

Deformationszwillinge unter tribologischer Last

Zur Erlangung des akademischen Grades einer
DOKTORIN DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)

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

DISSERTATION

von

M. Sc. Antje Dollmann

Tag der mündlichen Prüfung: 08.03.2024

Hauptreferent: Prof. Dr. Christian Greiner
Korreferent: Prof. Dr. Karsten Durst

Danksagung

Zuerst möchte ich mich bei Prof. Dr. Christian Greiner für die Begleitung auf meinem wissenschaftlichen Weg bedanken. Christian, du möchtest uns eine wissenschaftliche Spielwiese bieten und das war es für mich. Ich bin dir sehr dankbar und stark beeindruckt wie viel Vertrauen du von Anfang an in mich hattest, wie offen du meinen Ideen gegenüber warst und wie viele Freiheiten ich hatte. Vielen Dank auch für die viele Zeit, die du für unsere wissenschaftlichen aber auch persönlichen Gespräche aufgebracht hast. Wie du mitbekommen hast, ist mir die Vereinbarkeit von Beruf und Familie nicht immer leichtgefallen und es hat sehr gut getan zu wissen, dass mein Chef mich voll unterstützt und mir die Flexibilität einräumt, die ich brauche.

Zudem möchte ich mich herzlich bei Prof. Dr. Peter Gumbsch für die Übernahme meiner Betreuung bedanken bevor Christian Greiner zum Professor berufen wurde sowie das fortwährende Interesse und die Diskussionsbereitschaft bezüglich meiner Arbeit. Mein Dank geht auch an Prof. Dr. Karsten Durst für die Übernahme des Co-Referats und Prof. Dr. Alexander Fidlin für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes. Auch möchte ich mich bei der DFG für die Finanzierung meines Projektes mit der Nummer GR 4174/5-1 bedanken.

Mein weiterer Dank geht an meine Kooperationspartner, ohne die in dieser Arbeit definitiv Puzzleteile gefehlt hätten. Ich bin Dr. Alexander Kauffmann sehr dankbar, dass er sich die Zeit genommen hat, mit mir ausführlich über Deformationszwillinge und Kristallografie zu diskutieren. Zudem hat es mich sehr motiviert, wie begeistert du von Anfang an von dem Projekt warst und ich sogar den Eindruck hatte, dass meine Arbeit nicht nur für die Rundablage sei. Vielen Dank auch für die zahlreichen Denkanstöße! Dr. Stefan Eder danke ich für die Durchführung der MD-Simulationen und seine einzigartige Wiener Art! Auch einen herzlichen Dank für seine Finanzierung durch das österreichische COMET-Programm (InTribology1, no. 872176; InTribology2, no. 906860). Zudem danke ich Prof. Dr. Christian Kübel und seiner Arbeitsgruppe für die durchgeführten HR-TEM Analysen im Rahmen der KNMFi. Mein weiterer Dank geht an Dr. Michael Feuerbacher für die Bereitstellung der Einkristalle. Ohne diese Einkristalle hätte ich meine Hypothesen, welche ich anhand von polykristallinem CoCrFeMnNi aufgestellt habe, nie überprüfen können, was zum Herzstück dieser Arbeit geworden ist.

Mein herzlicher Dank gilt auch all meinen Kolleginnen und Kollegen am IAM-ZM. Für mich war die Zeit der Promotion eine Zeit mit Höhen und Tiefen und ich bin meinen Gruppenmitgliedern Dr. Julia Rau, Dr. Friederike Ruebeling, Dr. Paul Schreiber, Dr. Christian Haug, Dr. Michael Seitz, Dr. Yulong Li, Ines Kisch, Roxane Lung, Jonas Franke, Malte Flachmann, Dr. Nik Garabedian und Ilia Bagov sowie allen anderen aktuellen und ehemaligen Institutsmitgliedern sehr dankbar, mich begleitet zu haben. Ein besonderer Dank geht dabei an dich Julia, meine langjährige Bürokollegin, für die vielen hilfreichen wissenschaftlichen Diskussionen, aber auch für deine herzliche und warme Art!

Ich möchte mich auch ganz herzlich bei meinen Freunden und meiner Familie bedanken, für die Unterstützung, aber auch die ablenkenden Aktivitäten. Mein ganz besonderer Dank gilt

dabei meiner eigenen kleinen Familie. Sascha und Jonathan vielen, vielen Dank, dass ihr in dieser Zeit für mich da wart, an mich geglaubt habt und mich unterstützt habt!

Kurzfassung

Die Entwicklung des Gefüges von metallischen Werkstoffen unter tribologischer Last beeinflusst die Reib- sowie die Verschleißseigenschaften eines tribologischen Systems. Deshalb muss diese Gefügeentwicklung und deren beeinflussende Parameter grundlegend verstanden werden, um vorteilhafte mikrostrukturelle Entwicklungen gezielt einstellen bzw. für verbesserte tribologische Eigenschaften ausnutzen zu können.

Die mikrostrukturelle Entwicklung basiert auf Deformationsmechanismen, welche scherspannungskontrolliert sind, wie z. B. dem Versetzungsgleiten und der Zwillingsbildung. Zur Berechnung der Scherspannung auf den kristallographischen Systemen benötigt es Kenntnis über das anliegende Spannungsfeld. Dieses ist unter tribologischer Last äußerst komplex.

Diese Arbeit liefert experimentelle Daten, um die Anwendbarkeit von Spannungsfeldmodellen zu validieren. Dafür wurden tribologische Experimente auf einkristallinem CoCrFeMnNi durchgeführt, welche zur Bildung von Deformationszwillingen führen. Die Abhängigkeit der Zwillingsbildung von der Kristallorientierung wurde untersucht. Vorteile von Deformationszwillingen sind ihre unidirektionale Dehnungsfreisetzung sowie ihre Zug-Druck-Anisotropie. Durch die Änderung des Gegenkörpermaterials wurde zudem der Reibkoeffizient variiert, wodurch unterschiedliche Spannungsfelder erzeugt wurden. Es wurde eine Abhängigkeit der Zwillingsbildung von der Kristallorientierung und vom Reibkoeffizienten festgestellt.

In dieser Arbeit wurden die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten der experimentell identifizierten Zwillingsysteme analysiert. Zudem wurde die Anwendbarkeit des Spannungsfeldmodells nach Hamilton durch Berechnung der projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen validiert. Um die Realität widerzuspiegeln, müssen die projizierten Scherspannungen auf den experimentell identifizierten Zwillingsystemen am höchsten sein.

Für einen hohen Reibkoeffizienten wurden für die experimentell identifizierten Zwillingsysteme mit dem Spannungsfeld nach Hamilton auch die höchsten projizierten Scherspannungen berechnet. Dabei musste allerdings die experimentell gemessene Kristallrotation berücksichtigt werden. Die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten sind hier die Normalspannung parallel zur Gleitrichtung und die Scherspannung in Gleitrichtung auf der Normalenebene.

Für einen niedrigen Reibkoeffizienten stimmen die Ergebnisse der projizierten Scherspannungsberechnungen nicht mit den experimentellen Befunden überein. Es benötigt hier Molekulardynamik-Simulation, um die Zwillingsbildung erklären zu können. Abhängig von der initialen Kristallorientierung führen unterschiedliche Spannungskomponenten zur Zwillingsbildung.

Diese Arbeit stellt einen wichtigen Beitrag für das Verständnis der Bildung von Deformationszwillingen unter tribologischer Last dar. Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen klar, dass das einzig existierende Spannungsfeldmodell nach Hamilton an seine Grenzen stößt und ein passenderes Spannungsfeldmodell benötigt wird. Auch ein grundlegendes Verständnis der Kristallrotation unter tribologischer Last muss generiert werden. Zudem wird gezeigt, dass sich

Deformationszwillinge sehr gut als Validierungsmerkmal eignen, womit ein Grundstein für die weitere Spannungsfeldmodellentwicklung gelegt wird.

Abstract

The microstructural evolution under tribological load in metals and alloys influences the friction and wear behavior of a tribological system. Therefore, one aim of current research is to fundamentally understand this microstructural evolution and its influencing parameters in order to be able to adjust microstructural evolution for tailored tribological behavior. Shear stress-controlled deformation mechanisms determine the microstructural evolution. Calculating the resolved shear stress on the crystallographic systems requires a model of the external stress field. Such a stress field model is challenging for tribological loading. This work provides experimental data to verify stress field models. For this purpose, tribological experiments were conducted on single-crystalline CoCrFeMnNi. The formation of deformation twins in dependence of different initial crystal orientations was investigated. Advantages of deformation twins are their unidirectional strain release and their tension-compression anisotropy. By choosing different counterbody materials, the friction coefficient was changed, resulting in different stress fields. The twin formation was found to be dependent on the crystal orientation and the friction coefficient.

In this work, the stress components causing deformation twin formation under tribological load were analyzed. Furthermore, the validity of the stress field model published by Hamilton was tested by calculating the resolved shear stress on the twin systems. If the stress field model is valid, the twin systems with the highest resolved shear stress have to be the same as the experimentally identified twin systems.

For high friction coefficients, the experimentally identified twin systems have the highest resolved shear stresses calculated with Hamilton's stress field. However, the experimentally measured crystal rotation has to be considered as well. The stress components causing twin formation are the normal stress parallel to the sliding direction and the shear stress in sliding and normal direction.

The results of the resolved shear stress calculations for low friction coefficients do not agree with the experimental findings. Molecular dynamics simulations were conducted to understand twin formation. The stress components causing twin formation depend on the crystal orientation.

This work, thus, provides information on the formation of deformation twins under tribological load and also offers a method to validate stress field models for tribological loading. In the future, a new stress field model reflecting all the experimental results is needed as well as a fundamental understanding about crystal rotation during sliding experiments.

Veröffentlichungen

Im Laufe dieser Dissertation sind folgende Publikationen entstanden:

A. Dollmann, A. Kauffmann, M. Heilmaier, C. Haug und C. Greiner: Microstructural changes in CoCrFeMnNi under mild tribological load, *Journal of Material Science* 55 (2020) 12353.

A. Dollmann, A. Kauffmann, M. Heilmaier, A. Srinivasan Tirunilai, L.S. Mantha, C. Kübel, S.J. Eder, J. Schneider und C. Greiner: Dislocation-mediated and twinning-induced plasticity of CoCrFeMnNi in varying tribological loading scenarios, *Journal of Material Science* 57 (2022) 17448–17461.

A. Dollmann, J.S. Rau, B. Bieber, L. Mantha, C. Kübel, A. Kauffmann, A.S. Tirunilai, M. Heilmaier und C. Greiner: Temporal sequence of deformation twinning in CoCrNi under tribological load, *Scripta Materialia* 229 (2023) 115378.

H. J. Ehrich, A. Dollmann, P. G. Grützmacher, C. Gachot und S. J. Eder: Automated identification and tracking of deformation twin structures in molecular dynamics simulations, *Computational Materials Science* 236 (2024), 112878.

Die vorliegende Dissertation basiert auf den folgenden Publikationen:

A. Dollmann, C. Kübel, V. Tavakkoli, S. J. Eder, M. Feuerbacher, T. Liening, A. Kauffmann, J. Rau und C. Greiner: Deformation twins as a probe for tribologically induced stress states, *Communications Materials* 5 (2024), 1–10.

A. Dollmann, M. Feuerbacher, T. Liening, A. Kauffmann, J. S. Rau und C. Greiner: Unveiling the tribological stress field at high friction forces with deformation twins (*in preparation*)

Sonstige Publikationen:

J. Syurik, R. H. Siddique, A. Dollmann, G. Gomard, M. Schneider, M. Worgull, G. Wiegand und H. Hölscher: Bio-inspired, large scale, highly-scattering films for nanoparticle-alternative white surfaces, *Scientific Reports* 7 (2017), 46637.

W. Wu, S. Yu, P. Schreiber, A. Dollmann, C. Lutz, G. Gomard, C. Greiner und H. Hölscher: Variation of the frictional anisotropy on ventral scales of snakes caused by nanoscale steps, *Bioinspiration & Biomimetics* 15 (2020), 056014.

N. T. Garabedian, P. J. Schreiber, N. Bandt, P. Zschumme, I. L. Blatter, A. Dollmann, C. Haug, D. Kümmel, Y. Li, F. Meyer, C. E. Morstein, J. S. Rau, M. Weber, J. Schneider, P. Gumbsch, M. Selzer und C. Greiner: Generating FAIR research data in experimental tribology, *Scientific Data* 9 (2022), 315.

Abkürzungsverzeichnis

Co	Cobalt
Cr	Chrom
Fe	Eisen
Ga	Gallium
Mn	Mangan
Ni	Nickel
Pt	Platin
SiC	Siliziumkarbid
At.-%	Atomprozent
(CP-)FEM	(Kristallplastizitäts-)Finite Elemente Methode (engl. (crystal plasticity) finite element method)
DDD	Diskrete Versetzungsdynamik (engl. discrete dislocation dynamics)
DTL	Korngrenze parallel zur Oberfläche (engl. dislocation trace line)
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (engl. electron backscatter diffraction)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy)
F_R	Reibkraft
F_N	Normalkraft
FFT	Schnelle Fourier-Transformation (engl. Fast Fourier Transformation)
FIB	Ionenstrahlmikroskopie (engl. focused ion beam)
GR	Gleitrichtung
hdp	Hexagonal dichtest gepackt
HEA	Hochentropische Legierung (engl. high entropy alloy)
HR-TEM	Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (engl. high resolution transmission electron microscopy)
ID	Identifikationsnummer
I_S	Strahlstrom
kfz	Kubisch-flächenzentriert
krz	Kubisch-raumzentriert
Ma.-%	Masseprozent
MD	Molekulardynamik
NR	Normalenrichtung
S_a	Oberflächenrauheit (arithmetisches Mittel)
SAD	Feinbereichsbeugung (engl. selected area diffraction)
SE	Sekundärelektronen
SFE	Stapelfehlerenergie
STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskopie (engl. scanning transmission microscopy)
TKD	Transmissions-Kikuchi-Beugung (engl. transmission Kikuchi diffraction)

TR	Transversalrichtung
TWIP	Zwillingsinduzierte Plastizität (engl. twinning induced plasticity)
U_B	Beschleunigungsspannung
ϑ	Rotationswinkel um TR
φ	Rotationswinkel um NR
μ	Reibkoeffizient

1 Einleitung

„Das verlief reibungslos!“ – „Das läuft wie geschmiert!“

Diese beiden Redewendungen und deren Bedeutung kennen wohl die meisten deutschsprachigen Menschen. Der Begriff „Tribologie“, welcher die Wissenschaft von Reibung, Verschleiß und Schmierung beschreibt, ist dagegen eher weniger geläufig. Wie die Redewendungen zeigen, ist unser Alltag stark von der Tribologie beeinflusst. Schon Kleinkinder merken, dass es einen Unterschied macht, ob sie eine Rutsche barfuß oder mit Socken hochklettern. Wir sind vorsichtiger beim Gehen, wenn ein Weg vereist ist. Beim Sport versuchen wir mit Hilfsmitteln wie z. B. Magnesia beim Turnen, ebenso die Reibeigenschaften zu optimieren wie auch beim Spielen eines Streichinstrumentes durch die Verwendung von Kolophonium. Auch der Knorpel in unseren Gelenken sorgt für günstige tribologische Eigenschaften.

Natürlich spielt die Tribologie auch eine große Rolle in technischen Anwendungen, sei es in Windrädern, Motoren jeglicher Größe und Mikro- oder Nanoelektrischen Systemen. Unerwünschte Reibung und daraus resultierender Verschleiß führen zu erhöhten Energiekosten oder – im ungünstigsten Fall – sogar zu Maschinenausfall. Schätzungen gehen davon aus, dass dies Kosten von bis zu 7 % des Bruttoinlandsproduktes eines Landes hervorrufen kann [1]. Es wird davon ausgegangen, dass circa 23 % des weltweiten Energiebedarfs seinen Ursprung in verlustbehafteten tribologischen Kontakten hat [1]. Dies zeigt das immense Potential für Energieeinsparungen und die Notwendigkeit tribologische Systeme von Grund auf zu verstehen. Auch im „Bundesbericht Energieforschung 2022“ wird Tribologie als Forschungsthema für Energieeffizienz im Industriebereich genannt [2].

Aufgrund der Vielzahl an unterschiedlichen tribologischen Kontakten und beeinflussenden Parametern ist die Tribologie multidisziplinär. In der Materialwissenschaft und auch in der Tribologie spielen Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen eine hervorgehobene Rolle. Hierbei ist für die tribologischen Eigenschaften nicht nur das ursprüngliche Gefüge entscheidend [3, 4], sondern auch die mikrostrukturelle Entwicklung unter tribologischer Last [5]. Beispielsweise wurden mehrere Mechanismen vorgeschlagen, die die Verschleißpartikelbildung in metallischen Werkstoffen auf die mikrostrukturelle Entwicklung zurückführen [6–8]. Durch ein grundlegendes Verständnis der Deformationsmechanismen in metallischen Werkstoffen könnten tribologische Systeme zukünftig optimiert werden. Ein Ziel hierbei ist, bei Kenntnis über das tribologische System die mikrostrukturelle Entwicklung vorherzusagen, potentielle Versagensgründe zu identifizieren und Optimierungsvorschläge aufzustellen. In Werkstoffen muss eine kritische Scherspannung überschritten werden, um Deformationsmechanismen zu aktivieren. Um dies vorherzusagen zu können, wird ein Spannungsfeldmodell der tribologischen Last benötigt. Dieses Spannungsfeld ist schwer zugänglich, da es mehrachsig ist, nur lokal wirkt und sich über die Probe bewegt. Das einzige existierende Spannungsfeldmodell ist ein statisches, linear elastisches Modell, welches von Hamilton [9] veröffentlicht wurde. Auch die Finite Elemente Methode (FEM) wurde verwendet, um das Spannungsfeld zu berechnen [10]. Es fehlt

allerdings eine Methode, um zu überprüfen, wie gut ein Spannungsfeldmodell die Realität widerspiegeln kann und ob es für mikrostrukturelle Vorhersagen verwendet werden kann. In dieser Arbeit werden experimentelle Daten bereitgestellt, die sich für eine Spannungsfeldvalidierung eignen. Dafür wurden die tribologischen Experimente so gestaltet, dass Deformationszwillinge gebildet werden. Diese haben den Vorteil einer unidirektionalen Dehnungsfreisetzung, wodurch sie sich als Marker in der Deformationsschicht eignen. Mit einem Spannungsfeldmodell lassen sich projizierte Scherspannungen auf den Zwillingssystemen berechnen. Ein realitätswiderspiegelndes Spannungsfeld sagt die höchsten projizierten Scherspannungen auf dem experimentell identifizierten Zwillingssystem voraus.

In dieser Arbeit werden dafür tribologische Experimente durchgeführt und die Interaktion der Körper im Kontakt sowie deren Auswirkung auf das Spannungsfeld diskutiert. Zudem wurden die Deformationsschichten elektronenmikroskopisch analysiert und deren Charakteristika erörtert. Um für deren Entstehung ein tieferes Verständnis zu erlangen, wurden Molekulardynamik-Simulationen durchgeführt wie auch die projizierten Scherspannungen auf den Gleit- und Zwillingssystemen berechnet. Dadurch konnte ein Verständnis für die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten wie auch die Kristallorientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung gewonnen werden. Zudem können Aussagen zu der Gültigkeit des Spannungsfeldmodells nach Hamilton getroffen werden.

2 Grundlagen

2.1 Deformationszwillinge

Plastizität kann in metallischen Werkstoffen durch verschiedene Deformationsmechanismen hervorgerufen werden. In kubisch-flächenzentrierten (kfz) Materialien sind diese: Versetzungsbewegung, die Bildung von Deformationszwillingen und die Bildung von ε - oder α' -Martensit. Der dominierende Deformationsmechanismus ist allerdings immer die Versetzungsbewegung. Ein Materialparameter, der die aktivierten Deformationsmechanismen entscheidend mitbestimmt, ist die Stapelfehlerenergie (SFE). Bei Materialien mit einer hohen SFE von $\approx 40 \text{ mJ/m}^2$ tritt ausschließlich Versetzungsbewegung auf, bei einer mittlerer SFE von ca. 20 bis 40 mJ/m^2 werden zusätzlich Deformationszwillinge hervorgerufen und bei einer SFE kleiner $\approx 20 \text{ mJ/m}^2$ Martensit gebildet [11, 12]. Zudem hängt die Aktivierung von Deformationsmechanismen von der Temperatur und der Dehnrage ab. Darauf wird später näher eingegangen. Sowohl Deformationszwillinge als auch die beiden Martensitarten sind dreidimensionale Defekte, wobei Deformationszwillinge eine kfz Kristallstruktur, ε -Martensit eine hexagonal dichtest gepackte (hdp) Packung und α' -Martensit eine kubisch-raumzentrierte (krz) Kristallstruktur aufweisen.

In dieser Arbeit liegt das Hauptaugenmerk auf dem Deformationsmechanismus der Deformationszwillinge. Aus diesem Grund werden im Folgenden Deformationszwillinge näher erläutert. Die industriell am weitesten verbreiteten Konstruktionsmaterialien, welche Deformationszwillinge ausbilden, sind die sogenannten TWIP-Stähle (zwillingsinduzierte Plastizität, engl.: twinning induced plasticity). Dabei wird Fe mit einem hohen Anteil an Mn ($> 20 \text{ Ma.-%}$) und geringen Anteilen von C, Al und Si legiert, wodurch sich ein Austenit im oben genannten mittleren SFE-Bereich einstellen lässt [13–15]. TWIP-Stähle zeichnen sich durch eine hohe Zugfestigkeit kombiniert mit einer hohen Duktilität aus [14]. Dadurch sind sie in der Industrie beispielsweise für den Leichtbau oder als Crash-Absorber aufgrund ihres hohen Energieabsorptionsvermögens höchst interessant [15–18].

Diese vorteilhaften mechanischen Eigenschaften lassen sich auf die durch Deformationszwillinge erzeugte hohe Kaltverfestigung zurückführen. Aufgrund der unter Belastung entstehenden Deformationszwillinge, wird das ursprüngliche Gefüge verfeinert und verkürzt somit die mittlere freie Gleitlänge von Versetzungen [19]. Dies führt zu der genannten Kaltverfestigung [11, 20–22]. Dieses Verhalten wird häufig als „dynamischer Hall-Petch-Effekt“ bezeichnet [20, 23, 24]. Die Stadien der Kaltverfestigung mit Deformationszwillingen wurden von Asgari et al. [25] beschrieben: Hierbei tritt mit zunehmender Dehnung zuerst eine Verringerung der Kaltverfestigungsrate durch Versetzungserholung auf. Anschließend kommt es durch die Bildung von Deformationszwillingen zu einem Plateau in der Kaltverfestigungsrate. Aufgrund einer abnehmenden Rate der Zwillingsbildung sinkt im dritten Bereich die Kaltverfestigungsrate weiter ab, ehe sich im letzten Bereich wieder eine konstante Kaltverfestigungsrate aufgrund der Zwillingsbildung auf sekundären Systemen einstellt.

Die vorangegangenen Abschnitte zeigen die Relevanz von Deformationszwillingen für Konstruktionswerkstoffe anhand ihrer Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften. Im

Folgendes wird geschildert, was Deformationszwillinge charakterisiert, welche Kriterien ihre Bildung befördern und welche Vorstellungen es von den Bildungsmechanismen gibt.

Zwillinge sind, wie bereits erwähnt, dreidimensionale Defekte mit einer kfz Kristallstruktur. Sie können mittels eines Symmetrieoperators in das Matrixgitter überführt werden [26]. Aufgrund der hohen Kristallsymmetrie des kfz Gitters, kann nicht bestimmt werden, ob es sich bei dem Symmetrieoperator um eine Spiegelung oder Drehung handelt, weshalb auch von einem Mischzwilling (engl. compound twin) gesprochen wird [27]. Die Zwillings-Matrixbeziehung gehört zudem den Koinzidenzgittern (engl. coincidence site lattices) an. Dies bedeutet, dass sich Zwilling und Matrix Atompositionen teilen. Im Falle von Zwillingen im kfz Gitter, ist die Atomposition jeder dritten $\{111\}$ -Ebene dieselbe wie in der Matrix, was durch die Notation $\Sigma 3$ wiedergegeben wird. Die Grenze zwischen Zwilling und Matrix wird als Zwillingskorngrenze bezeichnet. Je nach angenommenem Symmetrieoperator kann sie entweder als 60° -Drehkorngrenze um die Korngrenznormale (entspricht der $\langle 111 \rangle$ -Richtung) oder als $70,53^\circ$ -Kippkorngrenze um die $\langle 110 \rangle$ -Richtung beschrieben werden. Zudem ist sie niederenergetisch [28], weshalb im Vergleich zu anderen Korngrenzen Versetzungen leichter transmittieren können [29].

Neben der Bildung durch Deformation können Zwillinge auch durch andere Prozesse gebildet werden [30]. Die sogenannten Glühzwillinge entstehen durch Anlassen, Kristallerholung oder Kristallwachstum [31, 32]. Auch beim Abscheiden von Dünnschichten kann es zur Zwillingsbildung kommen [33, 34]. Diese Zwillinge werden auch als Wachstumswillinge bezeichnet. Die beschriebene Kristallbeziehung zwischen Matrix und Zwilling ist unabhängig vom Entstehungsprozess. Unterschiede sind in der Morphologie der Zwillinge zu erkennen. Glühzwillinge wie auch Wachstumswillinge sind plattenförmig und teilen meistens das komplette Korn. Glühzwillinge haben dabei größere Abmaße als Zwillinge in Dünnschichten [30]. Deformationszwillinge sind dagegen linsenförmig (lentikular) und befinden sich häufig im Korninneren [35]. Nachgewiesen werden können Zwillinge mittels Beugungsmethoden in Elektronenmikroskopen. Hierbei sind Elektronenrückstreubeugung (engl. electron backscatter diffraction (EBSD)) in Rasterelektronenmikroskopen und Feinbereichsbeugung (engl. selected area diffraction (SAD)) in Transmissionselektronenmikroskopen zu nennen [36]. Exemplarisch ist in Abbildung 1a eine EBSD-Messung eines unter uniaxialem Zug deformierten, austenitischen Stahls gezeigt. Es ist die beschriebene lentikuläre Form der Deformationszwillinge zu erkennen. In Abbildung 1b ist eine schematische Zeichnung des Deformationszwillings gegeben, welche zeigt, dass die lentikuläre Form durch die Versetzungskonfiguration an der Zwillingskorngrenze zu Stande kommt.

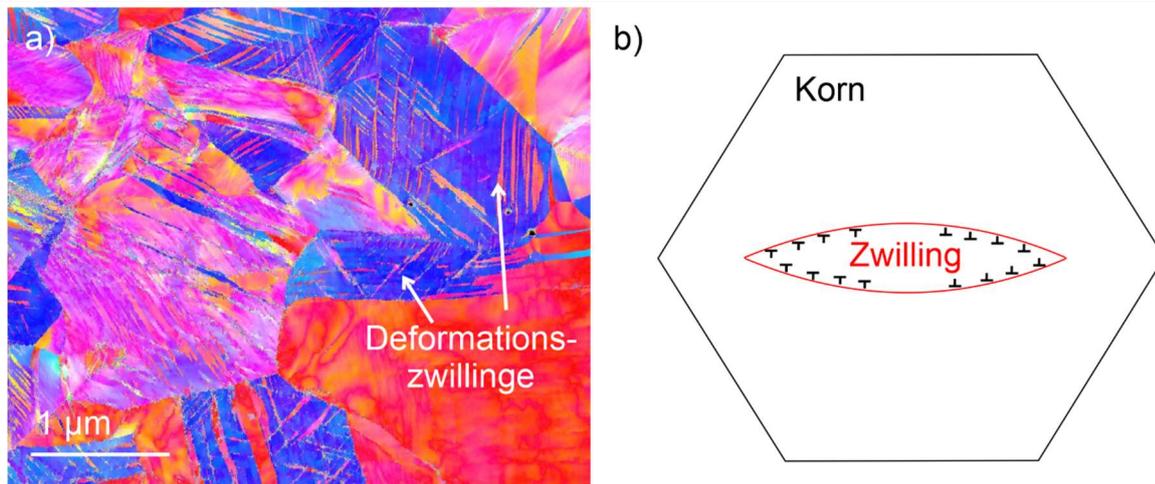


Abbildung 1 a) EBSD-Messung nach einem Zugversuch an CoCrFeMnNi mit Verformung bis zum Bruch bei 4,2 K (Messung von Dr. A. Kauffmann zur Verfügung gestellt). b) Schematische Zeichnung eines Deformationszwillings nach [35].

Blewitt et al. [37] bestimmten die Zwillingselemente von Deformationszwillingen als $\{111\}$ -Ebene und $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtung. Hierbei entspricht die Scherrichtung eines Deformationszwillings immer dem Burgers-Vektor, demnach $\langle 11\bar{2} \rangle$ [38]. Die Kombination aus Ebene und Scherrichtung wird im Folgenden auch als Zwillingssystem bezeichnet. Durch die Aufspaltung einer vollen Versetzung $\langle 011 \rangle$ können zwei Shockley-Partialversetzungen $\langle \bar{1}12 \rangle$ entstehen, wie in Gleichung 1 gezeigt.

$$\frac{1}{2}[011] = \frac{1}{6}[121] + \frac{1}{6}[\bar{1}12] \quad \text{Gleichung 1}$$

Dadurch bildet sich zwischen den beiden Partialversetzungen ein Stapelfehler aus und die ursprüngliche Stapelfolge ABCABCABC, welche in Abbildung 2a gezeigt ist, ändert sich. Bei einfacher Scherung einer $\{111\}$ -Ebene in $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtung entsteht ein intrinsischer Stapelfehler ABCA[^]CABC. Dies gleicht dem Weglassen einer Ebene und ist in Abbildung 2b schematisch dargestellt. Würde die Ebene in die entgegengesetzte Richtung geschert werden, würde ein hochenergetischer Stapelfehler mit der Stapelfolge ABCAABCABC entstehen, welcher thermodynamisch instabil ist [27]. Diese Konfiguration ist in Abbildung 2c abgebildet.

Zudem gibt es extrinsische Stapelfehler, welche mit einer Stapelfolge von ABCBABCABC dem Hinzufügen einer Ebene zur ursprünglichen Stapelfolge entsprechen. Bei der Bildung von Zwillingen werden ausgehend von einem intrinsischen Stapelfehler, benachbarte Ebenen in $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtung geschert, wodurch z. B. eine Stapelfolge von ABCACBACBABC entsteht. Hierbei ist die Stapelfolge im Zwilling spiegelverkehrt im Vergleich zur Matrix. Diese Stapelfolge ist in Abbildung 2d gegeben. Wie man den Stapelfolgen entnehmen kann, sind intrinsische Stapelfehler gekennzeichnet durch zwei $\{111\}$ -Ebenen mit einer hdp Umgebung (ABABABAB) und Zwillingskorngrenzen durch nur eine $\{111\}$ -Ebene mit hdp Umgebung.

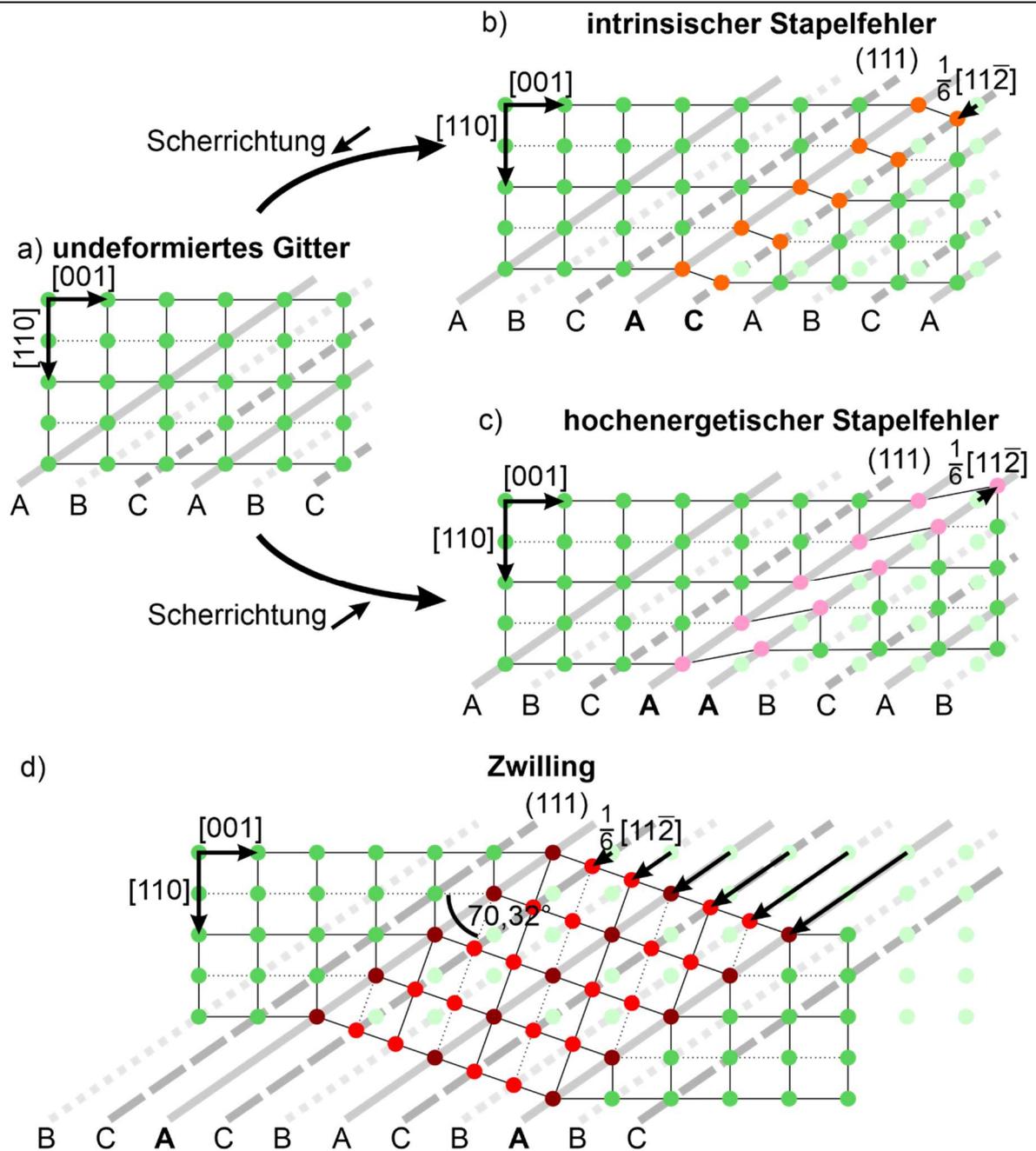


Abbildung 2 Schematische Darstellung von Stapelfehlern und eines Zwillings mit den dazugehörigen Stapelfolgen. a) Undeformiertes Gitter, b) intrinsischer Stapelfehler, c) hochenergetischer Stapelfehler und d) Zwilling. Matrixatome sind grün markiert, ursprüngliche Matrixatompositionen hellgrün, die Atome des intrinsischen Stapelfehlers orange, Atome des hochenergetischen Stapelfehlers rosa und Zwillingsatome rot. Dunkelrot sind die Atompositionen im Zwilling, welche mit den Matrixpositionen übereinstimmen.

In Abbildung 2d sind zudem die bereits beschriebenen Zwillingscharakteristika erkennbar. Zum einen wird veranschaulicht, dass jede dritte $\{111\}$ -Ebene die gleiche Position im Zwilling wie in der Matrix besitzt und dass die Zwillingsorientierung durch eine Rotation von $70,53^\circ$ der Matrix um die $\langle\bar{1}10\rangle$ -Richtung erhalten werden kann. Es wird zudem ersichtlich, dass im gegebenen Koordinatensystem ein Zwilling zu einer Dehnungsfreisetzung in zwei Raumrichtungen führt. In dem Beispiel in Abbildung 2d wird der Kristall in horizontaler Richtung mit Druckspannung belastet. Dies führt zu einer Verkürzung des Gitters entlang der horizontalen Richtung und zu einer Verlängerung in vertikaler Richtung. Die Dehnung eines Zwillings in Scherrichtung entspricht dem Verhältnis aus der Länge des Burgers-Vektors $\frac{1}{6}\langle 11\bar{2}\rangle$ und dem Ebenenabstand $\frac{1}{3}\{111\}$. Dieses beträgt $\sqrt{2}/2 \approx 0,707$.

In zahlreichen Veröffentlichungen wurde experimentell nachgewiesen, dass die Zwillingsbildung in kfz Materialien kristallorientierungsabhängig ist [20, 21, 38–42]. Zudem ist die Zwillingsbildung abhängig vom Vorzeichen der Last [40]. Das bedeutet, dass in Kristallrichtungen parallel zur Lastrichtung, in denen unter uniaxialer Zugspannung Deformationszwillingsbildung auftritt, unter uniaxialer Druckspannung keine Zwillingsbildung beobachtet wird und umgekehrt. Um dieses Verhalten zu verstehen, wird die Versetzungsreaktion in Gleichung 1 herangezogen. Die beiden Shockley-Partialversetzungen zeigen in unterschiedliche Richtungen, wie in Abbildung 3a gezeigt. Dies bedeutet, dass die beiden Gleitsysteme mit den Shockley-Partialversetzungen unterschiedliche Schmidfaktoren haben oder, anders formuliert, die projizierten Scherspannungen unterschiedlich hoch sind [21, 43]. Je nachdem, ob die höhere projizierte Scherspannung auf der führenden oder der nachfolgenden Partialversetzung ist, kommt es zu einer Stapelfehleraufweitung bzw. -schließung. Wenn die Lastrichtung in einem uniaxialen Zugversuch im von den Kristallrichtungen $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ begrenzten Sektor eines Standarddreiecks liegt, kommt es zu einer Stapelfehleraufweitung (s. Abbildung 3b). Im Sektor $[001]$ - $[012]$ - $[113]$ kommt es hingegen zu einer Schließung. Unter uniaxialer Druckspannung ist dieses Verhalten umgekehrt. Dies bedeutet, dass im Sektor $[001]$ - $[012]$ - $[113]$ Stapelfehler aufgeweitet und im Sektor $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ Stapelfehler geschlossen werden. Entlang der Linie $[012]$ - $[113]$ sind die projizierten Scherspannungen unter Zug- wie auch unter Druckspannung auf den beiden Partialversetzungen identisch, wodurch die Stapelfehleraufweitung unter Last konstant ist. Da für die Zwillingsbildung eine Aufweitung von Stapelfehlern benötigt wird, kann diese in erster Näherung im Sektor $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ unter Zugspannungen und im Sektor $[001]$ - $[012]$ - $[113]$ unter Druckspannungen angenommen werden. Daraus folgt, dass die Stapelfehleraufweitung abhängig von der anliegenden Spannung ist [39, 43]. Aus diesem Grund berechnen Karaman et al. [21] in ihrem Modell für Zwillingsbildung eine effektive Stapelfehlerenergie, bei der die angelegte Spannung mit einbezogen wird. Weitere Faktoren, die Zwillingsbildung beeinflussen, sind die Dehnrates der Deformation [13, 18, 35] und die Temperatur.

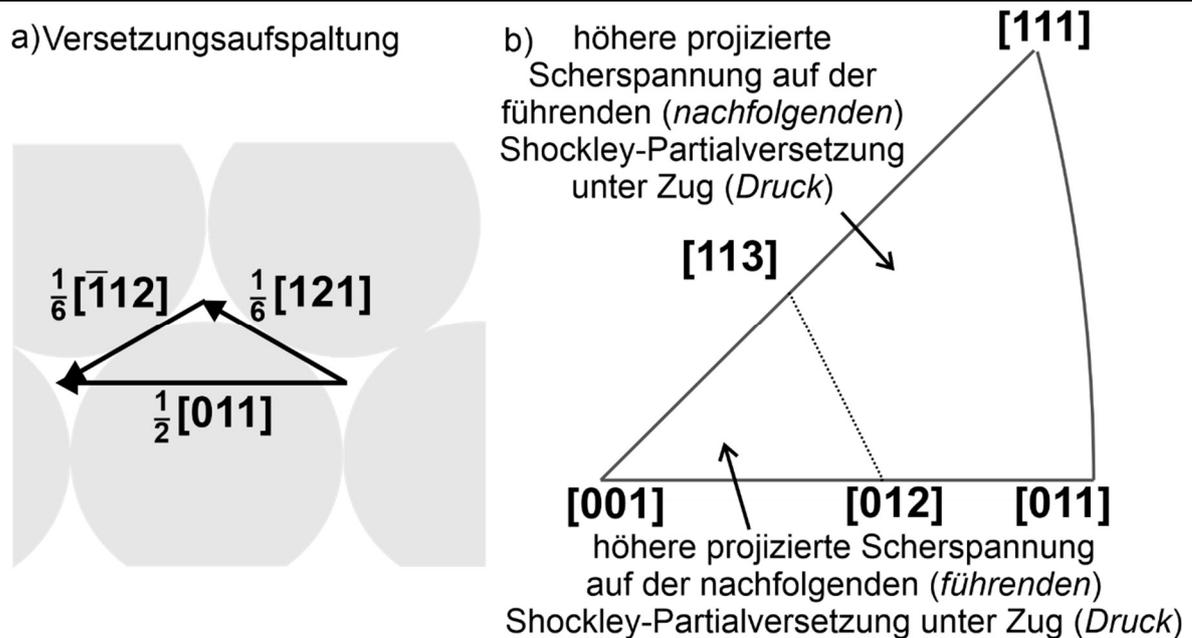


Abbildung 3 a) Versetzungsaufspaltung einer vollen Versetzung in zwei Shockley-Partialversetzungen (vgl. Gleichung 1), b) Standarddreieck, welches die Aufspaltung bzw. Schließung eines Stapelfehlers in Abhängigkeit der Kristallrichtung parallel zur Lastrichtung zeigt. Abbildung nach [21].

Bei der Temperaturabhängigkeit der Zwillingbildung wurde gezeigt, dass je tiefer die Temperatur ist, in desto mehr Kristallorientierungen Zwillinge gebildet werden [12, 37, 41, 42, 44]. Dies ist der Fall, da die SFE mit sinkender Temperatur abnimmt [11]. In den Ergebnissen von Miura et al. [42] werden bei 4,2 K Zwillinge links der [012]-[113] Linie in Abbildung 3b unter uniaxialer Zugspannung beobachtet. Das Auftreten von Zwillingen verschiebt sich mit abnehmender Temperatur sukzessive in den linken Bereich des Standarddreiecks. Das beobachtete Verhalten bei 4,2 K schließt somit die Versetzungsaufspaltung aus Gleichung 1 für Zwillingbildung aus. Zudem wird in der Literatur darauf verwiesen, dass die nachfolgende Shockley-Partialversetzung für die Zwillingbildung zu mobil ist und es einer Verankerung bedarf, um den Stapelfehler ausreichend aufzuweiten [45, 46]. Aus diesen Gründen ist es wahrscheinlich präziser, für die Bestimmung der Kristallorientierungsabhängigkeit nicht die Differenz der projizierten Scherspannungen auf der führenden und der nachfolgenden Shockley-Partialversetzung zu betrachten, wie es für Abbildung 3b getan wurde, sondern ausschließlich die projizierte Scherspannung auf der führenden Shockley-Partialversetzung. Die dazugehörigen Standarddreiecke mit den dazugehörigen Schmid-Faktoren sind in [47] gegeben. Dabei ist der gleiche Trend wie in Abbildung 3b für die Kristallorientierungsabhängigkeit zu erkennen, allerdings gibt es nun keine präzise Trennung mehr zwischen Kristallorientierungen, welche unter Zugspannung und welche unter Druckspannung Zwillinge bilden. In dieser Arbeit wird in den Standarddreiecken dennoch die [012]-[113]-Linie eingezeichnet, um Anhaltspunkte für die Kristallrichtungen, welche unter Zug- und welche unter Druckspannung Zwillinge bilden, zu geben.

