übergangstemperatur zwischen der Gruppe der warmgewalzten Materialien 1,7WR – 3,3WR und dem kaltgewalzten Zustand 4,1CR wird weitestgehend durch die für Abbildung 5.28 gewählte Art der Ergebnisauftragung ausgeglichen. *In der Konsequenz können mittels des adaptierten Ansatzes die relativen Unterschiede in den BDT-Temperaturen der gewalzten Materialien 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 Abbildung 5.28b. Vor allem die Datenpunkte von 2,5WR fügen sich in Diagramm (b) nun 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 Gleichung 5.8 angesprochen werden. Dieses liegt in der Kompatibilität der Trendlinie mit den Ergebnissen des rekristallisierten Zustands. Mittels der zuvor untersuchten, auf Gleichung 5.3 bzw. Gleichung 5.4 zugrunde liegenden Ansätze gelingt (sofern HABs und LABs berücksichtigt werden) die Vorhersage der Übergangstemperatur von Material 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; Abbildung 5.28. Damit ist die Prognose für 2300 K, 1 h nach Gleichung 5.8 deutlich nicht konservativ. *Dies begrenzt den anhand von Abbildung 5.28 untersuchten Ansatz auf Materialien mit Verformungsstruktur*, als da sind: 1,7WR – 4,1CR und der moderat wärmebehandelte Zustand 1300 K, 6 h [395]. An diesem Befund ändert auch ein Austausch des mittleren Seitenverhältnisses der Körner zugunsten der Korndimension entlang der T-Richtung nichts von essentieller Bedeutung; vgl. hierzu Abbildung 5.29b.

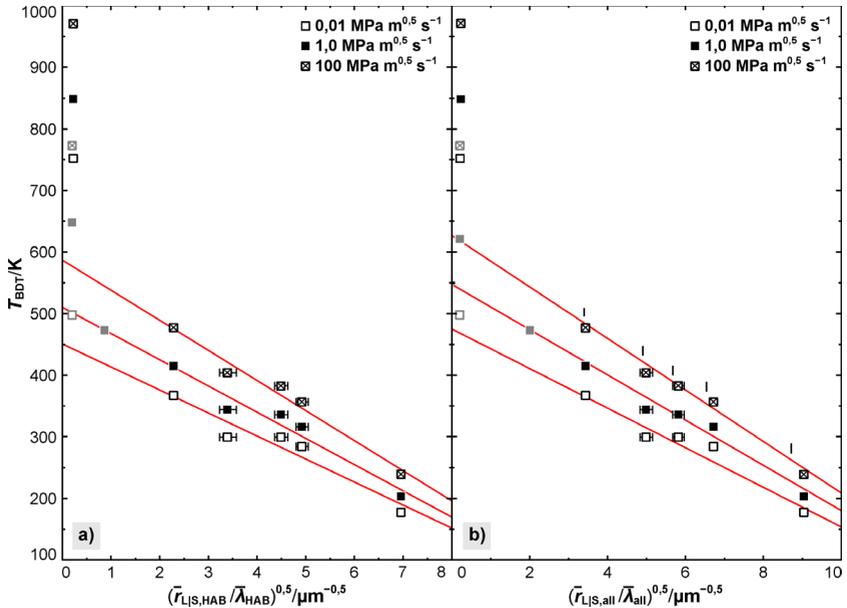


Abbildung 5.28: Korrelation von BDT-Temperatur und Mikrostruktur auf Basis des adaptierten Ansatzes (L-Richtung). Es ist die BDT-Temperatur T_{BDT} über dem Quotienten aus Seitenverhältnis für die L-Richtung \bar{r}_{LJS} und mittlerer Sehnenlänge $\bar{\lambda}$ aufgetragen. Für Diagramm (a) wurden ausschließlich HABs bei der Berechnung der Sehnenlänge und des Seitenverhältnisses berücksichtigt, in (b) alle Korngrößen mit Missorientierungen größer 2° . Die restlichen Aspekte der Darstellung sind identisch zu Abbildung 5.27.

Eine mögliche Ursache für die verschobene BDT-Temperatur für Material 2300 K, 1 h kann anhand der Bruchbilder nach sprödem Materialverhalten identifiziert werden; vgl. Abbildung 5.1 /S.184. 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 einkristallinem W [54] und krz Metallen im Allgemeinen [57]. Jedoch stellt in polykristallinen W-Materialien die transkristalline Rissausbreitung nicht die Regel dar. Rekris-

tallisierte oder moderat umgeformte W-Materialien sind eher mit interkristalliner Rissausbreitung behaftet [34, 35, 134]. Spaltbruch ist vornehmlich auf stark gewalzte Materialien oder W-Drähten beschränkt [244, 338] und tritt auch nur bei der Prüfung bestimmter Rissysteme auf [121].

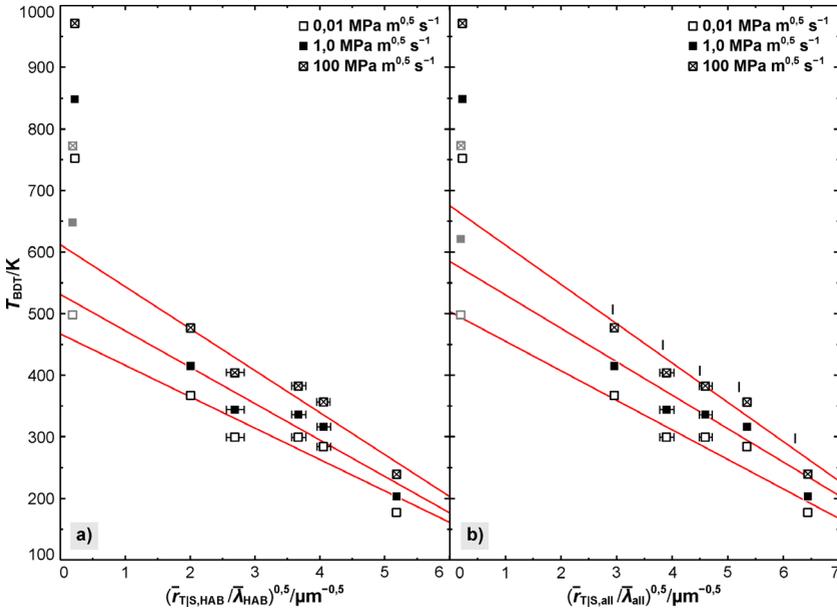


Abbildung 5.29: Korrelation von BDT-Temperatur und Mikrostruktur auf Basis des adaptierten Ansatzes (T-Richtung). Es ist die BDT-Temperatur T_{BDT} über dem Quotienten aus Seitenverhältnis für die T-Richtung \bar{r}_{TJS} und mittlerer Sehnenlänge $\bar{\lambda}$ aufgetragen. In (a) werden nur HABs bei der Berechnung der Sehnenlänge und des Seitenverhältnisses berücksichtigt, in (b) sind alle Korngrenzen mit Missorientierungen größer 2° enthalten. Die Darstellung ist im Weiteren identisch mit den zu Abbildung 5.28 Bedingungen.

Transkristalliner Bruch in polykristallinem W ist aller Voraussicht mit der stark anisotropen Kornmorphologie dieser Zustände verknüpft [21, 121, 401]. Nach einer Wärmebehandlung und Kornneubildung überwiegt auch für diese Materialien das interkristalline Bruchbild bei sprödem Materialverhalten

[338] [Abb. 9]. Dies bestätigt sich auch für 1,7WR. Im gewalzten Zustand erfolgt bei Anwendung des L-T Rissystems der Sprödbruch transkristallin, nach der Rekristallisation bei 2300 K, 1 h ist die Bruchfläche von interkristalliner Gestalt. Auch in 0AS erfolgt die Rissausbreitung ausschließlich interkristallin; vgl. Abbildung 5.1 /S. 154. Da besonders in W die Korngrenzen bedeutende Schwachstellen darstellen [1, 121], könnte der Unterschied in der Art der Rissausbreitung bei Sprödbruch den BDT zu höheren Temperaturen verschieben und damit für die Abweichung der BDT-Temperaturen von 0AS und 2300 K, 1 h zur Trendlinie der gewalzten Zustände verantwortlich sein; Abbildung 5.28b. Auch ein vermuteter Unterschied in der Natur der HABs in UFG Materialien sei an dieser Stelle erwähnt [402, 403], soll hier aber nicht weiterverfolgt werden.

Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit DDD-Simulationen

In der DDD-Studie von *Reiser et al.* [117] [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.* [117] und in dieser experimentellen Arbeit der Verlauf der BDT-Temperatur (Abbildung 5.28b) anhand identischer Beziehungen beschrieben werden kann, veranlasst zu einer Diskussion der Rolle der Korngrenzen in Hinblick auf die in Ref. [117] 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 Kapitel 3 formulierte Arbeitshypothese zur verformungsinduzierten 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.* [125] zu der BDT-Temperatur von UFG α -Fe. Wie von *Murr* [124] ausführt, sind Korngrenzen energetisch bevorzugte Positionen für eine Versetzungsnukleation. In in-situ TEM-Untersuchungen an UFG Cr beobachteten *Issa et al.* [123] [Abb. 6], dass neben der Emission von Versetzungen direkt an der Risspitze auch eine Vielzahl von Versetzungen an Korngrenzen in unmittelbarer Umgebung gebildet werden und diese maßgeblich zu der plastischen Verformung an der Risspitze 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 [404]. *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 Ergebnissen zur Rissspitzenplastizität aus DDD-Simulationen. Devincre et al.* [257] *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 (Gleichung 5.4) gute Beschreibung der BDT-Temperaturen von 1,7WR – 3,3WR und 4,1CR in Abbildung 5.28b (Gleichung 5.8) 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 mindes-

tens zwei Mikrostruktureigenschaften zur Abbildung der BDT-Temperaturen von sechs möglichen Rissssystemen. 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, vgl. Abbildung 5.26 Dies stellt eine Erweiterung zu der in Kapitel 3 /S. 67 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 Grenzen vom Typ HAB in den Vordergrund. Diese Situation ist jedoch kritisch zu hinterfragen, da auch LABs zu der Härtung beitragen [405]. Nach experimentellen Studien an Al geben *Kamikawa et al.* [406] 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* [407] 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.* [117] [Gl 13], wiedergegeben in Gleichung 5.7 dieser Ausarbeitung, 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 Abbildung 5.28b und Abbildung 5.29b 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 Abbildung 5.30a ist das von *Reiser et al.* [117] 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. Abbildung 2.9 /S. 52 sowie Abbildung 2.10 /S. 56. Unter Anwendung der Gestaltänderungshypothese wirkt in dieser Ebene die höchste Schubspannung [229].

Anders als in Abbildung 5.30a 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 postulierte 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 (Abbildung 5.28b) zutreffendere Prognosen für die Übergangstemperaturen erzielt werden, als dies mit der Nutzung des Seitenverhältnisses für die T-Richtung (Abbildung 5.29b) gelingt.

Das Kontinuumsmodell spiegelt jedoch nicht die Gleitgeometrie von realen Metallen wider. In diesen erfolgt Versetzungsgleiten ausschließlich auf den kristallographischen Ebenen, die bei der betreffenden Kristallstruktur die höchste Packungsdichte aufweisen [186]. In W sind dies Ebenen des {110}-Typs [192]. In Abbildung 5.30b 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 Gleitebenen 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° . 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 Anwen-

dung des Seitenverhältnisses für die L-Richtung gemäß Abbildung 5.28 nicht auf einen statistischen Effekt zurückzuführen ist.

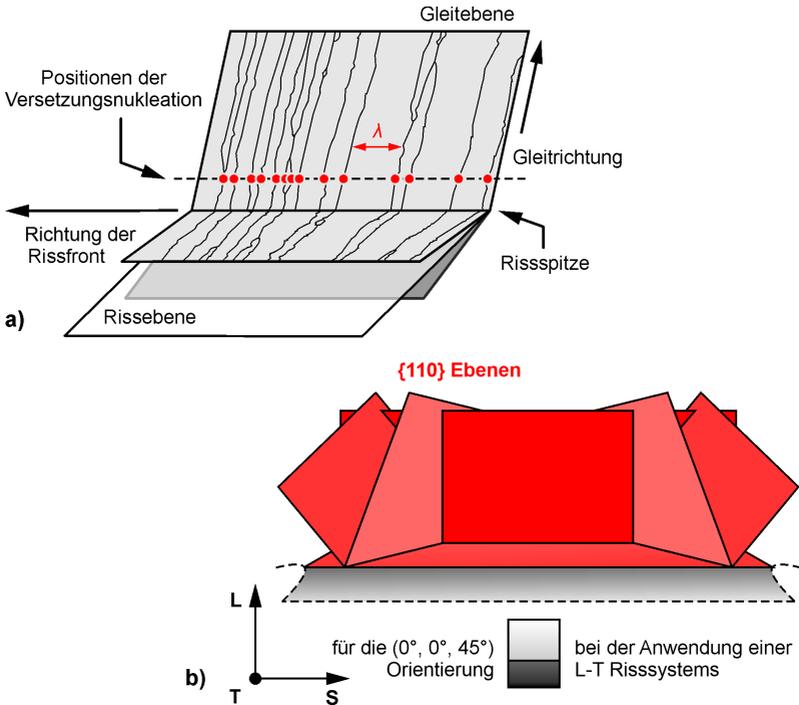


Abbildung 5.30: Vergleich der Gleitebenen im Kontinuum und realen krz Kristall. In (a) ist das Kontinuumsmodell der Rissspitzenplastizität gezeigt. Die roten Punkte symbolisieren Positionen der Versetzungsnukleation, wobei λ den Abstand zwischen zwei Quellen beschreibt. In (b) sind $\{110\}$ -Gleitebenen in Rot dargestellt. Dabei ist im Vordergrund die Rissfront angedeutet. Die Abbildung beschreibt die Situation eines L-T Rissystems in einem Kristallbereich der gedrehten Würfellage. Die Ausrichtung der Elementarzelle unter diesen Randbedingungen ist durch den unten abgebildeten Würfel demonstriert.

Prognose zu Raumtemperaturduktilität in W 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.* [244] und *Pfeifenberger et al.* [121] zum Einfluss der Rissysteme auf die Übergangstemperatur von hochgradig gewalztem W. Dies erschwert weiterhin den Einsatz von W als Strukturmaterial – auch im hochgradig gewalzten Zustand – erfordert die Richtungsabhängigkeit der Übergangstemperatur doch genaue Kenntnis über die im Bauteil vorliegenden Spannungen.

Mit der aus der Formulierung von *Reiser et al.* [117] 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 sphärischer Kornmorphologie eintritt. Hierfür dienen die Ergebnisse der Lastrate $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$ als Ausgangspunkt. Nach Gleichung 5.8 ist bei gegebener Lastrate die Übergangstemperatur durch den Wurzelterm aus Seitenverhältnis und mittlerer Sehnenlänge festgelegt. *Durch die zu beantwortende Fragestellung ist das Seitenverhältnis der Kornabmessungen 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. Tabelle 5.2 /S. 176. Damit wird stabiles Risswachstum unabhängig vom geprüften Rissystem erst ab einem mittleren Korndurchmesser (LABs und HABs) 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 Sprödbruch [238] [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. Pippan *et al.* [380] geben für die Sättigungskorngröße in W etwa 100 nm an. Dieser Wert sollte in der Theorie jedoch mit der Verformungstemperatur variieren. Die für nanokristallines W berichteten Korngrößen spiegeln dies jedoch nicht eindeutig wider: Für High Pressure Torsion (HPT) bei 600 K berichten Vorhauer *et al.* [408] eine Korngröße leicht unterhalb 100 nm; HPT bis Umformgrad 12. Valiev *et al.* [238] [Tab. 1] bzw. Alexandrov *et al.* [365] [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.* [142] berichten nach HPT bei 800 K von einer erzielten Korngröße um 100 nm. Nach HPT bei 900 K geben Kecskes *et al.* [409] einen Bereich 100 – 150 nm als mittlere Korngröße an. Damit muss angezweifelt werden, ob nanokristallines W mit der extrapolierten Korngröße zu realisieren ist. Ein deutlich besseres Kornfeinungspotential wird für W-Legierungen bzw. zweiphasige Materialien berichtet.

5.5.3 Diskussion zum Einfluss der Versetzungsdichte und Versetzungsstruktur

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 dieser Mikrostruktureigenschaft 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 Abbildung 5.31 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. Tabelle 5.3 /S. 212. Die Versetzungsdichten sind in der erwartbaren Reihenfolge geordnet; aufsteigend vom Sinterling 0AS über die Gruppe der warmgewalzten W-Bleche bis

zu kaltgewalzten Zustand 4,1CR. Der in Cyan dargestellte Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert 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 fernab 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.

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 [140, 141]. Unter Berücksichtigung der in Kapitel 5.5.2 /S. 266 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. Der mittlere Abstand zwischen Positionen der sekundären Nukleation kann anhand der Formulierung

$$\bar{l}_V = A \rho_V^{-0,5} \quad (5.9)$$

abgeschätzt werden [410], wobei ρ_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 Tabelle 5.2 /S. 176 zusammengefasst. Aus diesen beiden Größen kann unter Zuhilfenahme der Formulierung und bei Annahme einer gleichwertigen Wahrscheinlichkeit für die Nukleation

$$\bar{\Lambda} = \left[\frac{1}{\bar{\lambda}} + \frac{1}{\bar{l}_V} \right]^{-1} \quad (5.10)$$

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

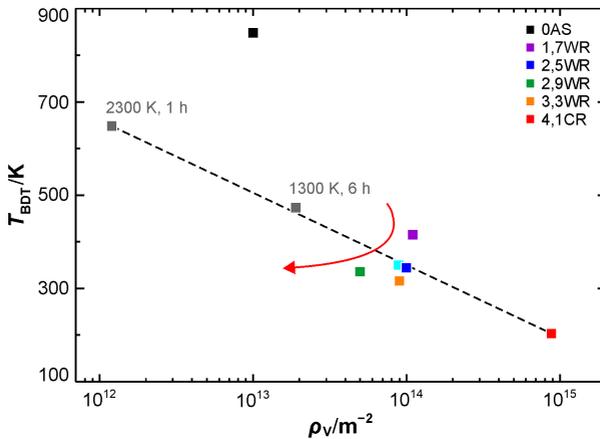


Abbildung 5.31: Korrelation zwischen der BDT-Temperatur und der Versetzungsdichte. Es ist die Übergangstemperatur T_{BDT} über der Versetzungsdichte ρ_V aufgetragen. Alle BDT-Temperaturen referenzieren auf den kombinierten Ansatz und eine Lastrate von $1,0 \text{ MPa m}^{0,5} \text{ s}^{-1}$. Der Datenpunkt in Cyan repräsentiert den Mittelwert aller warmgewalzten Materialien 1,7WR – 3,3WR. Daten zu dem wärmebehandelten W-Material 1300 K, 6 h aus Ref. [395]. Versetzungsdichte von 2300 K, 1 h unveröffentlicht.

Unter Annahme nicht identischer Nucleationswahrscheinlichkeiten (P) muss Gleichung 5.10 zu

$$\bar{\lambda} = \left[\frac{P_\lambda}{\bar{\lambda}} + \frac{P_l}{\bar{l}_V} \right]^{-1} \quad (5.11)$$

Erweitert werden. 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 OAS wird der mittlere Abstand der Korngrenzen entlang der Rissfront im CG Modell auf 20 μm festgelegt. Für den UFG Repräsentanten wird eine Sehnenlänge von 0,5 μm 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 Gleichung 5.9 die Konstante A mit $\{1\}$ angenommen, ergibt sich für Beispielmaterial (i) in Zustand 1 für CG eine angepasste Sehnenlänge von 0,95 μm . Für die höhere der beiden Versetzungsdichten (Zustand 2 für CG) ist dieser Wert auf 0,010 μm 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 (UFG) beträgt die mittlere angepasste Sehnenlänge 0,19 μm , für den Zustand 2 (UFG) noch 0,083 μm . 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

- der Beitrag der Versetzungsdichte zur Reduktion der BDT-Temperatur keine Konstante hinsichtlich einer bestimmten Temperaturdifferenz pro Unterschied in der Versetzungsdichte darstellt.

- Vielmehr ist der Umfang der Reduktion auch immer mit dem Korn-grenzenabstand entlang der Rissfront verknüpft.
- 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 Kapitel 5.5.2 /S. 266 angeführten Erörterungen zu den Unterschieden in der Bruchfläche) eine vielversprechende Erklärung für den in Abbildung 5.28 /S. 279b 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. Abbildung 5.13 /S. 200. Nach dem Kaltwalzen werden gerade Versetzungs-segmente beobachtet, die von einer Korngrenze zur nächsten quer über das jeweilige Korn verlaufen. Diese Segmente besitzen vermutlich reinen Schraubencharakter; siehe Ausführungen zu Abbildung 5.14 /S. 201 Das Gleiten von geraden Schraubensegmenten ist von *Caillard* [190] 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 jedoch 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 hohe Sprödigkeit von konventionell produzierten W-Materialien bei Raumtemperatur 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 Raumtemperatur bewirkt: Hochgradige 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. Für diese Studie wurde 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 dies von einem spröden Material in einen Zustand mit Raumtemperaturduktilität transformiert?*

Die angewandten experimentellen Methoden waren: (i) Die ratengesteuerte Prüfung von Proben der Bruchmechanik 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 sollen nach der Auswertung von mehr als 500 Risszähigkeitsversuchen und detaillierter Betrachtungen der verformungsinduzierten Modifikationen der Mikrostruktur mithilfe Methoden der Rasterelektronenmikroskopie sowie Röntgenbeugung folgende Punkte benannt werden:

- Nach bestem Wissen und Gewissen 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 besteht in erster Näherung ein linearer Zusammenhang.
- 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 geäußerten Vermutungen 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 quasistatischer 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 Risspitze 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 Rissssystem unabhängiges Materialverhalten erst für W mit Korndurchmessern weit innerhalb des nanokristallinen Regimes erreicht. Angesichts der Erfahrungswerte zur Sättigungskorngröße in reinem 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 der in dieser Ausarbeitung untersuchten W-Bleche sogar unterrepräsentiert. Ein Beitrag der CSL-Grenzen zur Raumtemperaturduktilität von UFG W ist damit wenig wahrscheinlich.