Über den Mechanismus der Deformationszwillingsbildung unter den oben genannten Bedingungen wird bis heute kontrovers diskutiert [22, 35, 48, 49]. Verschiedene Mechanismen wurden hierfür vorgeschlagen. Allgemein lassen diese sich in Polmechanismen und in die Ausbreitung von Stapelfehlern auf benachbarten $\{111\}$ -Ebenen unterteilen. Als erstes wird als Vertreter der Polmechanismen der Mechanismus nach Venables erläutert [50]. Bei diesem ist eine Waldversetzung, welche das Gitter spiralförmig verzerrt, Ausgangspunkt. Diese muss von Versetzungen mehrfach an der gleichen Stelle geschnitten werden, sodass eine Stufe mit einer Mindestlänge von 20 Burgers-Vektoren entsteht. Die Versetzungslinie entlang der Stufe spaltet im Folgenden in eine Frank-Partialversetzung $\frac{1}{3}\langle 1\bar{1}1 \rangle$ und eine Shockley-Partialversetzung $\frac{1}{6}\langle 121 \rangle$ auf. Die Frank-Partialversetzung ist immobil und dient als Anker. Die Shockley-Partialversetzung hingegen wird ausgebaucht, ähnlich einer Frank-Read-Quelle und bildet auf einer $\{1\bar{1}1\}$ -Ebene einen Stapelfehler aus. Die spiralförmige Verzerrung des Gitters führt auch zu einer Bewegung senkrecht zur Gleitrichtung, wodurch nach einer vollen Umrundung der Polquelle ein Ebenenabstand zwischen den Begrenzungen des Stapelfehlers ist. Durch teilweise Rekombination der gegleitene Shockley-Partialversetzung und der Frank-Partialversetzung entlang der Stufe kann die daraus resultierende volle Versetzung auf die nächste Ebene quergleiten, wo sie sich erneut aufspaltet. Kritisch betrachtet wird in diesem Modell die Vereinigung der Stapelfehler aufgrund der abstoßenden Wirkung der Shockley-Partialversetzungen auf den benachbarten Ebenen. Für diesen Mechanismus werden daher sehr hohe Spannungen erwartet [49]. Sobald sich der Zwillingsnukleus gebildet hat und der Abstand zwischen den Shockley-Partialversetzungen mehrere Ebenen beträgt, können diese um die Polquelle herumgetrieben werden, was zur Zwillingsverdickung führt. In diesem Stadium ist eine einzige Shockley-Partialversetzung aktiviert und würde zu einem perfekten Zwilling führen. Für den beschriebenen Mechanismus gibt es experimentell bislang keinen Nachweis. Zudem gilt die Länge der Stufe als herausfordernd in der Realisierung. Ein weiterer Kritikpunkt ist, dass der Mechanismus zu langsam ist für die innerhalb von Millisekunden gebildeten makroskopischen Zwillinge im Experiment [45]. Der größte Kritikpunkt ist allerdings, dass die beschriebene Orientierungsabhängigkeit durch das Modell nicht wiedergegeben werden kann [42].

Für die Zwillingsbildung durch Stapelfehleraufweitung auf benachbarten $\{111\}$ -Ebenen gibt es verschiedenste Mechanismen. Cohen und Wertmann [45] postulieren einen Zwillingsnukleationsmechanismus bei dem sich volle Versetzungen an einer Lomer-Cotrell-Versetzung aufstauen. Diese aufgestauten Versetzungen dissoziieren in eine Shockley- und eine Frank-Partialversetzung. Die Autoren gehen davon aus, dass diese Aufspaltung trotz fehlenden Energiekriteriums aufgrund der Spannungen aus dem Versetzungsaufstaus stattfinden kann. Die Shockley-Partialversetzung wird dabei auf einem konjugierten Gleitsystem gebildet und von der Frank-Partialversetzung wegbewegt. Bei diesem Mechanismus ist es nicht gegeben, dass sich auf jeder $\{111\}$ -Ebene ein Stapelfehler ausbildet. Aus diesem Grund ist hier von einem imperfekten Zwilling oder Stapelfehleragglomerat auszugehen [45, 49]. Narita et al. [51] kritisieren daran, dass sie in Experimenten Deformationszwillinge vorwiegend auf dem primären Zwillingsystem festgestellt haben und nicht auf einem konjugierten System. TEM-

Untersuchungen eines Fe-Mn-C-Stahls zeigten allerdings experimentelle Hinweise auf diesen Mechanismus [52].

Der sogenannte „stair-rod cross-slip“-Mechanismus wurde von Fujita und Mori [38] entwickelt und ähnelt dem zuvor vorgestellten. Idrissi et al. [53] postulieren für diesen Mechanismus einen experimentellen Nachweis in Fe-Mn-Si-Al-Stahl.

Das MTN-(Miura-Takamura-Narita) Modell [42] beschreibt eine Versetzungsreaktion, bei der an einem Versetzungsaufstau vor einer Lomer-Cotrell-Versetzung eine Frank-Versetzung sowie Stapelfehler auf zwei benachbarten {111}-Ebenen entstehen. Dieses Modell wurde von Karaman et al. [21] weiterentwickelt und spiegelt deren experimentellen Befunde wieder. Zudem ist dies auch ein denkbarer Mechanismus für die experimentellen Befunde des zuvor genannten Fe-Mn-C-Stahls [52].

Eine weitere Möglichkeit Zwillinge zu bilden, wird von Mahajan und Chin [46] beschrieben. Dabei spalten zwei komplanare, aufgespaltete Versetzungen in einen dreilagigen Stapelfehler auf. Um einen makroskopischen Zwilling auszubilden, müssen die Zwillingsnuklei zusammenwachsen [53]. Bei diesen Mechanismen wird von einem imperfekten Erscheinungsbild der Zwillinge ausgegangen.

Alle Mechanismen im Vollmaterial haben eine vorausgegangene Versetzungsaktivität wie auch hohe Spannungskonzentrationen zur Aktivierung gemein. Zudem wurden in TEM- wie auch bei lichtmikroskopischen Untersuchungen Hinweise auf die Zwillingsbildung an einer Korngrenze gefunden [40, 54]. Auch in Molekulardynamik- (MD) Simulationen wurde die Zwillingsbildung an Korngrenzen oder Oberflächen beobachtet [55, 56]. Hier bewegen sich ausgehend von Korngrenzen oder Oberflächen auf benachbarten {111}-Ebenen Shockley-Partialversetzungen ins Vollmaterial bzw. ins Korninnere. Dies zeigt die große Bandbreite an möglichen Zwillingsbildungsmechanismen. Elementar dabei ist, dass ein Mechanismus immer die beschriebenen kristallografischen Beziehungen widerspiegeln muss, da diese eindeutig experimentell belegt sind.

2.2 Hochentropische Legierungen

Klassische Legierungen bestehen aus einem Basiselement, dem ein oder mehrere Legierungselemente hinzugefügt werden. Technisch relevante Beispiele sind Fe-, Al- und Ni-Basislegierungen. Die Legierungselemente erweitern das Eigenschaftsspektrum des Ursprungsmetalls. So kann es durch Legieren zu einer Festigkeitssteigerung durch Mischkristall- oder Ausscheidungshärtung kommen [32], aber auch zur Veränderung von chemischen Eigenschaften, da beispielsweise ab einer Zugabe von 12 Ma.-% Cr ein Stahl als rostfrei bezeichnet wird [57].

Im Jahre 2004 wurden in den Forschungsgruppen von Cantor [58] und Yeh [59, 60] unabhängig voneinander Legierungen entwickelt, die diesem Konzept nicht folgen, da sie kein Basiselement besitzen und dennoch einphasig sind. Zuerst definierte Yeh [59] diese Legierungsklasse als Legierung, welche aus mindestens fünf Elementen besteht, diese müssen einen Anteil von 5 bis 35 At.-% aufweisen. Die zweite Definition von Yeh besagt, dass Legierungen einphasig sind, wenn sie eine Konfigurationsentropie von über 1,5 Mal der universellen Gaskonstante

besitzen [61]. Diese beiden Definitionen überlappen sich zum Großteil. Auf der zweiten Definition basierend erhielt diese Materialklasse auch ihren Namen: hochentropische Legierungen (engl. high entropy alloys, kurz: HEAs). Yeh schrieb ihr die folgenden vier Kerneffekte [61] zu:

- Hohe Konfigurationsentropie: Diese fördert die Bildung von Mischkristallen und führt somit zu höherer Festigkeit und Duktilität im Vergleich zu klassischen Legierungen.
- Starke Gitterverzerrung: Diese resultiert aus dem Atomgrößenunterschied der Elemente und erhöht die Festigkeit eines Materials.
- Langsamere Diffusion als in klassischen Legierungen aufgrund der lokal variierenden Bindungsbedingungen.
- Cocktail-Effekt: Dieser beschreibt keine Änderung der physikalischen Eigenschaften, sondern soll hervorheben, dass durch Mischen von Elementen unerwartete Materialeigenschaften auftreten können.

Diese Effekte wurden im letzten Jahrzehnt kontrovers diskutiert und ihre Signifikanz als weniger relevant eingestuft als ursprünglich angenommen [62]. Die Phasenstabilität aufgrund der Konfigurationsentropie konnte experimentell für die meisten Legierungssysteme nicht bestätigt werden, da die meisten Legierungen nach den oben genannten Definitionen mehrere Phasen aufwiesen [63–65]. Aus diesem Grund wurde auch über den Namen debattiert und es kam zu Alternativen wie multi principle element alloy („Mehrbasiselement-Legierung“). Da der Name HEA allerdings weit verbreitet ist, wird es herausfordernd sein, diesen zu ändern [66], weshalb hier ebenfalls der Name HEA verwendet wird.

Nichtsdestotrotz, hat die Forschung an hochentropischen Legierungen zu einem erweiterten Eigenschaftsspektrum geführt, wie Abbildung 4 zeigt. Im Vergleich zu klassischen Legierungen, konnten mit hochentropischen Legierungen höhere Bruchzähigkeiten erreicht werden, wie in Abbildung 4a zu sehen ist [66]. Abbildung 4b zeigt, dass hochentropische Stähle bei vergleichbarer Festigkeit höhere Bruchdehnungen aufweisen [67].

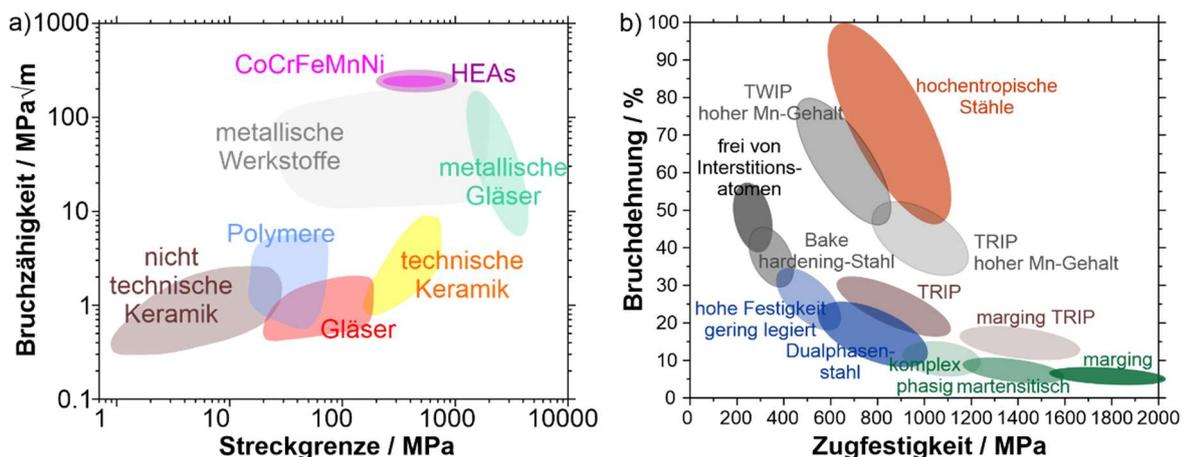


Abbildung 4 a) Ashby-Karten von a) der Bruchzähigkeit über der Streckgrenze nach [66] und b) der Bruchdehnung über der Zugfestigkeit nach [67].

Zudem eignen sich die hochentropischen Legierungen für grundlegende Forschung bezüglich der Mischkristallverfestigung [68–70]. Da Atome sich nicht mehr in Wirts- und Fremdatome aufteilen lassen, stellt sich die Frage, ob klassische Theorien zur Mischkristallverfestigung wie z. B. nach Labusch [71] noch ihre Gültigkeit haben.

Eine der bekanntesten hochentropischen Legierungen ist die äquiatomare Legierung aus Co, Cr, Fe, Mn und Ni, die auch Cantor-Legierung genannt wird, da sie von Brian Cantor als kfz Phase in einer 20-komponentigen Legierung entdeckt wurde [58].

Über die thermodynamische Stabilität von CoCrFeMnNi wird debattiert. Es wurde nachgewiesen, dass sich weitere Phasen ausbilden, bei entweder sehr langen Wärmebehandlungsdauern von 500 Tagen bei 500 °C und 700 °C [72] oder nach starker Deformation und anschließend kürzerer Wärmebehandlungsdauer von 5 min bis 15 Stunden bei 450 °C [73]. Sowohl lange Wärmebehandlungsdauern und ein hoher Umformgrad zeigen, dass die Triebkraft zur Ausbildung dieser Phasen eher gering ist. Starke plastische Deformation ohne eine Temperaturerhöhung führte nicht zur Segregation [73, 74]. Da die zur Segregation führenden Parameter in der Legierungsherstellung leicht umgangen werden können, wird diese Legierung in Experimenten einphasig verwendet. CoCrFeMnNi wurde in dieser Arbeit aufgrund seiner Stapelfehlerenergie gewählt. Diese wurde in verschiedenen experimentellen Arbeiten bei Raumtemperatur zu folgenden Werten bestimmt: 30 ± 5 mJ/m² [75], $26,5 \pm 4,5$ mJ/m² [76] und 28 ± 6 mJ/m² [77]. Diese Werte lassen Deformationszwillinge als Deformationsmechanismus bei Raumtemperatur vermuten. Deformationszwillinge wurden in polykristallinem CoCrFeMnNi in einigen Studien bei Raumtemperatur beobachtet [78, 79] und in anderen nicht [80, 81]. Experimente an Einkristallen aus CoCrFeMnNi untersuchten den Einfluss der Kristallorientierungen auf das Deformationsverhalten [81–84]. Hier wurden die gleichen Kristallorientierungsabhängigkeiten für Deformationszwillinge beobachtet wie im Kapitel „Deformationszwillinge“ beschrieben. In Tabelle 1 werden die wichtigsten mechanischen Werte zusammengefasst. Unter anderem sind die kritischen Scherspannungen für Versetzungsgleiten wie auch Zwillingsbildung gegeben. Hierbei sind die Werte für Versetzungsgleiten niedriger. Dies stimmt damit überein, dass jeder Zwillingsbildung eine Versetzungsreaktion vorausgehen muss.

Tabelle 1 Mechanische Eigenschaften von ein- und polykristallinem CoCrFeMnNi bei Raumtemperatur.

Eigenschaft	Wert	Quelle
E-Modul	203 GPa	[85]
Querkontraktionszahl	0,25	[85]
Streckgrenze	Startspannung aus Hall-Petch: 125 MPa [111]: 170 bis 290 MPa [001]: 200 MPa $\bar{1}123$: 80 bis 180 MPa	[80] [84, 86] [86] [81, 86]
Kritische Scherspannung für Versetzungsgleiten	42 bis 82 MPa	[81, 84, 86, 87]
Kritische Scherspannung für Zwillingsbildung	110 bis 378 MPa	[78, 79, 81, 86]

2.3 Tribologie

Tribologie ist als Wissenschaft von Reibung, Verschleiß und Schmierung von zwei Oberflächen in Relativbewegung zueinander definiert. Tribologische Kennwerte hängen immer vom betrachteten System ab. Dieses besteht aus den beiden in Kontakt stehenden Körpern, der Normalkraft, der Gleitgeschwindigkeit, der Atmosphäre und gegebenenfalls einem Schmierstoff zwischen den Reibpartnern, wie in Abbildung 5 gezeigt. In der Definition der Tribologie sind mehrere Fachwörter erhalten, welche weiterer Erklärung bedürfen. Eines davon ist die Oberfläche. Allgemein sind Oberflächen äußere Begrenzungen eines dreidimensionalen Körpers.

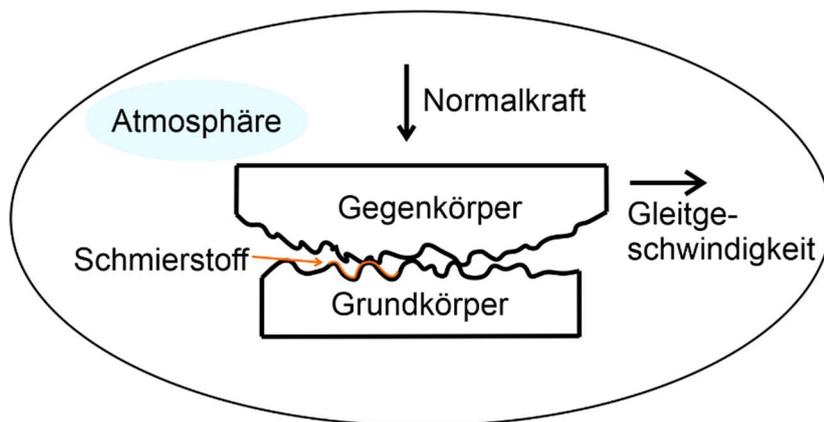


Abbildung 5 Schematische Abbildung eines tribologischen Systems.

Jede Oberfläche besitzt eine Rauheit, welche den tribologischen Kontakt und die daraus resultierenden Eigenschaften maßgeblich mit beeinflussen kann [88–90]. Eine weitere wichtige Oberflächeneigenschaft ist die Oberflächenenergie. Diese ist abhängig von Absorptionsschichten (z. B. Oxidschichten, welche an metallischen Oberflächen in Luft immer aufzufinden sind [91, 92]), Oberflächenrekonstruktion (Änderung der Kristallstruktur an der Oberfläche) und Änderungen der chemischen Zusammensetzung von Legierungen an der Oberfläche [93]. Für CoCrFeMnNi wurde die Oberflächenrekonstruktion von (110)- und (320)-Oberflächen untersucht [94]. An einer CoCrFeMnNi-Oberfläche reichern sich die Legierungselemente Mn wie auch Ni an [94, 95].

Werden zwei Oberflächen mit den oben beschriebenen Eigenschaften in Kontakt gebracht und gegeneinander verschoben, ergibt sich ein Bewegungswiderstand, welcher als Reibung bezeichnet wird. Die zur Verschiebung benötigte Kraft wird Reibkraft F_R genannt. Ein häufig verwendetes Maß für die Reibung ist der Reibkoeffizient μ [96]:

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} \quad \text{Gleichung 2}$$

Dabei bezeichnet F_N die Normalkraft. Die Zugabe eines Schmierstoffes zu einem System kann den Reibkoeffizienten stark senken [96]. Da in dieser Arbeit allerdings ausschließlich ungeschmierte Kontakte verwendet werden, wird darauf nicht näher eingegangen.

Eine tribologische Belastung führt gewöhnlich zu Veränderungen an den Kontaktflächen. Bei metallischen Körpern sind dies meist Topografieänderungen wie auch eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung [5]. Diese beiden Mechanismen sind nicht unabhängig voneinander. Die chemische Zusammensetzung ändert sich beispielsweise durch Tribooxidation. Die Topografieänderungen können mehrere Ursachen haben: plastische Deformation und die Bildung von Verschleißpartikeln. Verschleißmechanismen können wiederum in Adhäsion, Abrasion, Oberflächenzerrüttung und in die zuvor genannte tribochemische Reaktion eingeteilt werden [96]. Tribochemische Reaktionen sind dabei beispielsweise das beschleunigte Wachstum von Oxiden durch die tribologische Last [97, 98] oder das Bilden von Tribofilmen [99]. Bei der Oberflächenzerrüttung wird der tribologische Kontakt mit Ermüdung verglichen. Aufgrund der wiederkehrenden Be- und Entlastung der Reibpartner unter tribologischer Last bilden sich Risse und in der Folge Verschleißpartikel [96, 100, 101]. Abrasion tritt auf, wenn einer der Reibpartner deutlich härter ist als der andere und dies eine Materialverschiebung im weicheren Körper herbeiführt. Zu solchen Materialverschiebungen können auch harte Partikel im Kontakt führen [96].

Bei der Adhäsion sind atomare Wechselwirkungen zwischen den beiden Reibpartnern entscheidend. Durch diese Wechselwirkungen können atomare Bindungen entstehen und Material zwischen den Reibpartnern kann transferiert werden. Vier Mechanismen wurden postuliert, welche zur Adhäsion führen können [102]:

- Mechanisches Verhaken: Hierbei verhaken sich die Rauheitshügel der beiden Kontaktpartner.
- Diffusion: Hierbei können Atome von einem Körper in den anderen diffundieren. Dies erfordert Mobilität der Atome wie auch Löslichkeit im Gegenkörper.

- Elektronenaustausch: Aufgrund von unterschiedlichen Bandstrukturen kann es zum Elektronenaustausch an der Grenzfläche kommen. Dies führt zur Aufladung der Oberflächen und ruft elektrostatische Kräfte hervor.
- Chemische Reaktion / Adsorption: Hierbei bilden sich entweder primäre oder sekundäre Bindungen zwischen den beiden Reibpartnern aus.

Der adhäsive Reibprozess wird in drei Schritte unterteilt: (1) elastische und plastische Deformation, wodurch die Oberflächendeckschichten zerstört werden, (2) Ausbildung von adhäsiven Bindungen und (3) Abscheren der Bindungen mit gegebenenfalls Materialübertrag [96].

Das Durchbrechen der Oxidschicht führt zu einer erhöhten Reaktivität [103]. Zudem wirken gut plastisch verformbare Kristallgitter, wie das kfz Gitter, begünstigend auf die Adhäsion aufgrund einer erleichterten Kontaktanpassung [96]. Der Einfluss der Adhäsion wurde durch die JKR-(Johnson, Kendall und Roberts-)Theorie für weiche, große Kugeln mit hoher Adhäsion [104] und für harte, kleine Kugeln mit geringer Adhäsion durch die DMT-(Derjaguin, Muller und Toporov) Theorie beschrieben [105]. Bei beiden Theorien dient der Hertz'sche Kontakt [106] als Grundlage. Der Hertz'sche Kontakt beschreibt dabei die Annäherung zweier linear-elastischer Körper, wobei mindestens ein Körper eine gekrümmte Oberfläche besitzt, und die auftretenden Spannungen in den Körpern, wenn diese belastet werden [106]. Die DMT- und JKR-Theorie unterscheiden sich in ihren Annahmen. Bei der JKR-Theorie wird von adhäsiven Kräften innerhalb des Kontaktes ausgegangen, während bei der DMT-Theorie die adhäsiven Kräfte außerhalb des Kontaktes sind. Beide Modelle beschreiben somit Grenzfälle und führen zu einer Vergrößerung des Kontaktradius im Vergleich zum Hertz'schen Kontaktradius. Zudem ist in beiden Fällen die Abziehungskraft proportional zum Kugelradius und der Oberflächenenergie. Sie unterscheiden sich lediglich im Vorfaktor. Wann welcher der Fälle greift, kann mittels des Tabor-Faktors berechnet werden, welcher von den Oberflächenenergien, der Kugelradien, der elastischen Konstanten und dem Gleichgewichtsabstand der beiden Oberflächen abhängt [107]. In metallischen Werkstoffen spielt auch das Gefüge eine entscheidende Rolle. So zeigen beispielsweise verschiedene Materialien abhängig von ihrer ursprünglichen Korngröße unterschiedliche Reibkoeffizienten und Verschleißraten [3, 4, 108, 109]. Schon Archard [110] publizierte 1953 einen invers proportionalen Zusammenhang zwischen dem Verschleißvolumen und der Härte des weicheren Kontaktpartners. Die Härte eines Materials wird durch das Gefüge beeinflusst [32]. Wie bereits erwähnt, führt die tribologische Belastung zur plastischen Deformation, welche zu Änderungen in der Mikrostruktur führt. Auch experimentell wurde eine Änderung der Härte mit dem Abstand zur Oberfläche festgestellt [111]. Blau [112] fasste verschiedene Mechanismen für einen Wechsel im Reib- und Verschleißverhalten zusammen in denen auch der plastischen Deformation eine große Rolle zugewiesen wird. Argibay et al. [113] entwickelten einen Kreislauf aus Reibung, anliegendem Spannungsfeld und Mikrostruktur, welcher als „friction feedback loop“ bekannt wurde (s. Abbildung 6).

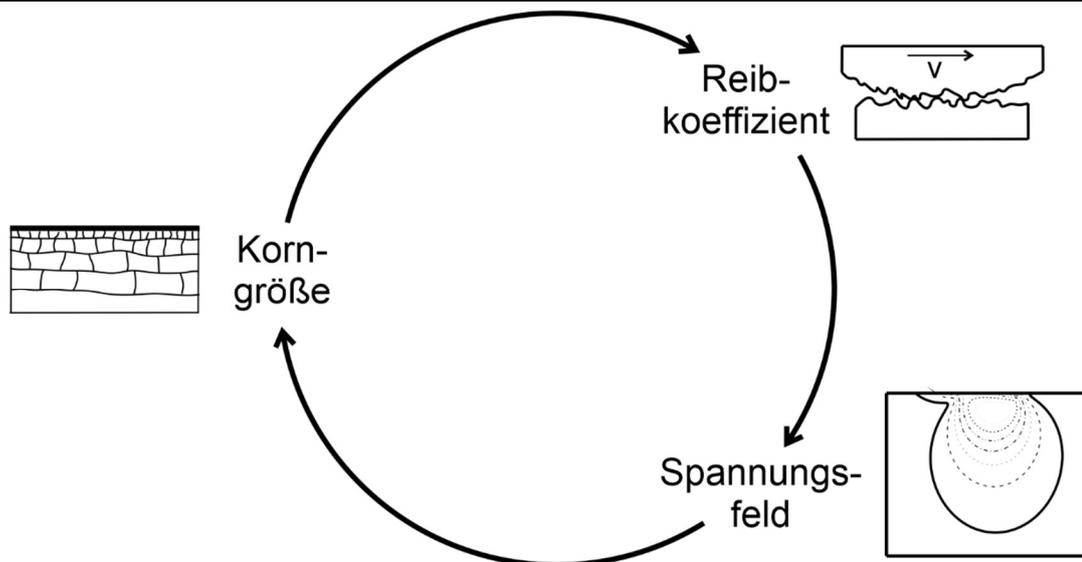


Abbildung 6 Kreislauf aus Reibkoeffizient, Spannungsfeld und Korngröße, in der Literatur auch als „friction feedback loop“ bezeichnet. Abbildung nach [113].

Auch die Verschleißpartikelbildung wird auf Risse entlang der entstandenen Korngrenzen oder Poren zurückgeführt, die durch tribologische Last erzeugt werden [6–8, 111]. Um dies besser zu verstehen und Materialien möglichst effizient unter tribologischer Last zu nutzen, müssen die einzelnen Prozesse der mikrostrukturellen Entwicklung grundlegend verstanden werden. Die Deformationsschichtausbildung wird im Folgenden näher anhand von grobkörnigen kfz Metallen und Legierungen erläutert.

Charakteristisch für die mikrostrukturelle Entwicklung unter tribologischer Last ist eine Kristallrotation aufgrund von versetzungsbasierter Plastizität. Die bevorzugte Kristallrotationsachse steht dabei senkrecht auf der Gleit- und Normalenrichtung des Probenkoordinatensystems [114–118]. Dabei nimmt die Kristallrotation mit abnehmendem Abstand zur Oberfläche zu [115, 116]. Dies geht mit einer steigenden Versetzungsdichte mit abnehmendem Abstand zur Oberfläche einher [114, 119]. Für die Kristallrotation wird die Aktivierung von mindestens zwei bis drei Gleitsystemen angenommen [115]. Diese Annahme fügt sich ein in die Beobachtung von Gleitstufen auf mehreren Gleitsystemen neben den Verschleißspuren [120, 121], auf einer dünnen Wand [122] oder auf quaderförmigen, einkristallinen Proben [123]. Auch neue Körner können unter tribologischer Last gebildet werden. In frühen Stadien der mikrostrukturellen Entwicklung wird dabei häufig eine oder mehrere Korngrenzen parallel zur Oberfläche gebildet mit Klein- oder Großwinkelkorngrenzcharakter [119, 122, 124–128]. Diese wird auch Dislocation Trace Line (DTL) genannt. Für deren Bildungsmechanismus existieren zwei Modelle: Das erste Modell geht davon aus, dass die Versetzungen zuerst von der Oberfläche ins Vollmaterial gleiten und sich mit einem Vorzeichenwechsel in der Scherkomponente in Gleitrichtung auf der Normalenebene die Bewegungsrichtung umdreht, sodass die Versetzungen in Richtung Oberfläche gleiten. Dieses Gleiten wird ausgeführt bis die projizierte Scherspannung nicht mehr ausreichend für die Versetzungsbewegung ist. Durch das Vorhandensein vieler Versetzungen in dieser Tiefe bildet

sich eine Korngrenze bzw. DTL aus [119]. Das zweite Modell vermutet eine Versetzungsreaktion, wobei die Details noch unklar sind [122]. Im folgenden Stadium bilden sich zwischen den Korngrenzen parallel zur Oberfläche Korngrenzen senkrecht zur Oberfläche. Dadurch entstehen in Gleitrichtung elongierte Subkörner [129]. Die Korngröße der gebildeten Körner nimmt mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche zu [8, 115, 130, 131]. Es wurde von einer langsameren Ausbildung von Körnern bei Materialien mit geringerer Stapelfehlerenergie berichtet [8]. Abhängig vom tribologischen System (hohe Gleitgeschwindigkeit, geringe Temperaturen oder Material mit geringer bis mittlerer Stapelfehlerenergie) wurde auch die Bildung von Deformationszwillingen auf einem oder mehreren Zwillingssystemen beobachtet [126, 131–135]. Hierbei zeichnet sich ab, dass für unidirektionale Versuche (Versuche mit einer Gleitrichtung), die Zwillinge in Gleitrichtung geneigt sind. Zudem können sich oberflächennah auch nanokristalline Schichten ausbilden [131, 136–138]. Tritt in einem tribologischen Kontakt durch Adhäsion erzeugter Materialübertrag zwischen den beiden Körpern in Kontakt auf, kann dies zu mechanischem Legieren und damit zu einer Änderung der chemischen Zusammensetzung der oberflächennahen Schicht führen [5, 114, 139]. Auch wird bei Multi-Zyklen-Experimenten eine ausgeprägte Oxidschicht, erzeugt durch Tribo-Oxidation, beobachtet [98, 140]. Beispielhafte Deformationsschichten sind in Abbildung 7 gegeben. Welche von den beschriebenen mikrostrukturellen Charakteristika entstehen ist, wie zu Beginn des Kapitels angemerkt, abhängig vom tribologischen System. So wurden die Einflüsse der Normalkraft [131, 141], Gleitgeschwindigkeit [135, 136], Temperatur [135], Atmosphäre [126, 142], Materialpaarungen [123, 126], Anzahl der Übergleitungen [119] und Materialeigenschaften, wie z. B. der Stapelfehlerenergie [8, 124] oder Kristallorientierung [133, 143], untersucht. Um ein Material auf ein Belastungskollektiv auslegen zu können, müssen die Spannungen bzw. Dehnungen im Material abgeschätzt werden. Das Spannungsfeld unter tribologischer Last ist nicht trivial, da es sich um einen mehrachsigen Spannungszustand handelt, der lokal wirkt und sich bewegt. Zur experimentellen Dehnungsabschätzung wird in der Literatur häufig die Verschiebung an Markern wie z. B. von ursprünglichen Korngrenzen ausgewertet [111, 132, 144]. Diese nimmt in der Regel exponentiell mit abnehmendem Abstand zur Oberfläche zu. Zur Abschätzung der Fließspannung wurden zudem Korngrößen in Abhängigkeit vom Abstand zur Oberfläche gemessen und daraus auf die Fließspannungen zurückgerechnet [145, 146].

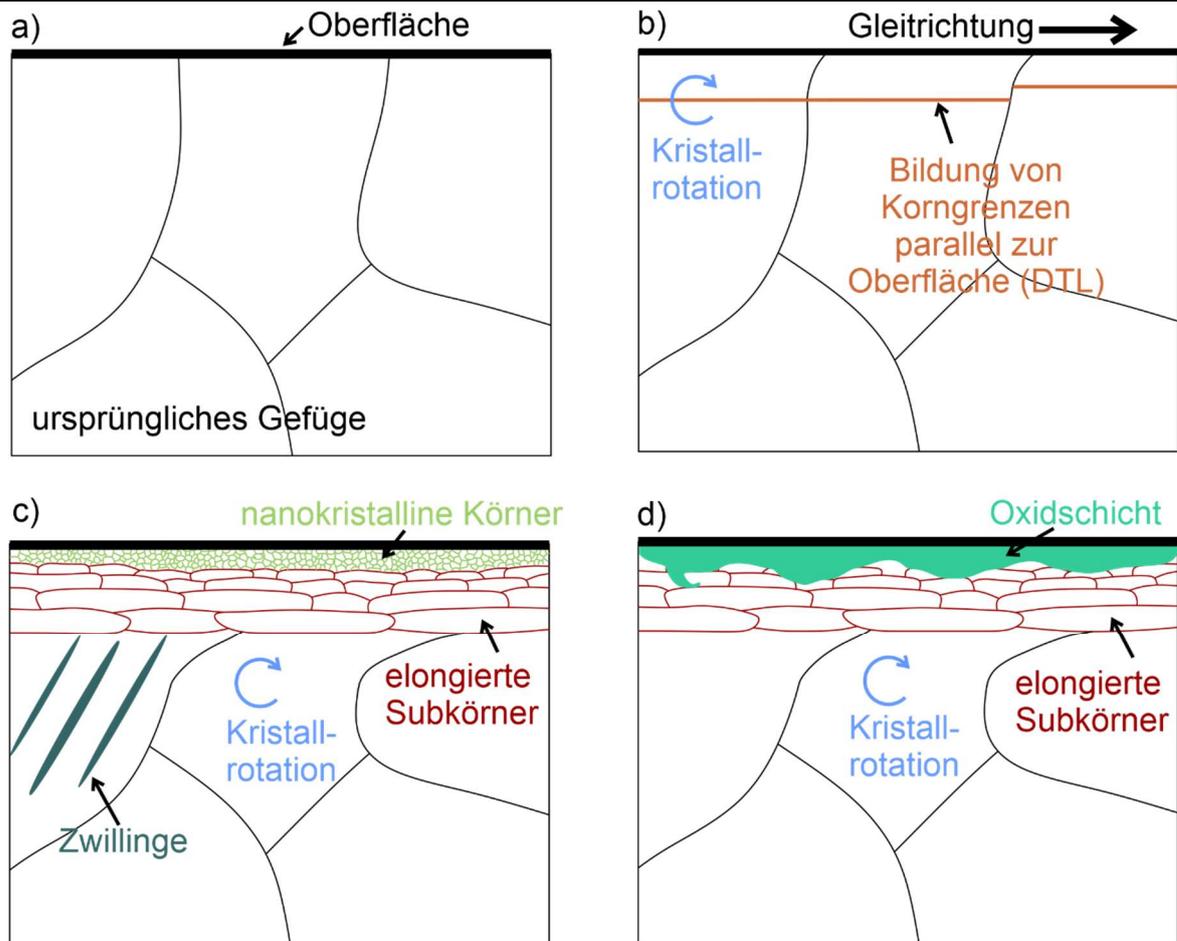


Abbildung 7 a) Ursprüngliches Gefüge vor der tribologischen Belastung. Durch die tribologische Last erzeugte b) Kristallrotation und Korngrenze parallel zur Oberfläche (DTL), c) elongierte Subkörner, nanokristalline Körner und Zwillinge und d) elongierte Körner mit Oxidschicht.

In einer dieser Studien sind neben versetzungsbasierter Plastizität auch Deformationszwillinge in Kupfer aufgetreten. Mit der Kenntnis über die kritische projizierte Scherspannung für Zwillingsbildung in Kupfer, wurde überprüft, ob die abgeschätzte Fließspannung Deformationszwillinge aktivieren kann. Es wurde hierfür eine sehr gute Übereinstimmung gefunden [146]. Zudem konnten an einer Anlasszwillingskorngrenze unterschiedliche Dehnungskomponenten festgestellt werden: einfache Scherung, lokalisierte Scherung und Kristallrotation [147].

Klassisch werden in der Materialwissenschaft Schmidfaktoren bzw. projizierte Scherspannungen berechnet, um die aktiven Gleit- und Zwillingsysteme zu identifizieren. Dies benötigt Kenntnis über das angelegte Spannungsfeld. Da das Spannungsfeld unter tribologischer Last nur schwer zugänglich ist, werden in der Literatur mit vereinfachten Spannungsfeldern die Schmidfaktoren berechnet. Cai et al. [116, 144] gehen von einer einfachen Scherung in Gleitrichtung aus und Lychgain [148] rechnet mit Normalspannungen in Normal- und Gleitrichtung. Welches Vorgehen die Realität besser widerspiegelt, ist bislang ungewiss. Das

bislang einzige Modell für das tribologische Spannungsfeld lieferte Hamilton [9]. Hierbei wird das Hertz'sche Modell mit einer Scherspannung in Gleitrichtung auf der Normalenebene überlagert, welche proportional zum experimentell gemessenen Reibkoeffizienten ist. Dieses Modell ist linear elastisch und statisch. Es wurde bisher häufig herangezogen um die Größe der plastischen Zone abzuschätzen [4, 109, 139].

Eine weitere Möglichkeit, um Verständnis für die mikrostrukturelle Entwicklung zu generieren, sind Simulationen. Hierbei wurden Simulationen auf unterschiedlichen Längenskalen durchgeführt [149]. Die MD-Simulation kann elementare Mechanismen in der Mikrostruktur widerspiegeln, allerdings ist sie bezüglich der Simulationsgröße und der minimalen Gleitgeschwindigkeiten begrenzt. Es wurde beispielsweise der Einfluss unterschiedlicher Legierungsanteile an Nickel in Kupfer auf das Deformationsverhalten unter tribologischer Last untersucht. Dabei wurden zeit- und tiefenabhängig die Bildung von Korngrenzen, die Geschwindigkeiten von Atomen unter Belastung sowie Anteile an Atomen mit Zwillingsorientierung berechnet [150]. Auch kann die Kristallrotation nachvollzogen werden [151]. Zudem können einzelne Defekte wie beispielsweise Versetzungsringe analysiert werden [152]. Mittels diskreter Versetzungsdynamik- (engl. discrete dislocation dynamics (DDD)) Simulation wurde untersucht, welche Versetzungen dem Gegenkörper folgen können [153]. Da hier allerdings keine Versetzungsbildung berücksichtigt wurde, ist die Übertragbarkeit auf Experimente erschwert. Eine weitere Methode ist die Finite Elemente Methode (FEM). Diese kann elementare Mechanismen nicht darstellen. Padilla et al. [10] nutzten die FEM, um das Spannungsfeld unterhalb des Gegenkörpers unter Berücksichtigung der Plastizität zu berechnen. Die gezeigten von Mises-Spannungsverteilungskarten weichen dabei nur geringfügig von der linear-elastischen Hamilton-Lösung ab. Zudem wurden mittels FEM, die Spannungen und Dehnungen in Dünnschichten unter tribologischer Last berechnet [154]. Auch die Kristallplastizität- (engl. crystal plasticity (CP)) FEM wurde angewandt, um Einblicke in die plastische Deformation unter tribologischer Last zu erhalten. Hierbei wurde das Ritzen mit einem Berkovich-Indenter in Kupfereinkristalle simuliert. Eindringtiefe wie auch Materialaufwurfhöhe zeigten eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Daten [155]. Zudem wurden Kristallrotationen und daraus berechnete geometrisch notwendige Versetzungsdichten mittels hochauflösender Elektronenrückstreubeugung (HR-EBSD) experimentell bestimmt und mit den Ergebnissen der CP-FEM verglichen [156]. In einer anderen Untersuchung wurden die projizierten Scherspannungen auf den Gleitsystemen zeitabhängig berechnet [157]. Wie gut diese zutreffen, ist experimentell derzeit nicht überprüft.

2.4 Zielsetzung dieser Arbeit

Wie im Unterkapitel „Tribologie“ gezeigt, wurden mikrostrukturelle Veränderungen im tribologischen Kontakt bereits intensiv untersucht, mit dem Ziel, deren beeinflussende Faktoren zu identifizieren und zu verstehen. Dennoch ist bis heute das Spannungsfeld unter tribologischer Last nicht vollständig verstanden und Vorhersagen über die sich einstellende Mikrostruktur und die daraus resultierenden tribologischen Eigenschaften sind schwierig zu treffen. Es bedarf geeigneter experimenteller Daten, um festzustellen, auf welchen kristallografischen Systemen hohe projizierte Scherspannungen existieren. Im nächsten Schritt können diese Daten mit Modellen für das Spannungsfeld unter tribologischer Last abgeglichen werden.

In dieser Arbeit werden für die Identifikation von kristallografischen Systemen mit hoher projizierter Scherspannung Zwillingssysteme gewählt, da diese gegenüber vollständigen Versetzungen auf Gleitsystemen deutliche Vorteile besitzen. Zum einen ist die Zwillingsebenennormale eindeutig identifizierbar aufgrund der unidirektionalen Dehnungsfreisetzung von Deformationszwillingen, wodurch sie als Marker in der Deformationsschicht verwendet werden kann. Zum anderen wird die Zug-Druck-Anisotropie in Abhängigkeit von der Kristallorientierung ausgenutzt, indem tribologische Experimente an Einkristallen durchgeführt werden und dabei die Kristallrichtungen so gewählt werden, dass die Reib- und/oder die Normalkraft oder keine der beiden Kräfte zu Zwillingen führen. Damit kann gezielt überprüft werden, ob eine Normalspannungskomponente zur Zwillingsbildung unter tribologischer Last führt. Diese Experimente werden mit zwei verschiedenen Reibkoeffizienten ($\mu = 0,2$ und $\mu = 1$) durchgeführt, um den Einfluss des Reibkoeffizienten auf das Spannungsfeld untersuchen zu können.

Mit den resultierenden Ergebnissen können die folgenden Leitfragen betrachtet werden:

- 1) **Zwillingsbildung:** Welche Kristallorientierungen und Reibkoeffizienten führen zur Zwillingsbildung? Haben die unter verschiedenen experimentellen Bedingungen entstandenen Deformationszwillinge Gemeinsamkeiten? Können aus ihrer Lage oder der Interaktion mit der umliegenden Mikrostruktur Erkenntnisse über ihren Entstehungsort oder -mechanismus gewonnen werden? Kann die Zwillingsbildung unter tribologischer Last auf eine oder mehrere Spannungskomponenten zurückgeführt werden?
- 2) **Spannungsfeld:** Wie wirkt sich der Reibkoeffizient auf das Spannungsfeld aus? Kann mit dem einzigen bisher publizierten Spannungsfeld nach Hamilton das Auftreten von Deformationszwillingen in bestimmten Kristallorientierungen erklärt werden? Falls nicht, können Stellschrauben identifiziert werden, um dieses zu verbessern?

3 Materialien & Methoden

3.1 Probenmaterialherstellung und Präparation

Einkristallines CoCrFeMnNi wurde am Forschungszentrum Jülich in der Arbeitsgruppe von Dr. Michael Feuerbacher mittels der Bridgman-Methode hergestellt. Dafür wurde aus Co (4N), Cr (5N), Fe (3N+), Mn (4N) und Ni (4N5) zuerst eine Legierung mittels Schwebeschmelzen in einer Cu-Kokille hergestellt. Die Legierung wurde in eine Al₂O₃-Kokille mit 20 mm Durchmesser und spitz zulaufendem Boden gegeben, welche in einer wassergekühlten Säule im selbstgebauten Bridgman-Ofen platziert wurde. Der Einkristall wurde durch das vertikale Zurückziehen der Kokille aus der auf 1340 °C geheizten Zone mit einer Geschwindigkeit von 50 mm/h hergestellt. Der Ofen besaß eine Ar-Atmosphäre mit einem Druck von 200 mbar. Der entstandene Zylinder wurde unter zu Hilfenahme von Laue-Diffraktion zu 3 mm dicken Scheiben mit den Oberflächennormalenrichtungen (NR) [00 $\bar{1}$] bzw. [0 $\bar{1}\bar{1}$] erodiert. Die weitere Probenbehandlung fand am KIT statt.

Die Einkristalle wurden nach dem Schneiden geschliffen, um Erodierrückstände zu entfernen und anschließend in einem Rohrofen (Carbolite Gero GmbH, Neuhausen, Deutschland) bei einem Unterdruck von $<1,5 \cdot 10^{-6}$ mbar bei 1200 °C für 72 h wärmebehandelt. Alle Proben wurden vor den tribologischen Experimenten zunächst manuell präpariert. Dafür wurden die Proben auf Schleifpapieren der Körnung P800, P1200, P2500 und P4000 unter Wasserkühlung geschliffen. Anschließend wurden die Proben mit 3 µm- bzw. 1 µm-Diamantsuspensionen für jeweils mindestens acht Minuten poliert. Hierfür wurde ein selbst angemischtes Schmiermittel (1000 ml destilliertes Wasser, 250 ml Isopropanol und 3 g Spülmittel) dazugegeben. Zur Entfernung einer verbleibenden Deformationsschicht durch die mechanische Präparation wurden die Proben mit einem Elektrolyten aus Perchlorsäure und Methanol im Verhältnis 1:9 bei einer Spannung von 20 V und mit einer Flussrate von 20 (Struers interne Einheit) für eine Dauer von 15 s auf einer Elektropoliermaschine (LectroPol-5, Struers, Kopenhagen, Dänemark) elektropoliert. Der Elektrolyt für den Einkristall mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] wurde zuvor für eine ausreichend gute Oberflächenqualität im Kühlschrank gekühlt. Die Proben wurden nach dem Schleifen, beiden Polierschritten und dem Elektropolieren jeweils für 10 min in Isopropanol im Ultraschallbad gereinigt.

Die Zusammensetzung der Einkristalle wurde mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX; X-Max 80, Oxford Instruments, Abingdon-on-Thames, UK) gemessen und ist in Tabelle 2 gegeben. Diese weicht nur minimal von der äquiatomaren Zusammensetzung ab.

Tabelle 2 Zusammensetzung der Einkristalle gemessen mit EDX nach der Oberflächenpräparation.

	Co in At.-%	Cr in At.-%	Fe in At.-%	Mn in At.-%	Ni in At.-%
NR[00 $\bar{1}$]	21 ± 1	20 ± 1	21 ± 1	18 ± 1	20 ± 2
NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]	20 ± 1	20 ± 2	21 ± 1	18 ± 1	21 ± 2

3.2 Tribologische Experimente

Die tribologischen Experimente wurden an einem hausinternen, von Dr. Christian Haug [158] konstruierten und als VHA (engl. versatile high-speed acquisition) bezeichneten Tribometer durchgeführt. Der schematische Aufbau dieses Tribometers ist in Abbildung 8 gegeben.

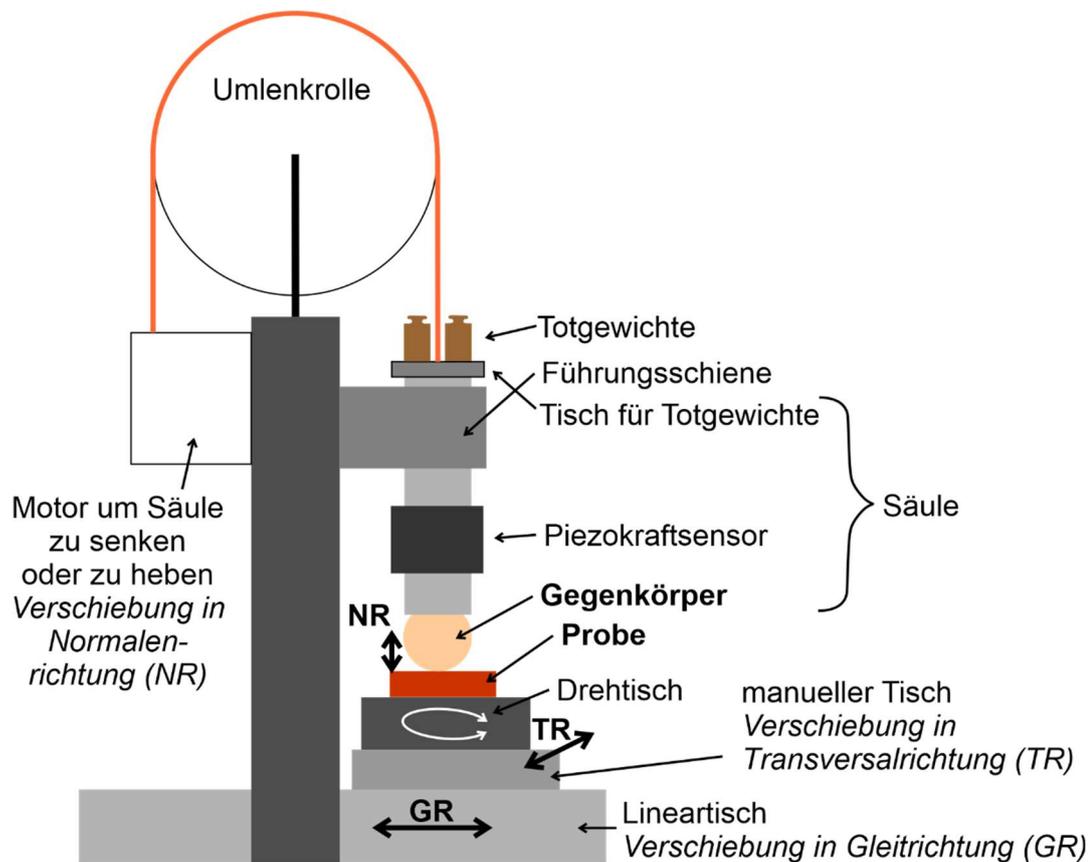


Abbildung 8 Schematischer Aufbau des verwendeten Tribometers.

Die Proben werden auf einen Probenstisch geklemmt, welcher sich auf einem Drehtisch (Typ M-060.PD, Physik Instrumente GmbH & Co. KG (PI), Karlsruhe, Deutschland) befindet. Der Drehtisch dient einer exakten Ausrichtung der Einkristalle in die geplanten Gleitrichtungen (GR). Unter dem Drehtisch ist ein manueller Lineartisch (XR25P/M, ThorLabs GmbH, Dachau, Deutschland) montiert, um die Probe senkrecht zur Gleitrichtung (in Abbildung 8 mit Transversalrichtung (TR) bezeichnet) ausrichten zu können. Der Drehtisch und der Probenstisch befinden sich auf einem weiteren linearen Aktor (Typ M-414.2PD, PI, Karlsruhe, Deutschland). Dieser führt die Relativbewegung zwischen Grund- und Gegenkörper während der tribologischen Experimente aus. Für die Aufbringung der Normalkraft wurde eine Säule konstruiert. Diese enthält am unteren Ende eine Aufnahme für den Gegenkörper, einen dreiachsigen Piezokraftsensor (Typ 9317C, Kistler Instrumente GmbH, Sindelfingen, Deutschland) und am oberen Ende einen Tisch, auf den Totgewichte gestellt werden. Der Piezokraftsensor dient der Messung der Reibkraft und wird vor den Experimenten mittels Totgewichten kalibriert. Durch das Aufbringen der Totgewichte wird die Normalkraft

eingestellt. Die Säule wird mittels eines weiteren Aktors (Typ M-229.26S, PI, Karlsruhe, Deutschland) bei Versuchsbeginn auf die Probe gesenkt und bei Versuchsende wieder angehoben. Diese Bewegung ist entlang der Normalenrichtung (NR). Das gesamte Tribometer ist in einer Plexiglas-Box eingehaust, um die Umgebungsbedingung für die tribologischen Experimente einstellen und kontrollieren zu können. Weitere Details zur Tribometerkonstruktion können [158] entnommen werden.

Für die tribologischen Experimente in dieser Arbeit, wurden die oben beschriebenen CoCrFeMnNi-Einkristalle als Grundkörper verwendet. Kugeln mit 10 mm Durchmesser aus Saphir (Saphirwerk, Brück, Schweiz) und SiC (hightech ceram Dr. Steinmann + Partner GmbH, Blankenheim, Deutschland) wurden als Gegenkörper gewählt. Eigenschaften dieser beiden Gegenkörpermaterialien sind in Tabelle 3 aufgelistet. Zur Befestigung der Kugeln wurden diese mittels Zwei-Komponenten-Kleber (UHU PLUS ENDFEST, Bolton Adhesives, Rotterdam, Niederlande) in Halter geklebt, welche im Tribometer montiert wurden.

Tabelle 3 Eigenschaften der Gegenkörpermaterialien Saphir und SiC.

	Saphir	SiC
E-Modul	430 GPa [159]	420 GPa [160]
Poissonzahl	0,30 [161]	0,15 [160]
Härte	2300 HV [159]	26 GPa HV [160]
Druckfestigkeit	2100 MPa [159]	2500 MPa [160]
Wärmeleitfähigkeit	36 W/mK [159]	100 W/mK [160]
Elektrischer Widerstand (20°C)	$10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ [162]	$10^{-1} - 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ [160]
Ionischer Bindungsanteil	63 % [163]	12 % [163]
Kugelrauheit S_a^*	$13 \pm 2 \text{ nm}$	$60 \pm 12 \text{ nm}$

* interferometrisch gemessen mit Plu neox (Sensofar, Barcelona, Spanien)

Die tribologischen Experimente wurden mit einer Normalkraft von 2 N, einer Gleitgeschwindigkeit von 0,5 mm/s in Luft mit 50 % relativer Luftfeuchte (rL) bei Raumtemperatur durchgeführt. Für jedes Experiment wurde eine neue Kugel verwendet. Die gewählten Kristallrichtungen in Normalen- und Gleitrichtung sind in Tabelle 4 gegeben. In der dritten Spalte ist die in dieser Arbeit verwendete Notation gegeben. Die Kristallorientierungen wurden so gewählt, dass sowohl in Gleit- wie auch Normalrichtungen kristallografische Richtungen liegen, die unter Zug- oder Druckspannungen zu Zwillingsbildungen führen. Diese Richtungen wurden systematisch miteinander kombiniert. Zudem wurde ein Versuch in die Richtung einer Shockley-Partialversetzung durchgeführt. Die Wahl des Probenkoordinatensystems ist in Abbildung 9a gegeben und bezieht sich immer auf die Verschleißspuren. In Abbildung 9b und c sind zusätzlich schematische Bilder der Kristallrichtungen in Normalen- und Gleitrichtung gezeigt. Es ist zudem angegeben, ob die gewählten Kristallrichtungen unter einer uniaxialen Zug- oder Druckspannung zu Zwillingsbildung führen. Damit soll die systematische Kombination der Kristallrichtungen in

Normalen- und Gleitrichtung verdeutlicht werden. Die Probenoberflächen wurden nur ein einziges Mal überglitten, wobei der Gleitweg für alle Kristallorientierungen 6 mm betrug - nur für die Kristallorientierung NR[011]//GR[211] mit einer Saphirkugel als Gegenkörper betrug der Gleitweg aus Platzgründen auf der Probe nur 4 mm.

Tabelle 4 Gewählte Kristallrichtungen in Gleit- und Normalenrichtung sowie die in dieser Arbeit verwendete Notation.

Normalenrichtung (NR)	Gleitrichtung (GR)	Notation
[001̄]	[100]	NR[001̄]//GR[100]
	[1̄10]	NR[001̄]//GR[1̄10]
[011̄]	[100]	NR[011̄]//GR[100]
	[011̄]	NR[011̄]//GR[011̄]
	[211]	NR[011̄]//GR[211]

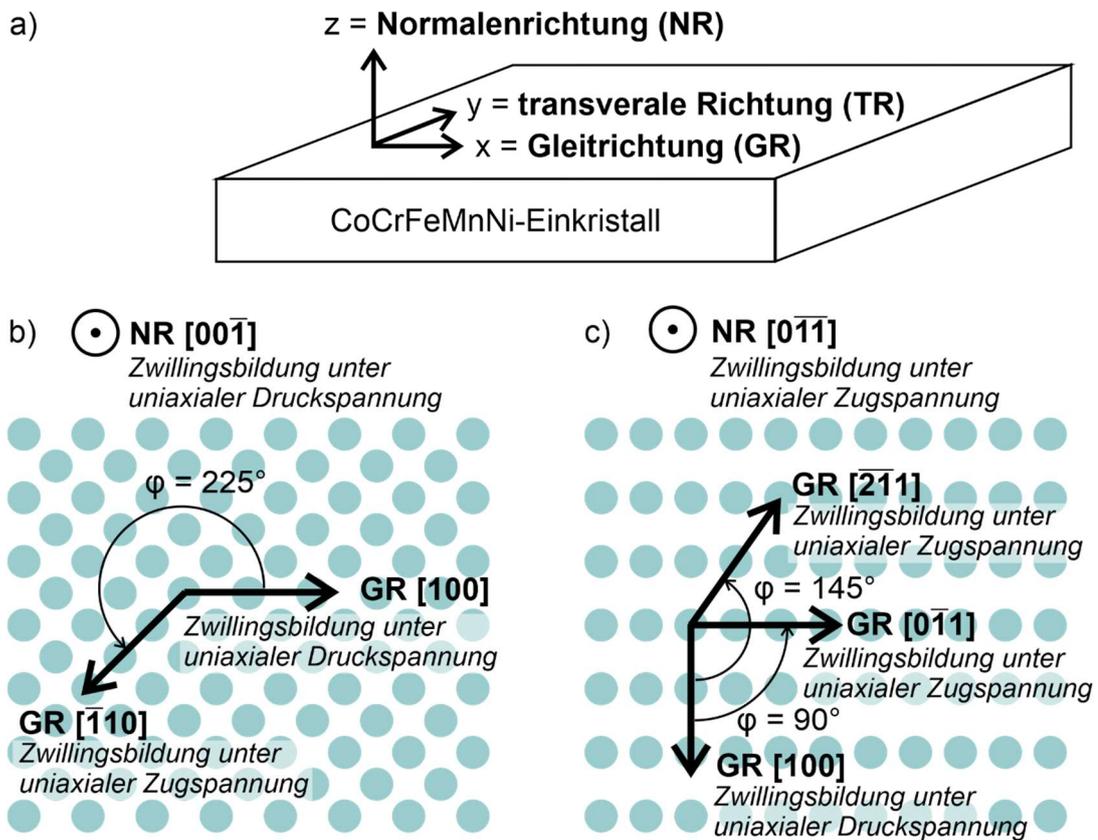


Abbildung 9 a) Probenkoordinatensystem bezüglich der Verschleißspur und Aufsicht auf die Einkristalle mit b) NR[001̄] und c) NR[011̄]. In b) und c) ist zudem angegeben, ob Zug- oder Druckspannungen in die gewählten Kristallrichtungen zu Zwillingen führen.

3.3 Elektronenmikroskopie

Die Verschleißspur-, Gegenkörper- wie auch die Mikrostrukturanalyse wurden mittels Elektronenmikroskopie am zweistrahligen Elektronenmikroskop Helios NanoLab™ DualBeam TM 650 (ThermoFisher Scientific, Waltham, Massachusetts, USA) durchgeführt, welches mit einem Elektronen- wie auch mit einem fokussierten Gallium-(Ga-) Ionenstrahl ausgestattet ist. Von den Verschleißspuren und Gegenkörpern wurden mit diesem Mikroskop mit einer Beschleunigungsspannung (U_B) von 2 kV und einem Strahlstrom (I_S) von 0,8 nA Sekundärelektronen-(SE-) Bilder aufgenommen.

Für die mikrostrukturellen Informationen in der Deformationsschicht wurden zunächst in der Mitte der Verschleißspur zwei Platin-(Pt-) Schichten abgeschieden, um die Oberfläche vor Beschädigung durch Ga-Ionen zu schützen. Die erste Pt-Schicht wurde mit einer Dicke von 0,2 μm mittels Elektronenstrahl mit $U_B = 2$ kV und $I_S = 6,4$ nA abgeschieden und die zweite Pt-Schicht mit einer Dicke von 1 μm mittels Ga-Strahl mit $U_B = 30$ kV und $I_S = 0,77$ nA. Anschließend wurden mit dem Ga-Strahl Gräben parallel zur Gleitrichtung geschnitten, um den Querschnitt der Deformationsschichten freizulegen. Von den Deformationsschichten wurden SE-Bilder mit $U_B = 2$ kV und $I_S = 0,8$ nA bei einer Probenkipfung von 52° aufgenommen. Diese Kippung ist bei der Betrachtung der Querschnittsbilder zu beachten. Bei der Messung der Schichtdicken mit einem Matlab-Skript wurde dieser Winkel berücksichtigt. Die Auflösung der Querschnittsbilder reichte nicht aus, um die Deformationsschichten detailgetreu aufzulösen, weshalb elektronentransparente Lamellen ebenfalls parallel zur Gleitrichtung hergestellt wurden. Um diese zu erhalten wurde ein Steg präpariert, welcher herausgehoben und an ein Grit geklebt wurde. Die Elektronentransparenz wurde durch drei Dünnschritte mit immer kleiner werdenden Strahlströmen ($I_S = 0,77$ nA, 0,24 nA und 83 pA bei $U_B = 30$ kV) und einem abschließenden Showering bei $U_B = 5$ kV und $I_S = 41$ pA erreicht. Weitere Details zu einer defektarmen Lamellenpräparation können [164] entnommen werden. Mittels eines Rastertransmissionselektronenmikroskop-(engl. scanning transmission microscopy (STEM-)) Detektors, welcher am genannten Rasterelektronenmikroskop installiert ist, wurden Bilder bei $U_B = 30$ kV und $I_S = 100$ pA im Hellfeldmodus aufgenommen.

Für die Bestimmung der kristallographischen Daten wurden Transmissions-Kikuchi-Beugungs-Untersuchungen (engl. transmission Kikuchi diffraction (TKD)) mit einem on-axis Optimus™ TKD-Detektor (Bruker, Billerica, USA) durchgeführt, welcher an einem e-flash^{HD}-Detektor (Bruker, Billerica, USA) montiert ist. Dabei wurde eine Schrittweite von 5 nm gewählt bei $U_B = 30$ kV und $I_S = 0,4$ nA oder 0,8 nA. Trotz der geringstmöglichen Detektorauflösung von $160 \cdot 120$ Pixel² und der kürzest möglichen Expositionszeit von 7 ms dauerte eine Messung mit einer Bildbreite von 4,14 μm 45 min. Bei dieser Messdauer kann es zu einem Drift der Probe kommen. Die aufgenommenen Kikuchi-Pattern wurden mit der Messsoftware Esprit 2.2 (Bruker, Billerica, USA) mittels Hough-Transformation indiziert. Dabei wurden nur Pattern mit mindestens sechs indizierten Bändern und einer maximalen Bandverkipfung von 2° ausgewertet. Es wurden hierfür die Kristalldaten von Cu verwendet, da Cu und CoCrFeMnNi beide kfz sind und die gleiche Größe der Einheitszelle besitzen. Die weitere Auswertung erfolgte mit der Matlab Toolbox Mtex [165]. Dabei wurden die Orientierungsdaten in GR, TR und NR

farbkodiert. Zudem wurden in den Messungen Kleinwinkelkorngrenzen ($3 - 15^\circ$) in grün, Großwinkelkorngrenzen ($> 15^\circ$) in rot und Zwillingskorngrenzen ($60^\circ \pm 3^\circ$) in blau eingefärbt. Hierbei ist zu beachten, dass Mtex nur geschlossene Korngrenzen auswerten kann. Körner kleiner drei Pixel wurden nicht ausgewertet. Die Orientierungen einzelner Messpunkte wurden zudem im Standarddreiecken und/oder Polfiguren dargestellt.

Hochauflösende Transmissionselektronenbilder (engl. high resolution transmission electron microscopy (HR-TEM)) wurden an einem doppelt korrigierten ThemisZ-TEM (ThermoFisher, Hillsboro, USA) mit $U_B = 300$ kV aufgenommen, welches mit einer OneView CCD Kamera (Gatan Inc, Pleasanton, USA) ausgestattet ist. Dieses Gerät gehört der Karlsruher Nano Micro Facility (KNMFi) an und wurde von Vahid Tavakkoli bedient. Fast Fourier Transformation (FFT-) Analysen der Bilder wurden mit der Software DigitalMicrograph (Gatan Inc, Pleasanton, USA) durchgeführt.

3.4 Molekulardynamik-Simulation

Die MD-Simulationen wurden von Dr. Stefan Eder mittels des open-source MD-Codes LAMMPS [166] durchgeführt. Bei diesen Simulationen wurde sich auf die Kristallorientierungen $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ und $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[100]$ beschränkt. Es wurde eine Systemgröße von $80 \cdot 40 \cdot 40$ nm³ gewählt, was 10,9 Millionen Atomen entspricht. CoCrFeMnNi wurde erstellt, indem die Atomplätze eines kfz Gitters zufällig mit den Atomen der einzelnen Elemente besetzt wurden, sodass eine äquiatomare Legierung entstand. Die Wechselwirkungen zwischen den Atomen wurden mittels des Potentials von Gröger et al. [167] beschrieben. Als Randbedingungen wurden die Seiten (GR-NR- und NR-TR-Ebene) periodisch gewählt. Am Boden des Quaders wurden zwei Schichten mit Dicken von jeweils 0,35 nm definiert, wobei die unterste als starr und die andere als Wärmesenke festgelegt wurde.

Für eine thermodynamisch korrekte Abbildung des Vollmaterials wurde die Temperatur dieser Schicht mittels eines schnellen Langevin-Thermostats auf 300 K gesetzt. Das restliche System wurde mittels eines langsameren Langevin-Thermostats temperiert, welches mit einem Elektron-Phonon-Kupplungsansatz implementiert wurde [168]. Beide Thermostate wurden nur in TR angewandt, um Interaktionen mit den äußeren Lastbedingungen zu verhindern.

Um die tribologischen Experimente nachzustellen, wurde ein rein repulsiver, sphärischer Gegenkörper (Kraftkonstante = 10 eV/Å³, Radius = 20 nm) mit einer Geschwindigkeit von $v_{GR} = 2,5$ m/s in Gleitrichtung bzw. $v_{NR} = -1$ m/s in Normalenrichtung bis zu einer Eindringtiefe von 2,5 nm in das Material bewegt. Anschließend wurde die Eindringtiefe konstant gehalten und der Gegenkörper um 50 nm in Gleitrichtung bewegt. Das Standard-Output-Intervall betrug 80 ps. Für $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ wurde es allerdings auf 1 ps verkürzt, um die mikrostrukturelle Entwicklung besser darstellen zu können. Die Visualisierung und Auswertung wurde mittels OVITO [169] am KIT durchgeführt.

4 Ergebnisse

4.1 Experimente an Einkristallen

Um die Kristallorientierungsabhängigkeit und den Einfluss unterschiedlicher Reibkoeffizienten auf die Mikrostruktur im speziellen auf die Zwillingsbildung zu verstehen, wurden die Experimente wie im Kapitel „Tribologische Experimente“ beschrieben, durchgeführt. In Abbildung 10 sind die Reibkoeffizienten in Abhängigkeit des Gleitwegs für die verschiedenen Kristallorientierungen und Materialpaarungen gegeben. Dabei zeigt das Gegenkörpermaterial einen großen Einfluss auf die Reibkoeffizienten.

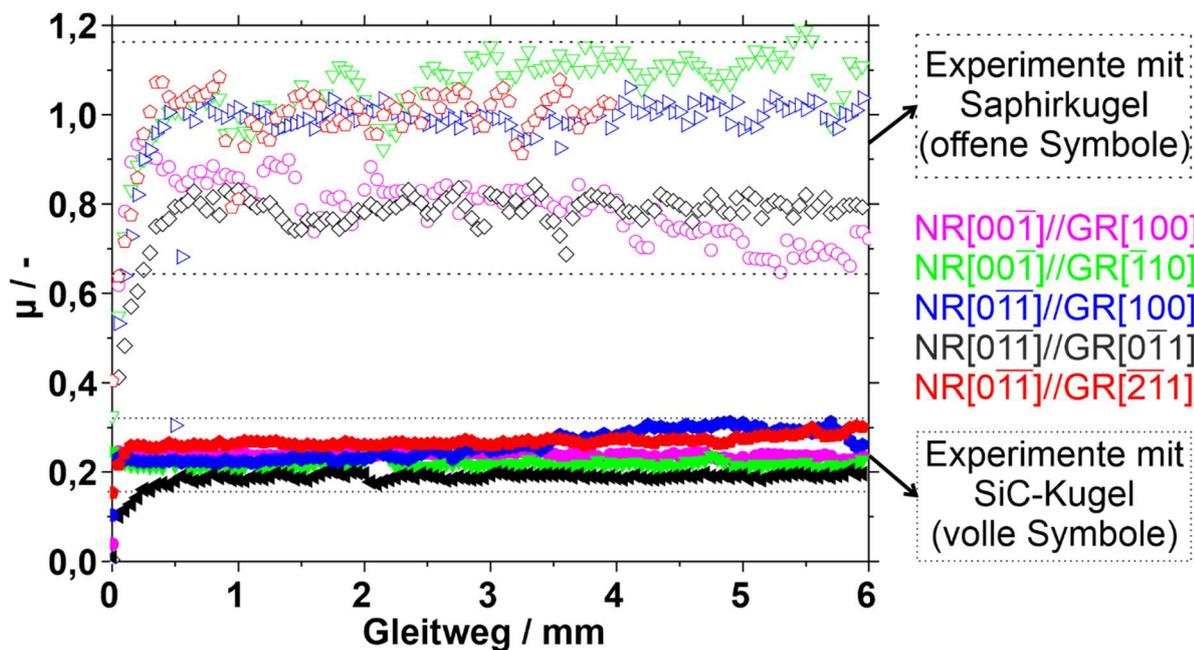


Abbildung 10 Reibkoeffizienten in Abhängigkeit des Gleitweges für die unterschiedlichen Kristallorientierungen sowie mit SiC- und Saphirkugeln als Gegenkörper.

Mit SiC als Gegenkörpermaterial haben die Reibkoeffizienten einen Wert von circa 0,2. Zudem sind nur geringe Abweichungen des Reibkoeffizienten in Abhängigkeit von der Kristallorientierung zu beobachten. Mit Saphir als Gegenkörpermaterial hingegen sind die Reibkoeffizienten um mehr als einen Faktor vier höher. Zudem weisen die Reibkoeffizienten eine stärkere Abhängigkeit von der Kristallorientierung auf. Die Kristallorientierungen NR[001̄]//GR[100] und NR[011̄]//GR[011̄] haben einen Reibkoeffizienten von circa 0,8 und die verbleibenden Kristallorientierungen einen Reibkoeffizienten größer 0,9. Im Folgenden werden die Experimente mit SiC-Kugel als Gegenkörper mit „niedrigem Reibkoeffizienten“ und die Experimente mit Saphirkugel mit „hohem Reibkoeffizienten“ bezeichnet, mit Ausnahme des Kapitels „Adhäsiver Beitrag zur Reibung“.

Um die Mechanismen besser zu verstehen, die zu diesen Reibungskoeffizienten führen, werden klassisch zuerst die Kontaktflächen der beiden Körper betrachtet. SE-Bilder der

Verschleißspuren wie auch der Gegenkörper aus SiC und Saphir sind repräsentativ für die Experimente mit der Kristallorientierung $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ in Abbildung 11 gegeben. In Abbildung 11a ist die Verschleißspur mit einem Gegenkörper aus Saphir abgebildet. Es sind Furchen parallel zur Gleitrichtung und Schuppenbildung zu erkennen. Der dazugehörige Gegenkörper in Abbildung 11b zeigt Materialtransfer [170]. Die Verschleißspur mit SiC-Kugel als Gegenkörper in Abbildung 11c zeigt hingegen Riefen parallel zur Gleitrichtung. Zudem sind hellere Flächen innerhalb der Verschleißspur sichtbar. Die SiC-Kugel in Abbildung 11d zeigt keinen Unterschied zum Zustand vor dem Experiment.

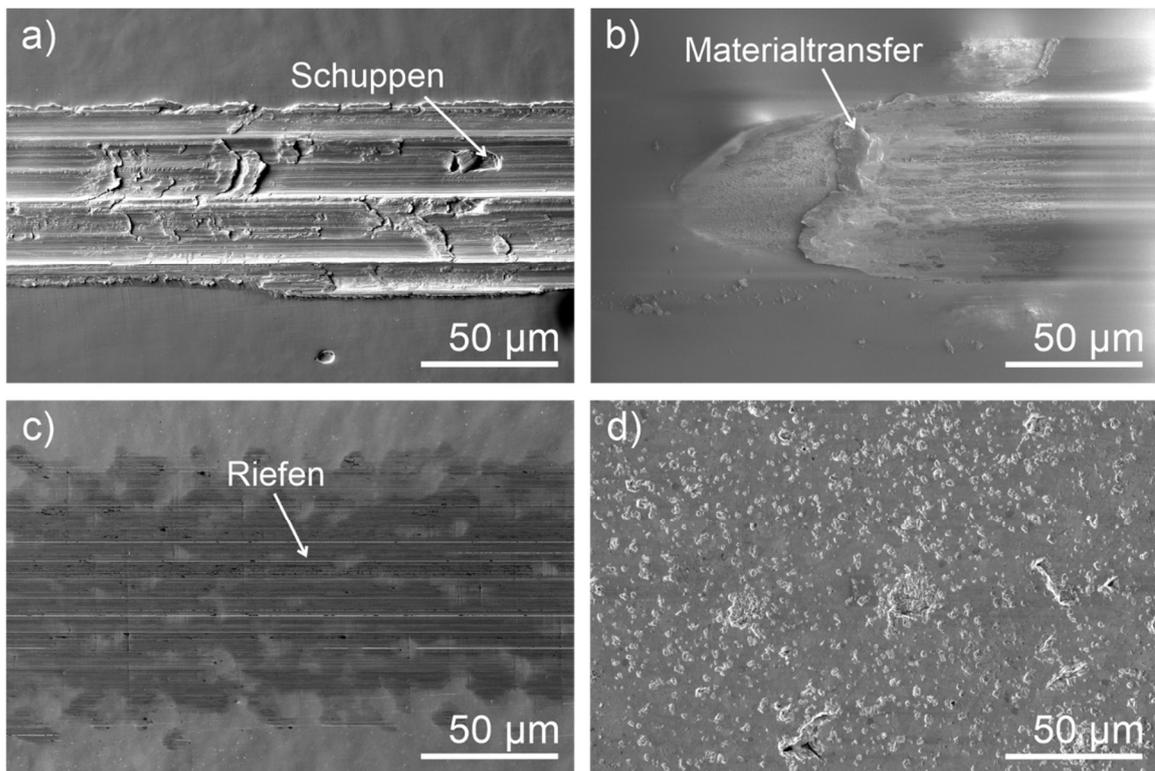


Abbildung 11 SE-Bilder von a) der Verschleißspur mit Saphirkugel als Gegenkörper, b) der Kontaktfläche auf der Saphirkugel, c) der Verschleißspur mit SiC-Kugel als Gegenkörper und d) der Kontaktfläche der SiC-Kugel. Dies sind exemplarische Bilder der Experimente mit der Kristallorientierung $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$.

Im Folgendem werden die Deformationsschichten, welche unter tribologischer Last entstanden sind, analysiert und ausgewertet. Die Mikrostrukturen, erzeugt mit niedrigem Reibkoeffizienten im Einkristall mit $NR[00\bar{1}]$ in $GR[100]$ und $GR[\bar{1}10]$, sind in Abbildung 12 gegeben. In beiden Gleitrichtungen sind in den STEM-Bildern in Abbildung 12a und b Linien parallel zur Oberfläche zu sehen. Diese wurden mittels der TKD-Untersuchung für $GR[100]$ in Abbildung 12c als grün markierte Klein- und rot markierte Großwinkelkorngrenzen bzw. für $GR[\bar{1}10]$ in Abbildung 12d als rot markierte Großwinkel- und blau markierte Zwillingskorngrenzen identifiziert. Zusätzlich wurde ein HR-TEM-Bild der detektierten horizontalen Zwillingskorngrenze aufgenommen,

welches in Abbildung 12e gegeben ist. Die Zwillingskorngrenze weist eine Breite von 6 nm auf. In der dazugehörigen FFT in Abbildung 12e sind neben den Beugungsreflexen der Matrix zusätzliche Reflexe zu erkennen.

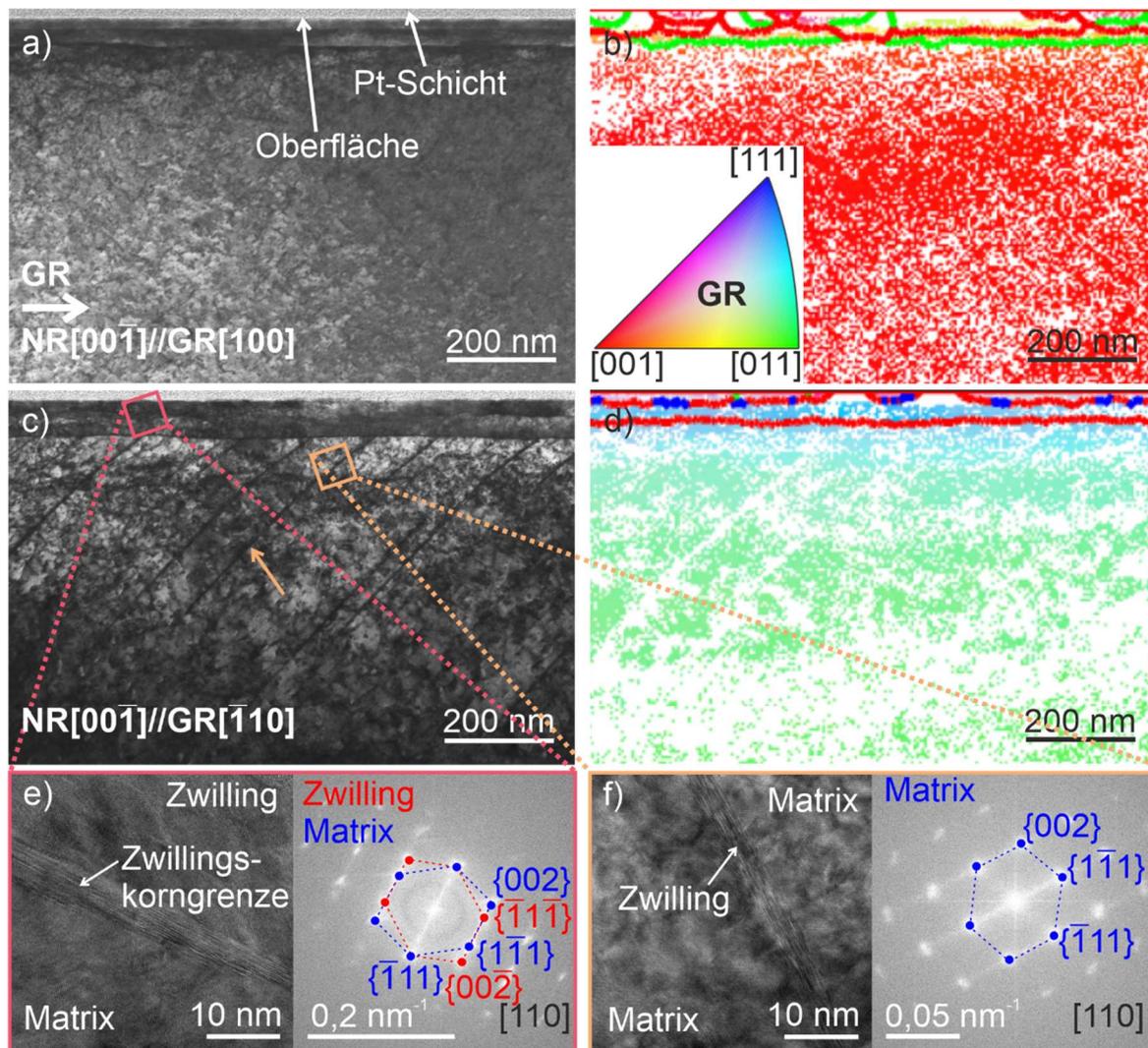


Abbildung 12 Mikrostrukturen mit niedrigem Reibkoeffizienten und NR[001]. a) STEM-Bild des Querschnittes parallel zur Gleitrichtung mit GR[100] und dazugehörige TKD-Untersuchung in b). c) STEM-Bild mit GR[110] und dazugehörige TKD-Untersuchung in d). Die Farbkodierung der TKD-Untersuchungen gibt die Kristallrichtung parallel zur Gleitrichtung an. Das Standarddreieck in b) gibt den verwendeten Farbcode wieder. Kleinwinkelkorngrenzen (3-15°) sind grün markiert, Großwinkelkorngrenzen (> 15°) rot und Zwillingskorngrenzen blau. e) und f) zeigen HR-TEM Bilder und die dazugehörigen FFTs der in c) markierten Bereiche. Die Gleitrichtung ist von links nach rechts wie in a) gegeben.

Im STEM-Bild in Abbildung 12c sind neben den Linien parallel zur Oberfläche auch Linien zu sehen, welche in Gleitrichtung geneigt und mit einem Pfeil markiert sind. Diese konnten mittels der TKD-Untersuchung in Abbildung 12d nicht identifiziert werden. Ein HR-TEM-Bild einer dieser Linien zusammen mit der dazugehörigen FFT ist in Abbildung 12f gegeben. Im HR-TEM-Bild zeigt sich innerhalb dieses mikrostrukturellen Merkmals kein perfektes Gitter. In der FFT sind neben den Beugungsreflexen der Matrix, helle Linien senkrecht zu dem zu untersuchenden Merkmal im HR-TEM-Bild zu erkennen.

STEM-Bilder der Mikrostrukturen der Experimente mit niedrigem Reibkoeffizienten auf dem Einkristall mit $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]$ und mit den Gleitrichtungen $[100]$, $[0\bar{1}\bar{1}]$ und $[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$ sind in Abbildung 13a, c und e gegeben. Auch hier sind wieder Linien parallel zur Oberfläche zu beobachten. In den TKD-Untersuchungen in Abbildung 13d, e und f werden diese als Klein- und Großwinkelkorngrenzen detektiert. Die Kleinwinkelkorngrenzen sind wie zuvor grün und die Großwinkelkorngrenzen rot markiert. Für $\text{GR}[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$ in Abbildung 13f wurden nur oberflächennah Korngrenzen detektiert, obwohl das STEM-Bild aufgrund des Kontrastes eine Korngrenze mit größerem Abstand zur Oberfläche vermuten lässt. In diesem Bereich ist in der TKD-Untersuchung ein Farbgradient und damit eine Orientierungsänderung zu erkennen. Diese ist in allen TKD-Untersuchungen unterhalb der detektierten Korngrenzen zu sehen, allerdings weniger stark ausgeprägt. In Abbildung 13a sind, wie schon in Abbildung 12b, in Gleitrichtung geneigte Linien zu sehen, welche mit einem Pfeil markiert sind und wieder nicht mittels einer TKD-Untersuchung identifiziert werden konnten (vgl. Abbildung 13b). Eine HR-TEM-Aufnahme einer dieser Linien und die dazugehörige FFT ist in Abbildung 13g gezeigt. Im HR-TEM Bild ist innerhalb des mikrostrukturellen Merkmals ein perfektes Gitter zu sehen. In der FFT sind neben den Beugungsreflexen der Matrix weitere Reflexe zu erkennen. Zudem zeigen die Reflexe eine geringe Rotation.

Die Tiefen der jeweiligen mikrostrukturellen Charakteristika wurden in den STEM-Bildern vermessen und sind in Tabelle 5 gegeben. Bei den Linien parallel zur Oberfläche (in Tabelle 5 als DTL bezeichnet) ist nur die Tiefe der untersten Linie gegeben. Bei den in Gleitrichtung verkippten Linien (in Tabelle 5 als Zwillinge bezeichnet) wurde von der Oberfläche bis zum tiefsten Punkt der Zwillinge gemessen.

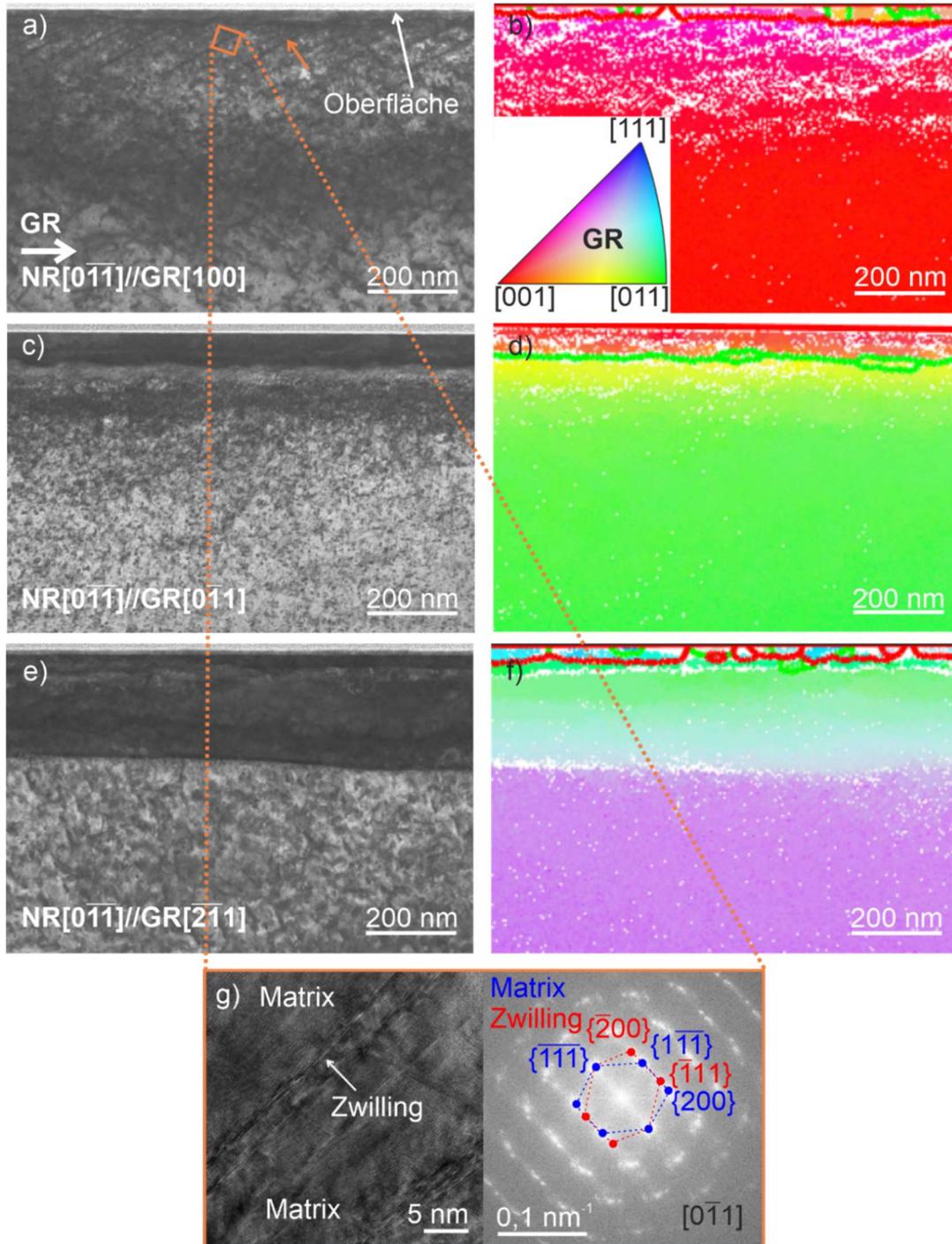


Abbildung 13 Mikrostrukturen mit niedrigem Reibkoeffizienten und NR[011]. a) STEM-Bild des Querschnittes parallel zur Gleitrichtung mit GR[100] und dazugehörige TKD-Untersuchung in b). c) STEM-Bild mit GR[011] und dazugehörige TKD-Untersuchung in d). e) STEM-Bild mit GR[211] und dazugehörige TKD-Untersuchung in f). Die Farbkodierung ist dieselbe wie in Abbildung 12 in GR. g) zeigt ein HR-TEM Bild und die dazugehörigen FFTs des in a) markierten Bereichs. Die Gleitrichtung ist von links nach rechts wie in a) gegeben.

Tabelle 5 Deformationsschichttiefen in Abhängigkeit von der Kristallorientierung und des Reibkoeffizienten. Alle Tiefen sind ausgehend von der Oberfläche gemessen.

Kristallorientierung	Niedriger Reibkoeffizient		Hoher Reibkoeffizient
	Tiefe DTL	Tiefe Zwillinge	Schichttiefe
NR[00 $\bar{1}$] //GR[100]	51 ± 3 nm		8,9 ± 0,8 μm
NR[00 $\bar{1}$]//GR[$\bar{1}$ 10]	69 ± 2 nm	516 ± 89 nm	19,9 ± 1,5 μm
NR[0 $\bar{1}$ 1]//GR[100]	22 ± 4 nm	115 ± 18 nm	6,1 ± 0,3 μm
NR[0 $\bar{1}$ 1]//GR[0 $\bar{1}$ 1]	78 ± 7 nm		3,9 ± 0,4 μm
NR[0 $\bar{1}$ 1]//GR[$\bar{2}$ 11]	241 ± 12 nm		10,5 ± 0,2 μm

Die Mikrostrukturen aus den Versuchen mit hohen Reibkoeffizienten aller Kristallorientierungen sind in Abbildung 14 gezeigt und unterscheiden sich stark von den mit niedrigem Reibkoeffizienten erhaltenen Mikrostrukturen. Hierbei sticht zuerst die hohe Deformationsschichttiefe ins Auge. Um diese vollständig abzubilden, sind in der ersten Spalte in Abbildung 14 Querschnittsaufnahmen der Schichten gegeben. Es war nicht möglich einen so großen Bereich für STEM-Aufnahmen zu dünnen. Anhand der Querschnittsaufnahmen wurden die Deformationsschichttiefen ausgewertet, welche in Tabelle 5 angegeben sind. Hier soll hervorgehoben werden, dass die Saphirkugeln nur einmal über die Oberfläche der Einkristalle geglitten sind und dabei mehrere Mikrometer dicke Deformationsschichten erzeugt haben. Die Schichten sind um zwei Größenordnungen tiefer als die mit niedrigen Reibkoeffizienten erzeugten Deformationsschichten. Zudem zeigt sich für hohe Reibkoeffizienten eine starke Abhängigkeit der Deformationsschichttiefe von der Kristallorientierung. Nicht nur die Schichttiefen unterscheiden sich von den Deformationsschichten mit niedrigem Reibkoeffizienten, sondern auch die mikrostrukturellen Charakteristika. Hierbei dienen STEM-Bilder und TKD-Untersuchungen der jeweiligen Kristallorientierung der weiteren mikrostrukturellen Aufklärung in den oberflächennahen Bereichen. Diese sind in den Spalten zwei und drei in Abbildung 14 abgebildet. Obwohl die STEM-Bilder und TKD-Messungen den gleichen Maßbalken besitzen, sind die Schichttiefen unterschiedlich. Dieser Unterschied resultiert höchstwahrscheinlich aus Probendrift während der TKD-Untersuchung aufgrund der langen Messdauer. Alle Deformationsschichten besitzen zwei Bereiche mit unterschiedlichen Charakteristika. Der Bereich direkt unterhalb der Oberfläche zeigt Kornfeinung. Hier wurden in den TKD-Untersuchungen in der dritten Spalte in Abbildung 14 nanokristalline Körner mit Großwinkelkorngrenzen, aber auch in Gleitrichtung elongierte Körner mit Kleinwinkelkorngrenzen detektiert. Diese sind exemplarisch in Abbildung 14b3 markiert. Die elongierten Körner sind verstärkt bei Kristallorientierungen mit NR[00 $\bar{1}$] in Abbildung 14a3 und b3 zu beobachten. In Abbildung 14e2 scheint zudem in der nanokristallinen Schicht ein Riss parallel zur Oberfläche zu verlaufen.