Neben diesen metallphysikalischen 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 (auch aus früheren Studien) 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) vorgeschlagen 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 ausgewählten Stelle 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 dürfen, 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 Raumtemperatur gemacht werden; sowohl in der makroskopischen Materialantwort als auch im mikroskopischen Bruchbild [121, 244].

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* [410] 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.

Mit der zum Zeitpunkt der Experimente nach bestem Wissen und Gewissen tiefsten je für W mit technischer Reinheit dokumentierten Überhangstemperatur konnte scheinbar mit dieser Arbeit die Sprödigkeit als vordergründiges 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 [411, 412]. Neben einem sicheren Umgang und Betrieb ist für einen zukünftigen Werkstoff der Hochtemperaturrenergiekonversion auch die Stabilität der Mikrostruktur entscheidend. Als Konsequenz der hohen Defektdichte erfüllt technisch reines W diese Anforderung nicht [241, 408]. Hochtemperaturstabilität bei gleichzeitig guten und gleichbleibenden mechanischen Eigenschaften bei Raumtemperatur 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 Anwendung von W als Strukturmaterial für Hochtemperaturanwendungen nun in greifbare Nähe rückt.

Literaturverzeichnis

- [1] LASSNER, E. ; SCHUBERT, W.-D.: *Tungsten : Properties, chemistry, technology of the element, alloys and chemical compounds*. New York, NY, USA : Kluwer Academic, 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] DIN EN 573-1. *Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug - Teil 1: Numerisches Bezeichnungssystem*. Berlin, DEU : Beuth Verlag, 2005-02
- [8] DIN EN 515. *Aluminium und Aluminiumlegierungen - Halbzeug - Bezeichnungen der Werkstoffzustände*. Berlin, DEU : Beuth Verlag, 2017-05

- [9] OSTERMANN, F.: *Anwendungstechnologie Aluminium*. 2. Aufl. Berlin, DEU : Springer, 2007 (VDI-Buch)
- [10] 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>
- [11] 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>
- [12] 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>
- [13] 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>
- [14] 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>
- [15] MEYERS, M.A.: *Dynamic behavior of materials*. New York, NY, USA : John Wiley & Sons, 1994. <https://doi.org/10.1002/9780470172278>
- [16] KRÜGER, L. ; TRUBITZ, P. ; HENSCHER, S.: Bruchmechanisches Verhalten unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung. In: BIERMANN, H.; KRÜGER, L. (Hrsg.): *Moderne Methoden der Werkstoffprüfung*. Weinheim, DEU : Wiley-VCH Verlag, 2015, 1-52.
<https://doi.org/10.1002/9783527670673.ch1>
- [17] 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-I](https://doi.org/10.1016/0263-4368(92)90087-I)
- [18] RATLIFF, J.L. ; OGDEN, H.R.: *A compilation of the tensile properties of tungsten* (DMIC Memorandum 157), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1962

- [19] 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>
- [20] TEJADO, E.: *Performance of structural materials for the DEMO divertor*. Madrid, ESP, Universidad Politécnica de Madrid, Departamento de Ciencia de Materiales. Dissertation, 2017
- [21] 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>
- [22] 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>
- [23] MATĚJÍČEK, J. ; VEVERKA, J. ; YIN, C. ; VILÉMOVÁ, M. ; TEREITYEV, 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>
- [24] GAGANIDZE, E. ; CHAUHAN, A. ; SCHNEIDER, H.-C. ; TEREITYEV, 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>
- [25] YIN, C. ; TEREITYEV, 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>
- [26] 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
- [27] 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
- [28] CONTE, M. ; AKTAA, J.: *Manufacturing influences on microstructure and fracture mechanical properties of polycrystalline tungsten*. In: *Nuclear Materials and Energy* 21 (2019), S. 100591.
<https://doi.org/10.1016/j.nme.2019.01.025>
- [29] 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>
- [30] 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>
- [31] 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>
- [32] 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
- [33] 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>
- [34] 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>
- [35] 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)

- [36] 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
- [37] 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
- [38] 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)
- [39] 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.jrmhm.2015.09.001>
- [40] CARDARELLI, F.: *Materials handbook : A concise desktop reference*. 2. Aufl. London, GBR : Springer Verlag, 2008.
<https://doi.org/10.1007/978-1-84628-669-8>
- [41] 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
- [42] 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>
- [43] 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
- [44] 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>

- [45] MURACA, R.F. ; WHITTICK, J.S.: *Materials data handbook: Aluminum alloy 7075*. 2. Aufl., National Aeronautics and Space Administration. Washington D.C., USA, 1972
- [46] 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
- [47] 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)
- [48] 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
- [49] 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
- [50] 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)
- [51] 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
- [52] RIEDLE, J.: *Bruchwiderstand in Wolfram-Einkristallen: Einfluß der kristallographischen Orientierung, der Temperatur und der Lastrate*. Stuttgart, DEU, Universität Stuttgart. Dissertation, 1995
- [53] 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>
- [54] 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>
- [55] 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>
- [56] 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>
- [57] ANDERSON, T.L.: *Fracture mechanics : Fundamentals and applications*. 4. Aufl. Boca Raton, FL, USA : CRC Press, 2017.
<https://doi.org/10.1201/9781315370293>
- [58] NEU, R. ; RIESCH, J. ; MÜLLER, A. ; 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>
- [59] 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>
- [60] 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>
- [61] 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>
- [62] 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>
- [63] 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>

- [64] REISER, J.: *Duktilisierung von Wolfram : Synthese, Analyse und Charakterisierung von Wolframlaminaten aus Wolframfolie*. Karlsruhe, DEU : KIT Scientific Publishing, 2012 (Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien 7). <https://doi.org/10.5445/KSP/1000029305>
- [65] 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, 1989, S. 763–772
- [66] NADKARNI, A. ; SAMAL, P.K. ; SYNK, J.E.: *Dispersion strengthened metal composites - United States Patent*. Veröffentlichungsnr. 4,999,336. 1991-03-12
- [67] 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)
- [68] ENGLISH, J.J.: *Binary and ternary phase diagrams of columbium, molybdenum, tantalum, and tungsten* (DMIC Report 152), Battelle Memorial Institute. Columbus, OH, USA, 1961
- [69] 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
- [70] 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
- [71] 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>
- [72] 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>

- [73] 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>
- [74] 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
- [75] 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>
- [76] 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
- [77] LI, B.-S. ; MARROW, T.J. ; ARMSTRONG, D.: *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>
- [78] 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>
- [79] 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
- [80] 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)
- [81] 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

- [82] 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>
- [83] 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
- [84] 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>
- [85] 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>
- [86] 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
- [87] 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)
- [88] 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>
- [89] 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
- [90] 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 nano-indentation*. In: *Mater. Des.* 189 (2020), Nr. 5, S. 108499. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108499>
- [91] 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/aaaecf>
- [92] 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>
- [93] 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, 1956, S. 245–253
- [94] 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>
- [95] 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, 1989, S. 793–805
- [96] 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
- [97] 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>
- [98] 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>

- [99] 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>
- [100] FUKUDA, M. ; NOGAMI, S. ; HASEGAWA, A. ; USAMI, H. ; YABUCHI, 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.fusengdes.2014.02.062>
- [101] 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>
- [102] 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>
- [103] 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>
- [104] SAMUELS, J. ; ROBERTS, S.G.: *The Brittle-Ductile Transition in Silicon : I. Experiments*. In: *Proc. R. Soc. A* (1989), Nr. 421, S. 1–23
- [105] NEALE, B.: *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)
- [106] 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)
- [107] LUDWIK, P.: *Elemente der Technologischen Mechanik*. Berlin, DEU : Springer Verlag, 1909. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-40293-1>
- [108] 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>

- [109] 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>
- [110] 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>
- [111] 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>
- [112] 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
- [113] 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)
- [114] 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)
- [115] 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.jrmhm.2017.11.017>
- [116] 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, 1989, S. 235–250
- [117] 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>
- [118] 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
- [119] ARGON, A. ; MALOOF, S.: *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)
- [120] 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
- [121] PFEIFENBERGER, M.J. ; NIKOLIĆ, V. ; ŽÁK, 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>
- [122] 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>
- [123] 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>
- [124] 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>
- [125] 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>

- [126] 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>
- [127] 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>
- [128] 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
- [129] 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
- [130] 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>
- [131] 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)
- [132] 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)
- [133] 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>
- [134] 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>

- [135] KURISHITA, H. ; OISHI, A. ; KUBO, H. ; YOSHINAGA, H.: *Grain boundary fracture in molybdenum bicrystals with various (110) symmetric tilt boundaries*. In: *Trans. JIM* 26 (1985), Nr. 5, S. 341–352.
<https://doi.org/10.2320/matertrans1960.26.341>
- [136] 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>
- [137] 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, 2008 (Ceramic Transactions, 201), S. 681–692
- [138] 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>
- [139] 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>
- [140] MICHOT, G. ; LOYOLA DE OLIVEIRA, M.: *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>
- [141] 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>
- [142] 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>
- [143] 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>
- [144] 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>
- [145] 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)
- [146] 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>
- [147] 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.commatsci.2014.06.036>
- [148] MACHERAUCH, E. ; ZOCH, H.-W.: *Praktikum in Werkstoffkunde*. Wiesbaden : Springer Verlag, 2019. <https://doi.org/10.1007/978-3-658-25374-5>
- [149] HOLLANG, L.: Mechanical properties. In: WASEDA, Y.; ISSHIKI, M. (Hrsg.): *Purification Process and Characterization of Ultra High Purity Metals*. Berlin, DEU : Springer Verlag, 2002, S. 305–348
- [150] 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>
- [151] 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>