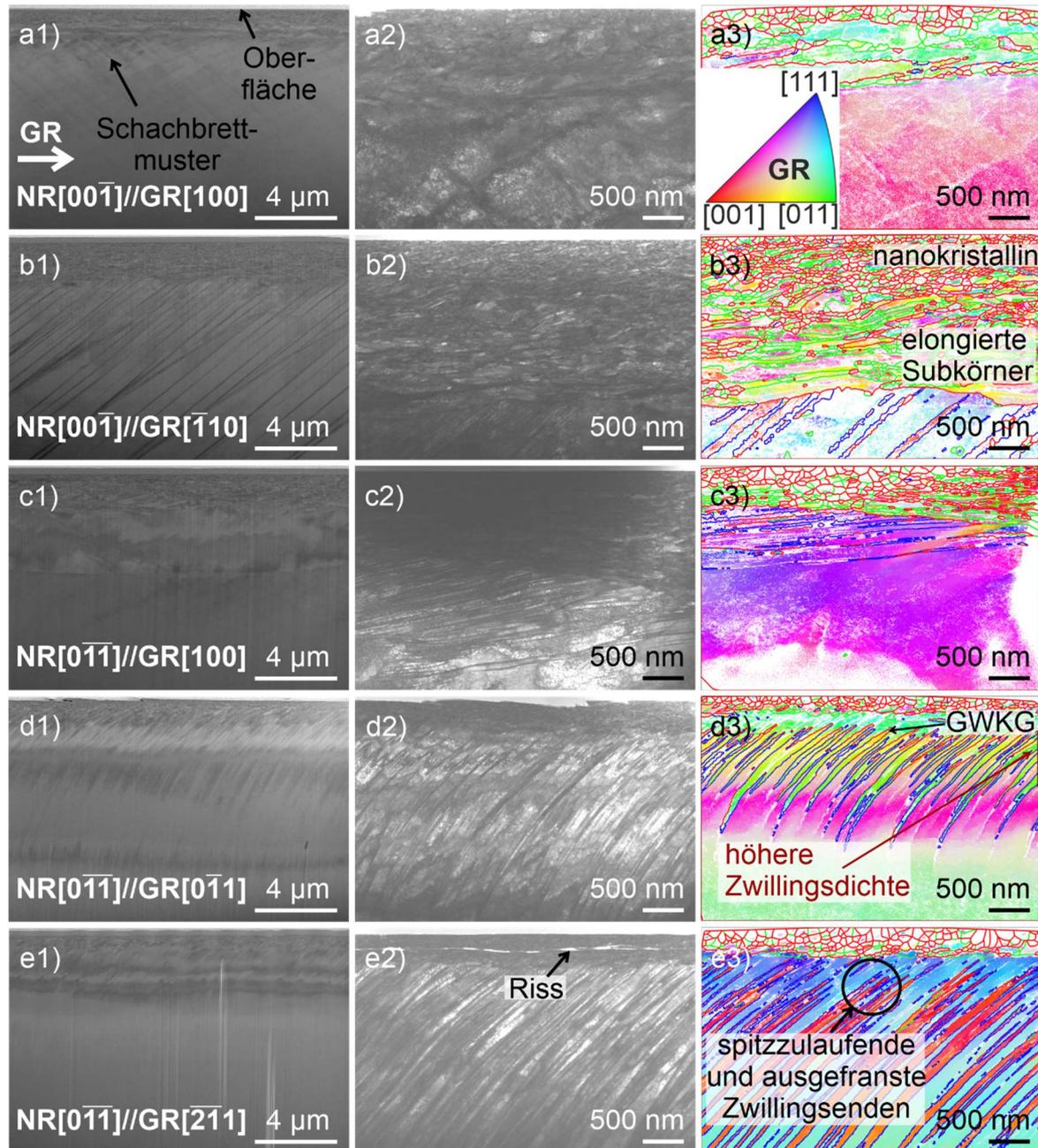


Abbildung 14 Mikrostrukturen mit hohem Reibkoeffizienten. In der ersten Spalte sind Querschnittsbilder, in der zweiten STEM-Bilder und in der dritten TKD-Untersuchungen mit a) NR[00 $\bar{1}$]/GR[100], b) NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10], c) NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[100], d) NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[0 $\bar{1}$ 1] und e) NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[$\bar{2}$ 11] gegeben. Die Farbkodierung der TKD-Untersuchungen gibt die Kristallrichtung parallel zur Gleitrichtung an. Kleinwinkelkorngrenzen (3 - 15°) sind grün markiert, Großwinkelkorngrenzen (GWKG) (> 15°) rot und Zwillingskorngrenzen blau. Die Gleitrichtung ist von links nach rechts wie in a1) gegeben.

Im darunterliegenden Bereich sind in allen Kristallorientierungen Linien sichtbar, welche unter unterschiedlichen Winkeln in Gleitrichtung geneigt sind. In $NR[00\bar{1}]/GR[100]$ sind zusätzliche Linien entgegen der Gleitrichtung geneigt, wodurch in dieser Mikrostruktur eine Art Schachbrettmuster entsteht (vgl. Abbildung 14a1). Dieses konnte in der TKD-Untersuchung in Abbildung 14a3 nicht weiter identifiziert werden. Es ist stattdessen in Abbildung 14a3 ein schwach ausgeprägter Farbgradient unterhalb des hochdeformierten Bereiches zu erkennen. Auch in den verbliebenen Kristallorientierungen treten Farbgradienten auf, welche unterschiedlich stark ausgeprägt sind. Die in Gleitrichtung geneigten Linien in Abbildung 14b bis e weisen in großen Teilen Zwillingsgroßwinkeln auf, allerdings wurden auch stellenweise Großwinkeln detektiert. Besonders auffällig sind die Großwinkeln an den oberen Enden der Zwillinge in Abbildung 14d3. Zudem laufen fast alle Zwillingsenden an der untersten Korngrenze des verfeinerten Bereichs spitz zu. In Abbildung 14d3 und e3 berühren die Zwillinge die untersten Korngrenzen der Kornfeinungszone nicht. Dies ist beispielhaft in Abbildung 14e3 markiert. Ein Gegenbeispiel sind allerdings die Zwillinge im linken Bildbereich in Abbildung 14b3. Hier gibt es breite Interaktionsbereiche zwischen Zwillingen und der untersten Korngrenze. In der TKD-Untersuchung in Abbildung 14d3 ist zudem die Zwillingsdichte tiefenabhängig. In einer Tiefe von 0,5 bis 1,2 μm sind deutlich mehr Zwillinge vorhanden als in einer Tiefe von 1,2 bis 1,9 μm (Maße aus der TKD-Untersuchung).

Die Matrizen in den TKD-Untersuchungen der verschiedenen Kristallorientierungen in Abbildung 14 zeigen einen Farbgradienten oder stimmen nicht mit der Farbe der ursprünglichen Gleitrichtung überein. Diese Änderung der Kristallrichtung parallel zu den Probenkoordinatenachsen kann durch Kristallrotation erklärt werden. Um diese zu adressieren, wurden die ursprünglichen Kristallorientierung wie auch die Kristallorientierung neben den Zwillingen in den Matrizen in Standarddreiecken in Normalen-, Gleit-, und Transversalrichtung in Abbildung 15 dargestellt. In den Standarddreiecken ist zudem die Linie zwischen $[012]$ und $[113]$ gegeben, um zwischen Kristallrichtungen, welche bevorzugt unter Zug- oder unter Druckspannung Zwillinge bilden, unterscheiden zu können. In Normalenrichtung in Abbildung 15a ist zu erkennen, dass die Kristallorientierungen $NR[00\bar{1}]/GR[100]$ und $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ vor und nach der Kristallrotation im $[001]$ - $[012]$ - $[013]$ -Sektor liegen. $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[\bar{2}\bar{1}1]$ und $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[100]$ liegen hingegen vor und nach der Kristallrotation im $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ -Sektor. Auch die ursprüngliche Richtung von $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$ liegt in diesem Sektor, wohingegen die Richtung parallel zur Normalenrichtung der rotierten Matrix auf der Verbindungslinie von $[012]$ - $[113]$ liegt. Im Standarddreieck in Gleitrichtung in Abbildung 15b liegt die Kristallrichtung von $NR[00\bar{1}]/GR[100]$ vor und nach der Kristallrotation im Sektor $[001]$ - $[012]$ - $[013]$. Die Kristallorientierungen $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ und $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[\bar{2}\bar{1}1]$ liegen vor und nach der Kristallrotation im $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ -Sektor. Die Kristallorientierung $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[100]$ und $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$ zeigen einen Wechsel des Sektors mit der Kristallrotation. Im Standarddreieck in Transversalrichtung wechselt aufgrund von Kristallrotation keine Kristallorientierung den Sektor bis auf $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$.

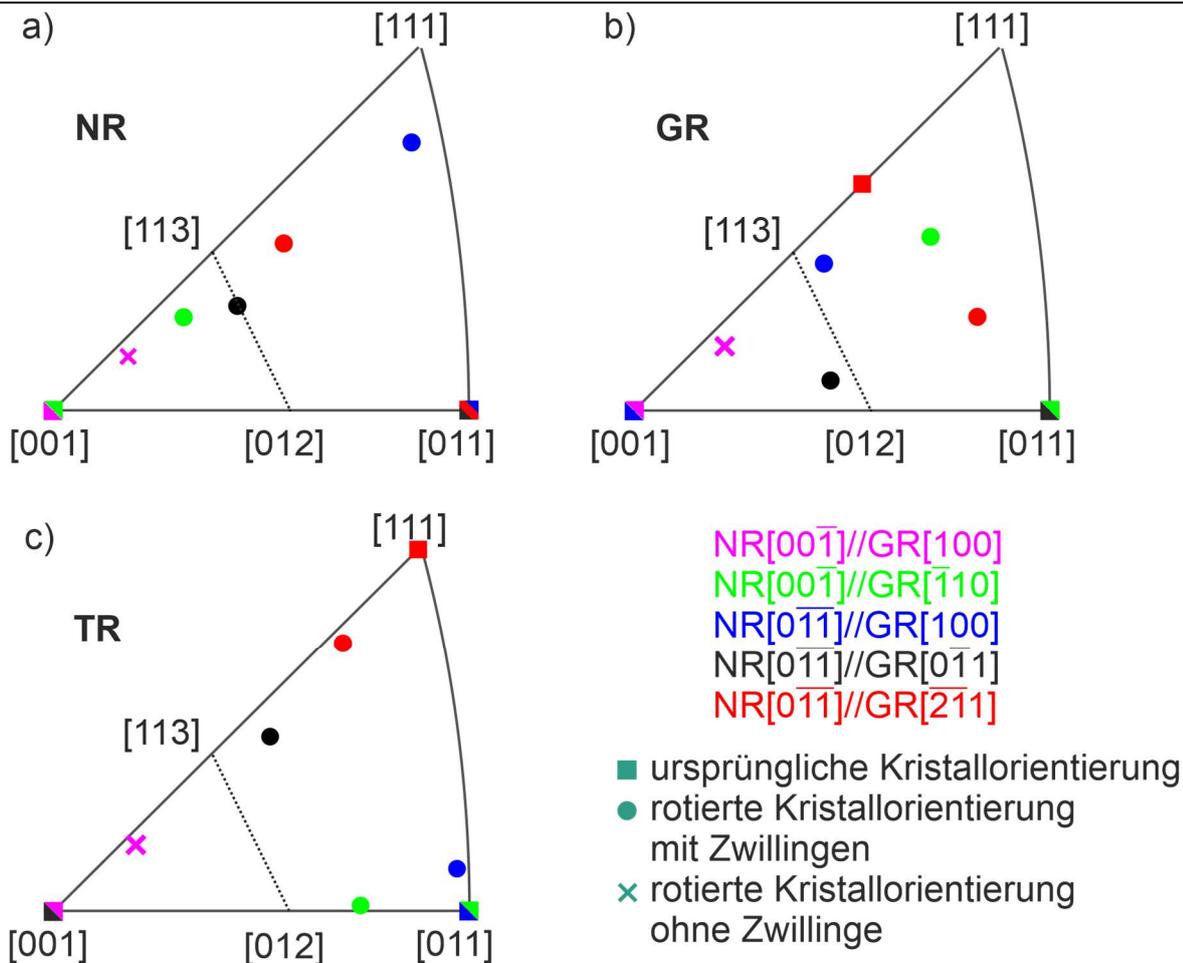


Abbildung 15 Standarddreiecke in a) Normalenrichtung, b) Gleitrichtung und c) Transversalrichtung mit der ursprünglichen Kristallorientierung wie auch der rotierten Kristallorientierung nach den Experimenten mit hohem Reibkoeffizient.

4.2 Berechnungen der projizierten Scherspannung mit dem Spannungsfeld nach Hamilton

Das Spannungsfeld nach Hamilton [9] wurde mit den elastischen Konstanten der Materialien im Kontakt aus dem Kapitel „Materialien & Methoden“ berechnet. Zudem wurde eine Normalkraft von 2 N und $\mu = 0,2$ für die Experimente mit niedrigem Reibkoeffizienten bzw. $\mu = 1$ für die Experimente mit hohem Reibkoeffizienten verwendet. Die daraus resultierenden Spannungsverteilungen in der GR-NR-Ebene der einzelnen Spannungskomponenten sind in Abbildung 16 für die beiden Reibkoeffizienten gezeigt. Die Farbkodierungen der Spannungswerte für die Spannungssensoren der beiden Reibkoeffizienten sind unterschiedlich gewählt, um die unterschiedlichen Wertebereiche zu verdeutlichen. Eine laterale Position von 0 μm entspricht dem Kontaktpunkt zwischen Kugel und Grundkörper. Steigende Werte auf der x-Achse zeigen in positive Gleitrichtung.

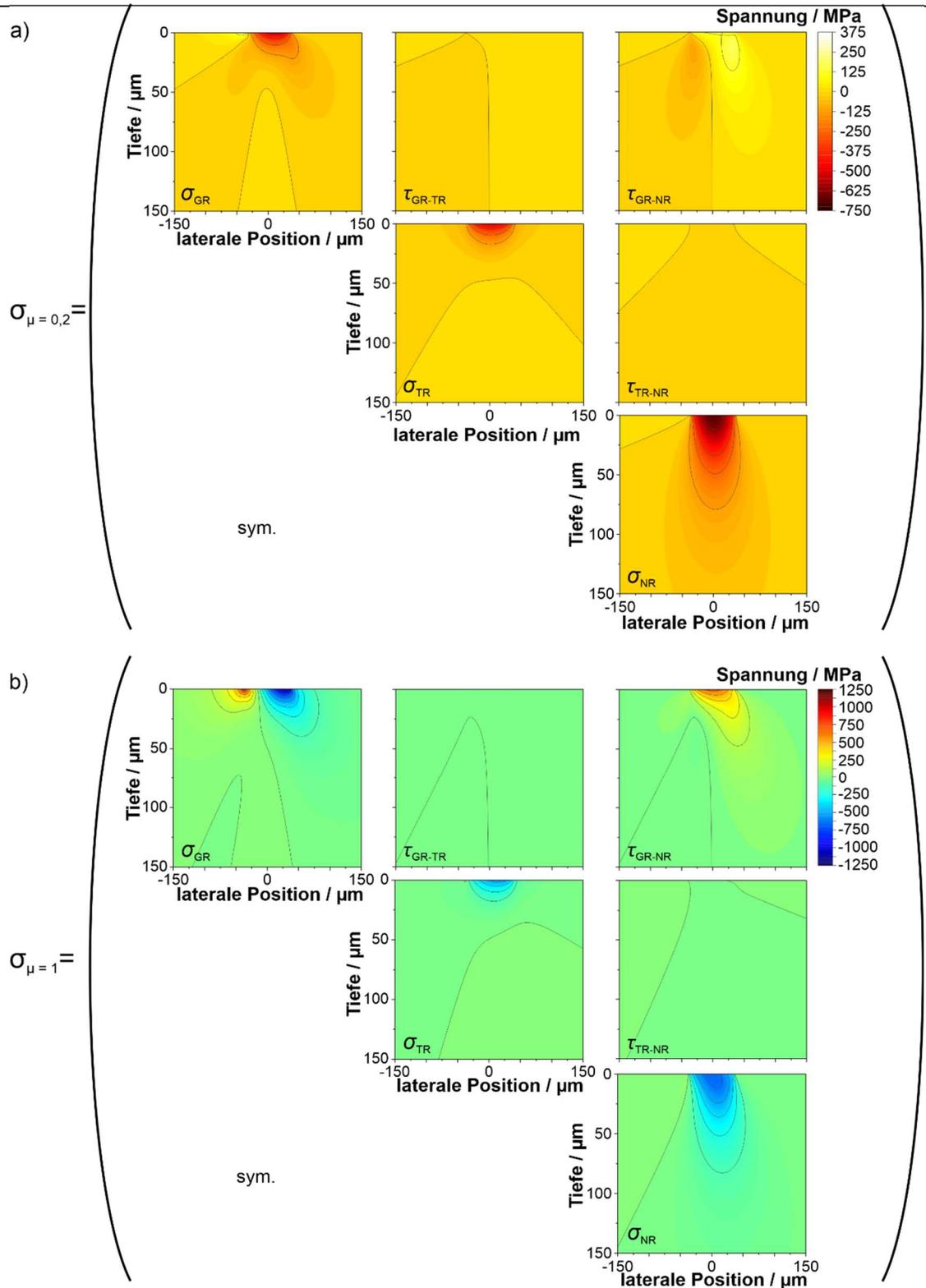


Abbildung 16 Spannungstensoren des Spannungsfeldes nach Hamilton mit einer Normalkraft von 2 N, den elastischen Konstanten der Materialien im Kontakt und den Reibkoeffizienten a) $\mu = 0,2$ (SiC-Kugel als Gegenkörper) und b) $\mu = 1$ (Saphirkugel als Gegenkörper).

Durch die aufgebrachte Last kommt es durch elastische Deformation zur Annäherung der Körper und für beide Gegenkörpermaterialien ergibt sich ein Kontaktradius von 37 μm . Dieser Wert ist unabhängig vom Reibkoeffizienten [9] und bezieht nur die elastischen Konstanten der Materialien ein. Unabhängig vom Reibkoeffizienten sind auch Gemeinsamkeiten der Spannungstensoren in Abbildung 16a und b zu erkennen. Die Scherspannungen in GR-TR ($\tau_{\text{GR-TR}}$) und NR-TR ($\tau_{\text{NR-TR}}$) besitzen für beide Reibkoeffizienten Spannungswerte nahe 0 MPa und sind somit vernachlässigbar. Damit bleiben nur vier relevante Spannungskomponenten. Eine davon ist die Normalspannung parallel zur Normalenrichtung (σ_{NR}). Hier beträgt der Minimalwert für niedrige Reibkoeffizienten -686 MPa und für hohe Reibkoeffizienten -666 MPa. Der Unterschied rührt hier aus den Unterschieden in den elastischen Konstanten der Gegenkörpermaterialien und nicht aus den Reibkoeffizienten. Die Reibkoeffizienten beeinflussen allerdings die Spannungsverteilung der σ_{NR} -Werte. Während die Spannungsverteilung in σ_{NR} mit $\mu = 0,2$ nahezu symmetrisch ist, ist sie mit $\mu = 1$ eindeutig in Gleitrichtung verschoben. Die minimalen Werte für die Normalspannung parallel zur Transversalrichtung (σ_{TR}) sind -516 MPa für $\mu = 0,2$ und -552 MPa für $\mu = 1$ und besitzen damit nur eine geringe Abhängigkeit vom Reibkoeffizienten. Da sowohl in σ_{NR} als auch in σ_{TR} nur negative Werte von nennenswerter Größe auftreten, gibt es in Normalen- und Transversalrichtung ausschließlich Druckspannungen. Hingegen besitzt die Normalspannung parallel zur Gleitrichtung (σ_{GR}) für beide Reibkoeffizienten einen Wechsel von negativen zu positiven Werten mit abnehmenden x-Werten. Dies bedeutet, dass es in Gleitrichtung einen Wechsel von Druckspannungen vor dem Gegenkörper zu Zugspannungen hinter dem Gegenkörper gibt. Dabei sind die Werte des Minimums bzw. Maximums für $\mu = 0,2$ -556 MPa bzw. 292 MPa und für $\mu = 1$ -1180 MPa bzw. 1130 MPa. Durch die Erhöhung des Reibkoeffizienten wächst die Druckkomponente von σ_{GR} auf das 2,1-fache und die Zugkomponente auf das 3,6-fache. Es verbleibt die Scherspannungskomponente in GR-NR ($\tau_{\text{GR-NR}}$). Auch diese hat einen Vorzeichenwechsel abhängig von der Position auf der x-Achse. Allerdings sind die positiven Scherspannungen bei größeren x-Werten als die negativen Scherspannungen. Das Minimum bzw. Maximum für $\mu = 0,2$ beträgt -111 MPa und 186 MPa und für $\mu = 1$ -24 MPa und 665 MPa. Durch die Erhöhung des Reibkoeffizienten wird die negative Scherspannungskomponente auf etwa 20 % reduziert und die positive Scherkomponente um das 3,7-fache erhöht. Es zeigt sich, dass abhängig vom Reibkoeffizienten unterschiedliche Spannungskomponenten das Spannungsfeld dominieren. Der Vollständigkeit wegen sind im Anhang die Spannungsverteilungskarten der von Mises-Vergleichsspannung für beide Reibkoeffizienten gegeben.

Im nächsten Schritt werden die projizierten Scherspannungen τ auf den Gleit- und Zwillingsystemen mit den Spannungstensoren aus Abbildung 16 berechnet. Dafür wird der Gleitanteil der Peach-Köhlerkraft verwendet [171]:

$$\tau = (\sigma \vec{n}) \cdot \vec{b} \quad \text{Gleichung 3}$$

Hierbei ist \vec{n} der Normalenvektor der Gleitebene, σ der Spannungstensor berechnet nach Hamilton und \vec{b} der Burgers-Vektor. Für die Berechnung ist es notwendig, dass sich die

zwillings- bzw. gleitsystembeschreibenden Vektoren und der Spannungstensor im selben Koordinatensystem befinden. In dieser Arbeit wurde daher das Kristallkoordinatensystem in das Probenkoordinatensystem transformiert mittels Rotation um die Gleit- wie auch Normalenrichtung. Die Zwillingsysteme wurden zusätzlich so definiert, dass eine positive projizierte Scherspannung zur Zwillingsbildung führt. Negative projizierte Scherspannungen würden eine AA-Stapelung hervorrufen.

Da diese Berechnungen für die einzelnen Gleit- und Zwillingsysteme, Reibkoeffizienten und Kristallorientierungen zu 240 Spannungsverteilungskarten führt, wird ein anderer Weg der Darstellung gewählt, um die projizierten Scherspannungen vergleichen zu können. Hierfür wurden die Normalenrichtungen der Einkristalle $[00\bar{1}]$ und $[0\bar{1}\bar{1}]$ fixiert und die Gleitrichtung im positiven Drehsinn um die Normalenrichtung rotiert. Der dabei überstrichene Winkel wird mit φ bezeichnet und entspricht allen auf einem Einkristall möglichen Gleitrichtungen. Für jeden möglichen Rotationswinkel auf einem Einkristall wurde das Maximum der Scherspannungsverteilungskarten auf den Zwillingsystemen berechnet und in Abbildung 17 dargestellt. Für die Gleitsysteme wurde dasselbe Vorgehen durchgeführt, wobei das absolute Maximum verwendet wurde und für eine bessere Übersichtlichkeit der Diagramme ist in Abbildung 17 nur die Einhüllende aller Gleitsysteme dargestellt. Im Anhang sind die Diagramme für alle Zwillings- und Gleitsysteme gegeben. Die experimentell untersuchten Kristallorientierungen wurden markiert. Bei Betrachtung von Abbildung 9b und c wird das verwendete Vorgehen klarer. In Abbildung 9b zeigt NR $[00\bar{1}]$ und in Abbildung 9c NR $[0\bar{1}\bar{1}]$ aus der Bildebene heraus. Für beide Einkristalle zeigt bei einem Rotationswinkel von $\varphi = 0^\circ$ die Gleitrichtung in $[100]$. Wird die Gleitrichtung auf dem Einkristall mit NR $[00\bar{1}]$ um die Normalenrichtung um 225° rotiert, so ist sie parallel zu $[\bar{1}10]$. Wird die Gleitrichtung auf dem Einkristall mit NR $[0\bar{1}\bar{1}]$ um die Normalenrichtung um 90° rotiert, zeigt sie in $[0\bar{1}1]$ und bei 145° in $[\bar{2}\bar{1}1]$. Diese fünf Kristallorientierungen entsprechen den experimentell untersuchten. Zur leichteren Vergleichbarkeit mit den Experimenten, sind in Abbildung 17 jeweils die experimentell untersuchten Gleitrichtungen eingetragen und für jede Gleitrichtungen ein schematischer Querschnitt der Deformationsschicht gegeben, in der entweder Zwillinge abgebildet sind oder nicht.

Der Vergleich der beiden Reibkoeffizienten zeigt, dass der höhere Reibkoeffizient zu einem Vielfachen der projizierten Scherspannungen im Vergleich zu dem niedrigen Reibkoeffizienten führt. In dem Diagramm mit NR $[00\bar{1}]$ mit niedrigem Reibkoeffizienten in Abbildung 17a sind vier Zwillingsysteme zu erkennen, welche über den gesamten Rotationsbereich die höchsten projizierten Scherspannungen besitzen. Die Minima sind jeweils mit 222 MPa bei 0° , 90° , 180° und 270° . Dies entspricht $\langle 100 \rangle$ -Gleitrichtungen. Die Maxima haben einen Wert von 226 MPa und sind bei Rotationswinkeln von 45° , 135° , 225° und 315° zu finden. Dies entspricht $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen. Die Einhüllende der projizierten Scherspannungen auf den Gleitsystemen ist in derselben Größenordnung, liegt aber immer niedriger als die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen. Die Minima der projizierten Scherspannung auf den Gleitsystemen sind in $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen und die Maxima nahe $\langle 100 \rangle$ -Gleitrichtungen.

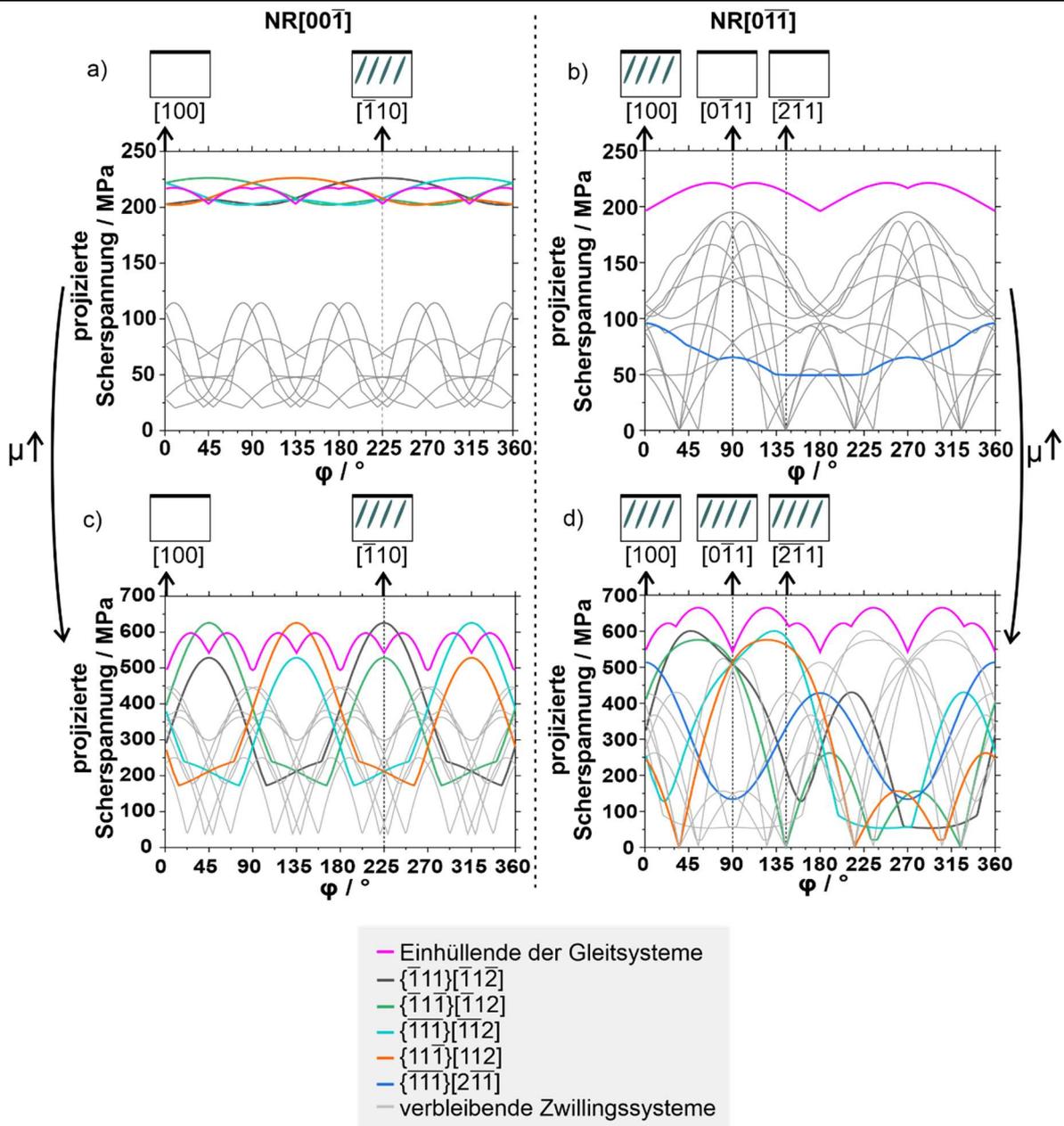


Abbildung 17 Berechnung der projizierten Scherspannungen auf den Gleit- und Zwillingsystemen mit dem Spannungsfeld nach Hamilton für a) NR[00 $\bar{1}$] und $\mu = 0,2$, b) NR[01 $\bar{1}$] und $\mu = 0,2$, c) NR[00 $\bar{1}$] und $\mu = 1$ sowie d) NR[01 $\bar{1}$] und $\mu = 1$. φ beschreibt den positiven Rotationswinkel der Gleitrichtung um die jeweilige Normalenrichtung. Für eine bessere Übersichtlichkeit ist nur die Einhüllende der projizierten Scherspannung auf den Gleitssystemen gegeben. Die experimentell untersuchten Gleitrichtungen auf den beiden Einkristallen sind markiert und die schematischen Bilder der Deformationsschicht zeigen an, ob experimentell Zwillinge beobachtet wurden oder nicht.

Im Allgemeinen zeigen die projizierten Scherspannungen auf den Gleit- und Zwillingssystemen mit $\mu = 0,2$ und NR[00 $\bar{1}$] eine geringe Abhängigkeit vom Rotationswinkel. Im Gegensatz dazu wird bei $\mu = 1$ und NR[00 $\bar{1}$] eine ausgeprägte Winkelabhängigkeit beobachtet (Abbildung 17c). Es dominieren immer noch dieselben vier Zwillingssysteme, allerdings nicht mehr so eindeutig wie mit $\mu = 0,2$. Die Maxima der projizierten Scherspannung auf den Zwillingssystemen sind immer noch in $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen zu finden mit einem Wert von 625 MPa. Die projizierten Scherspannungen auf den Gleitsystemen liegen wieder in einem ähnlichen Wertebereich wie die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingssystemen.

Im Gegensatz dazu sind die projizierten Scherspannungen für den Einkristall mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] auf den Gleitsystemen für alle Rotationswinkel und unabhängig vom Reibkoeffizient höher als die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingssystemen wie in Abbildung 17b und d zu erkennen ist. In Abbildung 17b hat die projizierte Scherspannung auf den Zwillingssystemen ein Minimum von 114 MPa bei $\varphi = 0^\circ$ und 180° . Dies entspricht $\langle 100 \rangle$ -Gleitrichtungen. In denselben Gleitrichtungen hat auch die projizierte Scherspannung auf den Gleitsystemen ihr Minimum. Die Maxima der projizierten Scherspannung auf den Zwillingssystemen sind mit 195 MPa bei den Rotationswinkeln 90° und 270° zu finden. Diese entsprechen $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen. Durch den höheren Reibkoeffizienten kommt es zu einer Verschiebung der Minima- und Maximapositionen der projizierten Scherspannung auf den Zwillingssystemen. In Abbildung 17d liegen die Minima mit 491 MPa bei Rotationswinkeln von 14° , 166° , 194° und 346° . Die Maxima mit einem Wert von 600 MPa liegen bei 47° , 137° , 227° und 317° .

Abbildung 15 zeigt eindeutig ausgeprägte Kristallrotation der Einkristalle unter tribologischer Last mit hohem Reibkoeffizient. Eine solche Kristallrotation ändert die Lage der Zwillingssysteme und somit auch die darauf projizierte Scherspannung. Um diesen Einfluss zu berücksichtigen, wurden die initialen Kristallorientierungen rotiert. Dabei wurde der Kristall um die Transversalrichtung um 10° für NR[00 $\bar{1}$]/GR[100], um 20° für NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$], um 30° für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] und um 40° für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[$\bar{2}11$] rotiert. Für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[0 $\bar{1}\bar{1}$] wurde die initiale Kristallorientierung um 35° um die Transversalrichtung und um -35° um die Normalenrichtung rotiert. Die Kristallrotation wurde bewusst durch die Rotation um die Probenkoordinatenachsen durchgeführt und nicht mit den Eulerwinkeln aus den TKD-Daten. Dieses Vorgehen stellt sicher, dass die Annotation der Kristallrichtungen und -ebenen vor und nach der Kristallrotation zusammenhängt, was aufgrund der hohen Symmetrie des kFz Gitters mit den TKD-Daten nicht gegeben ist. Das beschriebene Vorgehen führt zu geringen Abweichungen zwischen den Lagen der $\langle 111 \rangle$ -Pole gemessen mit TKD und der für die Berechnungen durchgeführten Rotation um die Probenkoordinatenachsen der ursprünglichen Kristallorientierung. Die genannte Abweichung ist anhand einer Polfigur im Anhang gezeigt (Abbildung S 6). Abbildung 18 zeigt anhand von Balkendiagrammen die maximalen Werte der projizierten Scherspannungen auf den Zwillingssystemen vor und nach der Kristallrotation für die experimentell untersuchten Kristallorientierungen. Abhängig von der Kristallorientierung und dem Zwillingssystem führt die Kristallrotation entweder zu einer Erhöhung oder Verringerung der projizierten Scherspannung. Auf die projizierte Scherspannung vor und nach der Kristallrotation einzelner Zwillingssysteme wird nach der Identifizierung der aktivierten

Zwillingsysteme im Kapitel „Wie wirkt sich ein hoher Reibkoeffizient auf die Zwillingsbildung aus“ näher eingegangen.

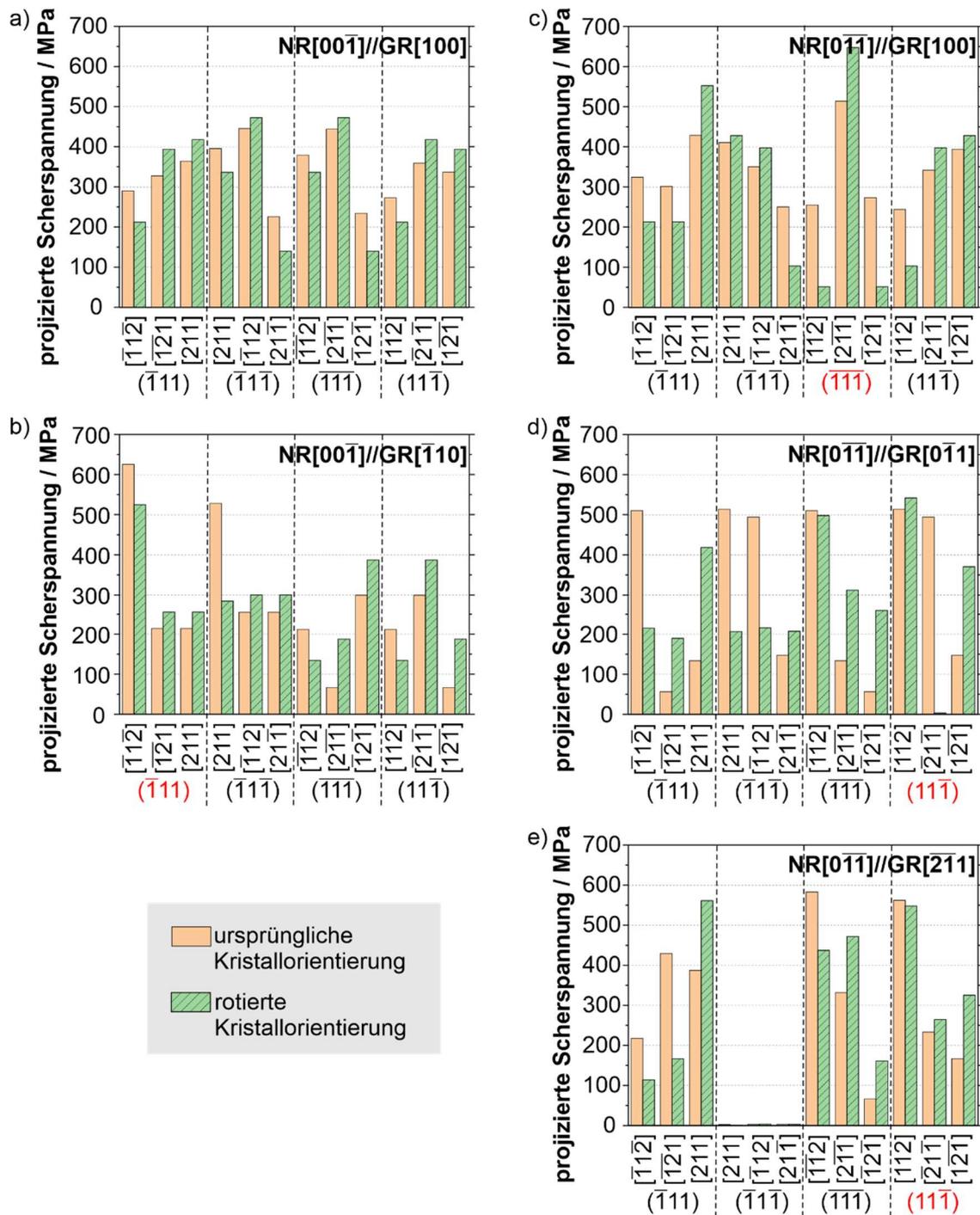


Abbildung 18 Vergleich der projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen mit ursprünglicher und rotierter Kristallorientierung bei $\mu = 1$; a) NR[00 $\bar{1}$]//GR[100], b) NR[00 $\bar{1}$]//GR[$\bar{1}$ 10], c) NR[01 $\bar{1}$]//GR[100], d) NR[01 $\bar{1}$]//GR[0 $\bar{1}$ 1] und e) NR[01 $\bar{1}$]//GR[2 $\bar{1}$ 1]. Rot markierte Ebenen sind die experimentell identifizierten Zwillings Ebenen aus Abbildung 22.

4.3 Simulierte Deformationsschichten

Um sich der mikrostrukturellen Entwicklung unter tribologischer Last auf atomistischer Ebene zu nähern, wurden MD-Simulationen durchgeführt, wie im Kapitel „Molekulardynamik-Simulation“ erläutert. Der große Vorteil der MD-Simulation ist, dass Deformationsmechanismen abgebildet werden können und diese nur vom Wechselwirkungspotential zwischen den Atomkernen abhängen. Gerade die Bildung von Zwillingen, welche in dieser Arbeit größte Bedeutung hat, kann die MD-Simulation als einzige Simulationsmethode abbilden. In der Simulation wurde keine Adhäsion berücksichtigt, weshalb die Simulationsergebnisse nur mit den Experimenten mit niedrigem Reibkoeffizienten verglichen werden können.

Hier wurden zudem nur die Kristallorientierungen untersucht, welche in den Experimenten in Gleitrichtung geneigte Linien aufweisen (vgl. Abbildung 12c für $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ und Abbildung 13a für $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$). Schnitte durch die Simulation mit $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ in der GR-NR-Ebene, dargestellt mit OVITO, von zwei aufeinanderfolgenden Zeitschritten sind in Abbildung 19a und b gegeben. Grüne Atome besitzen eine kfz und rote eine hdp Kristallstruktur, während hellgrau dargestellte Atome keiner Kristallstruktur zugewiesen werden können. Zweilagige Schichten an hdp Atomen entsprechen Stapelfehlern und einlagige Schichten entsprechen Zwillingskorngrenzen, wie im Kapitel „Deformationszwillinge“ erläutert wurde. Wie in Abbildung 19 zu erkennen ist, sind auf unterschiedlichen Ebenen Zwillinge und Stapelfehler entstanden. Unter anderem hat sich unter dem Gegenkörper im vorderen Bereich ein Zwilling gebildet welcher, genau wie die Linie in Abbildung 12c, in Gleitrichtung geneigt ist. Im Vergleich zu dem Zwilling in Abbildung 19a, ist der Zwilling in Abbildung 19b um eine Atomlage dicker. Dieses Simulationsergebnis erlaubt es die durch den Zwilling erzeugte Verschiebungen zu ermitteln, was experimentell nicht möglich ist. Dafür wurde in Abbildung 19a ein Atom links (orange markiert) und ein Atom rechts (lila markiert) des Zwillings markiert. Da in der MD-Simulation jedem Atom eine Identifikationsnummer (ID) zugewiesen wird, konnten die gleichen Atome nach der Zwillingsverdickung markiert werden. Zudem sind für jedes Atom auch die Positionsdaten auslesbar, woraus die Atomabstände parallel zu GR und NR in beiden Zeitschritten berechnet werden können. Durch den Vergleich dieser Abstände, lässt sich auf die durch den Zwilling realisierte Verschiebung schließen. Für den Zwilling in Abbildung 19a und b handelt es sich dabei um eine Verkürzung in Normalenrichtung und eine Verlängerung in Gleitrichtung. Ein Zwilling, welcher die gleichen Verschiebungen aufweist, ist schematisch in Abbildung 19c gegeben.

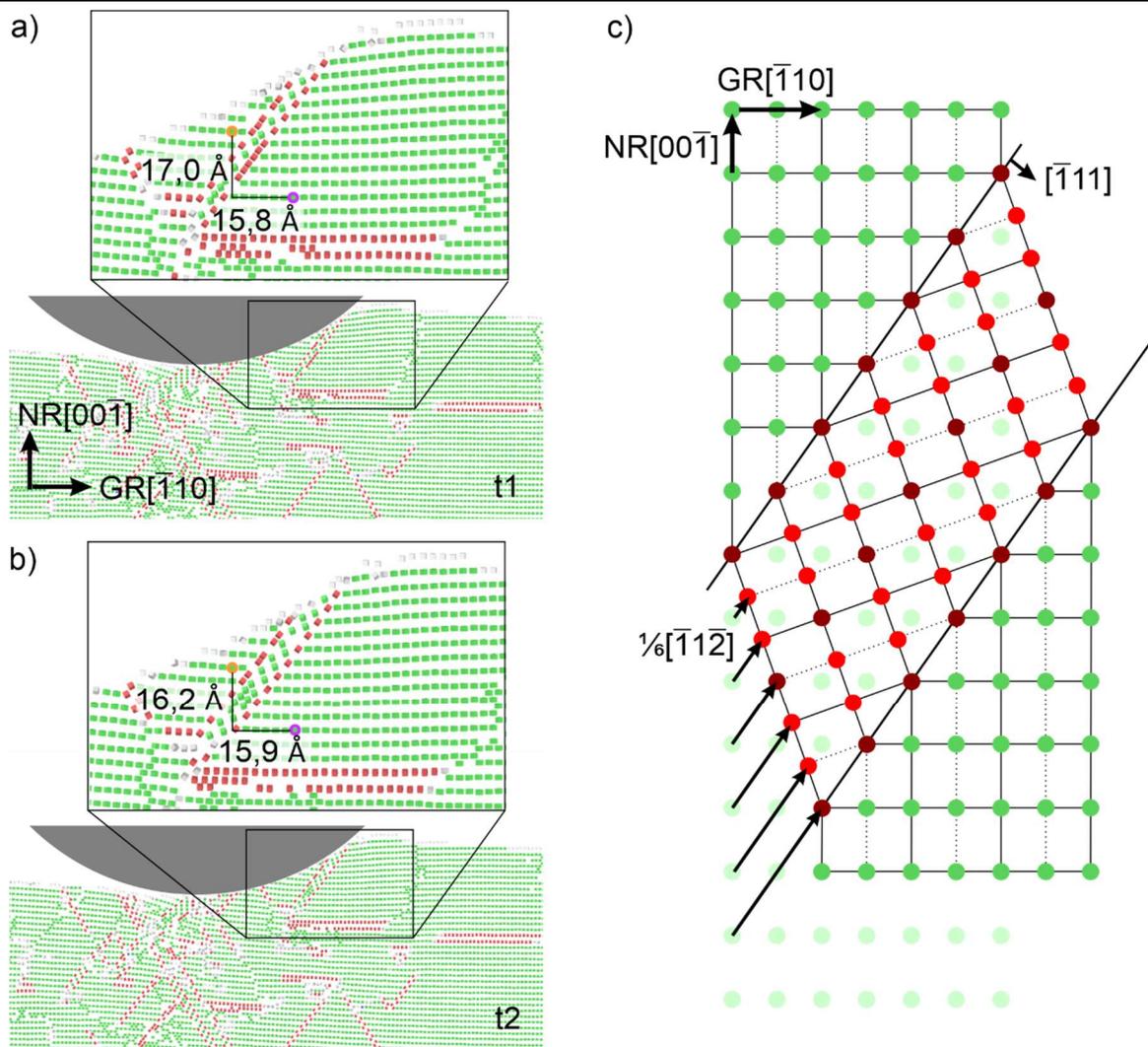


Abbildung 19 MD-Simulation für NR[001̄]//GR[110]. a) und b) zeigen zwei aufeinanderfolgende Zeitschritte. Grün sind Atome mit kfz Kristallstruktur, rot Atome mit hdp Kristallstruktur und hellgrau Atome ohne zuordenbare Kristallstruktur. Der Gegenkörper wurde für ein besseres Verständnis händisch hinzugefügt. Die markierten Atome links bzw. rechts des Zwillingings in den beiden Zeitschritten besitzen dieselbe ID. c) zeigt schematisch einen Zwilling, der zu den gleichen Verschiebungen wieder Zwilling in der MD-Simulation führt.

In Abbildung 20 sind die Ergebnisse für NR[011̄]//GR[100] gegeben. Auch hier wurden mehrere Zwillingssysteme aktiviert. Vor dem sphärischen Gegenkörper sind in Abbildung 20a zwei Atomlagen mit hdp Kristallstruktur zu erkennen, welche gleich geneigt sind wie die in Gleitrichtung geneigte Linien in Abbildung 13a. In Abbildung 20a zeigt sich auf diesem kristallografischen System nur ein Stapelfehler und in Abbildung 20b ein einlagiger Zwilling. Für dieses System wurden, wie für Abbildung 19 beschrieben, Atome links und rechts des Stapelfehlers bzw. des Zwillingings markiert und die Abstände in Normalenrichtung und Gleitrichtung aus den Atompositionen berechnet. Diesmal zeigt sich nach der

Zwillingsverdickung eine Verkürzung in Gleitrichtung und eine Verlängerung in Normalenrichtung. In Abbildung 20c ist eine schematische Zeichnung eines Zwillings gegeben, welcher die gleichen Verschiebungen aufweist, wie der Zwilling aus der MD-Simulation.

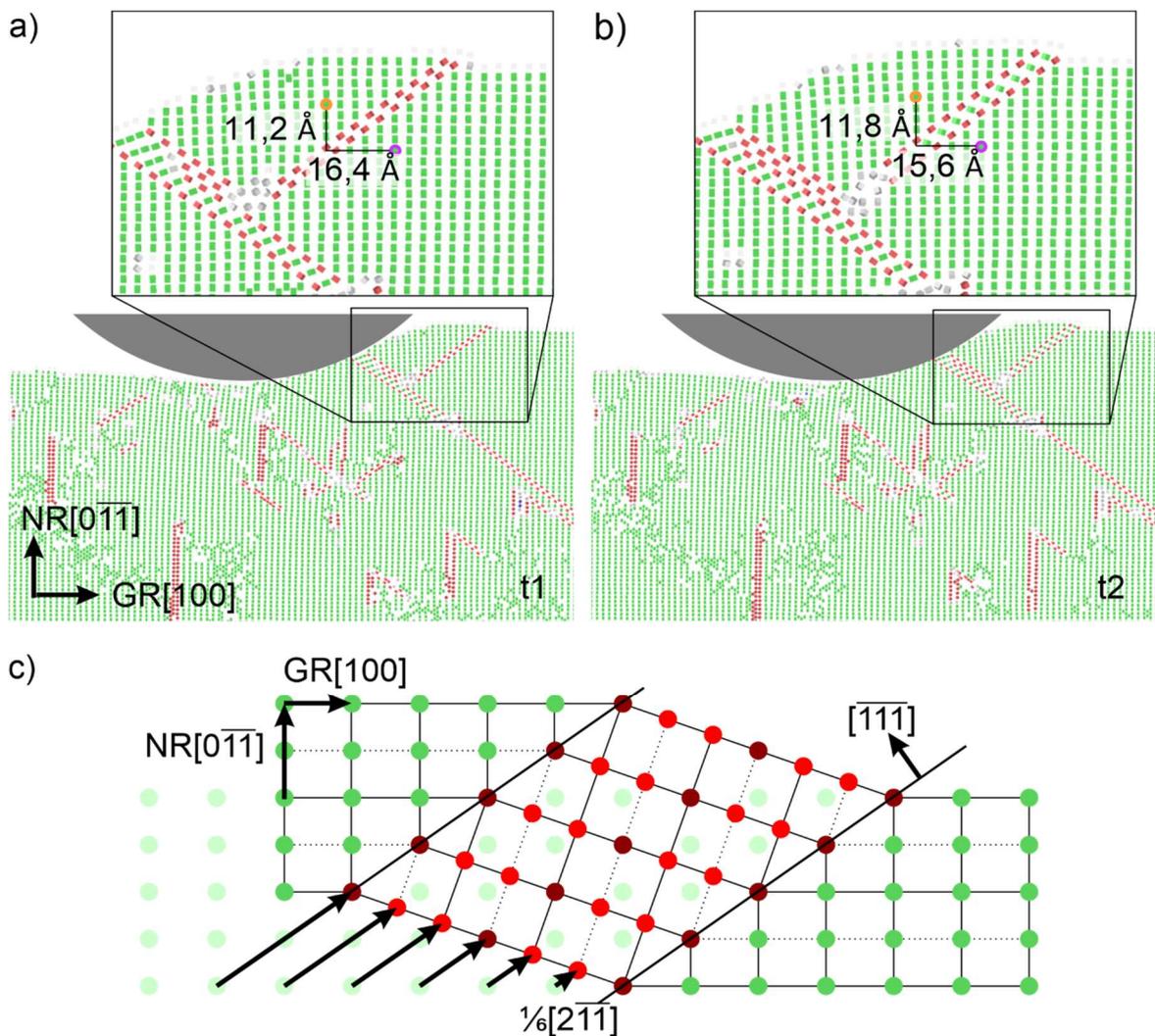


Abbildung 20 MD-Simulation für $NR[0\bar{1}1]//GR[100]$. a) und b) zeigen zwei aufeinanderfolgende Zeitschritte. Grün sind Atome mit kfz Kristallstruktur, rot Atome mit hdp Kristallstruktur und hellgrau Atome ohne zuordenbare Kristallstruktur. Der Gegenkörper wurde für ein besseres Verständnis händisch hinzugefügt. Die markierten Atome links bzw. rechts des Stapelfehlers bzw. des Zwillings in den beiden Zeitschritten besitzen dieselbe ID. c) zeigt schematisch einen Zwilling, der zu den gleichen Verschiebungen wie in der MD-Simulation führt.

5 Diskussion

5.1 Adhäsiver Beitrag zur Reibung

In dieser Arbeit wurde CoCrFeMnNi mit SiC- und Saphirkugeln gepaart, mit dem Ziel unterschiedliche Reibkoeffizienten zu erhalten, um damit das Spannungsfeld zu verändern und dessen Einfluss untersuchen zu können. Es geht explizit nicht um das tribologische Verhalten von CoCrFeMnNi, sondern um die Auswirkungen des Spannungsfeldes auf die mikrostrukturelle Entwicklung. Dennoch wird hier das tribologische Verhalten von den verwendeten Systemen in die Literatur eingeordnet und diskutiert.

In Experimenten mit polykristallinem CoCrFeMnNi [126] zeigte sich, dass mit SiC ein niedriger Reibkoeffizient von 0,2 und mit Saphir ein hoher Reibkoeffizient von 0,9 erreicht wird. Die Reibkoeffizienten mit polykristallinem CoCrFeMnNi sind im Einklang mit den Reibkoeffizienten in Abbildung 10 mit einkristallinem CoCrFeMnNi und eignen sich, um Antworten auf die formulierten Leitfragen aus der Zielsetzung dieser Arbeit zu finden. Auch andere Arbeitsgruppen haben das tribologische Verhalten von CoCrFeMnNi untersucht [74, 172–174]. Dabei wurden Systemeinflüsse wie Temperatur [74, 172], Umgebungsmedium [173] und Normalkraft [74, 174] variiert. Die tribologischen Systeme der zitierten Arbeitsgruppen unterscheiden sich von den in dieser Arbeit verwendeten. Die höchste Übereinstimmung gibt es mit Jones et al. [174], deren Versuche im Hochvakuum mit einer Rubinkugel (Al_2O_3 mit geringen Beimengungen von Chrom) mit 1 mm im Durchmesser und einer Normalkraft von 100 mN durchgeführt wurden. Nach dem Entfernen der nativen Oxidschicht stieg der Reibkoeffizient in ihren Experimenten auf 1. Dies ist im selben Wertebereich der Reibkoeffizienten aus dieser Arbeit mit Saphir als Gegenkörpermaterial.

Um Aussagen über die Reib- bzw. Verschleißmechanismen zu treffen, werden die exemplarischen Bilder der Verschleißspuren und Gegenkörper in Abbildung 11 herangezogen. Mit Saphirkugel als Gegenkörper ($\mu \approx 1$) sind in der Verschleißspur in Abbildung 11a Schuppen und auf der Saphirkugel in Abbildung 11b Materialübertrag zu erkennen. In der Studie an polykristallinem CoCrFeMnNi wurde mittels einer EDX-Untersuchung bestätigt, dass es sich dabei um CoCrFeMnNi handelt [170]. Das sind beides eindeutige Anzeichen für adhäsiven Verschleiß [93]. Bei den Versuchen mit SiC-Kugel als Gegenkörper ($\mu = 0,2$) in Abbildung 11c und d sind diese beiden Anzeichen nicht zu erkennen. Zudem sehen die Verschleißspuren hauptsächlich plastisch deformiert aus. Auch die Reibkoeffizienten variieren stark abhängig vom verwendeten Gegenkörper (s. Abbildung 10). Damit werden die Unterschiede im Reibkoeffizient mit den beiden Gegenkörpermaterialien auf Unterschiede in ihrer adhäsiven Neigung zu CoCrFeMnNi zurückgeführt.

Gründe für die unterschiedlichen Interaktionen von SiC und Saphir mit CoCrFeMnNi sind komplex und unterschiedliche Aspekte werden im Folgenden diskutiert. Der in der Literatur als einer der wichtigsten genannte Parameter für Adhäsion ist die Oberflächenenergie. Dabei steigt die adhäsive Neigung mit zunehmender Oberflächenenergie. Die Werte der Oberflächenenergien sind für die verwendeten Materialien in Tabelle 6 gegeben. Laut diesen Werten müsste die Materialkombination SiC/CoCrFeMnNi zu einer stärkeren Adhäsion neigen

als Saphir/CoCrFeMnNi. Dies spiegeln die Reibkoeffizienten in Abbildung 10 nicht wider. Oberflächenenergie kann in einen polaren Anteil, welcher aufgrund von Wechselwirkungen zwischen permanenten Dipolen erzeugt wird, und einen dispersen Anteil, welcher von Van-der-Waals-Kräften hervorgerufen wird, aufgeteilt werden [175]. Da SiC einen polaren Anteil von 2,3 % und Saphir einen polaren Anteil von 2,4 % besitzt, sind die Unterschiede zu gering um daraus einen Einfluss ableiten zu können. Zwei Szenarien sind denkbar: (1) Die Messung von Oberflächenenergien ist aufgrund von unvermeidbaren Kontaminationen auf der Oberfläche [93] herausfordernd und somit könnte es zu Messunterschieden gekommen sein, beziehungsweise kann nicht garantiert werden, dass die Kontaminationen in der Messung und während der tribologischen Versuche dieselbe waren. (2) Die Betrachtung der Oberflächenenergie reicht nicht aus, um das adhäsive Verhalten zu beschreiben.

Tabelle 6 Oberflächenenergien von SiC, Saphir und CoCrFeMnNi.

Material	gesamt	dispers	polar	Quelle
SiC	57,22 mJ/m ²	39,75 mJ/m ²	17,47 mJ/m ²	[176]
Saphir	45,54 mJ/m ²	32,30 mJ/m ²	13,24 mJ/m ²	[176]
CoCrFeMnNi	31,67 mJ/m ²	26,75 mJ/m ²	4,92 mJ/m ²	Berechnet aus [177] und [178]

Als nächstes werden die Rauheiten der Kugeln betrachtet. Die Saphirkugeln sind mit einer Rauheit von $S_a = 13 \pm 2$ nm glatter als die SiC Kugeln mit $S_a = 60 \pm 13$ nm. Dies könnte dazu führen, dass die reale Kontaktfläche zwischen CoCrFeMnNi und Saphirkugeln größer ist und könnte somit die adhäsive Neigung maßgeblich beeinflussen [89]. Der Rehbinder-Effekt beschreibt eine Oberflächenerweichung von Keramiken in feuchten Atmosphären [179]. Diese wurde auch experimentell für Saphir nachgewiesen [180]. Eine Erweichung der Oberfläche führt zu einer Vergrößerung der Kontaktfläche. Da alle Versuche in Luft mit einer relativen Feuchtigkeit von 50 % durchgeführt wurden, könnte sich daraus ein Einfluss auf das adhäsive Verhalten ergeben. Durch plastische Deformation in den keramischen Gegenkörpern, welche für SiC [181] wie auch für Saphir [132] unter tribologischer Last bereits festgestellt wurde, kann es zur weiteren Kontaktpassung kommen. Wie stark sich die Kontaktfläche für SiC und Saphir aufgrund der Oberflächenerweichung und plastischer Deformation vergrößert und inwiefern dies den Reibkoeffizient beeinflusst, wurde in dieser Arbeit nicht näher untersucht.

Vergleicht man die physikalischen Eigenschaften von SiC und Saphir in Tabelle 3 fällt der Unterschied im elektrischen Widerstand der beiden Materialien auf. Wenn zwei Materialien in Kontakt gebracht werden, müssen sich an der Kontaktfläche die elektrischen Potentiale anpassen [182]. Dies führt zu einer Ladungszone. Es kann spekuliert werden, dass diese durch den unterschiedlichen elektrischen Widerstand der Keramiken unterschiedlich ist und dass dies das adhäsive Verhalten beeinflusst. Für reine Übergangsmetalle gibt es Studien, welche eine Abhängigkeit des adhäsiven Verhaltens von der Austrittsarbeit feststellen [183–185]. Es benötigt weitere Untersuchungen, um den Einfluss der Austrittsarbeiten von CoCrFeMnNi, SiC

und Saphir auf die Reibkoeffizienten zu ermitteln. Dies würde den Rahmen dieser Arbeit sprengen. Experimentell wurde bereits eine Veränderung des adhäsiven Verhaltens durch Anlegen einer äußeren Spannung an einer Materialpaarung festgestellt, was zeigt, dass elektrische Ladung die Reibeigenschaften verändert [93]. Es ist zudem anzumerken, dass sich durch den Materialübertrag auf die Saphirkugel die Materialpaarung zu einer Selbstpaarung ändert. Das bedeutet, dass mit Saphirkugeln als Gegenkörper die Reibkoeffizienten eigentlich einen CoCrFeMnNi/CoCrFeMnNi-Kontakt beschreiben.

In der Literatur über das tribologische Verhalten von einkristallinen, metallischen Werkstoffen wird von einer kristallorientierungsabhängigen Reibung berichtet. Bei den Versuchen mit SiC-Kugeln als Gegenkörper sind die Unterschiede mit variierender Kristallorientierung so gering, dass davon ausgegangen wird, dass sie in der experimentellen Unsicherheit liegen. Ein Grund dafür könnte die geringe Interaktion zwischen den beiden Reibpartnern sein. Mit Saphirkugeln als Gegenkörper wurden dahingegen Abhängigkeiten von der Kristallorientierung festgestellt. Die meisten Studien in der Literatur verwenden Einkristalle mit NR[100]. In den genannten Studien ist der Reibkoeffizient in Gleitrichtung [010] niedriger als in [011]-Richtung [143, 186–188]. Dies stimmt mit den in dieser Arbeit gemessenen Werten überein. Prasad et al. [127] führten reversierende Multizyklen-Experimente mit den gleichen Kristallorientierungen wie in dieser Arbeit an Ni-Einkristallen durch. In deren Arbeit sind allerdings nur die Reibkoeffizienten von drei Kristallorientierungen gegeben und der Fokus liegt auf den Reibkoeffizienten bei hohen Zyklenzahlen, was eine Vergleichbarkeit erschwert. In der Literatur wird die Abhängigkeit des Reibkoeffizienten von der Kristallorientierung mit Kristallanisotropie und kristallorientierungsabhängiger Kaltverfestigung erklärt [143, 188, 189]. In der vorliegenden Arbeit wurde zudem Adhäsion festgestellt, welche auch eine Kristallorientierungsabhängigkeit aufweist [93, 190, 191]. Für die Unterschiede im Reibkoeffizienten für die Experimente mit Saphir als Gegenkörpermaterial stimmen weder die Kristallrichtungen parallel zur Gleit- noch die parallel zur Normalenrichtung für das niedrige bzw. hohe Regime überein. Die Kristallrichtung parallel zur Transversalrichtung ist $\langle 100 \rangle$ für beide Kristallorientierungen mit niedrigem Reibkoeffizienten. Mit hohem Reibkoeffizient ist sie $\langle 110 \rangle$ oder $\langle 111 \rangle$. Gründe hierfür konnten in der Literatur nicht gefunden werden. Es ist denkbar, dass die sich ausbildende Mikrostruktur den Reibkoeffizienten während des Übergleitens beeinflusst.

Dieses Kapitel zeigt, dass das ursprüngliche Ziel zwei unterschiedliche Reibkoeffizienten zu erhalten, um deren Einfluss auf die mikrostrukturelle Entwicklung untersuchen zu können, mit den gewählten Materialpaarungen erreicht wurde. Der Grund für die unterschiedlichen Reibkoeffizienten scheint in den verschiedenen adhäsiven Neigungen der Materialpaarungen zu liegen.

5.2 Charakteristika der Deformationsschichten

Der Vergleich der Mikrostrukturen in Abbildung 12, Abbildung 13 und Abbildung 14 zeigt deutliche Unterschiede in den ausgebildeten Deformationsschichten. Am auffälligsten sind die unterschiedlichen Deformationsschichttiefen in Abhängigkeit des Reibkoeffizienten. Diese sind mit $\mu = 0,2$ kleiner $1 \mu\text{m}$ während sie mit $\mu = 1$ bis zu $20 \mu\text{m}$ betragen (vgl. Tabelle 5). Nun ist die

Frage, wie die Schichttiefen mit den gemessenen Reibkoeffizient (vgl. Abbildung 10) korrelieren. Mit nur zwei Reibkoeffizienten ist eine eindeutige Korrelation nicht möglich. Dennoch wird im ersten Schritt verglichen, ob das Verhältnis der Reibkoeffizienten vergleichbar ist zu dem Verhältnis der Deformationsschichten, um zu untersuchen, ob es einen linearen Zusammenhang gibt. Das Verhältnis des hohen zum niedrigen Reibkoeffizienten beträgt circa 5:1 und ist somit deutlich kleiner als das zugehörige Verhältnis der mit den beiden tribologischen Systemen erzeugten Deformationsschichttiefen, welches zwischen 38:1 und 53:1 in Abhängigkeit von der Kristallorientierung variiert. Einen Ausreißer stellt mit einem Verhältnis der Deformationsschichtdicken von 175:1 die Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] dar. Da die verschiedenen Kristallorientierung kein konstantes Verhältnis der Schichtdicken besitzen, wird eine lineare Korrelation ausgeschlossen (vgl. Abbildung S 7a). In der Literatur wurde zuvor gezeigt, dass die Deformationsschichttiefe mit der Quadratwurzel der Zyklenanzahl [119] oder der Normalkraft [125] korreliert. Werden die Deformationsschichttiefen über den beiden Reibkoeffizienten in einem doppellogarithmischen Diagramm (s. Abbildung S 7b) dargestellt, ergibt sich eine Steigung von 2,3 bis 2,4 mit Ausnahme der Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[100], bei der die Steigung 3,2 beträgt. Die Abweichung der Steigung der Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] könnte mit den aktivierten Deformationsmechanismus zusammenhängen, da diese Kristallorientierung weder mit niedrigem noch mit hohem Reibkoeffizient Zwillingbildung aufweist. Aufgrund dieser ersten Daten scheint die Deformationsschichttiefe nahezu quadratisch mit dem Reibkoeffizienten zu korrelieren. Damit würde der Reibkoeffizient die Ausbildung der Deformationsschicht stärker als die Zyklenanzahl oder die Normalkraft beeinflussen. Es bedarf allerdings mehr Materialpaarungen mit unterschiedlichen Reibkoeffizienten, um eine Korrelation bestätigen zu können. Es muss angemerkt werden, dass die Deformationsschichttiefen bis zu einer sichtbaren Charakteristik (wie z. B. der DTL oder der Tiefe der Zwillinge) in den STEM-Bildern in Abbildung 12, Abbildung 13 und den Querschnittsbildern in Abbildung 14 ausgewertet wurden. Am besten wäre es aber die Tiefe, bis in welche Versetzungsgleiten aktiviert wurde, auszuwerten. Wie z. B. in Abbildung 13 zu sehen ist, ist unterhalb der DTL in den TKD-Untersuchungen ein Farbgradient, welcher auf Versetzungsbewegung in diesem Bereich schließen lässt. Deren Auftreten könnte durch einen Schwellwert in der Misorientierung bestimmt werden. Allerdings könnte Probedrift zu Abweichungen von der gemessenen von den realen Tiefen führen. Aus diesem Grund wurde entschieden, die Deformationsschichttiefe anhand von mikrostrukturellen Charakteristika zu messen.

In der Spannungsfeldkalkulation nach Hamilton in Abbildung 16 sind die einzigen Spannungskomponenten mit einem wesentlichen Zuwachs bei hohem Reibkoeffizienten, im Vergleich zu niedrigerem Reibkoeffizienten σ_{GR} und τ_{GR-NR} , weshalb diesen beiden Spannungskomponenten der Schichtzuwachs zu geschrieben wird. Auch nach Untersuchungen von Bowden und Tabor [192] ist die Scherung beim Auftreten von Adhäsion dominant. In der genannten Studie wird nicht auf σ_{GR} eingegangen. Die Zunahme der Spannungskomponenten σ_{GR} und τ_{GR-NR} ist auch geringer als die Zunahme in den Schichtdicken. Aus diesen Gründen, kann momentan nicht geklärt werden warum sich die gemessenen Schichtdicken einstellen. Dies

würde zum einen weiterer Experimente bedürfen und zum anderen vermutlich einem anderen Spannungsfeldmodell. Hier wäre ein Modell wünschenswert, welches Plastizität wie auch Adhäsion berücksichtigt.

In den Deformationsschichten sind eindeutig Charakteristika von versetzungsbasierter Plastizität, aber – in Abhängigkeit der Kristallorientierung – auch von zwillingsbasierter Plastizität zu erkennen. Versetzungsbasierte Plastizität lässt sich in den TKD-Untersuchungen in Abbildung 12b und d, Abbildung 13b, d und f und Abbildung 14 Spalte 3, an den Farbgradienten erkennen, die eine Orientierungsänderung durch Kristallrotation anzeigen. Es wird im Folgenden nur die Kristallrotation in Experimenten mit hohem Reibungskoeffizienten diskutiert, da diese ausgeprägter ist als mit niedrigem Reibkoeffizienten. In der Literatur wird vielfach von einer Kristallrotation um die Transversalrichtung berichtet [114, 115, 117]. Dieses Verhalten lässt sich mithilfe eines Standarddreiecks in die Transversalrichtung für die Experimente mit hohem Reibkoeffizient überprüfen. Liegen die ursprüngliche wie auch die rotierte Kristallrichtung parallel zur Transversalrichtung auf der gleichen Stelle, ist von einer perfekten Rotation um die Transversalrichtung auszugehen. Dies ist für keine Kristallorientierung in Abbildung 15c der Fall, allerdings sind die Abweichungen mit Ausnahme der Kristallorientierung $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$ gering. Die Kristallrotation entsteht durch die Speicherung geometrisch notwendiger Versetzungen in der Mikrostruktur. Der Einfachheit wegen wird in einem Gedankenexperiment von Stufenversetzungen ausgegangen. Stufenversetzungen führen zu einer Kristallrotation um den Linienvektor, welcher senkrecht auf dem Burgers-Vektor steht und in der Gleitebene liegt. Das bedeutet für eine Rotation um die Transversalrichtung, dass entweder der Linienvektor einer vollen Versetzung oder der resultierende Linienvektor aus mehreren vollen Versetzungen auf verschiedenen Gleitsystemen parallel zur Transversalrichtung liegen muss. Da in keiner der gewählten Kristallorientierungen ein Linienvektor einer einzelnen Versetzung parallel zur Transversalrichtung liegt, ist dies ein Indiz für die Aktivierung mehrerer Gleitsysteme und stützt somit die Hypothese von Heilmann et al. [115], wonach Versetzungsbewegung auf mindestens zwei oder drei Gleitsystemen aktiviert werden muss, um eine Kristallrotation um die Transversalrichtung zu ermöglichen. Die Aktivierung von mehreren Gleitsystemen wird auch durch die Ergebnisse von Xia et al. [122] gestützt, da von ihnen an einer Mikrowand mit $2\ \mu\text{m}$ unter tribologischer Last Gleitstufen in verschiedene Richtungen beobachtet wurden. Warum die Lage der Gleitsysteme in manchen Kristallorientierungen in der Literatur [115] oder in der vorliegenden Arbeit mit der Kristallorientierung $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$ ungünstig für eine Kristallrotation um die Transversalrichtung ist, konnte nicht geklärt werden.

Auch die Bildung von Korngrenzen resultiert aus dem versetzungsbasierten Prozess der Versetzungsakkumulation [129, 193]. Abhängig vom Reibkoeffizienten und der Kristallorientierung bilden sich unterschiedlich viele Korngrenzen aus. Bei einem niedrigen Reibkoeffizienten bilden sich hauptsächlich Korngrenzen parallel zur Oberfläche (auch als DTL bezeichnet). Wie im Kapitel „Tribologie“ eingeführt, gibt es für deren Bildung zwei Theorien [122, 193]. Aufgrund der Schlussfolgerung, dass für die Kristallrotation mehrere Gleitsysteme aktiviert werden müssen, erscheint es wahrscheinlicher, dass an der Bildung der Korngrenzen

Versetzungen auf mehreren Gleitsystemen beteiligt sind. Dies würde eine Erweiterung des Modells von Greiner et al. [193] benötigen, in der die projizierten Scherspannungen auf mehreren Gleitsystemen betrachtet werden. Bei einem hohen Reibkoeffizienten untergliedert sich der Bereich mit Kornfeinung in elongierte Subkörner und nanokristalline Körner. Auch in Kupfer führte eine erhöhte tribologische Last zu stärkerer Kornfeinung [117, 125]. In den zitierten Arbeiten wurde allerdings die Normalkraft und nicht wie in der vorliegenden Arbeit die Reibkraft variiert. Dies zeigt, dass die Erhöhung beider Kräfte zu einer Kornfeinung führen kann. Elongierte Subkörner sind, wie im Kapitel „Tribologie“ erklärt, typisch für die unter tribologischer Last erzeugte Mikrostruktur. Auch die Bildung von nanokristallinen Körnern wurde unter tribologischer Last bereits in austenitischem Stahl beobachtet und auf die Entstehung eines Scherbands parallel zur Oberfläche zurückgeführt, das durch hervorgerufen wird [132]. Durch die Behandlung einer Oberfläche mittels surface mechanical attrition treatment (SMAT) wurde die Ausbildung einer nanokristallinen Schicht abhängig von der Stapelfehlerenergie eines Materials entweder durch Versetzungsinteraktion, die zu Kornfeinung führt oder durch Zwillingsintersektion erklärt [194]. In den Bereichen mit Kornfeinung in Abbildung 14 wurden nur für NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] vereinzelt kurze Zwillingskorngrenzsegmente in der Kornfeinungsschicht identifiziert. Da diese nicht in den anderen untersuchten Kornorientierungen auftreten, welche ausgeprägtere nanokristalline Schichten zeigen, wird von einem versetzungsbasierten Kornfeinungsmechanismus ausgegangen. Eine Mischung aus beiden Mechanismen kann nicht ausgeschlossen werden. Die für die nanokristalline Schicht benötigte Versetzungsanzahl, welche in den Korngrenzen akkumuliert wird, muss von der Reibkraft erzeugt werden.

Zwillinge wurden nicht in allen Kristallorientierungen mit den beiden Reibkoeffizienten beobachtet. In den Experimenten mit hohen Reibkoeffizienten zeigen in den TKD-Untersuchungen in Abbildung 15 alle Kristallorientierungen bis auf NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] in Gleitrichtung geneigte Zwillinge unterhalb der Kornfeinungsschicht. Die beobachteten Zwillinge besitzen die für Deformationszwillinge typische lentikuläre Form.

Bei den Experimenten mit niedrigem Reibkoeffizienten konnte mittels TKD-Untersuchung nur die obere Korngrenze parallel zur Oberfläche in NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10] (vgl. Abbildung 12d) teilweise als Zwilling detektiert werden. Dies geht einher mit der HR-TEM-Analyse in Abbildung 12e. In der FFT sind neben den Beugungsreflexen der Matrix weitere Reflexe zu erkennen. Diese können einem Zwilling zugeordnet werden. Hier ist zudem anzumerken, dass der obere und der untere Bereich die Zwillingsorientierung zueinander aufweisen und der schräg verlaufende Streifen in der Bildmitte in Abbildung 12e die Zwillingskorngrenze darstellt. Für die Analyse der in Gleitrichtung geneigten Linien in NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10] und NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[100] wurden die HR-TEM-Untersuchungen in Abbildung 12f und Abbildung 13g herangezogen. In Abbildung 13g sind neben den Beugungsreflexen der Matrix ebenfalls weitere Reflexe zu erkennen, welche einem Zwilling zugeordnet werden können. Die Rotation der Reflexe um das Zentrum wird durch Kristallrotation hervorgerufen. In Abbildung 12f sind neben den Reflexen der Matrix keine weiteren Reflexe zu erkennen. In allen drei HR-TEM-Analysen, Abbildung 12e und f und Abbildung 13g, sind in den FFTs Streifen (engl. streaking) senkrecht zum zu untersuchenden

Objekt zu erkennen. Diese Streifen werden durch planare Defekte im Gitter hervorgerufen [195]. Aufgrund der geringen Stapelfehlerenergie von CoCrFeMnNi und den TEM-Untersuchungen von Otto et al. [80] handelt es sich bei diesen planaren Defekten sehr wahrscheinlich um Stapelfehler. Dies bedeutet, dass in allen HR-TEM-Aufnahmen dieser Arbeit Stapelfehler vorhanden sind. Die Stapelfehler sind in der HR-TEM-Aufnahme senkrecht zu den Streifen in der FFT. In Abbildung 13g mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] sind die Stapelfehler an der Zwillingskorngrenze zu erkennen. Dies ist auch der Fall für den Zwilling parallel zur Oberfläche für NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10] in Abbildung 12e. Die Zwillingskorngrenze bzw. der Bereich mit Stapelfehlern ist mit circa 6 nm ausgeprägt. Die HR-TEM-Analyse in Abbildung 12f der in Gleitrichtung geneigten Linien aus Abbildung 12b spricht dafür, dass Stapelfehler vorliegen und es sich somit um ein Stapelfehleragglomerat handelt. Wie im Kapitel „Deformationszwillinge“ aufgezeigt, gibt es Zwillingsmechanismen, welche zu nicht perfekten Zwillingen führen. Diese entstehen wenn sich nicht auf jeder Ebene ein Stapelfehler ausgebreitet hat [45], womit ein Polmechanismus als Bildungsmechanismus hier ausgeschlossen wird. Auch wenn in der FFT nicht die typischen Beugungsreflexe für Zwillinge auftreten, gibt es eindeutige Anzeichen, dass es sich hier um einen Zwilling in einem frühen Stadium bzw. einen imperfekten Zwilling handelt, der deshalb im Folgenden nur als Zwilling bezeichnet wird. In TWIP-Materialien wurden Zwillinge mit einer hohen Anzahl an Stapelfehlern häufig beobachtet [48]. Zudem wurden nach tribologischen Experimenten an Kupfer bei hoher Gleitgeschwindigkeit Zwillinge mit hoher Stapelfehlerdichte festgestellt [135]. Damit kann zusammengefasst werden, dass bei niedrigem Reibkoeffizienten in den Kristallorientierungen NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10] und NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] und bei hohem Reibkoeffizienten in den Kristallorientierungen NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10], NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100], NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[0 $\bar{1}$ 1] und NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[$\bar{2}$ 11] Zwillinge gebildet wurden. Dies bedeutet, dass der höhere Reibkoeffizient zu verstärkter Zwillingsbildung führt.

Die Abhängigkeit der Zwillingsbildung von der Kristallorientierung unter tribologischer Last wurde zuvor lediglich von Patil et al. [133] an austenitischem Stahl untersucht. Dort wurden Zwillinge in den Kristallorientierungen NR[010]/GR[101], NR[010]/GR[001] gefunden, aber keine in NR[111]/GR[$\bar{1}$ 10]. Die Ergebnisse der Kristallorientierung NR[010]/GR[001] an austenitischem Stahl stehen im Widerspruch zu den Ergebnissen der Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] der vorliegenden Arbeit. Hier ist allerdings auf die experimentellen Unterschiede hinzuweisen. Patil et al. [133] verwendeten einen Nanoindenter mit einer Lastrampe und machen keine Angaben zum Reibkoeffizienten, der, wie hier gezeigt wurde, einen großen Einfluss auf die mikrostrukturelle Entwicklung hat. Welche Auswirkungen die Lastrampe auf das Spannungsfeld haben kann, wird im Kapitel „Wie wirkt sich ein niedriger Reibkoeffizient auf die Zwillingsbildung aus?“ diskutiert.

Die mit unterschiedlichen Reibkoeffizienten gebildeten Zwillinge unterscheiden sich auch in ihrer Erscheinungsform. Die Zwillinge mit niedrigem Reibkoeffizienten (Abbildung 12 und Abbildung 13) sind reich an Stapelfehlern und interagieren mit einer Korngrenze. Aus diesem Grund kann vermutet werden, dass sich die Zwillinge durch das Abgleiten von Shockley-Partialversetzungen auf benachbarten {111}-Ebenen bilden, die von einer Korngrenze ausgehen [40, 54–56].

Da die Zwillinge bei einem hohen Reibkoeffizienten (Abbildung 14) mit wenigen Ausnahmen an den untersten Korngrenzen der Kornfeinungsschicht spitz zusammenlaufen oder diese gar nicht berühren (vgl. Abbildung 14d3), wird von einem Bildungsmechanismus im Vollmaterial ausgegangen. Zudem erscheinen die Enden der Zwillinge in Abbildung 14d3 und e3 teilweise ausgefranst, weshalb auch hier nicht von einem Polmechanismus ausgegangen wird. In Abbildung 14d3 nimmt die Zwillingsdichte mit zunehmender Tiefe ab. So ist die Zwillingsdichte in einer Tiefe von 0,5 μm bis 1,2 μm in der TKD-Untersuchung höher als in einer Tiefe von 1,2 μm bis 1,9 μm , was vermuten lässt, dass die Zwillingsbildung in einer Tiefe von 0,5 μm bis 1,2 μm stattgefunden hat. Wie im Kapitel „Deformationszwillinge“ erläutert, muss der Zwillingsbildung versetzungs-basierte Plastizität vorausgegangen sein. Wie weit die Kristallrotation zum Zeitpunkt der Zwillingsaktivierung fortgeschritten ist, kann anhand der experimentellen Daten nicht bestimmt werden, da unklar ist, wie weit ein Zwilling mit der Kristallrotation mitrotieren kann. Der Wechsel im Korngrenzcharakter von Zwillings- zu Großwinkelkorngrenze (markiert mit einem Pfeil) an den oberen Enden der Zwillinge in Abbildung 14d3, ist ein Indiz für weitere versetzungs-basierte Plastizität auch nach der Zwillingsbildung. Hier ist davon auszugehen, dass es durch eine Reaktion der Versetzungen mit der Zwillingskorngrenze zum Wechsel im Korngrenzcharakter kam und die Kristallrotation zum Zeitpunkt der Zwillingsbildung noch nicht abgeschlossen war.

Alle in dieser Arbeit beobachteten Zwillinge in Abbildung 12, Abbildung 13 und Abbildung 14 sind in Gleitrichtung geneigt. Von demselben Verhalten wurde bereits zuvor in der Literatur berichtet [122, 126, 131, 133, 134]. Bei der Aktivierung mehrerer Zwillingsysteme, wurden zudem Zwillinge beobachtet, die der Gleitrichtung entgegen geneigt sind [133, 134]. Auch die Untersuchung von Gleitstufen an Mikrowänden mit einer Breite von 2 μm unter tribologischer Last, zeigte die ausgeprägtesten Gleitstufen auf Ebenen welche in Gleitrichtung geneigt sind [122]. Das lässt vermuten, dass in Gleitrichtung geneigte $\{111\}$ -Ebenen prädestiniert für Versetzungsbewegung oder Zwillingsbildung unter tribologischer Last sind.

Ein großer Vorteil von Zwillingen im Vergleich zu Versetzungen ist, dass die Ebenen auf denen sie entstanden sind, eindeutig und experimentell bestimmbar sind. Im Folgenden wird die Lage der Zwillingsysteme analysiert, um die Zwillingsysteme im Rahmen der Möglichkeiten zu annotieren. Für den Zwilling parallel zur Oberfläche, gebildet mit niedrigem Reibkoeffizienten (Abbildung 12c-e), wurden die Kristallorientierungen ober- und unterhalb der Zwillingskorngrenze aus den TKD-Daten in einer $\{111\}$ - und einer $\{112\}$ -Polfigur in Abbildung 21a bzw. b dargestellt. Wie in Abbildung 2d ersichtlich, ist die $\{111\}$ -Ebene an der Zwillingskorngrenze sowohl Teil des Matrix- als auch des Zwillingsgitters. Dies kann sich in der Analyse der Zwillings Ebenennormale zu Nutze gemacht werden. In einer $\{111\}$ -Polfigur in der die $\langle 111 \rangle$ -Pole der Matrix und des Zwillings dargestellt sind, werden sich aufgrund der genannten Eigenschaft ein $\langle 111 \rangle$ -Pol der Matrix mit einem $\langle 111 \rangle$ -Pol des Zwillings überlappen. Diese $\langle 111 \rangle$ -Pole beschreiben die Zwillings Ebenennormale. Die sich nahezu überlagernden $\langle 111 \rangle$ -Pole befinden sich in Abbildung 21a neben der Beschriftung „NR“ und auf der gegenüberliegenden Seite der Polfigur und sind mittels schwarzer Kreise markiert. Dieser vermeintliche Abstand kommt zustande, da hier nur eine Hemisphäre dargestellt ist. In einer dreidimensionalen Darstellung würden diese $\langle 111 \rangle$ -Pole mit einer geringfügigen Abweichung

nebeneinander liegen. Das bedeutet, dass die Zwillingsebenennormale nahezu parallel zur Normalenrichtung liegt, sodass die Zwillingsebene parallel zur Oberfläche verläuft. In der $\{112\}$ -Polfigur in Abbildung 21b, überlappen sich drei Pole der beiden Kristallorientierungen, welche auch mit Kreisen markiert sind. Dies entspricht den drei Burgers-Vektoren der Shockley-Partialversetzungen, die in der zuvor ausgewerteten $\{111\}$ -Ebene liegen. Eine eindeutige Aussage, welche dieser $\langle 112 \rangle$ -Richtungen dem Burgers-Vektor für die Zwillingbildung entspricht, kann aus dieser Analyse nicht getroffen werden. Einer dieser Pole liegt nahe am äußeren Kreis der Polfigur und nahezu parallel zur Gleitrichtung. Es wird davon ausgegangen, dass dies der zwillingbildende Burgers-Vektor ist, da die Scherkomponente τ_{GR-N} dieses Zwillingssystem optimal aktivieren kann. Dies wird im Kapitel „Wie wirkt sich ein niedriger Reibkoeffizient auf die Zwillingbildung aus?“ näher erläutert.

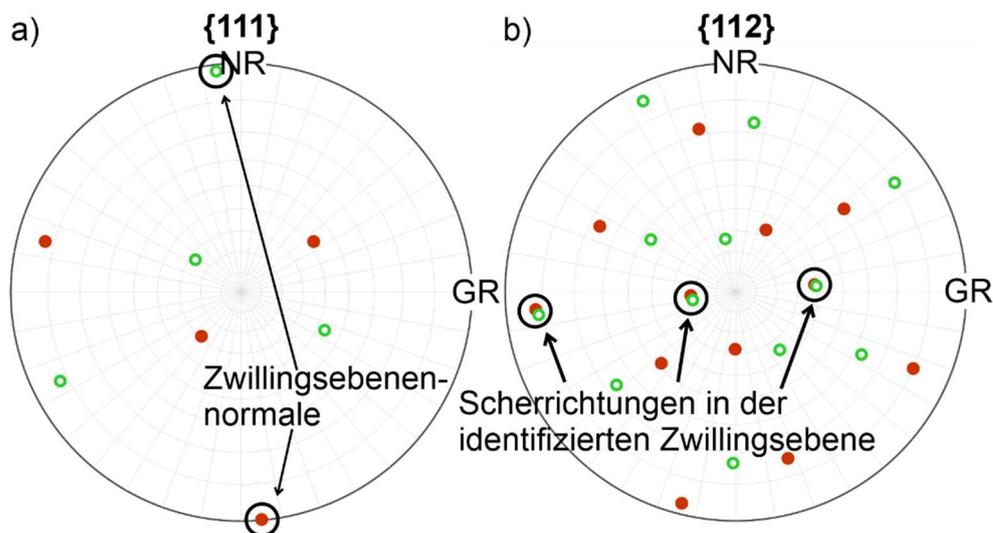


Abbildung 21 a) $\{111\}$ -Polfigur und b) $\{112\}$ -Polfigur mit Kristallorientierungen der Matrix (rot) und des Zwillings (grün) des in Abbildung 12d) horizontal liegenden Zwillings. Überlappende Pole der beiden Kristallorientierungen sind mit Kreisen markiert.

Da die in Gleitrichtung geneigten Zwillinge in Abbildung 12 und Abbildung 13 nicht mittels der TKD-Untersuchungen detektiert werden konnten, muss für die Bestimmung der Zwillingsebene anders vorgegangen werden. Dafür wurden zuerst die ursprünglichen Kristallorientierungen in einer $\{111\}$ -Polfigur in Abbildung 22a dargestellt. Um zu erkennen, ob es bevorzugte Lagen von $\{111\}$ -Ebenen für Zwillingbildung unter tribologischer Last gibt, wurden die $\langle 111 \rangle$ -Pole aller untersuchten Kristallorientierungen eingezeichnet. Hierbei sind die unterschiedlichen Kristallorientierungen farblich gekennzeichnet und Kristallorientierungen mit Zwillingen mit einem Kreis und ohne Zwillinge mit einem Kreuz markiert.