- [152] 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)
- [153] BRUNNER, D. ; DIEHL, J.: *The use of stress-relaxation measurements for investigations on the flow stress of α -iron*. In: *Phys. Status Solidi A* 104 (1987), Nr. 1, S. 145–155. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211040110>
- [154] 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)
- [155] 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)
- [156] 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>
- [157] 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
- [158] 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>
- [159] 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>
- [160] 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>
- [161] 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

- [162] SUZUKI, H.: Motion of dislocations in body-centered cubic crystals. In: ROSENFELD, A.R.; HAHN, G.T.; BEMENT, 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
- [163] HIRSCH, P.B.: *Some aspects of the deformation of body-centered cubic metals*. In: *Trans. JIM* 9 (1968), Supplement, S. xxx–xxxix
- [164] 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>
- [165] 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
- [166] 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, 2004 (Dislocations in Solids, 12), S. 1–80
- [167] 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 Verlag, 2020, S. 1525–1544. https://doi.org/10.1007/978-3-319-42913-7_21-1
- [168] 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
- [169] SCHULZE, V. ; VÖHRINGER, O.: Plastic deformation : Constitutive description. In: BUSCHOW, K.H.J. (Hrsg.): *Encyclopedia of materials : Science and technology*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 2001, S. 7050–7064. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/01250-X>
- [170] 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>

- [171] LOW, J. ; GUARD, R.: *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)
- [172] BRUNNER, D. ; DIEHL, J.: *Temperature and strain-rate dependence of the tensile flow stress of high-purity α -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>
- [173] 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>
- [174] YAMAGUCHI, M. ; VITEK, V.: *Core structure of nonscrew $1/2 \langle 111 \rangle$ 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>
- [175] 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>
- [176] 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>
- [177] 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 $1/2 \langle 111 \rangle$ 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>
- [178] 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>
- [179] 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

- [180] 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>
- [181] 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>
- [182] 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>
- [183] CAILLARD, D. ; MARTIN, J.-L.: *Thermally activated mechanisms in crystal plasticity*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 2003 (Pergamon Materials Series 8)
- [184] ANDERSON, P.M. ; HIRTH, J.P. ; LOTHE, J.: *Theory of dislocations*. 3. Aufl. New York, NY, USA : Cambridge University Press, 2017
- [185] 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>
- [186] GOTTSTEIN, G.: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. 4. Aufl. Berlin, DEU : Springer Verlag, 2014. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-36603-1>
- [187] CHOUDHURY, A.: *Statistics of dislocations at low temperature in pure metals with body centered cubic symmetry*. Paris, FRA, Université Paris-Saclay. Dissertation, 2018
- [188] 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>
- [189] CHAMBERS, R. ; 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)

- [190] 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>
- [191] 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>
- [192] 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>
- [193] 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
- [194] 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>
- [195] CHRISTIAN, J.W.: *The theory of transformations in metals and alloys*. 3. Aufl. Oxford, GBR : Pergamon Press, 2002. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044019-4.X5000-4>
- [196] 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, 1975 (Treatise on Materials Science and Technology, 6), S. 1–99. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-341806-7.50008-8>
- [197] 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>
- [198] 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)

- [199] 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>
- [200] BONK, S.W.: *Plastische Verformungsmechanismen in hochgradig kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen Wolframblechen*. Karlsruhe, DEU : KIT Scientific Publishing, 2019 (Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien 78). <https://doi.org/10.5445/KSP/1000088290>
- [201] 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>
- [202] 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>
- [203] 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>
- [204] 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>
- [205] 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/matertrans1989.41.152>
- [206] 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>
- [207] 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>
- [208] 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
- [209] 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>
- [210] 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
- [211] 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>
- [212] 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
- [213] 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
- [214] 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>
- [215] 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)
- [216] 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>
- [217] 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
- [218] MURAKAMI, Y. (Hrsg.): *Stress intensity factors handbook*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 1987

- [219] 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>
- [220] 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
- [221] 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>
- [222] 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>
- [223] 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>
- [224] 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
- [225] ASTM E399. *Test method for linear-elastic plane-strain fracture toughness K_{IC} of metallic materials*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 2019-08
- [226] SCHWALBE, K.-H.: *Bruchmechanik metallischer Werkstoffe*. München, DEU : Carl Hanser, 1980
- [227] 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 Verlag, 1996, S. 409–433. https://doi.org/10.1007/978-94-009-1628-9_22
- [228] 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>
- [229] HARTMAIER, A.: *Modeling of crack-tip plasticity in tungsten single crystals*. Stuttgart, DEU, Universität Stuttgart, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Dissertation, 2000

- [230] 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)
- [231] 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)
- [232] NÉMETH, A.A. ; REISER, J. ; ARMSTRONG, D.E. ; 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>
- [233] ABERNETHY, R.G. ; GIBSON, J.-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>
- [234] AST, J. ; SCHWIEDRZIK, J.J. ; WEHR, 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>
- [235] 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>
- [236] 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>
- [237] 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>
- [238] 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

- [239] 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>
- [240] 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>
- [241] 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>
- [242] 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>
- [243] 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>
- [244] 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>
- [245] 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>

- [246] 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>
- [247] 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>
- [248] 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>
- [249] WEI, Q. ; CHENG, S. ; RAMESH, K. ; 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>
- [250] REN, C. ; FANG, 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>
- [251] 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>
- [252] 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 Ta₂5W*. In: *Acta Mater.* 216 (2021), S. 117110. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117110>
- [253] 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>

- [254] 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>
- [255] BEAKE, B.D. ; HARRIS, A.J. ; MOGHAL, J. ; ARMSTRONG, D.E.: *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>
- [256] 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)
- [257] 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)
- [258] 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, 1989, S. 107–131
- [259] 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>
- [260] TSCHÄTSCH, H.: *Metal forming practise*. Berlin, DEU : Springer Verlag, 2006. <https://doi.org/10.1007/3-540-33217-0>
- [261] WIEGLEB, G.: *Gasmesstechnik in Theorie und Praxis*. Wiesbaden, DEU : Springer Vieweg, 2016. <https://doi.org/10.1007/978-3-658-10687-4>
- [262] HARRIS, D.C.: *Quantitative chemical analysis*. 9. Aufl. New York, NY, USA : W.H. Freeman and Company, 2015
- [263] 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>

- [264] PETZOW, G. ; CARLE, V.: *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*. 6. Aufl. Berlin, DEU : Borntraeger, 2006 (Materialkundlich-technische Reihe 1)
- [265] ASTM E1558. *Electrolytic polishing of metallographic specimens*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 2014-12
- [266] 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>
- [267] KRIEGER LASSEN, N.C.: *Automated determination of crystal orientations from EBSPs*. Lyngby, DNK, Technical University of Denmark. Dissertation, 1994
- [268] 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>
- [269] 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)
- [270] 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>
- [271] 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>
- [272] 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>
- [273] 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, 2012 (Materials Science Forum), S. 566–569. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.702-703.566>

- [274] 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, 2008 (Ceramic Transactions, 201), S. 135–145
- [275] 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>
- [276] 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
- [277] 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>
- [278] 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
- [279] 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>
- [280] SPIEB, L. ; TEICHERT, G. ; SCHWARZER, R. ; BEHNKEN, H. ; GENZEL, C.: *Moderne Röntgenbeugung : Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*. 3. Aufl. Wiesbaden, DEU : Springer Verlag, 2019. <https://doi.org/10.1007/978-3-8348-8232-5>
- [281] 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>
- [282] 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>
- [283] DIN EN ISO 643. *Stahl - Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße*. Berlin, DEU : Beuth Verlag, 2020-06
- [284] 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>
- [285] 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)
- [286] 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>
- [287] 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, 2012, S. 3–37. <https://doi.org/10.1002/9783527652167.ch1>
- [288] 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>
- [289] DIN ISO 13067. *Mikrobereichsanalyse - Elektronenrückstreuung - Messung der mittleren Korngröße*. Berlin, DEU : Beuth Verlag, 2015-12
- [290] 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*. Dordrecht, NLD : Kluwer Academic, 1984, S. 157–192. https://doi.org/10.1007/978-94-009-6146-3_7
- [291] 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>
- [292] 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>
- [293] WILLIAMSON, G. ; HALL, W.: *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)
- [294] 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>
- [295] KRIVOGLAZ, M.A.: *Theory of x-ray and thermal-neutron scattering by real crystals*. New York, NY, USA : Plenum, 1969
- [296] 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>
- [297] 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>
- [298] 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
- [299] RIBÁRIK, G.: *Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties*. Budapest, HUN, Eötvös Loránd University. Dissertation, 2008
- [300] 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>

- [301] 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>
- [302] 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)
- [303] CULLITY, B.D. ; STOCK, S.R.: *Elements of x-ray diffraction*. 3. Aufl. Harlow, GBR : Pearson, 2014
- [304] 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>
- [305] 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>
- [306] 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>
- [307] SIMM, T.: *The use of diffraction peak profile analysis in studying the plastic deformation of metals*. Manchester, GBR, University of Manchester. Dissertation, 2013
- [308] 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)
- [309] 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>

- [310] 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>
- [311] PRINCE, E. (Hrsg.); FUESS, 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>
- [312] 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, 2014, 751-775
- [313] 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>
- [314] 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>
- [315] 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>
- [316] 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
- [317] 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>
- [318] 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>

- [319] 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>
- [320] 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>
- [321] 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>
- [322] 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>
- [323] WILLIAMS, D.B. ; CARTER, C.B.: *Transmission electron microscopy : A textbook for materials science*. 2. Aufl. New York : Springer Verlag, 2008
- [324] REIMER, L. ; KOHL, H.: *Transmission electron microscopy : Physics of image formation*. 5. Aufl. New York, NY : Springer Verlag, 2008 (Springer Series in Optical Sciences 36). <https://doi.org/10.1007/978-0-387-40093-8>
- [325] 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>
- [326] 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.engfracmech.2012.07.021>
- [327] 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>

- [328] 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
- [329] KRÜGER, L.: *Bruchmechanische Beanspruchungsparameter (J-Integral und CTOD-Konzept)* (DGM-Fortbildungsseminar Bruchmechanik). Freiberg, DEU, 30.09.2015
- [330] ASTM E1820. *Test method for measurement of fracture toughness*. West Conshohocken, PA, USA : ASTM International, 2020-07
- [331] ASTM E370. *Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products*. West Conshohocken, PA : ASTM International, 2016-05
- [332] 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>
- [333] 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>
- [334] CAO, L.W. ; WU, S.J. ; FLEWITT, P.: *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>
- [335] 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>
- [336] 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)
- [337] 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.ijrmhm.2015.05.012>
- [338] 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>
- [339] 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>
- [340] 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>
- [341] DEZERALD, 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>
- [342] 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>
- [343] 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
- [344] 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>
- [345] 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 Publi-