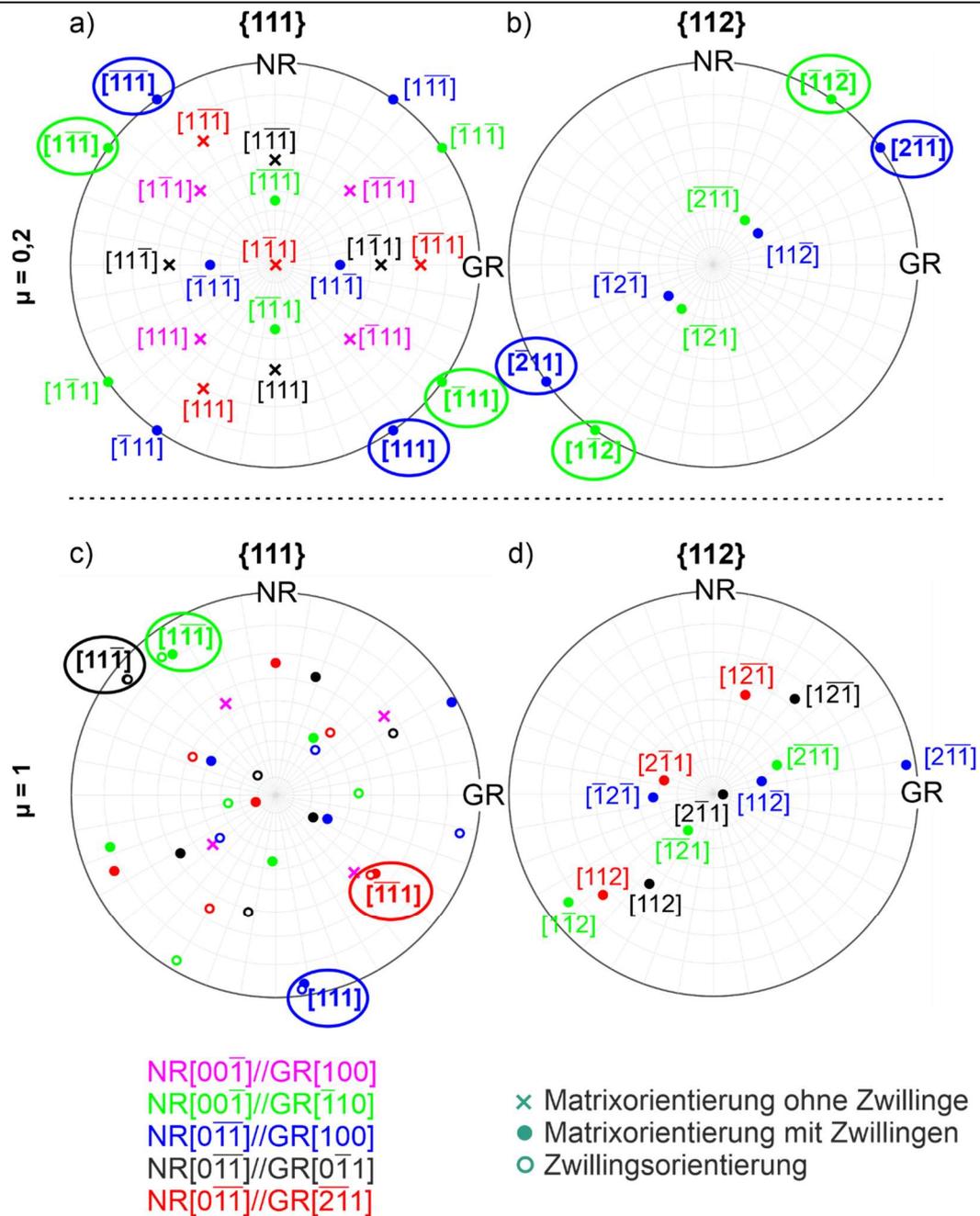


Abbildung 22 a) $\{111\}$ -Polfigur mit den ursprünglichen Kristallorientierungen aller untersuchten Kristallorientierungen. Dies dient der Analyse der aktivierten Zwillings Ebenen mit niedrigem Reibkoeffizienten. Die identifizierten Zwillings Ebenennormalen wurden in a) markiert. In der $\{112\}$ -Polfigur in c) sind nur die Pole gegeben, welche auf den markierten Zwillings Ebenen in a) liegen. c) $\{111\}$ -Polfigur der Matrix- und Zwillingsorientierungen aus den TKD-Untersuchungen mit hohem Reibkoeffizienten (Abbildung 14 Spalte 3). Die identifizierten Zwillings Ebenennormalen wurden in c) markiert. In der $\{112\}$ -Polfigur in d) sind nur die Pole gegeben, welche auf den markierten Zwillings Ebenen in c) liegen.

Für die Bestimmung der Zwillingsebenen wurden die STEM-Aufnahmen in Abbildung 12c und Abbildung 13a herangezogen. Die Neigungen der Zwillinge wurden mit den Lagen der $\langle 111 \rangle$ -Pole verglichen und die markierten Pole als Zwillingsebenennormalen identifiziert. Für $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ wurde eine $(\bar{1}11)$ und für $\text{NR}[0\bar{1}1]/\text{GR}[100]$ eine $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Zwillingsebene bestimmt. Es ist auffällig, dass die Zwillingsebenennormalen auf dem äußeren Rand der Polfigur liegen. Das bedeutet, dass die Zwillingsebenennormale in der GR-NR-Ebene liegt bzw. die Zwillingsebene senkrecht auf der GR-NR-Ebene steht, wie in Abbildung 23 schematisch gezeigt. Die Kristallorientierungen ohne Zwillinge besitzen keine $\{111\}$ -Ebene mit einer solchen Lage.

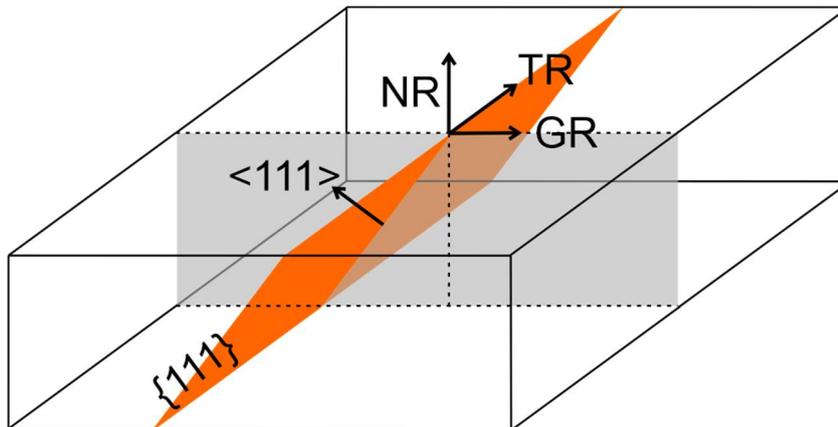


Abbildung 23 Schematische Zeichnung der bevorzugten Lage der Zwillingsebene im Probenkoordinatensystem. Die von GR und NR aufgespannte Ebene ist grau markiert und die Lage der am häufigsten experimentell beobachteten Zwillingsebene orange.

In der $\{112\}$ -Polfigur in Abbildung 22b sind nur die möglichen Shockley-Partialversetzungen der identifizierten Zwillingsebenen gegeben. Auch hier kann wieder vermutet werden, welche $\langle 112 \rangle$ -Pole den Burgers-Vektor der Zwillingbildung beschreiben. Wie zuvor wird angenommen, dass die $\langle 112 \rangle$ -Pole auf dem äußeren Kreis der Polfigur die Scherrichtungen der Zwillinge beschreiben. Bei der Bestimmung der Zwillingssysteme muss nun darauf geachtet werden, dass Scherrichtung und Zwillingsebene zu einem Zwilling und nicht zu einer AA-Stapelung führen. So wurde das Zwillingssystem in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ zu $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$ und in $\text{NR}[0\bar{1}1]/\text{GR}[100]$ zu $(\bar{1}\bar{1}1)[2\bar{1}\bar{1}]$ annotiert. Beim Vergleich der Zwillingssysteme in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ fällt auf, dass das Zwillingssystem parallel zur Oberfläche durch eine Rotation um 55° um den Mittelpunkt der Polfiguren des in Gleitrichtung geneigten Zwillingssystem erreicht werden kann. Die Rotation um den Mittelpunkt entspricht einer Rotation um die Transversalrichtung, welche wie zuvor diskutiert unter tribologischer Last als favorisiert gilt.

Für die Bestimmung der Zwillingsebenennormalen bei hohem Reibkoeffizienten wird für jede Kristallorientierung, eine Orientierung aus der Matrix und dem Zwilling aus den TKD-Daten in der $\{111\}$ -Polfigur in Abbildung 22c dargestellt. Um die Zwillingsebenennormale zu bestimmen, wurde hier wie für Abbildung 21 untersucht, welche $\langle 111 \rangle$ -Pole der Matrix- und der Zwillingorientierung sich überlappen. Für $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ wurde eine $(\bar{1}\bar{1}1)$ -, für

NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] eine (111)-, für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[0 $\bar{1}\bar{1}$] eine (11 $\bar{1}$)- und für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[2 $\bar{1}\bar{1}$] eine ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-Zwillingsebene bestimmt. Auch hier liegen alle Zwillingsebenennormalen bis auf die von NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[2 $\bar{1}\bar{1}$] nahe dem äußeren Kreis der {111}-Polfigur. Zudem wurden auch die $\langle 111 \rangle$ -Pole der Kristallorientierung unterhalb der Kornfeinungsschicht von NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] in Abbildung 22e eingetragen. Diese Kristallorientierung besitzt keinen $\langle 111 \rangle$ -Pol auf oder nahe dem äußeren Kreis der {111}-Polfigur. Somit gibt es eine Präferenz für Zwillingsebenen, welche in Gleitrichtung geneigt sind und nahezu senkrecht auf der GR-NR-Ebene stehen. Die $\langle 112 \rangle$ -Pole für die identifizierten {111}-Zwillingsebenen sind in Abbildung 22c gegeben. Es wird hier auf eine Spekulation um welche Scherrichtung es sich handeln könnte, verzichtet.

5.3 Erkenntnisse über die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten

Das tribologische Spannungsfeld ist komplex, da es sich um einen mehrachsigen Spannungszustand handelt, der lokal wirkt und sich bewegt. Aus diesem Grund sind Vorhersagen über die mikrostrukturelle Entwicklung herausfordernd. In der Diskussion um die Einflüsse der einzelnen Spannungskomponenten wird sich auf σ_{NR} , σ_{GR} , σ_{TR} und τ_{GR-NR} begrenzt, da τ_{GR-TR} und τ_{NR-T} einen vernachlässigbaren Wert haben, wie das Spannungsmodell nach Hamilton in Abbildung 16 zeigt. Die Werte wie auch Vorzeichen dieser Spannungskomponenten sind ortsabhängig, was im tribologischen Experiment mit einer Zeitabhängigkeit einher geht. Ein Charakteristikum eines jeden tribologischen Systems ist der Reibkoeffizient, welcher den anliegenden Spannungstensor verändert, wie es auch in Abbildung 16 eindeutig zu sehen ist. Der Einfluss des Reibkoeffizienten auf die zwillingsauslösende Spannungskomponenten wird in dieser Arbeit untersucht.

Um die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten zu identifizieren, wird zuerst analysiert, ob einzelne Spannungskomponenten alleine zu den beobachteten Zwillingen in bestimmten Kristallorientierungen führen können. Zudem werden mit dem Spannungsfeld nach Hamilton die projizierten Scherspannungen auf den Gleit- und Zwillingssystemen berechnet. Unabhängig von der Besetzung des Spannungstensors müssen auf den im Kapitel „Charakteristika der Deformationsschichten“ identifizierten Zwillingssystemen die höchsten projizierten Scherspannungen wirken, um die Zwillingsbildung richtig abbilden zu können. Damit ergibt sich mit den gegebenen experimentellen Daten die Möglichkeit, Spannungsfeldmodelle zu validieren. Im Folgenden wird zuerst die Zwillingsbildung für den niedrigen Reibkoeffizienten betrachtet und anschließend für den hohen Reibkoeffizienten.

5.3.1 Wie wirkt sich ein niedriger Reibkoeffizient auf die Zwillingsbildung aus?

Die Materialpaarung CoCrFeMnNi und SiC ergab einen Reibkoeffizienten von 0,2; d. h. die Reibkraft beträgt nur 20 % der aufgebrachten Normalkraft. Ursprünglich wurde deshalb die Hypothese aufgestellt, dass σ_{NR} ausschlaggebend für die Bildung von Zwillingen bei niedrigen Reibkoeffizienten ist [126]. Somit würden die durchgeführten tribologischen Experimente Indentationsexperimenten gleichen. In der Literatur wurden für Indentationsexperimente, Zwillinge in Körnern mit einer $\langle 100 \rangle$ -Oberflächennormalen nachgewiesen, während in Körnern mit einer $\langle 110 \rangle$ -Oberflächennormale keine Zwillinge gefunden wurden [196, 197]. Da

Indentation Druckspannungen entlang der Oberflächennormalen hervorruft, spiegeln diese Ergebnisse die Resultate aus uniaxialen Druckversuchen wider [21].

Die beschriebene Hypothese widerspricht allerdings den in Abbildung 12 und Abbildung 13 dargestellten Ergebnissen der tribologischen Experimente, da die Normalenrichtungen der Kristallorientierungen mit Zwillingen nicht identisch sind. Auch die Gleitrichtungen der Kristallorientierungen, in denen Zwillinge gebildet werden ($GR[\bar{1}10]$ und $GR[100]$) bzw. nicht gebildet werden ($GR[100]$, $GR[0\bar{1}1]$ und $GR[2\bar{1}1]$) ergeben kein konsistentes Bild. Allerdings ist in beiden Kristallorientierungen, in denen Zwillinge gebildet wurden, die Kristallrichtung $\langle 011 \rangle$ parallel zur Transversalrichtung. Die Analyse der Zwillingsebenen in Abbildung 22c zeigt, dass diese senkrecht auf der GR-NR-Ebene stehen und somit die Transversalrichtung beinhalten. Deshalb kann laut Schmid'schem Schubspannungsgesetz [198] eine Normalspannung in Transversalrichtung nicht zu einer projizierten Scherspannung auf den experimentell beobachteten Zwillingssystemen führen. Eine $\langle 011 \rangle$ -Kristallrichtung parallel zur Transversalrichtung ist eine geometrische Konsequenz aus dem Befund, dass die Zwillingsebenennormale wie auch der Burgers-Vektor in der GR-NR-Ebene liegen. Dies bedeutet, dass die Zwillingsbildung mit $\mu = 0,2$ nicht auf eine Normalspannungskomponente im gegebenen Koordinatensystem zurückgeführt werden kann.

Da diese Betrachtung zum Ausschluss der ursprünglichen Hypothese führt, werden zur weiteren Aufklärung der zwillingsauslösenden Spannungen die Ergebnisse der MD-Simulationen in Abbildung 19 und Abbildung 20 herangezogen. Hierbei werden nur die beiden Kristallorientierungen betrachtet, in denen experimentell Zwillinge identifiziert wurden. Die MD-Simulationen zeigen in beiden Kristallorientierungen in mehrere Richtungen geneigte Zwillinge bzw. Stapelfehler. Diese resultieren aus den Limitationen der MD-Simulation. Hier sind die Größe der Simulation zu nennen, welche auf mehrere Millionen Atome begrenzt ist und die Gleitgeschwindigkeit, welche im Bereich von m/s ist. Dies sind bekannte Herausforderungen beim Vergleich von MD-Simulationen und Experimenten. Dennoch treten in der Literatur Gemeinsamkeiten zwischen MD-Simulation und Experiment auf. Zum Beispiel wurde die gleiche Spanform in einem Zerspanungsprozess beobachtet [199] oder es wurden, trotz unterschiedlicher Deformationsschichtdicken die gleichen Charakteristika in der Deformationsschicht von MD-Simulation und Experiment festgestellt [150]. Die höhere Gleitgeschwindigkeit resultiert in einer höheren Dehnrates, welche verstärkt Zwillingsbildung hervorruft [35]. Aus diesem Grund wurde eine höhere Zwillingsdichte in der MD-Simulation als im Experiment erwartet. Auch die Interaktion zwischen den beiden Körpern in Kontakt beeinflusst die Deformationsschicht, allerdings sind diese Werte kaum experimentell zugänglich. Zudem spielt das verwendete Potential eine entscheidende Rolle. Für CoCrFeMnNi wurden bisher zwei Potentiale berechnet [167, 200], welche sich im Nahordnungsverhalten wie auch in ihrer Stapelfehlerenergie bei 0 K unterscheiden. Welches von beiden die Realität besser abbildet ist nicht abschließend geklärt [201]. Es wurde sich für das Potential nach Gröger et al. [167] entschieden, da mit diesem langsamere Gleitgeschwindigkeiten in realistischen Zeiten simuliert werden konnten. Da es aufgrund der beschriebenen Limitationen fragwürdig ist, ob es möglich ist, mit der MD-Simulation die experimentell beobachtete Deformationsschicht exakt

wiederzugeben, wurde auf eine Parameterstudie zur Optimierung der MD-Simulation verzichtet. Ausschlaggebend ist, dass die experimentell beobachteten Zwillingssysteme auch in der MD-Simulation aktiviert werden.

Aus den MD-Simulationen lassen sich im Wesentlichen zwei Unterschiede der Zwillingssysteme von $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ und $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$ ableiten: Zum einen sind die durch die Zwillinge ausgelösten Verschiebungen unterschiedlich. Der Zwilling mit $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ führt zu einer Verkürzung des Gitters in Normalenrichtung und zu einer Verlängerung in Gleitrichtung, wie in Abbildung 19c gezeigt. Ein solcher Zwilling kann von den möglichen Normalspannungen nur von einer Druckspannung parallel zur Normalenrichtung erzeugt werden. Der Zwilling in $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$ führt dagegen zu einer Verlängerung des Gitters in Normalenrichtung und zu einer Verkürzung in Gleitrichtung, wie in Abbildung 20c gezeigt. Ein solcher Zwilling kann hingegen nur durch eine Druckspannung parallel zur Gleitrichtung erzeugt werden. Das ist ein Indiz dafür, dass die Zwillingbildung bei niedrigem Reibkoeffizient von unterschiedlichen Spannungskomponenten ausgelöst wird. Zudem werden die Zwillinge an unterschiedlichen Positionen gebildet. Der Zwilling in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ bildet sich unter der Kugel im vorderen Bereich (vgl. Abbildung 19a und b), wobei sich der Zwilling in $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$ vor der Kugel bildet (vgl. Abbildung 20a und b). Diese beiden Positionen lassen sich auch aus den zwillingsauslösenden Normalspannungen herleiten. Wie das Spannungsfeld nach Hamilton (vgl. Abbildung 16a) zeigt, herrscht vor der Kugel eine Druckspannung in Gleitrichtung und unter der Kugel eine Druckspannung in Normalenrichtung.

Die MD-Simulationen zeigen zusätzlich, dass die Zwillingsverdickungen auf der $\{111\}$ -Ebene rechts vom Zwilling stattfinden (vgl. a und b in Abbildung 19 und Abbildung 20) und somit die Aufbaurichtung der Zwillinge eine Komponente in Gleitrichtung besitzt. Das bedeutet, dass die Scherrichtung der Zwillinge in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ zur Oberfläche hin und in $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$ von der Oberfläche weg zeigt. Dies schließt für den Zwilling in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ auch aus, dass dieser von der Korngrenze parallel zur Oberfläche ausgebildet werden kann.

Bei der Betrachtung des Einflusses der Kristallrichtung parallel zu den Probenkoordinatenachsen und der MD-Simulationen wurden ausschließlich Normalspannungen betrachtet, nicht aber die Scherspannung $\tau_{\text{GR-NR}}$. Diese Spannungskomponente zeigt ihren Einfluss eindeutig im Einkristall mit der Kristallorientierung $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$. Darin wird unter tribologischer Last bei niedrigem Reibkoeffizienten ein Zwilling parallel zur Oberfläche gebildet, wie in der TKD-Untersuchung und der FFT der HR-TEM-Aufnahme in Abbildung 12d und e gezeigt wurde. Durch die $\langle 111 \rangle$ -Polfigur in Abbildung 21a wird gezeigt, dass die Zwillingsebene parallel zur Oberfläche verläuft. Die drei Normalspannungskomponenten in Gleit-, Normalen-, und Transversalrichtung führen laut Schmid'schem Schubspannungsgesetz [198] zu keiner projizierten Scherspannung auf dieser Ebene. Das bedeutet, dass nur die Scherkomponente $\tau_{\text{GR-NR}}$ diesen Zwilling bilden kann. Dies erklärt auch die zuvor getroffene Annahme, dass der Burgers-Vektor parallel zur Gleitrichtung präferiert wird, da dieses Zwillingssystem den höchsten Schmid-Faktor unter τ_{GR} besitzt. Im Kapitel „Deformationszwillinge“ wurde erläutert, dass Zwillinge zu einer Scherung von $\sqrt{2}/2$ führen. Da die Zwillingskorngrenze in einer Tiefe von 30 nm liegt, bedeutet dies, dass die

induzierte Scherung in Gleitrichtung der Spannungskomponente τ_{GR-} bis zu einer Tiefe von $30 \text{ nm} \sqrt{2}/2$ beträgt. Wie hoch ansonsten Scherungsbeiträge einzelner Spannungskomponenten sind, ist experimentell nicht zugänglich. Die Lage des Zwillings zeigt zudem, dass die Shockley-Partialversetzungen dem Gegenkörper folgen können, wie es zuvor in der DDD-Simulation mit vollen Versetzungen berechnet wurde [153]. Dieser Zwilling parallel zur Oberfläche ist der einzige direkte experimentelle Nachweis in dieser Arbeit für reine Scherung in GR-NR. Um den Einfluss der Normalspannungskomponenten ausschließen zu können, benötigt es wie hier, ein Zwillings- oder Gleitsystem, welches nicht von den Normalspannungskomponenten aktiviert werden kann. In den Daten von Haug et al. [147] gibt es zudem Hinweise auf einfache Scherung im oberflächennahen Bereich. Hier wurde eine Anlasszwillingskorngrenze linear in Gleitrichtung bewegt. Die lineare Verschiebung ist atypisch, da in der Regel Korngrenzen mit kleiner werdendem Abstand zur Oberfläche immer stärker in Gleitrichtung gebogen werden [144, 170]. Im Gegensatz zu Haug et al. [147] kann hier die einfache Scherung eindeutig einem Zwillingsystem zugeschrieben werden. In dem Kristallsystem von Haug et al. [147] müsste analysiert werden, wie die Gleitsysteme im Kristall orientiert sind und von wie vielen Gleitsystemen die beobachtete Plastizität getragen wird, um herauszufinden, ob ein Gleitsystem zu der beobachteten einfachen Scherung führen kann.

Um die Auswirkung von τ_{GR-NR} auf die Zwillingsbildung zu beschreiben, werden für alle untersuchten Kristallorientierungen die Schmid-Faktoren der Zwillingsysteme berechnet. Dafür wurde Gleichung 3 verwendet. Im Spannungstensor wurden nur die Spannungskomponenten τ_{GR-NR} und τ_{NR-GR} mit dem Wert 1 besetzt. Damit entsprechen die mit Gleichung 3 berechneten projizierten Scherspannungen dem Schmid-Faktor. Die maximalen Schmid-Faktoren auf den Zwillingsystemen für die jeweiligen Kristallorientierungen sind in Tabelle 7 angegeben.

Tabelle 7 Maximale Schmid-Faktoren auf den Zwillingsystemen mit reiner Scherung in GR-NR.

Kristallorientierung	Schmid-Faktor
NR[00 $\bar{1}$]/GR[100]	0,47
NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10]	0,50
NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[100]	0,50
NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[0 $\bar{1}$ 1]	0,71
NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[$\bar{2}$ 11]	0,82

Falls die Spannungskomponente τ_{GR-NR} alleine für die Zwillingsbildung verantwortlich ist, müssten die Kristallorientierungen NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10] und NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[100] die höchsten Schmid-Faktoren aufweisen. Dies ist, wie Tabelle 7 zu entnehmen ist, nicht der Fall und somit ist τ_{GR-N} nicht alleine für die Zwillingsbildung verantwortlich. Mit dieser Erkenntnis stellt sich die Frage, inwiefern es sinnvoll ist, nur τ_{GR} zur Erklärung von mikrostrukturellen Veränderungen heranzuziehen, wie es in zahlreichen Arbeiten angenommen wurde

[4, 109, 116, 193]. Die vorangegangene Diskussion zeigt, dass die Betrachtung einzelner Spannungskomponenten nicht genügt, um die Bildung von Zwillingen unter tribologischer Last bei geringem Reibkoeffizienten in bestimmten Kristallorientierungen zu erklären.

Im nächsten Schritt wird die projizierte Scherspannung auf den Zwillings-, wie auch Gleitsystemen mittels des linear-elastischen Spannungsfeldes nach Hamilton berechnet. Hierbei wird nun eine Kombination der Spannungskomponenten betrachtet. Laut Theorie sollten die identifizierten Zwillingssysteme in Abbildung 22a und b die höchsten projizierten Scherspannungen aufweisen, damit auf diesen Zwillingssystemen Zwillinge gebildet werden und nicht auf den anderen. Die Ergebnisse für die Berechnung der projizierten Scherspannungen sind in Abbildung 17a und b für NR[00 $\bar{1}$] bzw. NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] gegeben. Zuerst werden die Daten für NR[00 $\bar{1}$] diskutiert. Zwillinge wurden in Experimenten in GR[$\bar{1}10$] beobachtet, nicht aber in GR[100]. Diese beiden Gleitrichtungen liegen in Abbildung 17a im Maximum bei 226 MPa bzw. im Minimum bei 222 MPa der projizierten Scherspannung. In GR[$\bar{1}10$] hat das Zwillingssystem ($\bar{1}11$)[$\bar{1}1\bar{2}$] die höchste projizierte Scherspannung, welches mit dem experimentell bestimmten Zwillingssystem in Abbildung 22a und b übereinstimmt. Die Differenz der projizierten Scherspannung in den beiden Gleitrichtungen kann das Auftreten bzw. Nichtauftreten von Zwillingen erklären. Allerdings muss angemerkt werden, dass eine Differenz von 4 MPa sehr gering ist. Beide Werte über- bzw. unterschreiten die in Tabelle 1 aus der Literatur angegebenen Werte für die kritische Scherspannung für Zwillingsbildung. Da dem berechneten Spannungsfeld ein linear-elastisches Materialmodell zugrunde liegt und es statisch ist, wurde nicht erwartet, dass die in der Realität auftretenden Scherspannungen genau berechnet werden. Ziel war es, die richtigen Trends berechnen zu können. Das linear-elastische Materialmodell führt zu einer Überschätzung der realen Scherspannung, da Plastizität einen Spannungsabbau hervorruft. Zu weiteren Einschränkungen kann es durch Kristallrotation kommen, da sich dadurch die Lage der Zwillings- und der Gleitsysteme ändert oder aufgrund der Verfestigung auf Gleitsystemen. Trotz, dass diese Effekte nicht berücksichtigt werden, ist die maximale projizierte Scherspannung auf den Zwillingssystemen in dem Einkristall mit NR[00 $\bar{1}$], in GR[$\bar{1}10$] höher als in GR[100]. Auf den Gleitsystemen ist die maximale projizierte Scherspannung in GR[100] mit 217 MPa ohne Zwillingsbildung höher als beim Auftreten von Zwillingen in GR[$\bar{1}10$] mit 203 MPa (vgl. Abbildung 17a). Dies kann auch ein Anzeichen dafür sein, dass in GR[100] die Plastizität bevorzugt von Versetzungen getragen wird. Die berechneten projizierten Scherspannungen für die Zwillings- bzw. Gleitsysteme stützen demnach die Beobachtung einer versetzungsdominierten Deformation in GR[100] sowie Zwillingsbildung in GR[$\bar{1}10$].

In Abbildung 17a gibt es vier Zwillingssysteme mit den höchsten projizierten Scherspannungen. Die einzige von der Gleitrichtung bzw. vom Rotationswinkel φ unabhängige Spannungskomponente ist σ_{NR} , da sich durch die Rotation der Gleitrichtung, die Winkel der Ebenennormalen und der Burgers-Vektoren zur Normalenrichtung nicht ändern. Das bedeutet, dass nur σ_{GR} , σ_{TR} und τ_{GR-N} zu der berechneten Winkelabhängigkeit führen können. Um den Einfluss der einzelnen Spannungskomponenten näher zu betrachten, wurde beispielhaft für NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$] die Spannungsverteilung der projizierten Scherspannung des gesamten Spannungstensors und der einzelnen Spannungskomponenten auf den Zwillingssystemen

$(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$, $(11\bar{1})[112]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}2]$ und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}12]$ berechnet und in Abbildung 24 gezeigt. Diese vier Zwillingssysteme wurden gewählt, da auf ihnen die höchsten projizierten Scherspannungen berechnet wurden. Hier gilt wieder, dass nur positive projizierte Scherspannungen zur Zwillingsbildung führen können und negative nicht. Bei einem x -Wert von $0 \mu\text{m}$ ist der Kontaktpunkt zwischen den beiden Körpern. Positive x -Werte zeigen in Gleitrichtung. Tabelle 8 gibt die Positionen wie auch die Werte der Spannungsmaxima an. Zudem sind die Beiträge der einzelnen Spannungskomponenten aufgelistet. Diese Betrachtung soll helfen den Einfluss der einzelnen Spannungskomponenten auf die projizierte Scherspannung zu verstehen.

In Abbildung 24 ist zu sehen, dass σ_{NR} direkt unter dem Kontaktpunkt zu hohen projizierten Scherspannungen von bis zu 323 MPa auf allen vier Zwillingssystemen führt. Zieht man den maximalen Schmid-Faktor von 0,5 für Normalspannungen in Betracht, ist dies fast das Maximum an projizierter Scherspannung, das mit einer σ_{NR} von -686 MPa (vgl. Abbildung 16a) erreichbar ist. Dies ist zudem mit Abstand der höchste Wert im Vergleich zu den projizierten Scherspannungen, hervorgerufen durch die anderen dargestellten Spannungskomponenten und erklärt somit die geringe Winkelabhängigkeit dieser vier Zwillingssysteme von der Gleitrichtung in Abbildung 17a.

Die Elektronenmikroskopie-Aufnahmen wie auch die Polfigur-Analyse haben gezeigt, dass Ebenen, welche in Gleitrichtung geneigt sind, für die Zwillingsbildung bevorzugt werden. Nun stellt sich die Frage, ob dies auch anhand der Berechnungen der projizierten Scherspannungen erklärbar ist. Bei einer Kristallorientierung mit $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$, ist das Zwillingssystem $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$ in Gleitrichtung geneigt, während das Zwillingssystem $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}12]$ entgegengesetzt geneigt ist. Beide Zwillingssysteme schließen dieselben Winkel mit den Probenkoordinatenachsen ein und ihre Ebenennormalen wie auch Burgers-Vektoren liegen in der GR-NR-Ebene. In Abbildung 24 wird deutlich, dass der Unterschied in der projizierten Scherspannung durch $\tau_{\text{GR-NR}}$ erzeugt wird und dass somit mit dem Spannungsfeld nach Hamilton die Bevorzugung von Zwillingssystemen, welche in Gleitrichtung geneigt sind, erklärbar ist.

In Tabelle 8 wird deutlich, dass die Scherspannungsmaxima um Größenordnungen tiefer auftreten als die mikrostrukturellen Charakteristika reichen (vgl. Tabelle 5). Hier werden wieder die Einschränkungen des Spannungsfeldes nach Hamilton aufgezeigt. Die Überschätzung der Tiefe wurde auch von Fischer [139] beobachtet. In dessen Arbeit wurde die experimentelle Deformationsschichttiefe mit der Tiefe des Maximums der Vergleichsspannung nach von Mises verglichen, die wiederum aus dem Spannungsfeld nach Hamilton berechnet wurde. Auch hier stimmten - wie in dieser Arbeit - die Tiefen nicht überein. Fischer berechnete deshalb einen Multiaxialitätsfaktor, welcher die höchsten Werte an der Oberfläche besitzt und brachte die Deformationsschichttiefe mit den experimentellen Ergebnissen in Einklang.

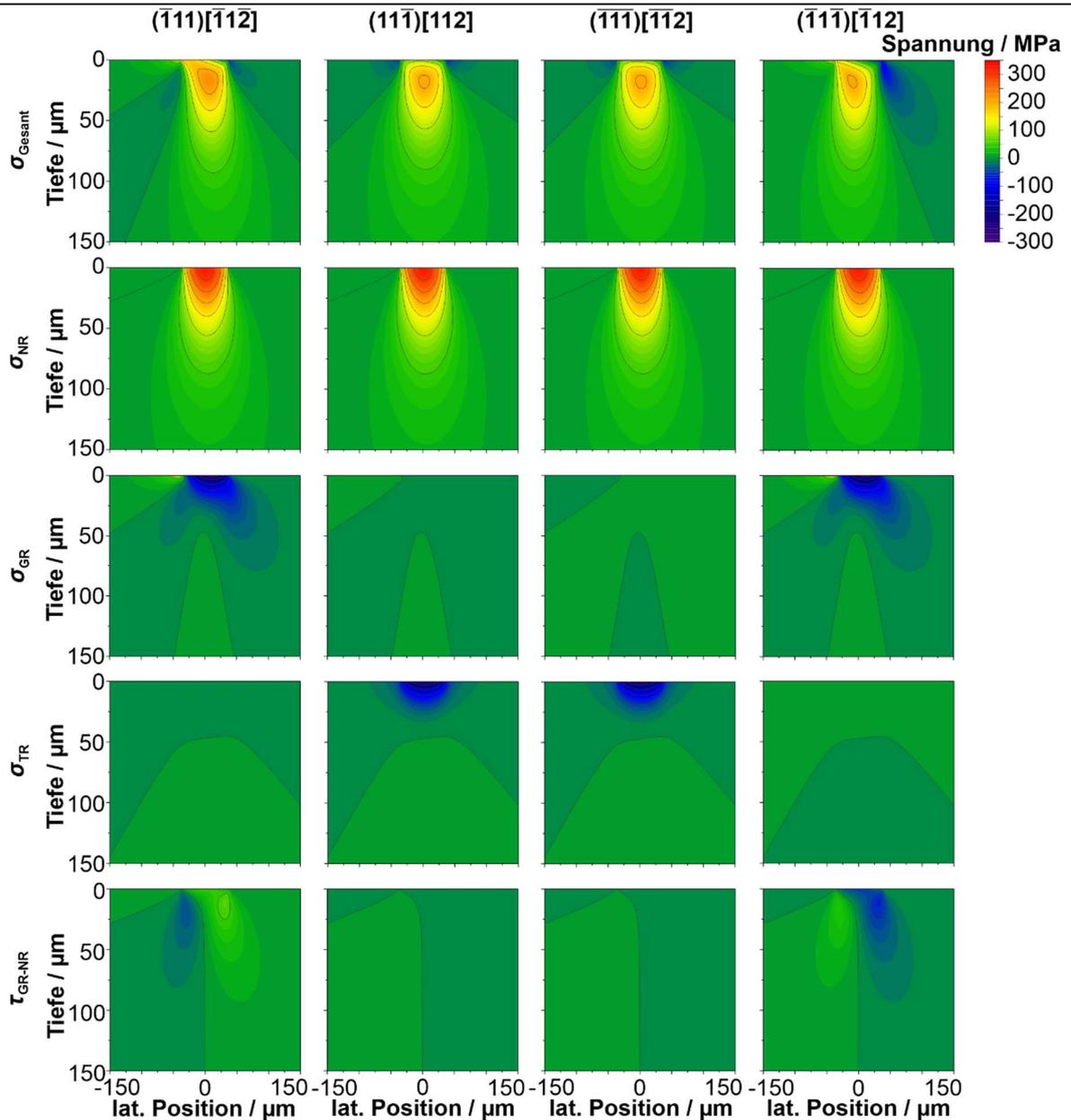


Abbildung 24 Spannungskarten auf den Zwillingssystemen $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$, $(11\bar{1})[112]$, $(\bar{1}1\bar{1})[\bar{1}12]$, $(\bar{1}1\bar{1})[\bar{1}12]$ mit der Kristallorientierung $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ berechnet mit Spannungsfeld nach Hamilton mit $\mu = 0,2$ und den elastischen Konstanten für SiC. Berechnungen der projizierten Scherspannung mit dem gesamten Spannungstensor in der erste Zeile und mit den Spannungskomponenten σ_{NR} in der zweiten Zeile, σ_{GR} in der dritten Zeile, σ_{TR} in der vierten Zeile und τ_{GR-NR} in der fünften Zeile.

Da es sich in der Arbeit von [139] um polykristallines Probenmaterial handelt, ist es offensichtlich, dass die Berechnung projizierter Scherspannungen in den einzelnen Körnern komplexer ist als die für in dieser Arbeit vorliegenden Einkristalle und deshalb die von Mises-Vergleichsspannung und der Multiaxialitätsfaktor herangezogen werden. Auch in dieser Arbeit

ist das Maximum der von Mises-Vergleichsspannung nicht an der Oberfläche wie in Abbildung S 3 gezeigt. Allerdings ist auch das Scherspannungsmaximum auf dem experimentell identifizierten Zwillingssystem nicht an der Oberfläche, sondern in einer Tiefe von 16 μm . Somit wird die Anwendbarkeit des Multiaxialitätsfaktors in Frage gestellt. Die Berechnung der projizierten Scherspannung auf den Zwillingssystemen zeigt eindeutig, dass das Spannungsfeld nach Hamilton die Tiefenwirkung nicht korrekt abbildet.

Der Vergleich der x-Positionen in Tabelle 8 zeigt, dass das experimentell identifizierte Zwillingssystem sein Maximum im Vergleich zu den anderen Zwillingssystemen am weitesten vor dem Kontaktpunkt hat. Da der Kontaktradius 37 μm beträgt, liegt das Scherspannungsmaximum damit unterhalb des Kontaktes und in dessen vorderem Bereich. Dies ist im Einklang mit der MD-Simulation, in der ebenfalls gezeigt wird, dass die Zwillingsaktivierung unterhalb der Kugel im vorderen Bereich stattfindet. Auch zeigen sowohl die MD-Simulation als auch die Berechnungen der projizierten Scherspannungen, dass die Spannungskomponente σ_{NR} entscheidend ist für die Zwillingbildung in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$. Allerdings dürfen die verbleibenden Spannungskomponenten nicht vernachlässigt werden, da sie zu der Selektion des zu aktivierenden Zwillingssystems führen.

Tabelle 8 Betrachtung der Maxima der projizierten Scherspannung der Zwillingssysteme $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$, $(11\bar{1})[112]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}1\bar{2}]$ mit der Kristallorientierung $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$, berechnet mit dem gesamten Spannungstensor aus Abbildung 24, Zeile 1. Gegeben sind die laterale Position und die Tiefe sowie der Wert der Maxima und die Beiträge der Spannungskomponenten σ_{NR} , σ_{GR} , σ_{TR} und $\tau_{\text{GR-NR}}$ zu den Maxima.

	$(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$	$(11\bar{1})[112]$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}1\bar{2}]$
Laterale Position	6 μm	2 μm	2 μm	-10 μm
Tiefe	16 μm	17 μm	17 μm	17 μm
σ_{Gesamt}	226 MPa	208 MPa	208 MPa	206 MPa
σ_{NR}	271 MPa	268 MPa	268 MPa	248 MPa
σ_{GR}	-71 MPa	0 MPa	0 MPa	-47 MPa
σ_{TR}	0 MPa	-60 MPa	-60 MPa	0 MPa
$\tau_{\text{GR-NR}}$	26 MPa	0 MPa	0 MPa	5 MPa

Zusammengefasst bedeutet dies für Einkristalle mit $\text{NR}[00\bar{1}]$, dass σ_{NR} zwillingsauslösend ist. Zudem wird der Zwilling in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ nach den Berechnungen unterhalb der Kugel und in deren vorderem Bereich gebildet. Diese zwillingsauslösende Spannungskomponente und der Bildungsort wurden sowohl mit der MD-Simulation als auch durch die Berechnungen der projizierten Scherspannungen mit dem Spannungsfeld nach Hamilton bestimmt. Die Berechnungen der projizierten Scherspannungen zeigen zudem, dass die verbleibenden Spannungskomponenten entscheidend sind für die Auswahl des aktivierten Zwillingssystems. Laut den Berechnungen liegt die kritische Scherspannung im gegebenen tribologischen System

für Zwillingsbildung zwischen 222 MPa und 226 MPa. Wie erwähnt, wurden in der Studie von Patil et al. [133] Zwillinge auch in NR[001]//GR[010] beobachtet. Diese resultieren höchstwahrscheinlich aus der verwendeten Lastrampe. Durch die Verwendung einer Lastrampe wird σ_{NR} über den Gleitweg stetig erhöht, wodurch das Experiment eher einer klassischen Indentation gleicht, bei der Zwillinge in Kristallen mit $\langle 001 \rangle$ -Oberflächennormalen beobachtet werden.

Für den Einkristall mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] werden ebenfalls die projizierten Scherspannungen auf den Gleit- und Zwillingsystemen in Abhängigkeit von den möglichen Gleitrichtungen berechnet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 17b gegeben. Wie die STEM-Aufnahmen und die HR-TEM-Analyse in Abbildung 13 zeigen, werden Zwillinge nur für die GR[100] beobachtet. In dieser Richtung sind die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen im Vergleich zu den anderen experimentell untersuchten Gleitrichtungen am niedrigsten. Im vorherigen Kapitel „Charakteristika der Deformationsschicht“ wurde vermutet, dass in NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[100] das aktivierte Zwillingsystem ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$] ist. Dieses Zwillingsystem hat eine maximale, projizierte Scherspannung von 96 MPa, womit es nicht das Zwillingsystem mit der höchsten projizierten Scherspannung in GR[100] ist. Nach diesem Vergleich der Experimente und der berechneten projizierten Scherspannung, scheint es demnach keine Übereinstimmung zu geben. Die MD-Simulation für die Kristallorientierung NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[100] in Abbildung 20 zeigte, dass der experimentell beobachtete Zwilling vor dem Gegenkörper gebildet wurde. Dieses Resultat wurde auf die Analyse der projizierten Scherspannungen übertragen, indem nur Zwillingsysteme mit einem Maximum vor der Kontaktfläche betrachtet wurden. Diese Zwillingsysteme und die zugehörige maximale Scherspannung sind für die untersuchten Gleitrichtungen für den Einkristall mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] in Tabelle 9 gegeben.

Tabelle 9 Zwillingsysteme mit ihrem Maximum der projizierten Scherspannung am weitesten vor dem Kontaktpunkt mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] und die dazugehörigen Scherspannungswerte in Abhängigkeit der experimentell untersuchten Gleitrichtung.

Gleitrichtung	Zwillingsystem	projizierte Scherspannung
[100]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	96 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[211]	49 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	52 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$]	51 MPa
[0 $\bar{1}\bar{1}$]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	65 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[211]	65 MPa
[$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	1 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[211]	81 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	50 MPa
	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$]	35 MPa

Das Zwillingssystem $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$ besitzt in GR[100] die höchste projizierte Scherspannung unter den genannten Bedingungen. Mit dem Einbezug der Position des Scherspannungsmaximums ist somit die höchste projizierte Scherspannung in NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100]. Innerhalb der Kristallorientierung NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] ist zudem auf dem experimentell identifizierten $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$ die höchste projizierte Scherspannung. Auch wenn das Spannungsfeld nach Hamilton auf den ersten Blick für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] nicht anwendbar ist, so kann es mit Vorwissen aus der MD-Simulation angewendet werden, um aktivierbare Zwillingssysteme zu identifizieren. In Abbildung 25 ist die Verteilung der projizierten Scherspannung auf dem Zwillingssystem $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$ gezeigt, die mit dem vollständigen Spannungstensor wie auch mit den einzelnen Spannungskomponenten berechnet wurde.

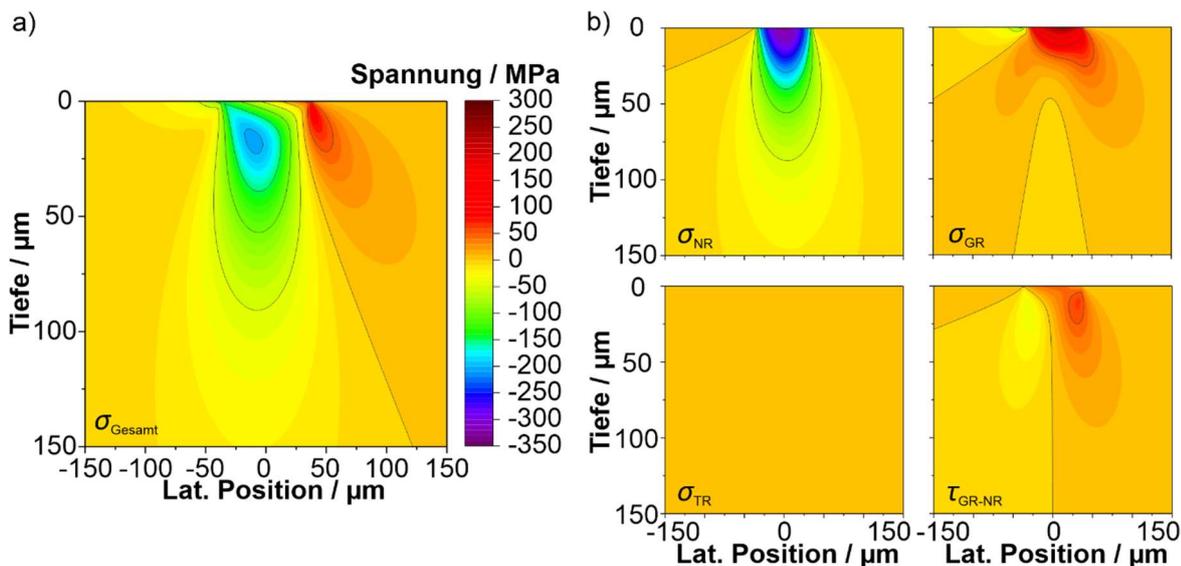


Abbildung 25 Spannungsverteilungskarten für a) den gesamten Spannungstensor und b) die Spannungskomponenten σ_{NR} , σ_{GR} , σ_{TR} und $\tau_{\text{GR-NR}}$ für das Zwillingssystem $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$ mit der Kristallorientierung NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100], berechnet mit dem Spannungsfeld nach Hamilton mit $\mu = 0,2$ und den elastischen Konstanten von SiC.