- shing, 2016 (Woodhead Publishing series in EFC, 67), S. 169–238.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100049-6.00005-7>
- [346] 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>
- [347] RAABE, D.: *Texturen kubisch-raumzentrierter Übergangsmetalle*. Aachen, DEU, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Geowissenschaften. Dissertation, 1992
- [348] 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>
- [349] 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>
- [350] 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)
- [351] 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, 1994 (Materials Science Forum, 157-162), S. 597–610. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.597>
- [352] 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>
- [353] 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)
- [354] 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>
- [355] HIELSCHER, R. ; SILBERMANN, C.B. ; SCHMIDL, E. ; IHLEMANN, J.: *Denosing of crystal orientation maps.* In: *J. Appl. Crystallogr.* 52 (2019), Nr. 5, S. 984–996. <https://doi.org/10.1107/S1600576719009075>
- [356] 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>
- [357] BRANDON, D.: *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)
- [358] 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)
- [359] 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)
- [360] GIL SEVILLANO, J. ; VAN HOUTTE, P. ; AERNOUDT, 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)
- [361] HUGHES, D. ; 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)
- [362] 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>
- [363] 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>
- [364] 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)
- [365] ALEXANDROV, I.V. ; RAAB, G.I. ; KAZYHANOV, V.U. ; SHESTAKOVA, L.O. ; VALIEV, R.Z. ; DOWDING, R.J.: *Ultrafine-grained tungsten pro-*

- duced 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>
- [366] 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>
- [367] 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)
- [368] 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>
- [369] PRIESTER, L.: *Grain boundaries : From theory to engineering*. Dordrecht, NLD : Springer Verlag, 2013 (Springer Series in Materials Science 172). <https://doi.org/10.1007/978-94-007-4969-6>
- [370] 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>
- [371] 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>
- [372] 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>
- [373] 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>

- [374] HEPP, F.: *Eigenspannungsauf und -abbau beim Ziehen von Wolframdrähten*. Freiberg, DEU, Technische Universität Bergakademie Freiberg, Fakultät für Geowissenschaften, Geotechnik und Bergbau. Dissertation, 1996
- [375] 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>
- [376] 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>
- [377] 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)
- [378] 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>
- [379] RUPP, D.: *Bruch und Spröd-duktil-Übergang in polykristallinem Wolfram : Einfluss von Mikrostruktur und Lastrate*. Karlsruhe, DEU, Karlsruher Institute für Technologie. Dissertation, 2010
- [380] 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>
- [381] 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>
- [382] 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)
- [383] KOCKS, U.F. ; ARGON, A.S. ; ASHBY, M.F.: *Thermodynamics and kinetics of slip*. In: *Prog. Mater. Sci.* 19 (1975), S. 1–291

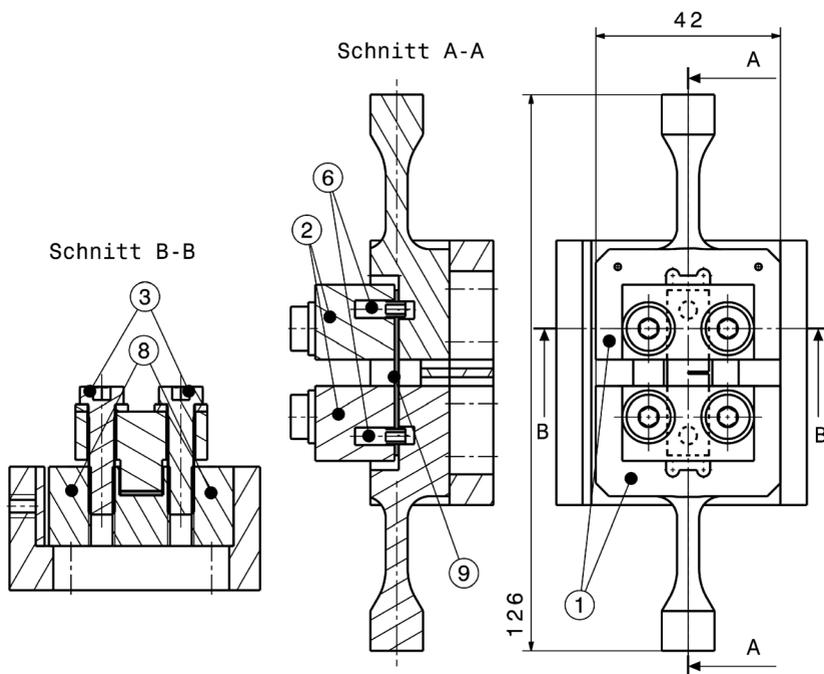
- [384] OUDE VRIELINK, M.A. ; VAN DOMMELEN, J. ; GEERS, M.: *Numerical investigation of the brittle-to-ductile transition temperature of rolled high-purity tungsten*. In: *Mech. Mater.* 145 (2020), 4b, S. 103394. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103394>
- [385] KALÁCSKA, S. ; AST, J. ; ISPÁNOVITY, 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>
- [386] 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>
- [387] 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>
- [388] 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>
- [389] 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>
- [390] 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>
- [391] FROST, H.J. ; ASHBY, M.F.: *Deformation-mechanism maps : The plasticity and creep of metals and ceramics*. Oxford, GBR : Pergamon Press, 1982
- [392] 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>

- [393] 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)
- [394] 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
- [395] 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>
- [396] 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>
- [397] YIN, C. ; TERENTYEV, 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>
- [398] MORRIS, J.: *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
- [399] PETCH, N.J.: *The cleavage strength of polycrystals*. In: *J. Iron Steel Inst. JISI* 174 (1953), S. 25–28
- [400] 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>
- [401] NIKOLIĆ, V. ; RIESCH, J. ; PIPPAN, R.: *The effect of heat treatments on pure and potassium doped drawn tungsten wires: Part I : Microstructu-*

- ral characterization*. In: *Mater. Sci. Eng., A* 737 (2018), S. 422–433.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.027>
- [402] 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>
- [403] 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>
- [404] 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>
- [405] 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>
- [406] 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>
- [407] 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>
- [408] 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, 2004, S. 648–653.
<https://doi.org/10.1002/3527602461.ch11h>
- [409] 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>

- [410] 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>
- [411] 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>
- [412] 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



9	1	W-Riss-Probe2	KIT-00090477	W
8	2	Fuehrungsstift	KIT-00090970	Ms
7	2	Draht	Ø1,5xØ	V2a
6	2	Stift 1 (Ø4x11,5)	KIT-00090972	V2a
5	2	DM-Winkel	KIT-00090422	V2a
4	2	Zylinderkopfschraube	ISO 4762 M6x10 gekürzt auf 8	A4
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.

Abbildung A 1: Zusammenstellungszeichnungen Prüfeinrichtung SE(T). Es ist der Probenhalter inklusive montierter Probe in der Montagevorrichtung abgebildet. Zeichnung Eigentum KIT

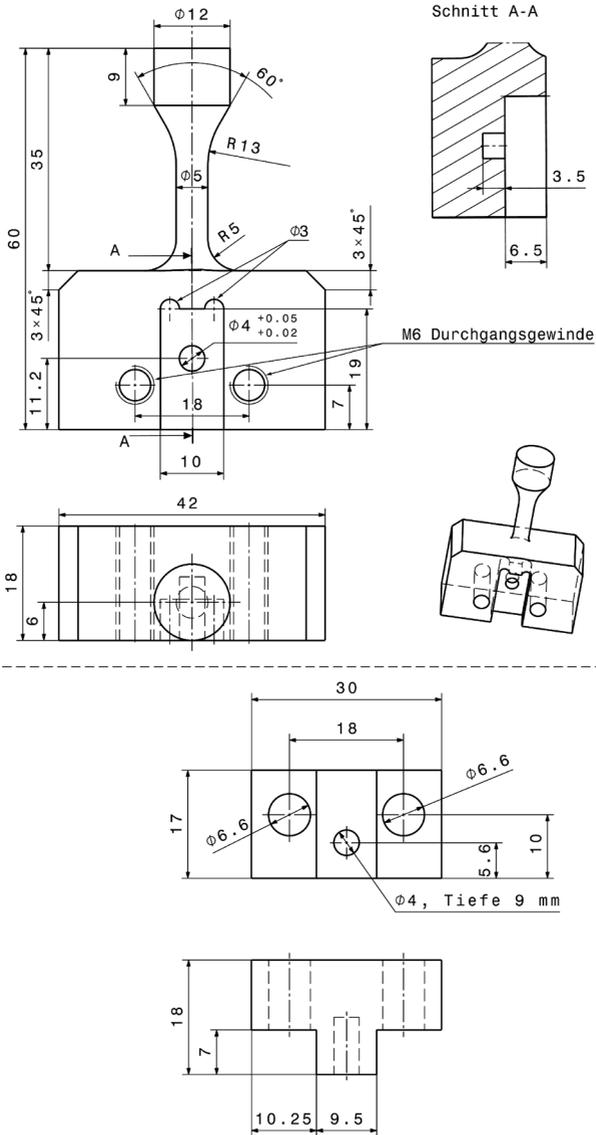
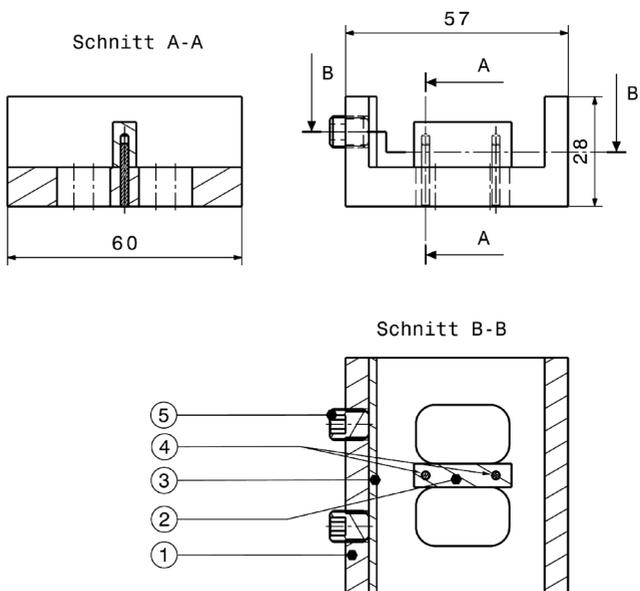


Abbildung A 2: Einzelteilzeichnung Prüfeinrichtung SE(T). Fertigungszeichnungen der Pos. 1 (Einhängung V2) und Pos.2 (Klemmung V2); vgl. Abbildung A1. Zeichnung Eigentum KIT



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.

Abbildung A 3: Zusammenstellungszeichnung Montagevorrichtung. Die Nutzung ist in Abbildung A1 verdeutlicht. Zeichnung Eigentum KIT

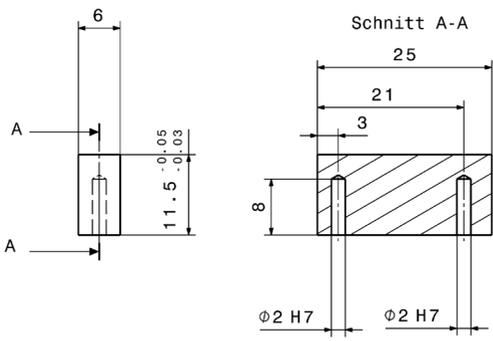
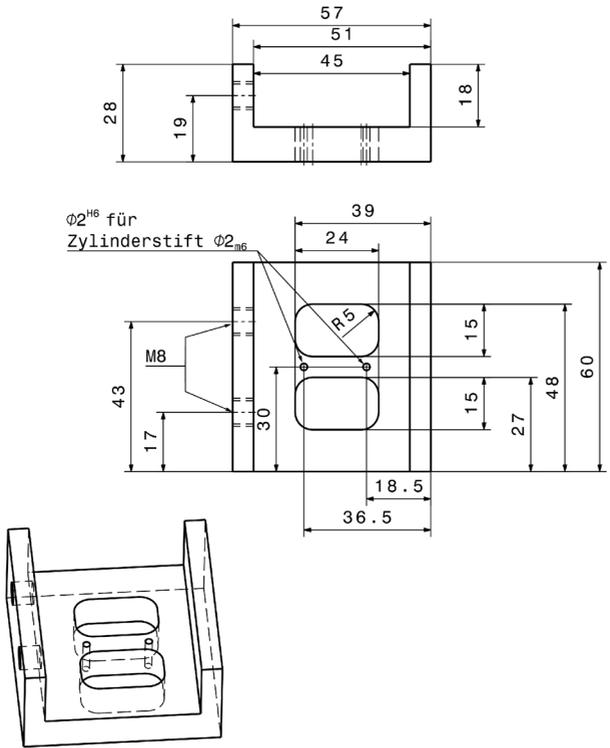


Abbildung A 4: Einzelteilzeichnung Montagevorrichtung. Fertigungszeichnungen der Pos. 1 (Montageblock V2) und Pos. 2 (Distanzstück); vgl. Abbildung A3. Zeichnung Eigentum KIT

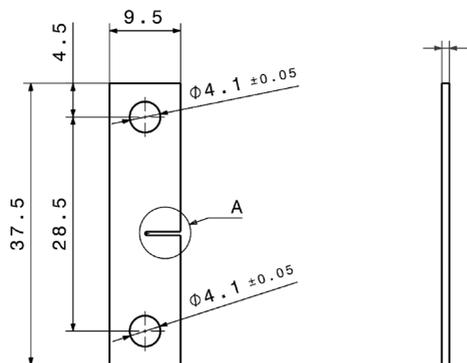


Abbildung A 5: Fertigungszeichnung SE(T) Probe. Die Kerblänge entspricht 50 % der Probenbreite, die Probendicke ist variable und durch die Blechdicke determiniert. Zeichnung Eigentum KIT

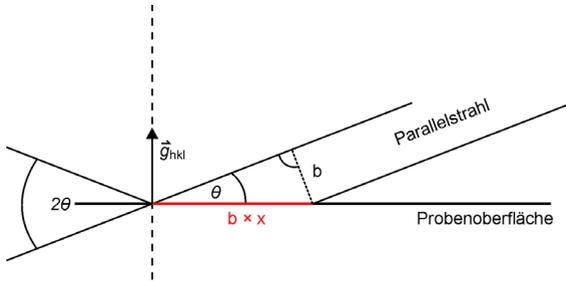


Abbildung A 6: Anpassung der vom Röntgenstrahl beschienenen Fläche. Es ist die Entwicklung der Länge der beschienenen Fläche $b \times x$ bei gegebener Strahlbreite b demonstriert. Der Einstrahlwinkel entspricht dem Beugungswinkel θ . Der Beugungsvektor \vec{g} steht senkrecht zur Probenoberfläche.

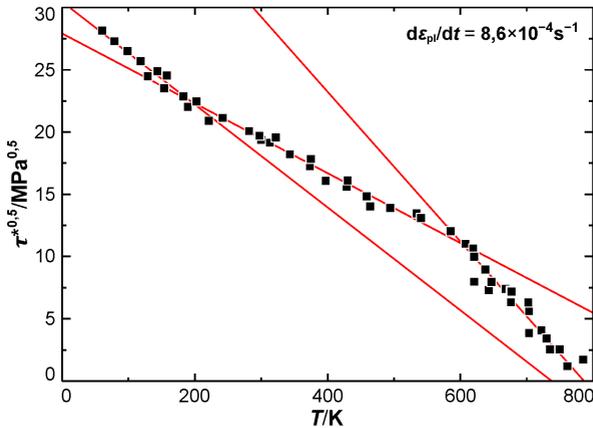


Abbildung A 7: Verlauf der effektiven Schubspannung. Es ist die Wurzel der effektiven Schubspannung τ^* über die Verformungstemperatur T aufgetragen. Dabei ergeben sich drei Bereiche (Abbildung 4.19 /S. 149 und Abbildung 5.21 /S. 238) mit in erster Näherung linearen Entwicklungen. Die Datenpunkte sind Brunner [205] entnommen und für SX W mit hoher Reinheit (5N) ermittelt. Die Orientierung entspricht der Mittellage; vgl. Abbildung 2.1 /S. 18.

Berechnung der Ratenabhängigkeit der Knietemperatur

Die Berechnung der Dehnratenabhängigkeit der Knietemperatur für Abbildung 5.22 /S. 249 erfolgte anhand zweier verschachtelter Arrhenius-Beziehungen in der Form

$$T_k = \frac{E_p}{k_B \ln \left(\frac{A^{Br}}{\dot{\epsilon}_{pl}} \right)} \quad (A1)$$

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

$$A^{Br} = \dot{\epsilon}_{pl}^{Br} \exp \left(\frac{E_p}{k_B T_k^{Br}} \right) \quad (A2)$$

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* [205] gewählten plastischen Dehnrates von $8,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und der damit verknüpften Knietemperatur von 775 K; der Index *Br* verdeutlicht, dass die Eingangsgröße aus *Brunner* [205] entnommen wurde. Als Peierls-Energie der Kinkenpaarbildung E_p wurde der von *Ziebart* [81] und *Brunner* [205] ermittelte Betrag von 2,1 eV herangezogen.

Anhang B: Ergebnisse

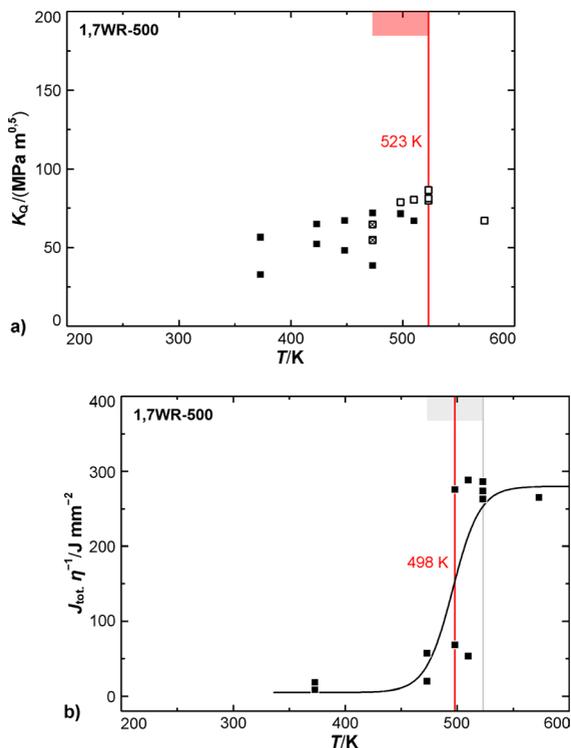


Abbildung A 8: Ergebnisse der Bruchmechanikversuche für 1,7WR-500 (Erweiterung zu Abbildung 5.16 und Abbildung 5.17 /S. 207): In (a) ist die scheinbare Bruchzähigkeit K_Q über der Prüftemperatur T aufgetragen. Die rote Linie markiert die BDT-Temperatur nach dem 2%-Kriterium. Das jeweils oben rot hervorgehobene 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 $J_{\text{tot}} \eta^{-1}$ 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, die graue nach dem 2%-Kriterium.

Tabelle A 1: BDT-Temperaturen und aufgebrachte Belastungsraten für 1,7WR-500 (Erweiterung zu Tabelle 5.3 /S. 212). 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 ^{0,5} s ⁻¹
1,7WR	(i)	523	494,4 ±6,2
	(ii)	498	544,7 ±6,3
	(iii)	503	500

Angaben zur Datenverfügbarkeit

Angesichts des Umfangs der experimentellen Arbeiten sind die Rohdaten nicht in dieser Ausarbeitung inkludiert, sind jedoch auf Anfrage einsehbar. Die erhobenen mikrostrukturellen Kennwerte sind in der Regel als Mittelwerte in dieser Ausarbeitung tabelliert. Die im Rahmen dieser Promotion entwickelten Python-Skripte sind ebenfalls auf Anfrage verfügbar.

Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien

ISSN 2192-9963

- Band 1 Prachai Norajitra
Divertor Development for a Future Fusion Power Plant.
ISBN 978-3-86644-738-7
- Band 2 Jürgen Prokop
Entwicklung von Spritzgießsonderverfahren zur Herstellung von Mikrobauteilen durch galvanische Replikation.
ISBN 978-3-86644-755-4
- Band 3 Theo Fett
New contributions to R-curves and bridging stresses – Applications of weight functions.
ISBN 978-3-86644-836-0
- Band 4 Jérôme Acker
Einfluss des Alkali/Niob-Verhältnisses und der Kupferdotierung auf das Sinterverhalten, die Strukturbildung und die Mikrostruktur von bleifreier Piezokeramik ($K_{0,5}Na_{0,5}$)NbO₃.
ISBN 978-3-86644-867-4
- Band 5 Holger Schwaab
Nichtlineare Modellierung von Ferroelektrika unter Berücksichtigung der elektrischen Leitfähigkeit.
ISBN 978-3-86644-869-8
- Band 6 Christian Dethloff
Modeling of Helium Bubble Nucleation and Growth in Neutron Irradiated RAFM Steels.
ISBN 978-3-86644-901-5
- Band 7 Jens Reiser
Duktilisierung von Wolfram. Synthese, Analyse und Charakterisierung von Wolframlaminaten aus Wolframfolie.
ISBN 978-3-86644-902-2
- Band 8 Andreas Sedlmayr
Experimental Investigations of Deformation Pathways in Nanowires.
ISBN 978-3-86644-905-3