Hier sei erneut erwähnt, dass sich Zwillinge nur bei positiven projizierten Scherspannungen bilden. Es muss zudem angemerkt werden, dass die berechnete maximale projizierte Scherspannung von 96 MPa unterhalb der in der Literatur bestimmten kritischen projizierten Scherspannung für Zwillingbildung liegt (vgl. Tabelle 1). Zudem ist der Wert zu gering, um mit den Berechnungen für NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$] eine konsistente kritische Scherspannung für Zwillingbildung im gegebenen tribologischen System zu erhalten. In Tabelle 10 ist die Position des Scherspannungsmaximums gegeben wie auch dessen Wert und die Beiträge der Spannungskomponenten. Das Maximum liegt 38 μm vor dem Kontaktpunkt und in einer Tiefe von 3 μm . Diese berechnete Tiefe überschätzt ebenfalls die Tiefe der Deformationsschicht im Experiment, allerdings weniger stark als für NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$]. Im Gegensatz zum aktivierten Zwillingssystem in NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$], liefert σ_{NR} einen negativen Beitrag zur projizierten

Scherspannung des aktivierten Zwillingssystems. Die Spannungskomponenten σ_{GR} und τ_{GR-NR} führen dagegen zu positiven projizierten Scherspannung auf dem Zwillingssystem, wobei der Beitrag von σ_{GR} im Vergleich zu τ_{GR-NR} drei Mal größer ist. Um in die Nähe der kritischen projizierten Scherspannung für Zwillingsbildung zu kommen, werden die Beiträge beider Spannungskomponenten benötigt, weshalb die Kombination aus beiden als zwillingsauslösend angenommen wird.

Tabelle 10 Laterale Position und Tiefe sowie der Wert des Scherspannungsmaximums des Zwillingssystems $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$ mit der Kristallorientierung NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] aus Abbildung 25a und die Beiträge der Spannungskomponenten σ_{NR} , σ_{GR} , σ_{TR} und τ_{GR-NR} .

	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$
Laterale Position	38 μm
Tiefe	3 μm
σ_{Gesamt}	96 MPa
σ_{NR}	-37 MPa
σ_{GR}	97 MPa
σ_{TR}	0 MPa
τ_{GR-NR}	36 MPa

Bisher wurde noch nicht diskutiert, warum die Berechnung der projizierten Scherspannung mit dem Spannungsfeld nach Hamilton für einen Einkristall mit NR [0 $\bar{1}\bar{1}$] Vorwissen aus der MD-Simulation benötigt, für einen Einkristall mit NR [00 $\bar{1}$] aber nicht. Zum einen ist unklar, inwiefern der lokale Reibkoeffizient mit dem globalen, gemessenen Reibkoeffizienten übereinstimmt. Dies ist in diesem Fall elementar, da die Zwillinge in NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10] und NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] von entweder σ_{NR} oder σ_{GR} und τ_{GR-NR} aktiviert werden. Da die Werte von σ_{NR} unabhängig vom Reibkoeffizient sind, könnte ein lokal anderer Reibkoeffizient eventuell die aufgetretene Diskrepanz erklären. Zudem ist in den Experimenten mit niedrigem Reibkoeffizienten eindeutig Versetzungsplastizität aufgetreten, welche anhand der entstandenen Korngrenzen belegt werden kann. Versetzungsbasierte Plastizität führt zum Spannungsabbau. In der Realität bewegt sich das Spannungsfeld mit dem Gegenkörper. Das bedeutet für ein Volumen im Material, dass dieses zuerst mit den Spannungen bei den höchsten x-Werten belastet wird und durch das Gleiten des Gegenkörpers mit den Spannungen, welche sich bei immer kleiner werdenden x-Werten befinden. Die Mikrostruktur bildet sich aus, während sich das Spannungsfeld über das Volumen im Material bewegt. Es wird davon ausgegangen, dass, abhängig davon wie weit sich das Spannungsfeld bewegt hat, das Material unterschiedlich stark plastisch deformiert ist. Da die plastische Deformation vor dem Gegenkörper, wo sich das Scherspannungsmaximum des Zwillingssystems $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$ in NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]/GR[100] befindet, am geringsten bzw. vernachlässigbar sein sollte, würde ein Materialmodell, welches Plastizität berücksichtigt, vermutlich nur zu einem geringen

Spannungsabbau auf diesem Zwillingsystem führen. Projizierte Scherspannungen auf Zwillingsystemen mit einem Scherspannungsmaximum bei geringeren x-Werten sollten mit einem plastischen Materialmodell stärker abgebaut werden. Deshalb wird vermutet, dass die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen in den experimentell untersuchten Kristallorientierungen, welche höher als die berechneten 96 MPa auf dem experimentell identifizierten aktivierten Zwillingsystem sind, mit einem plastischen Materialmodell so stark abgebaut werden, dass sie kleiner 96 MPa sind und sich ein konsistentes Bild ergibt. Ein Materialmodell, welches Plastizität berücksichtigt, würde auch zu einem Spannungsabbau der projizierten Scherspannungen im Einkristall mit NR[00 $\bar{1}$] führen. Der Vorteil davon wäre, dass dies zu einer konsistenten kritischen projizierten Scherspannung für Zwillingsbildung für beide Einkristalle führen könnte. Es ist allerdings kaum abzuschätzen, wie sich die projizierten Scherspannungen dadurch verändern und ob die projizierte Scherspannung in GR[$\bar{1}10$] noch höher ist als in GR[100].

Wie oben erwähnt, werden auch hier die weiteren Einflüsse, wie die Verfestigung auf Gleitsystemen und die Kristallrotation, nicht berücksichtigt. Wie die Kristallrotation die projizierte Scherspannung beeinflusst wird beispielweise an dem Zwillingsystem parallel zur Oberfläche in NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$] in Abbildung 12d gezeigt. Hierfür wurde die ursprüngliche Kristallorientierung um 55° um die Transversalrichtung rotiert, um eine Kristallorientierung nahe der in Abbildung 21 zu erhalten. Das aktive Zwillingsystem wurde als ($\bar{1}11$)[$\bar{1}1\bar{2}$] identifiziert. Die projizierten Scherspannungen der einzelnen Spannungskomponenten auf diesem Zwillingsystem sind in Abbildung 26 gegeben. Die einzige Spannungskomponente die auf diesem Zwillingsystem zu positiven projizierten Scherspannungen führt, ist τ_{GR-NR} . Das Maximum beträgt 111 MPa und liegt bei einer x-Position von -32 μm in einer Tiefe von 16 μm . Hier zeigen sich die Unterschiede zur ursprünglichen Kristallorientierung (vgl. Abbildung 24), in der die projizierte Scherspannung durch σ_{NR} dominiert wird, der Wert doppelt so hoch ist und das Maximum bei höheren x-Werten liegt.

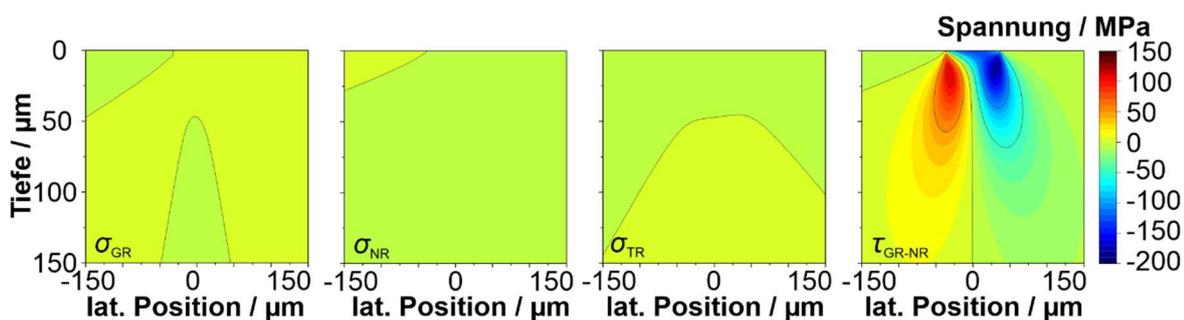


Abbildung 26 Spannungsverteilungskarten der projizierten Scherspannung der Spannungskomponenten σ_{NR} , σ_{GR} , σ_{TR} und τ_{GR-NR} für das Zwillingsystem ($\bar{1}11$)[$\bar{1}1\bar{2}$] und die ursprüngliche Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}10$], welche um 55° um TR rotiert wurde um die experimentell beobachtete Kristallrotation abzubilden.

Für die Aktivierung des Zwillingsystems horizontal zur Oberfläche könnte die berechnete projizierte Scherspannung ausreichen (vgl. Tabelle 1). Das Maximum der mit dem Spannungsfeld nach Hamilton berechneten projizierten Scherspannung befindet sich wie schon zuvor in einem größeren Abstand zur Oberfläche als die Zwillingskorngrenze in der STEM-Aufnahme (vgl. Abbildung 12c). Damit das Zwillingsystem parallel zur Oberfläche liegt, muss zuerst Kristallrotation stattfinden. Um dieser die benötigte Zeit zur Ausbildung zu geben, erscheint es realistisch, dass das Spannungsmaximum auf dem Zwillingsystem bei kleinen x -Werten liegt.

Zusammenfassend wurde gezeigt, dass es unterschiedliche Methoden gibt, um sich den zwillingsauslösenden Spannungskomponenten zu nähern. In diesem Kapitel wurden die Kristallrichtungen in Gleit- und Normalenrichtung, die MD-Simulation und die Berechnungen der projizierten Scherspannungen auf den Gleit- und Zwillingsystemen mittels des Spannungsfeldes nach Hamilton verwendet. Es wurde gezeigt, dass für ein Verständnis der zugrunde liegenden Mechanismen die Kombination dieser Methoden für das gegebene tribologische System mit niedrigem Reibkoeffizient notwendig ist. Um der Kombination aus mehreren Methoden zu entgehen, wäre es ratsam ein Spannungsfeldmodell, welches Plastizität berücksichtigt, zu entwickeln und anhand der gegebenen experimentellen Daten zu testen. Die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten hängen von der untersuchten Kristallorientierung ab. Den Hauptanteil an der projizierten Scherspannung auf dem Zwillingsystem in $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ hat σ_{NR} . Die anderen Spannungskomponenten bestimmen das Zwillingsystem, auf dem Zwillinge gebildet werden. Die Zwillinge werden wahrscheinlich unterhalb des Gegenkörpers im vorderen Bereich gebildet. Die zwillingsauslösenden Spannungskomponenten in $NR[0\bar{1}1]/GR[100]$ sind σ_{GR} und τ_{GR-N} . Diese Zwillinge werden vor dem Gegenkörper gebildet. Die größten Defizite aus den Berechnungen mit dem Spannungsfeld nach Hamilton sind die Tiefenwirkung wie auch der fehlende konsistente Wert für eine kritische Scherspannung für Zwillingsbildung. Dennoch war es für beide Einkristalle möglich die Gleitrichtungen und die beiden experimentell identifizierten Zwillingsysteme, trotz der Einschränkungen des Spannungsfeldes nach Hamilton, mit den Berechnungen der projizierten Scherspannung zu analysieren. Zudem wird durch diese Arbeit deutlich, dass das Spannungsfeld unter tribologischer Last nicht durch einzelne Spannungskomponenten vereinfacht werden kann.

5.3.2 Wie wirkt sich ein hoher Reibkoeffizient auf die Zwillingsbildung aus?

Der Vergleich der Mikrostrukturen nach tribologischen Experimenten bei niedrigem und hohem Reibkoeffizienten zeigt, dass bei einem hohen Reibkoeffizienten in mehr Kristallorientierungen Zwillinge gebildet wurden. Hier sind im Wesentlichen zwei Gründe denkbar: Zum einen zeigen die meisten Spannungskomponenten, die mit dem Spannungsfeld nach Hamilton berechnet werden höhere Werte mit $\mu = 1$ als mit $\mu = 0,2$ (vgl. Abbildung 16), womit auch höhere projizierte Scherspannungen auf den Zwillingsystemen einhergehen. Zum anderen zeigen die TKD-Untersuchungen in Abbildung 14 ausgeprägte Kristallrotation. Diese verändert die Lage der Zwillingsysteme im Probenkoordinatensystem, wodurch auf sie eine andere projizierte

Scherspannung wirkt als in den ursprünglichen Kristallorientierungen. In diesem Kapitel werden zuerst potentielle Normalspannungen für die Zwillingsbildung anhand der Standarddreiecke in Abbildung 15 diskutiert. Anschließend wird die Berechnung der projizierten Scherspannungen mittels des Spannungsfeldes nach Hamilton analysiert.

Die Kristallorientierung $NR[00\bar{1}]/GR[100]$ ist die einzige ohne Zwillingsbildung bei hohem Reibkoeffizient, sodass die Ergebnisse aus diesem Experiment im Folgenden als Ausschlusskriterium verwendet werden können. Wie in Abbildung 16b gezeigt, gibt es Druckspannungen parallel zu allen Probenkoordinatenachsen. Zugspannung hingegen tritt nur parallel zur Gleitrichtung auf. In den Standarddreiecken in Normalen- wie auch in Gleitrichtung in Abbildung 15a und b liegt die ursprüngliche, wie auch die Kristallrichtung nach der Kristallrotation parallel zur Normalen- bzw. Gleitrichtung von $NR[00\bar{1}]/GR[100]$ im $[001]$ - $[012]$ - $[113]$ -Sektor. In diesem Sektor entstehen Zwillinge durch Druckspannungen, weshalb ausgeschlossen wird, dass Druckspannungen parallel zur Gleit- oder Normalenrichtung alleine zur Zwillingsbildung führen können. Im Sektor $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ des Standarddreiecks in Gleitrichtung (s. Abbildung 15b) befinden sich entweder die ursprünglichen oder die Kristallrichtungen nach Kristallrotation. Das bedeutet, dass Zugspannungen parallel zur Gleitrichtung die Zwillingsbildung ausgelöst haben könnten oder zumindest einen Anteil an der zwillingsauslösenden Spannung haben. Im Standarddreieck der Transversalrichtung in Abbildung 15c, könnten aufgrund der Lagen der Kristallrichtungen nur Zugspannungen die Zwillinge auslösen. Diese sind laut Abbildung 16b aber vernachlässigbar gering.

Aufgrund dieser Betrachtung, werden Zugspannungen parallel zur Gleitrichtung als relevant für die Zwillingsbildung angenommen und im Folgenden der Einfluss der Kristallrotation diskutiert. Wird angenommen, dass ausschließlich Zugspannungen parallel zur Gleitrichtung zwillingsauslösend sind, kann daraus geschlossen werden, dass für die Kristallorientierung $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[100]$ die Kristallrotation für die Zwillingsbildung förderlich ist, während sie für $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$ hinderlich ist. In beiden Fällen liegt die Kristallrichtung parallel zur Gleitrichtung vor und nach der Kristallrotation im jeweils anderen Sektor des Standarddreiecks. Im Fall der Kristallorientierung $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[100]$ führt die ursprüngliche Kristallrichtung parallel zur Gleitrichtung unter Zugspannung nicht zur Zwillingsbildung, während dies nach der Kristallrotation der Fall ist. Für die Kristallorientierung $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[0\bar{1}1]$ ist es andersherum. Verstärkt wird diese Annahme dadurch, dass die Kristallrichtungen parallel zur Gleitrichtung der Kristallorientierungen $NR[00\bar{1}]/GR[\bar{1}10]$ und $NR[0\bar{1}\bar{1}]/GR[\bar{2}\bar{1}1]$ vor und nach der Kristallrotation im $[012]$ - $[011]$ - $[111]$ - $[113]$ -Sektor des Standarddreiecks liegen und die Zwillinge die größte Tiefenwirkung haben (vgl. Abbildung 14). Dies erscheint sinnvoll, da die Zwillingsbildung auf der zeitlichen Skala in diesen Kristallorientierungen früh stattfinden kann und die Zwillinge daher während des gesamten Übergleitvorganges wachsen können. Im Gegensatz dazu setzt die Zwillingsbildung bei den Kristallorientierungen mit Sektorenwechsel entweder erst bei einer gewissen Kristallrotation ein oder mit fortschreitender Kristallrotation sinken die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingen, weshalb diese nicht weiterwachsen können. Des Weiteren resultiert aus der gemessenen Kristallrotation, dass eine gewisse Versetzungsdichte in den Kristallen und damit verbunden eine gewisse

Gitterverzerrung vorhanden sein muss. Deren Einfluss auf Zwillingsbildung und -wachstum kann jedoch nicht abgeschätzt werden.

Um die reine Scherkomponente τ_{GR-NR} zu betrachten kann Tabelle 7 herangezogen werden, in der die maximalen Schmidfaktoren auf den Zwillingsystemen für die unterschiedlichen Kristallorientierungen angegeben sind. Diese Werte bilden die experimentellen Beobachtungen mit hohem Reibkoeffizienten mit der initialen Kristallorientierung ab, da in NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] keine Zwillingsbildung auftritt und der Schmid-Faktor am niedrigsten ist.

Diese Betrachtungen sind ein starkes Indiz dafür, dass die Zugkomponente von σ_{GR} und/oder τ_{GR-N} die Zwillingsbildung auslösen.

Auch für die Versuche mit hohem Reibkoeffizient wurden die projizierten Scherspannungen mit dem Spannungsfeld nach Hamilton berechnet. Hier werden stärkere Abweichungen erwartet, da das Spannungsfeld Plastizität und die Interaktion der beiden Reibpartner nicht berücksichtigt. Die berechneten projizierten Scherspannungen sind in Abbildung 17c und d in Abhängigkeit vom Rotationswinkel der Gleitrichtung um die jeweiligen Normalrichtungen gegeben. Bei der Betrachtung der projizierten Scherspannungswerte fällt auf, dass die Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[100], welche experimentell keine Zwillinge aufweist, mit 445 MPa den niedrigsten Scherspannungswert von allen experimentell untersuchten Kristallorientierungen besitzt. Das bedeutet, dass das Spannungsfeld nach Hamilton trotz der beschriebenen Diskrepanzen zur Realität, die Kristallorientierungen, in denen Zwillinge gebildet werden, richtig wiedergibt. Es muss allerdings angemerkt werden, dass die höchste projizierte Scherspannung in NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] die in der Literatur kritische projizierte Scherspannung für Zwillingsbildung von 110 bis 378 MPa (vgl. Tabelle 1) bereits überschreitet. Diese Abweichung kann mit einer überschätzten Spannung aufgrund des linear-elastischen Materialverhaltens im Spannungsfeldmodell nach Hamilton erklärt werden.

In Abbildung 27 wird die höchste projizierte Scherspannung der Kristallorientierungen, in welchen Zwillingsbildung stattfindet, über die Gesamtdeformationsschichtdicke aufgetragen. Die projizierte Scherspannungen scheinen mit den Deformationsschichtdicken zu korrelieren. Um diese Abhängigkeit in erster Näherung zu quantifizieren wird eine Ausgleichsgerade durch die Datenpunkte gelegt. Der Schnittpunkt dieser Gerade mit der y-Achse liegt bei 483 MPa. Dieser Wert kann als ein semi-empirischer Schwellwert bzw. als kritische Scherspannung der Zwillingsbildung für das gegebene tribologische System angesehen werden. Die projizierte Scherspannung auf den Zwillingsystemen der Kristallorientierung NR[00 $\bar{1}$]/GR[100], in der keine Zwillinge beobachtet werden, liegt mit 445 MPa darunter, was im Einklang mit der Näherung ist. Bei einer Übertragung dieser Erkenntnis auf alle anderen Gleitrichtungen in Abbildung 17c und d ergibt sich, dass mit einem hohen Reibkoeffizienten auf dem Einkristall mit NR[0 $\bar{1}$ $\bar{1}$] in alle Gleitrichtungen Zwillingsbildung auftritt, während auf dem Einkristall mit NR[00 $\bar{1}$] ein Drittel der möglichen Gleitrichtungen keine Deformationszwillinge aufweist. Hier benötigt es weitere Experimente zur Falsifizierung der aufgestellten Theorie.

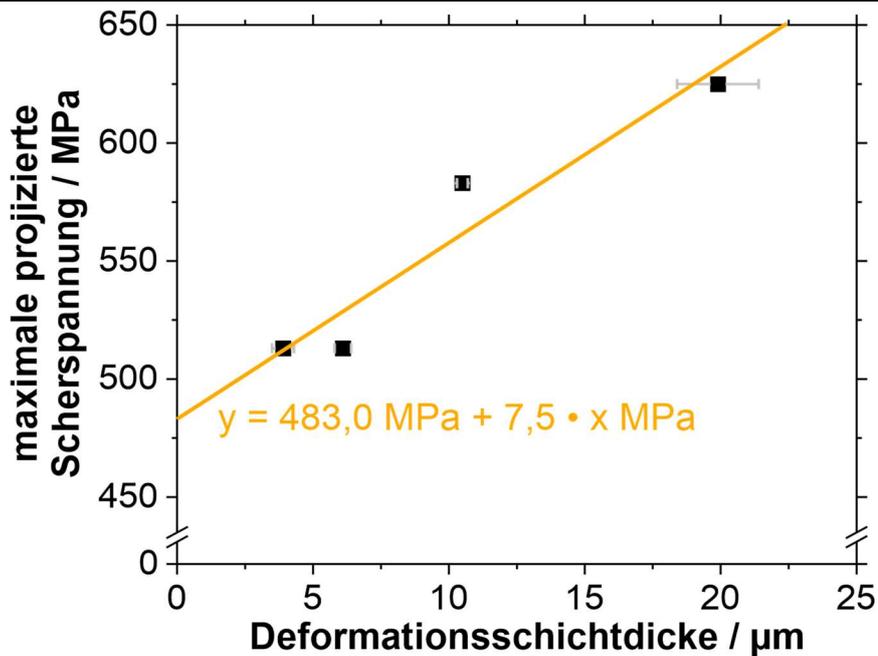


Abbildung 27 Korrelation der gemessenen Deformationsschichtdicken der verschiedenen Kristallorientierungen mit der maximalen projizierten Scherspannung der jeweiligen Kristallorientierung. Zudem ist eine Ausgleichsgerade durch die vorhandenen Datenpunkte gegeben.

Bisher wurden in der Diskussion zwei wesentliche Aspekte bei der Analyse der projizierten Scherspannung mit hohem Reibkoeffizienten nicht betrachtet: Zum einen, ob das Zwillingssystem mit der höchsten projizierten Scherspannung auch das experimentell identifizierte Zwillingssystem ist und wie die Kristallrotation die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingssystemen verändert.

Um die experimentelle Zwillingsebene aus Abbildung 22c und die Zwillingssysteme mit der höchsten projizierten Scherspannung vor und nach der Kristallrotation aus Abbildung 18 vergleichen zu können, wurden diese abhängig von der Kristallorientierung in Tabelle 11 zusammengefasst.

Für die Kristallorientierungen $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ und $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$ ergibt sich ein konsistentes Bild. Das Zwillingssystem mit der höchsten projizierten Scherspannung ist vor und nach der Kristallrotation dasselbe und stimmt mit der experimentell identifizierten Zwillingsebene überein. Die Kristallrotation führt hier lediglich zu einer Abnahme der projizierten Scherspannung auf dem analysierten Zwillingssystem in $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ bzw. zu einer Zunahme in $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$.

Tabelle 11 Vergleich der experimentell bestimmten Zwillingsebene aus der Polfigur in Abbildung 22c mit den Zwillingssystemen mit der höchsten berechneten projizierten Scherspannung für die ursprüngliche wie auch rotierte Kristallorientierung aus Abbildung 18.

	Zwillingsebene	ursprünglich	rotiert
NR[00 $\bar{1}$]GR//[$\bar{1}$ 10]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$]	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$]
NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[100]	(111)	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$]
NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[0 $\bar{1}\bar{1}$]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$] (11 $\bar{1}$)[112]	(11 $\bar{1}$)[112]
NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[2 $\bar{1}\bar{1}$]	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[211]

Für NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[0 $\bar{1}\bar{1}$] zeigt die Berechnung der projizierten Scherspannung mit der ursprünglichen Kristallorientierung den gleichen Wert auf vier Zwillingssystemen. Eines dieser vier Zwillingssysteme beinhaltet die experimentell identifizierte Zwillingsebene. Durch die Rotation des Kristalls sinken die projizierten Scherspannung auf drei der vier Zwillingssysteme ab (vgl. Abbildung 18d). Das Zwillingssystem auf welchem die projizierten Scherspannung zunimmt ist (11 $\bar{1}$)[112]. Die Ebene dieses Zwillingssystems entspricht der experimentell identifizierten Zwillingsebene. Somit führt die Kristallrotation zu einer Selektion des Zwillingssystems.

Für die Kristallorientierung NR[0 $\bar{1}\bar{1}$]//GR[$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$] stimmt die experimentell identifizierte Zwillingsebene weder mit dem Zwillingssystem mit der höchsten projizierten Scherspannung vor noch nach der Kristallrotation überein. Aus diesem Grund wird der Verlauf der projizierten Scherspannung bei einer Rotation um TR betrachtet. Dieser ist in Abbildung 28 dargestellt. Der maximale Rotationswinkel ϑ ist dabei 40°, wie auch für die Berechnungen des rotierten Kristalls. Über einen weiten Rotationsbereich hat das Zwillingssystem (11 $\bar{1}$)[112] die höchste projizierte Scherspannung. Dieses Zwillingssystem stimmt mit der experimentell bestimmten Zwillingsebene überein. Dass das Zwillingssystem (11 $\bar{1}$)[112] bei den Berechnungen mit ursprünglicher und rotierter Matrix nicht die höchste projizierte Scherspannung besitzt, kann an der geringen Abweichung zwischen der vereinfachten Rotation um die Transversalrichtung und der realen Kristallrotation (Euler-Winkel aus TKD-Daten) liegen (vgl. Anhang). Zudem muss nicht gegeben sein, dass die ursprüngliche und die finale Kristallorientierung zur Analyse des aktivierten Zwillingssystems ausreichend ist. Es wird vermutet, dass je ausgeprägter die Kristallrotation ist, desto eher die Entwicklung der Kristallrotation entscheidend ist, um die projizierten Scherspannungen auf potentiellen Gleit- und Zwillingssystemen zu berechnen.

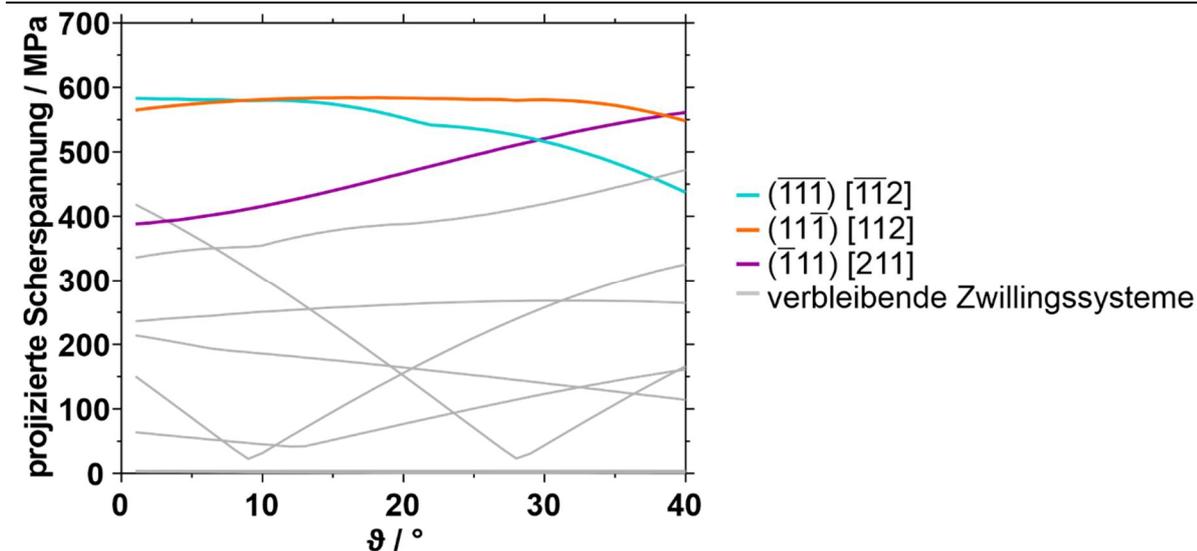


Abbildung 28 Berechnung der projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen mit dem Spannungsfeld nach Hamilton mit $\mu=1$ und den elastischen Konstanten von Saphir. 0° entspricht der Kristallorientierung $NR[0\bar{1}1]//GR[\bar{2}11]$. ϑ beschreibt den Rotationswinkel um TR.

Die Spannungsverteilung auf den Zwillingsystemen mit der experimentell identifizierten Zwillingsene und dem Burgers-Vektor mit der höchsten projizierten Scherspannung ist in Abbildung 29 gegeben. Die Spannungsverteilung ist jeweils für die ursprüngliche und die rotierte Matrix gezeigt. Die Werte und Positionen der Maxima sind in Tabelle 12 zusammengefasst. Zudem wird gezeigt welche Beiträge an den Maxima durch die einzelnen Spannungskomponenten hervorgerufen werden. Hier ist zuerst die Tiefe der Scherspannungsmaxima auffällig. Bei allen betrachteten Zwillingsystemen liegen diese direkt an der Oberfläche ($0\ \mu\text{m}$). Bei Betrachtung der Dehnungsverläufe, welche laut Literatur eine zunehmende Dehnung mit abnehmender Distanz zur Oberfläche haben, erscheint das Spannungsmaxima an der Oberfläche plausibler als in einer Tiefe von mehreren Mikrometern wie es für den niedrigen Reibkoeffizienten der Fall ist. Allgemein stimmt die Tiefenwirkung bei hohem Reibkoeffizienten besser mit den experimentellen Befunden überein als mit niedrigem. Dies könnte der Grund sein, warum das Spannungsfeld nach Hamilton die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen mit hohem Reibkoeffizienten besser abbilden kann als mit niedrigem. Bezüglich der lateralen Position verschiebt die Kristallrotation das Scherspannungsmaximum zu kleineren Werten. Wird sich das Spannungsfeld wieder in Bewegung vorgestellt und nicht statisch, bedeutet dies, dass ein Materialvolumen länger mit der maximalen Scherspannung auf dem Zwillingsystem belastet wird. Dieses Verhalten wird als vorteilhaft für die Bildung und das Wachstum von Zwillingen eingeschätzt.

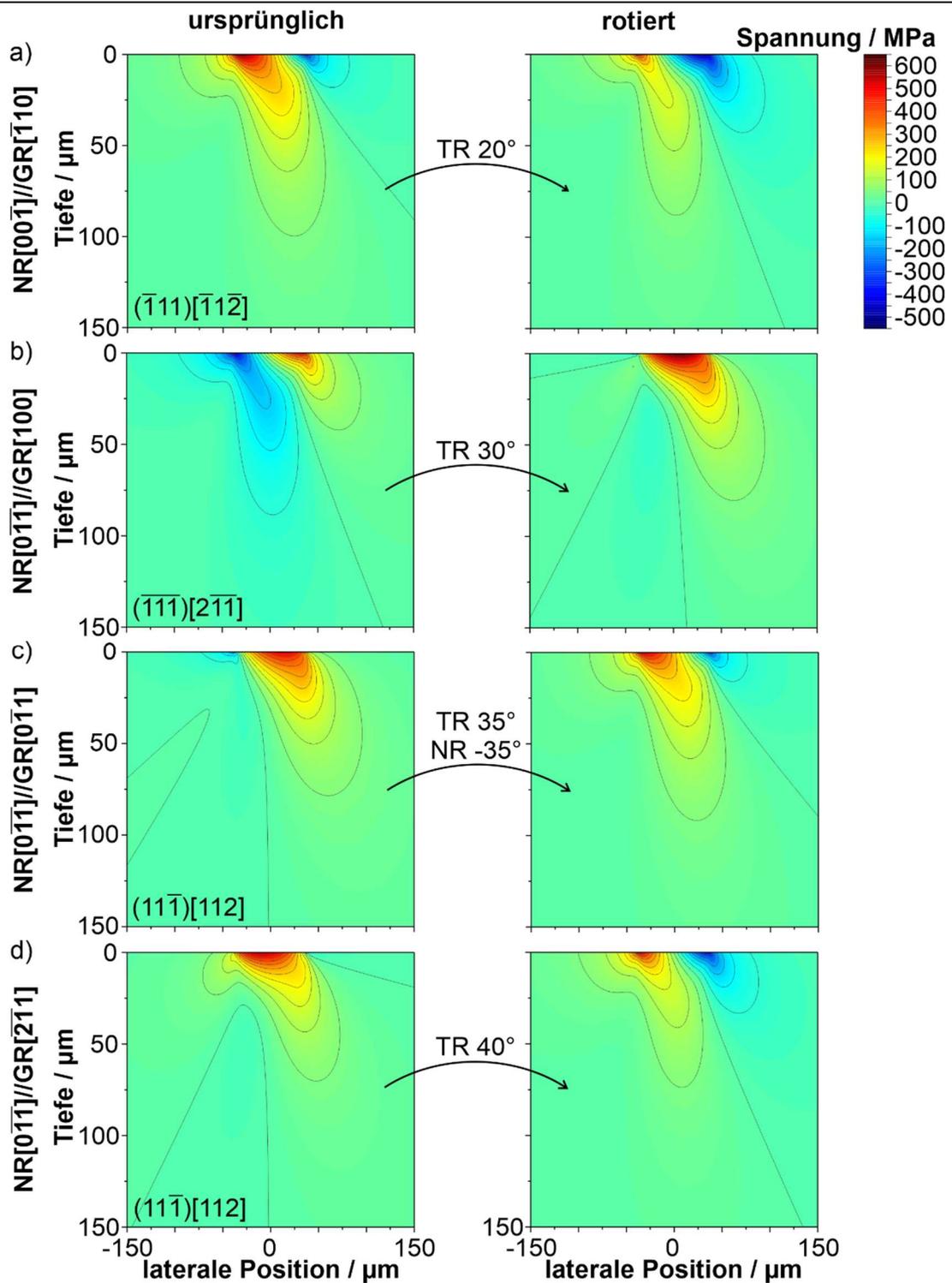


Abbildung 29 Spannungsverteilungskarten der projizierten Scherspannungen auf dem identifizierten Zwillingsystem der jeweiligen Kristallorientierung mit der ursprünglichen und der rotierten Kristallorientierungen. a) für $\text{NR}[00\bar{1}]/\text{GR}[\bar{1}10]$ und $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$, b) $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[100]$ und $(\bar{1}11)[2\bar{1}\bar{1}]$, c) $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[0\bar{1}1]$ und $(11\bar{1})[112]$ sowie d) $\text{NR}[0\bar{1}\bar{1}]/\text{GR}[2\bar{1}\bar{1}]$ und $(11\bar{1})[112]$.

Tabelle 12 Betrachtung der Maxima der projizierten Scherspannung der identifizierten Zwillingsysteme der jeweiligen Kristallorientierungen mit der ursprünglichen (ursprl.) und der rotierten Kristallorientierung. Gegeben sind die laterale Position, die Tiefe, der Wert der maximalen projizierten Scherspannung und die Beiträge der Spannungskomponenten σ_{NR} , σ_{GR} , σ_{TR} und τ_{GR-NR} zu den Maxima.

	NR[00 $\bar{1}$] GR[$\bar{1}$ 10]		NR[0 $\bar{1}$ 1] GR[100]		NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] GR[0 $\bar{1}$ 1]		NR[0 $\bar{1}$ 1] GR[$\bar{2}$ 11]	
	$(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$		$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[2\bar{1}\bar{1}]$		$(1\bar{1}\bar{1})[112]$		$(1\bar{1}\bar{1})[112]$	
	ursprl.	rotiert	ursprl.	rotiert	ursprl.	rotiert	ursprl.	rotiert
Lat. Pos / μm	-34	-38	36	6	14	-34	-10	-36
Tiefe / μm	0	0	0	0	0	0	0	0
σ_{Gesamt} / MPa	625	525	514	647	513	541	562	547
σ_{NR} / MPa	138	0	-97	-60	0	120	0	69
σ_{GR} / MPa	389	525	542	61	206	334	-30	477
σ_{TR} / MPa	0	0	0	0	-130	0	69	4
τ_{GR-NR} / MPa	98	0	69	646	437	87	523	-3

Bezüglich der zwillingsauslösenden Spannungskomponenten dominieren laut Tabelle 12 σ_{GR} und τ_{GR} . Welche der beiden Komponenten letztlich zwillingsauslösend ist, hängt von der Kristallorientierung ab. Die Relevanz von σ_{GR} konnte schon am Anfang des Kapitels anhand der Betrachtung der Standarddreiecke festgestellt werden und die von τ_{GR-NR} bei der Betrachtung der Schmid-Faktoren. τ_{GR} wurde auch von Bowden und Tabor [192] bei adhäsiven Kontakten, wie dem vorliegenden, als dominierend eingeschätzt. Dies kann mit der vorliegenden Analyse teilweise bestätigt werden. Für die ursprüngliche Kornorientierung wird eine kritische projizierte Scherspannung von 483 MPa für Zwillingsbildung im gegebenen tribologischen System abgeschätzt. Dieser Wert verliert auch nach der Kristallrotation nicht seine Gültigkeit, da die projizierten Scherspannungen auf den Zwillingsystemen in NR[00 $\bar{1}$]/GR[100] kleinere Werte besitzen (vgl. Abbildung 18a) und die Werte in Tabelle 12 höher sind.

Die Berechnungen der projizierten Scherspannung mit dem Spannungsfeld nach Hamilton spiegeln die experimentellen Befunde mit hohem Reibkoeffizienten sehr gut wider. Dies war unerwartet, da das Spannungsfeld nach Hamilton linear-elastisches Materialverhalten annimmt und die Experimente eine stark plastisch deformierte Schicht aufweisen. Es wird davon ausgegangen, dass die experimentellen Ergebnisse besser wiedergegeben werden, je besser das Spannungsfeldmodell die Tiefenwirkung abbilden kann. Es kann sogar ein semi-empirischer Schwellwert für die kritische Scherspannung für Zwillingsbildung von 483 MPa für das gegebene tribologische System abgeleitet werden. Es wurde allerdings auch gezeigt, dass die Kristallrotation einen Einfluss auf das aktivierte Zwillingsystem hat. Da Kristallrotation sich nicht mittels eines Spannungsfeldmodells, sondern nur mittels geeigneter Simulation abbilden lässt, muss die Kristallrotation den experimentellen Daten entnommen werden.

6 Zusammenfassung & Ausblick

Um die mikrostrukturelle Entwicklung unter tribologischer Last zu verstehen und zukünftig auch vorhersagen zu können, wird ein geeignetes Spannungsfeldmodell benötigt. Bisher wurden zur Aufklärung der mikrostrukturellen Entwicklung einzelne Spannungskomponenten (σ_{NR} , σ_{GR} und τ_{GR-N}) betrachtet. Das einzige existierende Spannungsfeldmodell ist das nach Hamilton, dessen Gültigkeitsbereich unklar ist. Zur Validierung, ob die Betrachtung einzelner Spannungskomponenten oder das linear-elastische Spannungsfeldmodell nach Hamilton ausreichend ist, werden geeignete experimentelle Daten benötigt. Dafür wurden hier tribologische Experimente bei konstanter Normalkraft auf einkristallinem CoCrFeMnNi in unterschiedlichen Kristallorientierungen durchgeführt. Zudem wurden verschiedene Gegenkörper verwendet, um die Reibkraft zu variieren und somit den Einfluss des Reibkoeffizienten auf das Spannungsfeld untersuchen zu können. In Abhängigkeit der Kristallorientierung und des Reibkoeffizienten bilden sich unter tribologischer Last Deformationszwillinge. Die resultierende Mikrostruktur wurde mittels STEM- und HR-TEM-Aufnahmen sowie TKD-Untersuchungen analysiert.

Durch die kristallographische Beziehung zwischen Zwilling und Matrix kann die Zwillingsebene identifiziert werden. Im Gegensatz zu Versetzungen, kann sich diese aufgrund der unidirektionalen Dehnungsfreisetzung von Deformationszwillingen nicht ändern. Dies ermöglicht die Überprüfung der Gültigkeit eines Spannungsfeldmodells, da das Spannungsfeld zu den höchsten projizierten Scherspannungen auf den im Experiment identifizierten Zwillingssystemen führen muss.

Dieses Vorgehen wurde in der vorliegenden Arbeit exemplarisch für das linear-elastische Spannungsfeld nach Hamilton angewendet. Dieses überlagert das Hertz'sche Spannungsfeld mit einer Scherkomponente in Gleitrichtung, welche proportional zum gemessenen Reibkoeffizienten ist.

Diese Analyse, kombiniert mit MD-Simulationen, wurde zudem genutzt, um die auslösenden Spannungskomponenten für Zwillingsbildung zu identifizieren.

Aus dieser Arbeit werden folgende Schlüsse gezogen:

- **Reibung:** Der Reibkoeffizient kann durch Variation des Gegenkörpermaterials beeinflusst werden. Der höhere Reibkoeffizient bei der Materialpaarung Saphir/CoCrFeMnNi wird auf Adhäsion zurückgeführt.
- **Versetzungsbasierte Plastizität:** In allen tribologischen Experimenten wurde versetzungsbasierte Plastizität in Form von Kristallrotation oder Versetzungsakkumulation zu Korngrenzen festgestellt. Dabei ist die Deformationsschichttiefe mit hohem Reibkoeffizient höher als mit niedrigem. Zudem führt ein höherer Reibkoeffizient zu stärkerer Kornfeinung.

- **Zwillinge:** Die Zwillingsbildung ist abhängig von der Kristallorientierung und dem Reibkoeffizienten. Mit höherem Reibkoeffizienten wurden in mehr Kristallorientierungen Zwillinge festgestellt. Die Zwillingsebenen sind alle in Gleitrichtung geneigt. Zudem sind die meisten Zwillingsebenen senkrecht zur GR-NR-Ebene.
- **Zwillingsauslösende Spannungskomponente(n) bei niedrigem Reibkoeffizienten:** Die zwillingsauslösende Spannungskomponente bei niedrigem Reibkoeffizienten ist abhängig von der Kristallorientierung. Mit NR[00 $\bar{1}$] hat die Druckspannung parallel zur Normalenrichtung den größten Beitrag an der projizierten Scherspannung. Mit NR[0 $\bar{1}\bar{1}$] hingegen führen die Druckspannung parallel zur Gleitrichtung und Scherung in Gleitrichtung auf der Normalenebene zur Zwillingsbildung. Es war mit dem Spannungsfeld nach Hamilton nicht möglich, eine kritische Scherspannung für Zwillingsbildung zu ermitteln. Allerdings konnte mittels MD-Simulationen der Bildungsort der Zwillinge bestimmt werden. Abhängig von der zwillingsauslösenden Spannungskomponente ist dieser entweder vor oder unter dem Gegenkörper.
- **Zwillingsauslösende Spannungskomponenten bei hohem Reibkoeffizienten:** Die zwillingsauslösende Spannungskomponenten bei hohem Reibkoeffizienten sind die Normalspannung parallel zur Gleitrichtung und die Scherspannung in Gleitrichtung auf der Normalenebene. Es konnte eine semi-empirische kritische Scherspannung für Zwillingsbildung für das gegebene tribologische System von 483 MPa bestimmt werden.
- **Spannungsfeld nach Hamilton:** Diese Arbeit zeigt mit Hilfe des Spannungsfeldes nach Hamilton sehr deutlich, dass es nicht genügt einzelne Spannungskomponenten des Spannungstensors für die Vorhersage der mikrostrukturellen Entwicklung zu verwenden. Es benötigt eindeutig ein mehrachsiges, orts aufgelöstes Spannungsfeld. Wie die vorherigen Aufzählungspunkte zeigen, besitzt das Spannungsfeld nach Hamilton Limitationen. Bei niedrigen Reibkoeffizienten war es nur in Kombination mit MD-Simulationen möglich, die experimentellen Ergebnisse abzubilden. Es war nicht möglich, eine kritische projizierte Scherspannung für Zwillingsbildung zu ermitteln. Bei hohem Reibkoeffizienten war dies möglich, allerdings überschätzt die berechnete kritische Scherspannung für Zwillingsbildung die Literaturwerte. Ein offensichtlicher Grund für diese Überschätzung ist das linear-elastische Materialmodell. Es wird für beide Reibkoeffizienten angenommen, dass ein plastisches Materialmodell den Limitationen Abhilfe schaffen kann. Zum einen wäre dadurch die kritische Scherspannung für Zwillinge mit hohem Reibkoeffizienten niedriger. Zum anderen wird bei niedrigen Reibkoeffizienten vermutet, dass die Scherspannungen auf den Zwillingsystem aufgrund der Ortsabhängigkeit unterschiedlich stark abgebaut werden und dadurch ein konsistentes Bild erlangt werden kann. Die Ergebnisse mit hohem Reibkoeffizient zeigen zusätzlich den Einfluss der Kristallrotation. Diese wird von keinem Spannungsfeldmodell intrinsisch abgebildet, weshalb ein Modell für die Kristallrotation entwickelt werden muss, um nicht auf experimentelle Daten angewiesen zu sein.