- Band 9 Matthias Friedrich Funk
Microstructural stability of nanostructured fcc metals during cyclic deformation and fatigue.
ISBN 978-3-86644-918-3
- Band 10 Maximilian Schwenk
Entwicklung und Validierung eines numerischen Simulationsmodells zur Beschreibung der induktiven Ein- und Zweifrequenzrandschichthärtung am Beispiel von vergütetem 42CrMo4.
ISBN 978-3-86644-929-9
- Band 11 Matthias Merzkirch
Verformungs- und Schädigungsverhalten der verbundstrang-gespresten, federstahldrahtverstärkten Aluminiumlegierung EN AW-6082.
ISBN 978-3-86644-933-6
- Band 12 Thilo Hammers
Wärmebehandlung und Recken von verbundstrang-gespresten Luftfahrtprofilen.
ISBN 978-3-86644-947-3
- Band 13 Jochen Lohmiller
Investigation of deformation mechanisms in nanocrystalline metals and alloys by in situ synchrotron X-ray diffraction.
ISBN 978-3-86644-962-6
- Band 14 Simone Schreijäg
Microstructure and Mechanical Behavior of Deep Drawing DC04 Steel at Different Length Scales.
ISBN 978-3-86644-967-1
- Band 15 Zhiming Chen
Modelling the plastic deformation of iron.
ISBN 978-3-86644-968-8
- Band 16 Abdullah Fatih Çetinel
Oberflächendefektausheilung und Festigkeitssteigerung von niederdruckspritzgegossenen Mikrobiengebalken aus Zirkoniumdioxid.
ISBN 978-3-86644-976-3
- Band 17 Thomas Weber
Entwicklung und Optimierung von gradierten Wolfram/EUROFER97-Verbindungen für Divertorkomponenten.
ISBN 978-3-86644-993-0

- Band 18 Melanie Senn
Optimale Prozessführung mit merkmalsbasierter Zustandsverfolgung.
ISBN 978-3-7315-0004-9
- Band 19 Christian Mennerich
Phase-field modeling of multi-domain evolution in ferromagnetic shape memory alloys and of polycrystalline thin film growth.
ISBN 978-3-7315-0009-4
- Band 20 Spyridon Korres
On-Line Topographic Measurements of Lubricated Metallic Sliding Surfaces.
ISBN 978-3-7315-0017-9
- Band 21 Abhik Narayan Choudhury
Quantitative phase-field model for phase transformations in multi-component alloys.
ISBN 978-3-7315-0020-9
- Band 22 Oliver Ulrich
Isothermes und thermisch-mechanisches Ermüdungsverhalten von Verbundwerkstoffen mit Durchdringungsgefüge (Preform-MMCs).
ISBN 978-3-7315-0024-7
- Band 23 Sofie Burger
High Cycle Fatigue of Al and Cu Thin Films by a Novel High-Throughput Method.
ISBN 978-3-7315-0025-4
- Band 24 Michael Teutsch
Entwicklung von elektrochemisch abgeschiedenem LIGA-Ni-Al für Hochtemperatur-MEMS-Anwendungen.
ISBN 978-3-7315-0026-1
- Band 25 Wolfgang Rheinheimer
Zur Grenzflächenanisotropie von SrTiO₃.
ISBN 978-3-7315-0027-8
- Band 26 Ying Chen
Deformation Behavior of Thin Metallic Wires under Tensile and Torsional Loadings.
ISBN 978-3-7315-0049-0

- Band 27 Sascha Haller
Gestaltfindung: Untersuchungen zur Kraftkegelmethode.
ISBN 978-3-7315-0050-6
- Band 28 Nicht erschienen
- Band 29 Gunnar Picht
Einfluss der Korngröße auf ferroelektrische Eigenschaften dotierter $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ Materialien.
ISBN 978-3-7315-0106-0
- Band 30 Esther Held
Eigenspannungsanalyse an Schichtverbunden mittels inkrementeller Bohrlochmethode.
ISBN 978-3-7315-0127-5
- Band 31 Pei He
On the structure-property correlation and the evolution of Nanofeatures in 12-13.5% Cr oxide dispersion strengthened ferritic steels.
ISBN 978-3-7315-0141-1
- Band 32 Jan Hoffmann
Ferritische ODS-Stähle – Herstellung, Umformung und Strukturanalyse.
ISBN 978-3-7315-0157-2
- Band 33 Wiebke Sittel
Entwicklung und Optimierung des Diffusionsschweißens von ODS Legierungen.
ISBN 978-3-7315-0182-4
- Band 34 Osama Khalil
Isothermes Kurzzeitermüdungsverhalten der hoch-warmfesten Aluminium-Knetlegierung 2618A (AlCu2Mg1,5Ni).
ISBN 978-3-7315-0208-1
- Band 35 Nicht erschienen
- Band 36 Christoph Hage
Grundlegende Aspekte des 2K-Metallpulverspritzgießens.
ISBN 978-3-7315-0217-3
- Band 37 Bartłomiej Albiński
Instrumentierte Eindringprüfung bei Hochtemperatur für die Charakterisierung bestrahlter Materialien.
ISBN 978-3-7315-0221-0

- Band 38 Tim Feser
Untersuchungen zum Einlaufverhalten binärer alpha-Messinglegierungen unter Ölschmierung in Abhängigkeit des Zinkgehaltes.
ISBN 978-3-7315-0224-1
- Band 39 Jörg Ettrich
Fluid Flow and Heat Transfer in Cellular Solids.
ISBN 978-3-7315-0241-8
- Band 40 Melanie Syha
Microstructure evolution in strontium titanate Investigated by means of grain growth simulations and x-ray diffraction contrast tomography experiments.
ISBN 978-3-7315-0242-5
- Band 41 Thomas Haas
Mechanische Zuverlässigkeit von gedruckten und gasförmig abgeschiedenen Schichten auf flexiblem Substrat.
ISBN 978-3-7315-0250-0
- Band 42 Aron Kneer
Numerische Untersuchung des Wärmeübertragungsverhaltens in unterschiedlichen porösen Medien.
ISBN 978-3-7315-0252-4
- Band 43 Manuel Feuchter
Investigations on Joule heating applications by multiphysical continuum simulations in nanoscale systems.
ISBN 978-3-7315-0261-6
- Band 44 Alexander Vondrous
Grain growth behavior and efficient large scale simulations of recrystallization with the phase-field method.
ISBN 978-3-7315-0280-7
- Band 45 Tobias Kennerknecht
Fatigue of Micro Molded Materials – Aluminum Bronze and Yttria Stabilized Zirconia.
ISBN 978-3-7315-0293-7
- Band 46 Christopher Scherr
Elektrochemisches Verhalten von Lithium-Schwefel-Zellen mit unterschiedlicher Kathodenstruktur.
ISBN 978-3-7315-0296-8

- Band 47 Konstantin Frölich
Der Decal-Prozess zur Herstellung katalysatorbeschichteter Membranen für PEM-Brennstoffzellen.
ISBN 978-3-7315-0334-7
- Band 48 Benedikt Haspel
Werkstoffanalytische Betrachtung der Eigenschaften von mittels neuartiger RTM-Fertigungsprozesse hergestellten glasfaserverstärkten Polymerverbunden.
ISBN 978-3-7315-0337-8
- Band 49 Marco Berghoff
Skalenübergreifende Modellierung und Optimierung vom atomistischen kristallinen Phasenfeldmodell bis zur mesoskopischen Phasenfeldmethode.
ISBN 978-3-7315-0416-0
- Band 50 Michael Selzer
Mechanische und Strömungsmechanische Topologieoptimierung mit der Phasenfeldmethode.
ISBN 978-3-7315-0431-3
- Band 51 Michael Mahler
Entwicklung einer Auswertemethode für bruchmechanische Versuche an kleinen Proben auf der Basis eines Kohäsivzonenmodells.
ISBN 978-3-7315-0441-2
- Band 52 Christoph Bohnert
Numerische Untersuchung des Verformungs- und Bruchverhaltens von einkristallinem Wolfram auf mikroskopischer Ebene.
ISBN 978-3-7315-0444-3
- Band 53 Stefan Guth
Schädigung und Lebensdauer von Nickelbasislegierungen unter thermisch-mechanischer Ermüdungsbeanspruchung bei verschiedenen Phasenlagen.
ISBN 978-3-7315-0445-0
- Band 54 Markus Klinsmann
The Effects of Internal Stress and Lithium Transport on Fracture in Storage Materials in Lithium-Ion Batteries.
ISBN 978-3-7315-0455-9

- Band 55 Thomas Straub
Experimental Investigation of Crack Initiation in Face-Centered Cubic Materials in the High and Very High Cycle Fatigue Regime.
ISBN 978-3-7315-0471-9
- Band 56 Maren Lepple
Kupfer- und Eisenoxide als Konversions-Elektrodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien: Thermodynamische und Elektrochemische Untersuchungen.
ISBN 978-3-7315-0482-5
- Band 57 Stefan Andreas Slaby
Charakterisierung und Bewertung der Zug- und Ermüdungseigenschaften von Mikrobauteilen aus 17-4PH Edelstahl. Ein Vergleich von mikropulverspritzgegossenem und konventionell hergestelltem Material.
ISBN 978-3-7315-0484-9
- Band 58 Kumar Ankit
Phase-field modeling of microstructural pattern formation in alloys and geological veins.
ISBN 978-3-7315-0491-7
- Band 59 Kuo Zhang
Characterization and Modeling of the Ratcheting Behavior of the Ferritic-Martensitic Steel P91.
ISBN 978-3-7315-0503-7
- Band 60 Nicht erschienen
- Band 61 Fabian Lemke
Untersuchung des Sinterverhaltens von SrTiO₃ unter Berücksichtigung der Defektchemie.
ISBN 978-3-7315-0510-5
- Band 62 Johannes Kümmel
Detaillierte Analyse der Aufbauschneidenbildung bei der Trockenzerspannung von Stahl C45E mit Berücksichtigung des Werkzeugverschleißes.
ISBN 978-3-7315-0518-1
- Band 63 László Hagymási
Modellierung der Stoffübertragung beim Niederdruckcarbonitrieren mit Ammoniak und Acetylen.
ISBN 978-3-7315-0568-6

- Band 64 Reza Eslami
A novel micro-mechanical model for prediction of multiaxial high cycle fatigue at small scales.
ISBN 978-3-7315-0583-9
- Band 65 Sebastian Schulz
Phase-field simulations of multi-component solidification and coarsening based on thermodynamic datasets.
ISBN 978-3-7315-0618-8
- Band 66 Markus Stricker
Die Übertragung von mikrostrukturellen Eigenschaften aus der diskreten Versetzungsdynamik in Kontinuumsbeschreibungen.
ISBN 978-3-7315-0658-4
- Band 67 Luis Straßberger
Untersuchung und Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens oxidpartikelverstärkter Stähle.
ISBN 978-3-7315-0674-4
- Band 68 Mark Wobrock
Microplasticity of idealized single crystalline Ag cantilevers characterized with methods of high resolution.
ISBN 978-3-7315-0682-9
- Band 69 Amritesh Kumar
Micromechanical study on the deformation behaviour of directionally solidified NiAl-Cr eutectic composites.
ISBN 978-3-7315-0694-2
- Band 70 Johannes Hötzer
Massiv-parallele und großskalige Phasenfeldsimulationen zur Untersuchung der Mikrostrukturentwicklung.
ISBN 978-3-7315-0693-5
- Band 71 Thomas Hupfer
Herstellung von LATP für den Einsatz als Festkörperelektrolyt und dessen Eigenschaften.
ISBN 978-3-7315-0702-4
- Band 72 Florentin Pottmeyer
Schädigungsverhalten von in CFK-Laminaten eingebetteten Inserts unter bauteilnahen Beanspruchungen.
ISBN 978-3-7315-0719-2

- Band 73 Andres Höweling
Untersuchung der Hochvoltstabilität und Tiefentladung von dotierten $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{1,5}\text{O}_4$ -Hochvoltspinnellen.
ISBN 978-3-7315-0728-4
- Band 74 Tabea Gisela Schwark
Deformation and Fracture Properties of the Soft Magnetic Composite Somaloy 700 3P on Different Length Scales.
ISBN 978-3-7315-0759-8
- Band 75 Klaudia Lichtenberg
Metallmatrixverbunde mit Verstärkungselementen aus metallischem Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ – Herstellung und Charakterisierung.
ISBN 978-3-7315-0782-6
- Band 76 Claudio Findeisen
Charakterisierung und Modellierung von instabilen Metamaterialien.
ISBN 978-3-7315-0869-4
- Band 77 Nilescha Mishra
Influence of strain on the functionality of ink-jet printed thin films and devices on flexible substrates.
ISBN 978-3-7315-0853-3
- Band 78 Simon Werner Bonk
Plastische Verformungsmechanismen in hochgradig kaltgewalzten, ultrafeinkörnigen Wolframblechen.
ISBN 978-3-7315-0878-6
- Band 79 Tim Gräning
Herstellung, Charakterisierung und Optimierung von austenitischen ODS Stählen.
ISBN 978-3-7315-0732-1
- Band 80 Peter Rupp
Herstellung, Prüfung und Modellierung neuartiger hybrider Aluminiumschaum-CFK-Sandwichverbunde.
ISBN 978-3-7315-0880-9
- Band 81 Benjamin Sebastian Ehreiser
Einfluss mechanischer Lasten auf die Herstellung von Stahl-Glaskeramik-Verbunden.
ISBN 978-3-7315-0954-7

- Band 82 Hans Giel
Weiterentwicklung experimenteller Methoden zur Ermittlung thermodynamischer Werkstoffdaten von Lithium-Ionen-Batterien.
ISBN 978-3-7315-0981-3
- Band 83 Anna Trauth
Characterisation and Modelling of Continuous-Discontinuous Sheet Moulding Compound Composites for Structural Applications.
ISBN 978-3-7315-0950-9
- Band 84 Jonas Johannes Hütter
The Impact of Recycling on the Fibre and the Composite Properties of Carbon Fibre Reinforced Plastics.
ISBN 978-3-7315-0983-7
- Band 85 Nicolas A. Mayer
Thermodynamik von Kobaltoxid Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien und ihr elektrochemisches Verhalten.
ISBN 978-3-7315-0996-7
- Band 86 Ulrich Führer
Untersuchung und Modellierung des Haltezeiteinflusses auf die zyklische Entfestigung ferritisch-martensitischer Stähle.
ISBN 978-3-7315-0837-3
- Band 87 Ebru Cihan
Structure evolution in tribological interfaces studied by multilayer model alloys.
ISBN 978-3-7315-0999-8
- Band 88 Markus Sudmanns
Entwicklung einer Kontinuumsbeschreibung für die Versetzungsmobilität in Versetzungsnetzwerken.
ISBN 978-3-7315-1001-7
- Band 89 Tao Zhang
Phase-field Modeling of Phase Changes and Mechanical Stresses in Electrode Particles of Secondary Batteries.
ISBN 978-3-7315-1002-4

- Band 90 Markus Ganser
On the Electro-Chemo-Mechanical Coupling in Solid State Batteries and its Impact on Morphological Interface Stability.
ISBN 978-3-7315-1047-5
- Band 91 Michael Kellner
Modellierung mehrkomponentiger Materialsysteme für die Phasenfeldmethode und Analyse der simulierten Mikrostrukturen.
ISBN 978-3-7315-1044-4
- Band 92 Felix Schröckert
Herstellung dünner Folien aus Lithium-Lanthan-Titanat zur Anwendung als Festkörperelektrolyt.
ISBN 978-3-7315-1008-6
- Band 93 Ephraim Schoof
Chemomechanische Modellierung der Wärmebehandlung von Stählen mit der Phasenfeldmethode.
ISBN 978-3-7315-1050-5
- Band 94 Alexander Valentin Brabänder
Registrierende Härtemessung an neutronenbestrahlten Materialien bei hohen Temperaturen.
ISBN 978-3-7315-1097-0
- Band 95 Denny Schmidt
Einfluss der Kompaktierung auf die Elektrodenmikrostruktur und elektrochemische Performance bei Lithium-Ionen-Zellen.
ISBN 978-3-7315-1098-7
- Band 96 Svenja Dittrich
Entwicklung von Siebdruckpasten zur Herstellung von Glaslotfugungen für die Festoxidbrennstoffzelle.
ISBN 978-3-7315-1085-7
- Band 97 Michael Dippon
Bestimmung der Betriebsgrenzen für das Schnellladen von Lithium-Ionen Batterien.
ISBN 978-3-7315-1123-6

- Band 98 Patricia Haremski
Diffusionseigenschaften von Nickel in einer Festoxid-Brennstoffzelle.
ISBN 978-3-7315-1124-3
- Band 99 Florian Wankmüller
Mehrskalige Charakterisierung der Hochtemperatur-Brennstoffzelle (SOFC).
ISBN 978-3-7315-1142-7
- Band 100 Niklas Russner
Modellgestützte Analyse des Stackbetriebs von Festoxidzellen.
ISBN 978-3-7315-1144-1
- Band 101 Theo Fett, Karl G. Schell, Ethel C. Bucharsky, Gabriele Rizzi, Pascal Hettich, Susanne Wagner, Michael J. Hoffmann
Consequences of hydroxyl generation by the silica/water reaction - Part I: Diffusion and Swelling.
ISBN 978-3-7315-1148-9
- Band 102 Theo Fett, Karl G. Schell, Ethel C. Bucharsky, Gabriele Rizzi, Susanne Wagner, Michael J. Hoffmann
**Consequences of hydroxyl generation by the silica/water reaction - Part II: Global and local Swelling
Part III: Damage and Young's Modulus.**
ISBN 978-3-7315-1159-5
- Band 103 Johannes Dornheim
Modellfreies Lernen optimaler zeitdiskreter Regelungsstrategien für Fertigungsprozesse mit endlichem Zeithorizont.
ISBN 978-3-7315-1158-8
- Band 104 Markus Muth
Grundlagenuntersuchungen an intrinsisch gefertigten lasttragenden FVK/Metall-Hybridträgern.
ISBN 978-3-7315-1161-8
- Band 105 Oleg Birkholz
Modeling transport properties and electrochemical performance of hierarchically structured lithium-ion battery cathodes using resistor networks and mathematical half-cell models.
ISBN 978-3-7315-1172-4

- Band 106 Verena Irene Becker
Modellierung der Mechanik und der effektiven Transporteigenschaften von partikulären Kathoden sowie deren Einfluss auf die elektrochemische Performance von Lithium-Ionen-Batterien.
ISBN 978-3-7315-1174-8
- Band 107 Nikolai Zimmer
Nanoskalige Analytik der Mikrostruktur von hochdosig bestrahltem Beryllium.
ISBN 978-3-7315-1178-6
- Band 108 Francesco Mazzocchi
Development of NbN based Kinetic Inductance Detectors on sapphire and diamond substrates for fusion plasma polarimetric diagnostics.
ISBN 978-3-7315-1181-6
- Band 109 Adrian Schmidt
Multiskalige Modellierung von Lithium-Ionen-Batterien.
ISBN 978-3-7315-1227-1
- Band 110 Maximilian Röhe
Dynamic Model-based Analysis of Oxygen Reduction Reaction in Gas Diffusion Electrodes.
ISBN 978-3-7315-1234-9
- Band 111 Michael Späth
Phasenfeldmodellierung von Bruchbildungs-, Kristallisations- und Auflösungsvorgängen in hydrothermalen Umgebungen.
ISBN 978-3-7315-1242-4
- Band 112 Friedemann Streich
Numerische Modellierung und Simulation von bleifreien Relaxor-Ferroelektrikum-Kompositen.
ISBN 978-3-7315-1259-2
- Band 113 Paul S. Zielonka
Entwicklung und Charakterisierung von Siliziumnitrid-/Siliziumkarbidkompositen für den Einsatz in tribologisch hochbeanspruchten Gleitsystemen.
ISBN 978-3-7315-1269-1
- Band 114 Carsten Bonnekoh
Der Spröd-duktil-Übergang in ultrafeinkörnigem Wolfram.
ISBN 978-3-7315-1264-6

KARLSRUHER INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE (KIT)
SCHRIFTENREIHE DES INSTITUTS FÜR ANGEWANDTE MATERIALIEN

Hohe Spröd-duktil-Übergangstemperaturen schließen den Einsatz von konventionell gefertigtem Wolfram (W) als Strukturwerkstoff aus. Ultrafeinkörnige (UFG) W-Werkstoffe zeigen jedoch den Spröd-duktil-Übergang bereits bei sehr tiefen Temperaturen und weisen folglich Raumtemperaturduktilität auf. Diese Arbeit beschreibt die metallphysikalischen Hintergründe dieser Transformation. Dabei wurde Kinkenpaarbildung als ratenlimitierender Prozess der Plastizität von UFG W identifiziert, welche somit den Spröd-duktil-Übergang über viele mikrostrukturelle Größenordnungen hinweg kontrolliert – vom Einkristall bis zum UFG W. Die korrelative Mikrostrukturanalyse offenbarte einen starken Zusammenhang zwischen der Übergangstemperatur und dem mittleren Korngrenzenabstand entlang der Rissfront, sofern die ausgeprägte Anisotropie der Kornmorphologie ebenfalls berücksichtigt wird. Korngrenzen sind Punkte stimulierter Versetzungsnukleation. In UFG W bewirkt die hohe Korngrenzendichte entlang der Rissfront eine effektive Abschirmung der Risspitze.

ISSN 2192-9963
ISBN 978-3-7315-1264-6