Diese Erkenntnisse zeigen die Notwendigkeit für ein tieferes Verständnis über die Kristallrotation, da diese die Lage der Gleit- wie auch Zwillingsysteme verändert, und für ein Spannungsfeldmodell, welches Plastizität berücksichtigt. Bezüglich der Untersuchung der Kristallrotation wird eine Kombination aus Experimenten und Simulationen vorgeschlagen. Hier wäre es denkbar zwei Kristallorientierungen zu wählen – eine, die bevorzugt um die Transversalrichtung rotiert und eine mit einer anderen Rotationsachse. Experimentell wäre es sinnvoll das Spannungsfeld zu variieren. Möglichkeiten ergeben sich hier mit einem rollenden Kontakt, einer Lastrampe oder durch Schmierung anstelle eines trockenen, gleitenden Kontakts mit konstanter Normalkraft. Hier stellt sich die Frage, ob sich durch die Variation des Spannungsfeldes die Rotationsachse ändert. Falls sich die Rotationsachse ändert, kann analysiert werden, welche Spannungskomponente die Kristallrotation wie beeinflusst und die Änderung der Rotationsachse idealerweise auf unterschiedlich stark ausgeprägte Versetzungsbewegung auf den Gleitsystemen zurückgeführt werden. Falls sich die Rotationsachse nicht ändert, würde das bedeuten, dass sie alleinig von der Kristallorientierung und den Randbedingungen der tribologischen Last abhängt. Simuliert werden könnte die Kristallrotation mittels MD-Simulation, DDD-Simulation oder CP-FEM. Welche dieser Methoden angewendet wird, bedarf einer Abwägung, ob die zugrunde liegenden Mechanismen möglichst genau abgebildet werden sollen oder die Systemgrößen realistisch sein sollen.

Für ein Spannungsfeldmodell bieten sich Simulationen mittels FEM an. Hier kann das verwendete tribologische System maßstabsgetreu abgebildet werden und dem Grundkörper können unterschiedliche Materialmodelle zugewiesen werden. Das Spannungsfeld kann anschließend exportiert werden und die projizierten Scherspannungen können - wie in dieser Arbeit für das Spannungsfeld nach Hamilton - berechnet werden.

Um die Auswertung nicht nur auf eine $\{111\}$ -Ebene zu limitieren, könnte ein Material mit einer niedrigeren Stapelfehlerenergie gewählt werden, um Zwillinge auf mehreren Systemen zu bilden. Dieses Experiment wurde exemplarisch an polykristallinem CoCrNi durchgeführt und die resultierende Mikrostruktur ist in Abbildung 30 gezeigt. Näheres zu diesem Experiment ist in der Veröffentlichung [134] beschrieben, welche auch im Zuge dieses Promotionsvorhabens entstanden ist. Aufgrund der Verschiebungen an den Zwillingsintersektionen kann hier auf die zeitliche Abfolge der Zwillingsystemaktivierung zurückgeschlossen werden. Die Berechnung der projizierten Scherspannungen mit einem adäquaten Spannungsfeld muss eine Korrelation der Position der Scherspannungsmaxima zu der zeitlichen Abfolge der Zwillingsbildung besitzen.

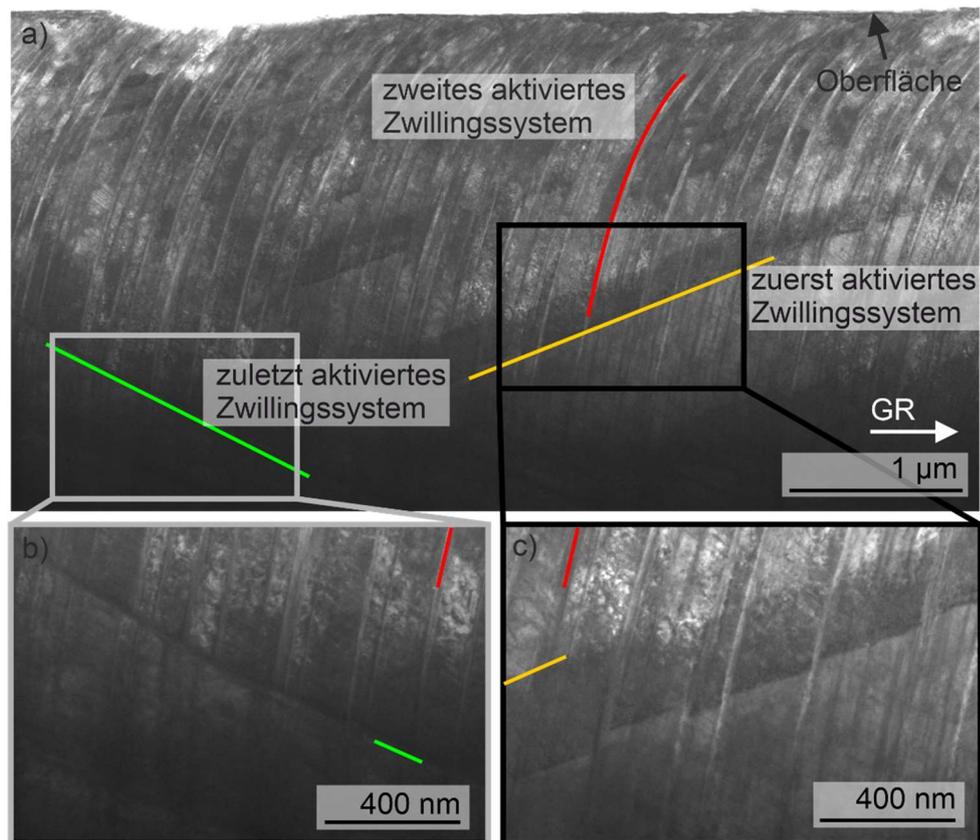


Abbildung 30 STEM-Bilder der Deformationsschicht mit drei aktivierten Zwillingssystemen in CoCrNi nach einfacher Übergleitung mit SiC-Kugel als Gegenkörper. a) Übersicht und b) und c) Detailaufnahmen der Zwillingssintersektionen. Bilder nach [134].

Zukünftig muss ein Spannungsfeld entwickelt werden, welches die projizierten Scherspannungen ohne den Umweg über die MD-Simulation und mit realistischen Werten abbilden kann, um tribologische Kontakte besser zu verstehen und langlebiger auslegen zu können. Zur Validierung dieser Spannungsfeldmodelle können die in dieser Arbeit verwendete Methode und die experimentellen Daten verwendet werden.



7 Appendix

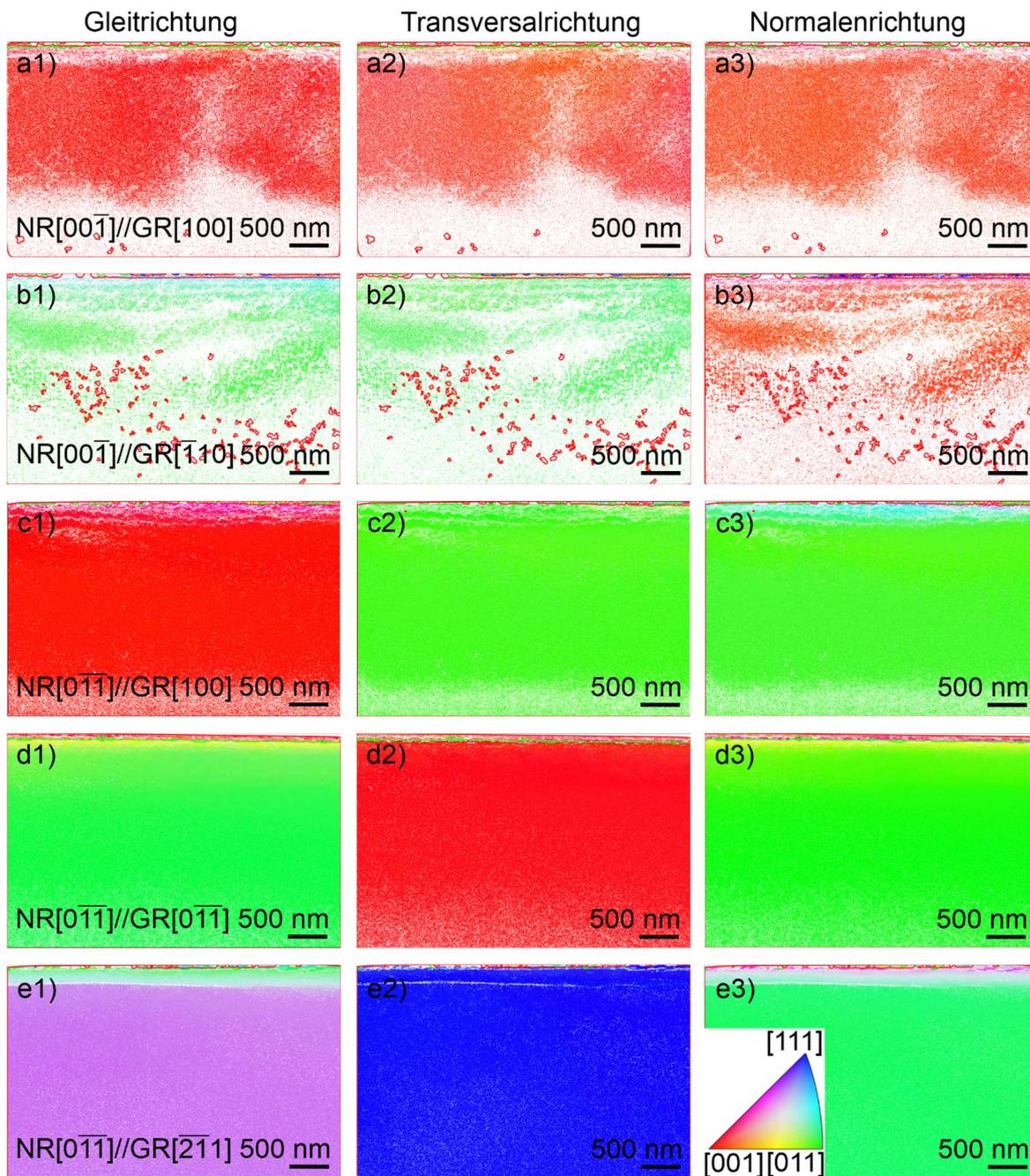


Abbildung S 1 TKD-Untersuchungen farbkodiert in Spalte 1 in Gleitrichtung, in Spalte 2 in Transversalrichtung und in Spalte 3 in Normalenrichtung der Experimente mit niedrigem Reibkoeffizienten. a) NR[00 $\bar{1}$]/GR[100], b) NR[00 $\bar{1}$]/GR[$\bar{1}$ 10], c) NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[100], d) NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[0 $\bar{1}$ 1] und e) NR[0 $\bar{1}$ 1]/GR[$\bar{2}$ 11] gegeben. Kleinwinkelkorngrenzen (3-15°) sind grün markiert, Großwinkelkorngrenzen (> 15°) rot und Zwillingskorngrenzen blau. Die Gleitrichtung ist von links nach rechts.

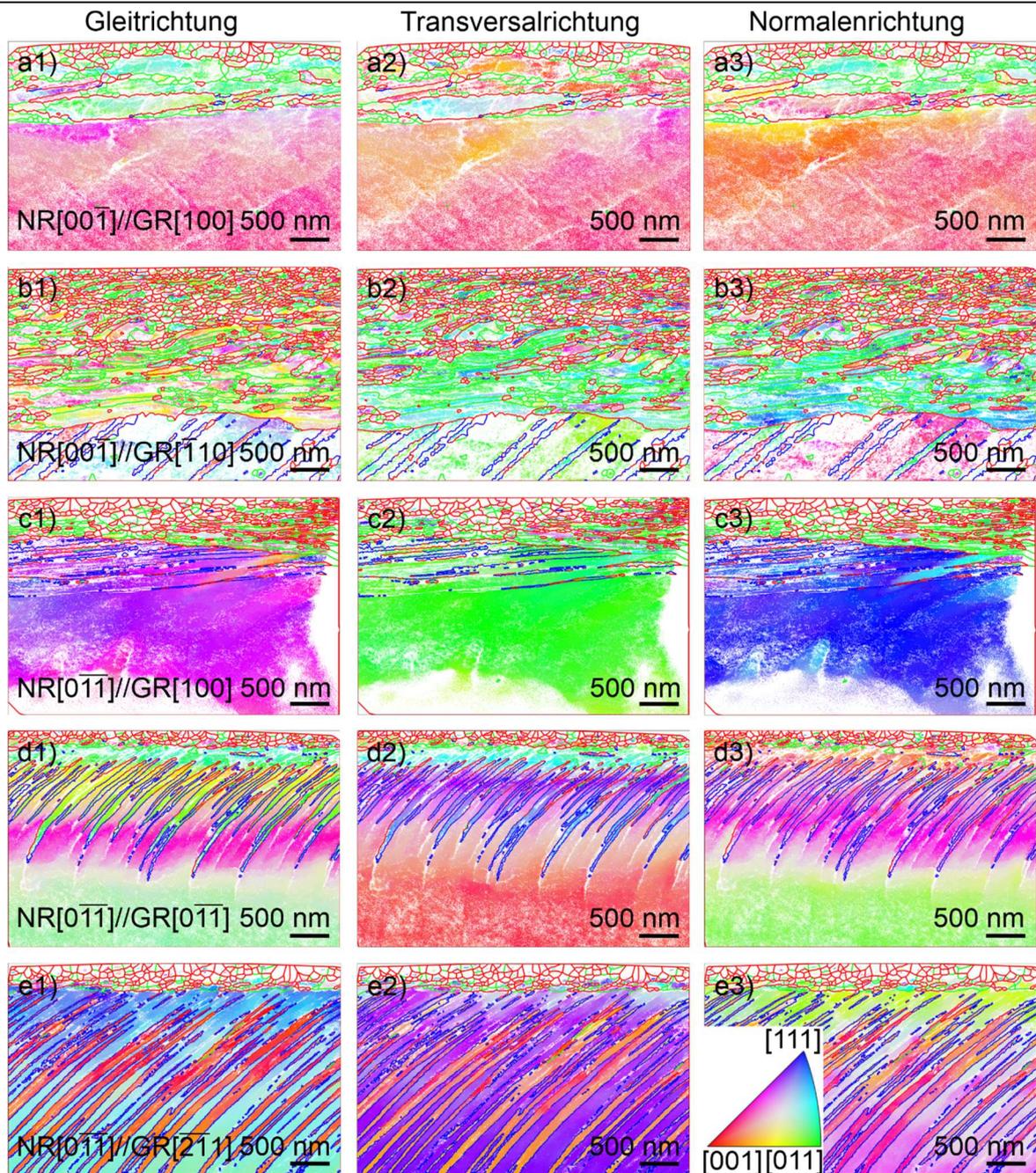


Abbildung S 2 TKD-Untersuchungen farbkodiert in Spalte 1 in Gleitrichtung, in Spalte 2 in Transversalrichtung und in Spalte 3 in Normalenrichtung der Experimente mit hohem Reibkoeffizienten. a) NR[001]//GR[100], b) NR[001]//GR[110], c) NR[011]//GR[100], d) NR[011]//GR[011] und e) NR[011]//GR[211] gegeben. Kleinwinkelkorngrenzen ($3-15^\circ$) sind grün markiert, Großwinkelkorngrenzen ($> 15^\circ$) rot und Zwillingskorngrenzen blau. Die Gleitrichtung ist von links nach rechts.

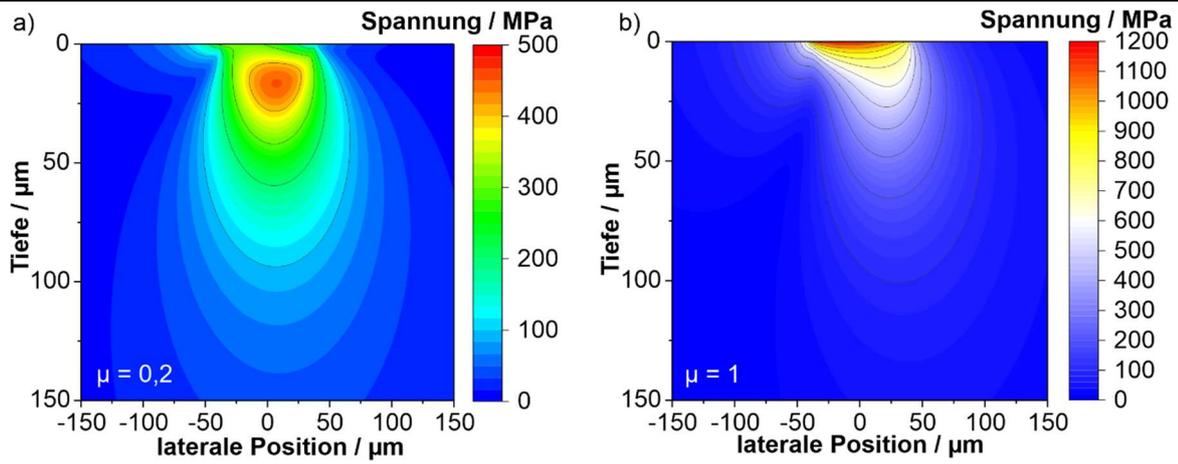


Abbildung S 3 Spannungsverteilungskarten der von Mises-Vergleichsspannung mit
a) $\mu = 0,2$ und b) $\mu = 1$.

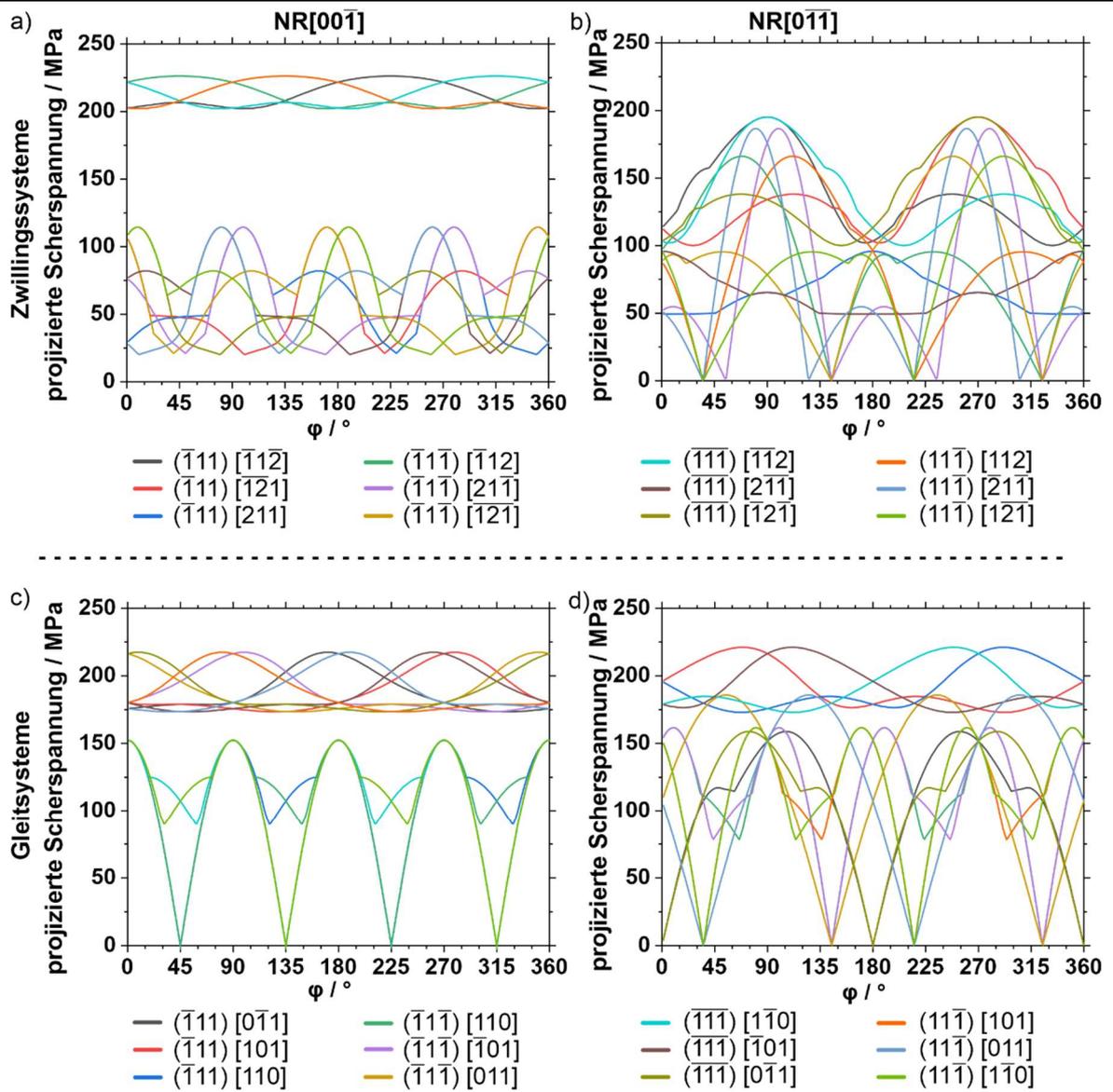


Abbildung S 4 Projizierte Scherspannungen mit niedrigem Reibkoeffizienten (SiC-Kugel) auf den Zwillingsystemen a) mit NR[001] und b) mit NR [011]; auf den Gleitsystemen c) mit NR[001] und d) mit NR [011].

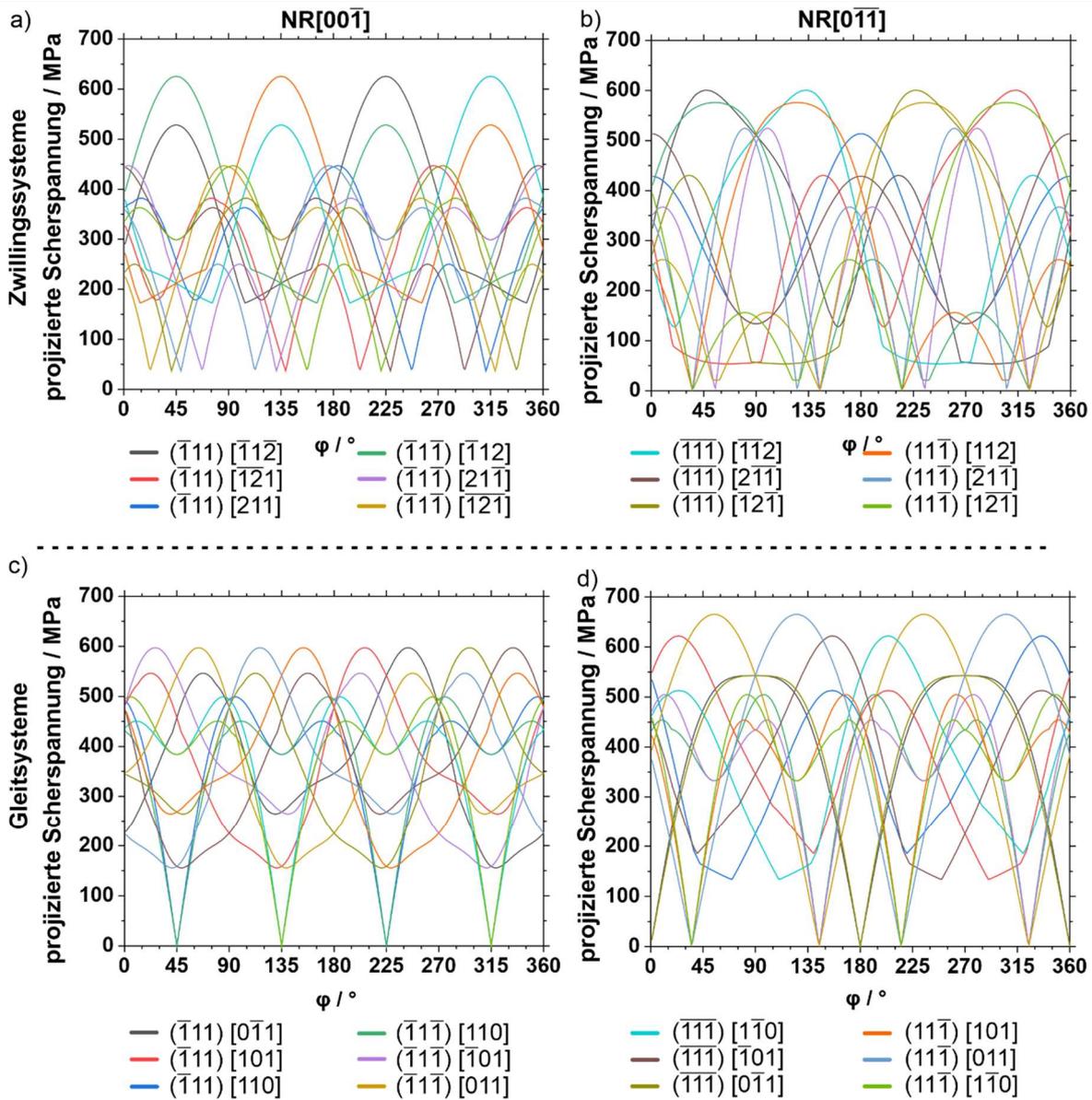


Abbildung S 5 Projizierte Scherspannungen mit hohem Reibkoeffizienten auf den Zwillingsystemen a) mit NR[001] und b) mit NR [011]; auf den Gleitsystemen c) mit NR[001] und d) mit NR [011].

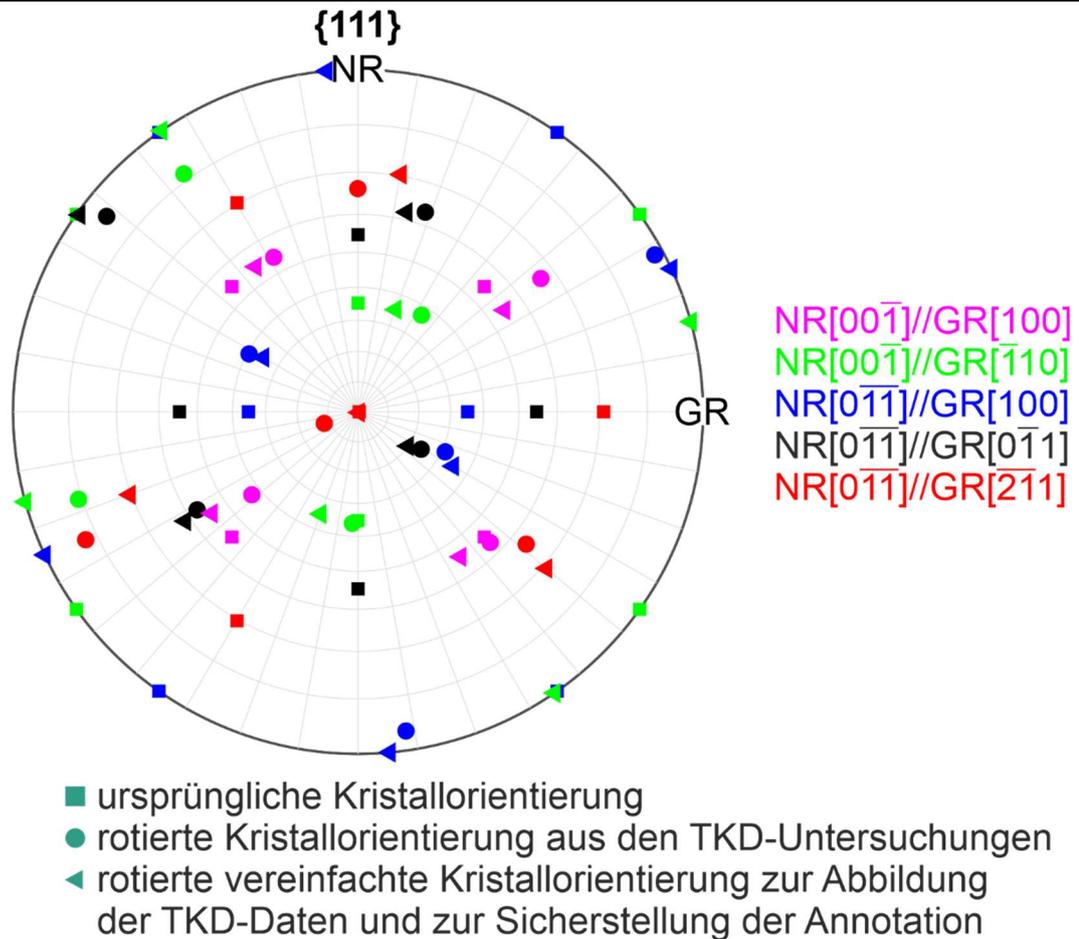


Abbildung S 6 Vergleich der ursprünglichen Kristallorientierungen, der rotierten Kristallorientierung aus den TKD-Untersuchungen aus Abbildung 14 und der Kristallorientierung nach vereinfachter Kristallrotation. Die vereinfachten rotierten Kristallorientierungen wurden durch Rotation der ursprünglichen Kristallorientierung um TR und NR erzeugt, um die gemessenen Kristallorientierungen aus den TKD-Untersuchungen abzubilden. Der Vorteil der vereinfachten Rotation ist, dass die Annotation der Zwillingsysteme konsistent mit der, der ursprünglichen Kristallorientierung ist.

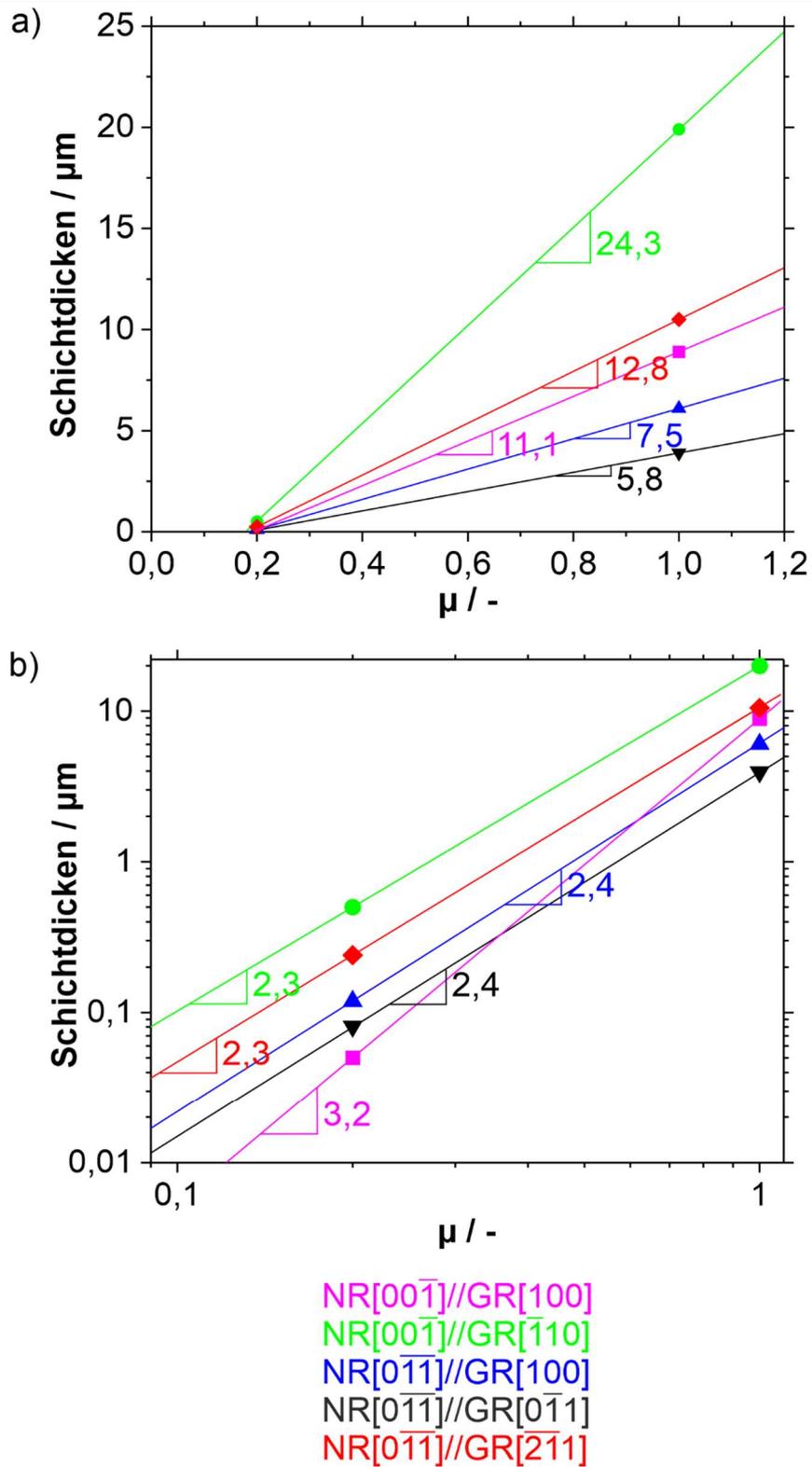


Abbildung S 7 a) Lineares und b) dopplelogarithmisches Diagramm der gemessenen Schichtdicken über dem Reibkoeffizienten.

8 Literatur

- [1] K. Holmberg und A. Erdemir: *Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions*, Friction 5 (2017), S. 263–284.
- [2] BMWK: *Bundesbericht Energieforschung*, 2022.
- [3] W. L. Li, N. R. Tao, Z. Han und K. Lu: *Comparisons of dry sliding tribological behaviors between coarse-grained and nanocrystalline copper*, Wear 274–275 (2012), S. 306–312.
- [4] X. Chen, Z. Han und K. Lu: *Friction and Wear Reduction in Copper with a Gradient Nano-grained Surface Layer*, ACS Applied Materials & Interfaces 10 (2018), S. 13829–13838.
- [5] D. A. Rigney: *Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials*, Wear 245 (2000), S. 1–9.
- [6] W. J. Salesky, R. M. Fisher, R. O. Ritchie und G. Thomas: *The nature and origin of sliding wear debris from steels*, (1983), S. 434–445.
- [7] N. P. Suh: *The delamination theory of wear*, Wear 25 (1973), S. 111–124.
- [8] D. A. Rigney und W. A. Glaeser: *The significance of near surface microstructure in the wear process*, Wear 46 (1978), S. 241–250.
- [9] G. M. Hamilton: *Explicit Equations for the Stresses beneath a Sliding Spherical Contact*, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science 197 (1983), S. 53–59.
- [10] H. A. Padilla, B. L. Boyce, C. C. Battaile und S. V. Prasad: *Frictional performance and near-surface evolution of nanocrystalline Ni-Fe as governed by contact stress and sliding velocity*, Wear 297 (2013), S. 860–871.
- [11] S. Martin, S. Wolf, U. Martin, L. Krüger und D. Rafaja: *Deformation Mechanisms in Austenitic TRIP/TWIP Steel as a Function of Temperature*, Metallurgical and Materials Transactions A 47 (2016), S. 49–58.
- [12] L. Remy und A. Pineau: *Twinning and strain-induced F.C.C. → H.C.P. transformation in the Fe-Mn-Cr-C system*, Materials Science and Engineering 28 (1977), S. 99–107.
- [13] O. Grässel, L. Krüger, G. Frommeyer und L. W. Meyer: *High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development — properties — application*, International Journal of Plasticity 16 (2000), S. 1391–1409.
- [14] B. C. D. Cooman, O. Kwon und K.-G. Chin: *State-of-the-knowledge on TWIP steel*, Materials Science and Technology 28 (2012), S. 513–527.
- [15] R. Neu: *Performance and characterization of TWIP steels for automotive applications*, Materials Performance and Characterization 2 (2013), S. 244–284.
- [16] K. Phiu-on, W. Bleck, A. Schwedt und J. Mayer: *Effects of Solution Treatment and Test Temperature on Tensile Properties of High Mn Austenitic Steels*, Steel Research International 80 (2009), S. 29–38.
- [17] S. Vercammen, B. Blanpain, B. C. De Cooman und P. Wollants: *Cold rolling behaviour of an austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning*, Acta Materialia 52 (2004), S. 2005–2012.
- [18] G. Frommeyer, U. Brück und P. Neumann: *Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes*, ISI International 43 (2003), S. 438–446.
- [19] W. S. Choi, S. Sandlöbes, N. V. Malyar, C. Kirchlechner, S. Korte-Kerzel, G. Dehm, P.-P. Choi und D. Raabe: *On the nature of twin boundary-associated strengthening in Fe-Mn-C steel*, Scripta Materialia 156 (2018), S. 27–31.
- [20] I. Gutierrez-Urrutia und D. Raabe: *Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe-22wt.% Mn-0.6wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging*, Acta Materialia 59 (2011), S. 6449–6462.

- [21] I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Gall, Y. I. Chumlyakov und H. J. Maier: *Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip*, Acta Materialia 48 (2000), S. 1345–1359.
- [22] H. Idrissi, K. Renard, D. Schryvers und P. J. Jacques: *On the relationship between the twin internal structure and the work-hardening rate of TWIP steels*, Scripta Materialia 63 (2010), S. 961–964.
- [23] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo und M. Humbert: *Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions*, Materials Science and Engineering: A 500 (2009), S. 196–206.
- [24] O. Bouaziz, S. Allain und C. Scott: *Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels*, Scripta Materialia 58 (2008), S. 484–487.
- [25] S. Asgari, E. El-Danaf, S. R. Kalidindi und R. D. Doherty: *Strain hardening regimes and microstructural evolution during large strain compression of low stacking fault energy fcc alloys that form deformation twins*, Metallurgical and Materials Transactions A 28 (1997), S. 1781–1795.
- [26] R. W. Cahn: *Twinned crystals*, Advances in Physics 3 (1954), S. 363–445.
- [27] J. P. Hirth, J. Lothe und P. M. Anderson: *Theory of Dislocations*. 3. Aufl., Cambridge University Press, New York, 2017.
- [28] F. Sansoz und J. F. Molinari: *Mechanical behavior of Σ tilt grain boundaries in nanoscale Cu and Al: A quasicontinuum study*, Acta Materialia 53 (2005), S. 1931–1944.
- [29] P. J. Imrich, C. Kirchlechner, C. Motz und G. Dehm: *Differences in deformation behavior of bicrystalline Cu micropillars containing a twin boundary or a large-angle grain boundary*, Acta Materialia 73 (2014), S. 240–250.
- [30] I. J. Beyerlein, X. Zhang und A. Misra: *Growth Twins and Deformation Twins in Metals*, Annual Review of Materials Research 44 (2014), S. 329–363.
- [31] F. J. Humphreys und M. Hatherly: *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2. Aufl., Elsevier, Amsterdam, 2004.
- [32] G. Gottstein: *Physikalische Metallkunde*. 4. Aufl., Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 2014.
- [33] X. Zhang, H. Wang, X. H. Chen, L. Lu, K. Lu, R. G. Hoagland und A. Misra: *High-strength sputter-deposited Cu foils with preferred orientation of nanoscale growth twins*, Applied Physics Letters 88 (2006), 173116.
- [34] T.-C. Liu, C.-M. Liu, H.-Y. Hsiao, J.-L. Lu, Y.-S. Huang und C. Chen: *Fabrication and Characterization of (111)-Oriented and Nanotwinned Cu by Dc Electrodeposition*, Crystal Growth & Design 12 (2012), S. 5012–5016.
- [35] J. W. Christian und S. Mahajan: *Deformation twinning*, Progress in Materials Science 39 (1995), S. 1–157.
- [36] D. Barbier, N. Gey, N. Bozzolo, S. Allain und M. Humbert: *EBSD for analysing the twinning microstructure in fine-grained TWIP steels and its influence on work hardening*, Journal of Microscopy 235 (2009), S. 67–78.
- [37] T. H. Blewitt, R. R. Coltman und J. K. Redman: *Low-Temperature Deformation of Copper Single Crystals*, Journal of Applied Physics 28 (1957), S. 651–660.
- [38] H. Fujita und T. Mori: *A formation mechanism of mechanical twins in F.C.C. Metals*, Scripta Metallurgica 9 (1975), S. 631–636.
- [39] T. S. Byun: *On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels*, Acta Materialia 51 (2003), S. 3063–3071.
- [40] S. Krishnamurthy und R. E. Reed-Hill: *Concerning the role of mechanical twinning on the stress-strain behavior of Cu-4.9 At. pct Sn alloy*, Metallurgical Transactions A 11 (1980), S. 565–572.
- [41] T. Mori und H. Fujita: *Twinning Deformation in Single Crystals of Cu-8 at%Al Alloy*, Transactions of the Japan Institute of Metals 18 (1977), S. 17–24.

- [42] S. Miura, J.-I. Takamura und N. Narita: Orientation dependence of flow stress for twinning in silver crystals, in Transactions of the Japan Institute of Metals, 1968, pp. 555.
- [43] S. M. Copley und B. H. Kear: *The dependence of the width of a dissociated dislocation on dislocation velocity*, Acta Metallurgica 16 (1968), S. 227–231.
- [44] S. Allain, J.-P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot und N. Guelton: *Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys*, Materials Science and Engineering: A 387–389 (2004), S. 158–162.
- [45] J. B. Cohen und J. Weertman: *A dislocation model for twinning in f.c.c. metals*, Acta Metallurgica 11 (1963), S. 996–998.
- [46] S. Mahajan und G. Y. Chin: *Formation of deformation twins in f.c.c. crystals*, Acta Metallurgica 21 (1973), S. 1353–1363.
- [47] A. Kauffmann: *Gefügeverfeinerung durch mechanische Zwillingsbildung in Kupfer und Kupfermischkristalllegierungen*, Dissertation, Dresden (2014).
- [48] S. Martin, A. Weidner, C. Ullrich, C. Schimpf, M. Motylenko, R. Lehnert, H. Biermann, D. Rafaja, A. Vinogradov und Y. Estrin: *Deformation behaviour of TWIP steels: Constitutive modelling informed by local and integral experimental methods used in concert*, Materials Characterization 184 (2022), 111667.
- [49] D. R. Steinmetz, T. Jäpel, B. Wietbrock, P. Eisenlohr, I. Gutierrez-Urrutia, A. Saeed-Akbari, T. Hickel, F. Roters und D. Raabe: *Revealing the strain-hardening behavior of twinning-induced plasticity steels: Theory, simulations, experiments*, Acta Materialia 61 (2013), S. 494–510.
- [50] J. A. Venables: *Deformation Twinning in Face-Centred Cubic Metals*, Philosophical Magazine 6 (1961), S. 379–396.
- [51] N. Narita und J. Takamura: *Deformation twinning in silver-and copper-alloy crystals*, The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics 29 (1974), S. 1001–1028.
- [52] H. Idrissi, K. Renard, L. Ryelandt, D. Schryvers und P. J. Jacques: *On the mechanism of twin formation in Fe–Mn–C TWIP steels*, Acta Materialia 58 (2010), S. 2464–2476.
- [53] H. Idrissi, K. Renard, D. Schryvers und P. J. Jacques: *TEM investigation of the formation mechanism of deformation twins in Fe–Mn–Si–Al TWIP steels*, Philosophical Magazine 93 (2013), S. 4378–4391.
- [54] Z. Jin und T. R. Bieler: *An in-situ observation of mechanical twin nucleation and propagation in TiAl*, Philosophical Magazine A 71 (1995), S. 925–947.
- [55] V. Yamakov, D. Wolf, S. R. Phillpot und H. Gleiter: *Deformation twinning in nanocrystalline Al by molecular-dynamics simulation*, Acta Materialia 50 (2002), S. 5005–5020.
- [56] R. Béjaud, J. Durinck und S. Brochard: *The effect of surface step and twin boundary on deformation twinning in nanoscale metallic systems*, Computational Materials Science 145 (2018), S. 116–125.
- [57] D. R. Askeland: *Materialwissenschaft*. Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg, 1996.
- [58] B. Cantor, I. T. H. Chang, P. Knight und A. J. B. Vincent: *Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys*, Materials Science and Engineering: A 375–377 (2004), S. 213–218.
- [59] J.-W. Yeh, S.-K. Chen, S.-J. Lin, J.-Y. Gan, T.-S. Chin, T.-T. Shun, C.-H. Tsau und S.-Y. Chang: *Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes*, Advanced Engineering Materials 6 (2004), S. 299–303.
- [60] J.-W. Yeh, S.-J. Lin, T.-S. Chin, J.-Y. Gan, S.-K. Chen, T.-T. Shun, C.-H. Tsau und S.-Y. Chou: *Formation of simple crystal structures in Cu–Co–Ni–Cr–Al–Fe–Ti–V alloys with multiprincipal metallic elements*, Metallurgical and Materials Transactions A 35 (2004), S. 2533–2536.
- [61] J.-W. Yeh: *Alloy Design Strategies and Future Trends in High-Entropy Alloys*, JOM 65 (2013), S. 1759–1771.

- [62] E. J. Pickering und N. G. Jones: *High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects*, International Materials Reviews 61 (2016), S. 183–202.
- [63] F. Otto, Y. Yang, H. Bei und E. P. George: *Relative effects of enthalpy and entropy on the phase stability of equiatomic high-entropy alloys*, Acta Materialia 61 (2013), S. 2628–2638.
- [64] D. B. Miracle und O. N. Senkov: *A critical review of high entropy alloys and related concepts*, Acta Materialia 122 (2017), S. 448–511.
- [65] S. A. Kube und J. Schroers: *Metastability in high entropy alloys*, Scripta Materialia 186 (2020), S. 392–400.
- [66] E. P. George, D. Raabe und R. O. Ritchie: *High-entropy alloys*, Nature Reviews Materials 4 (2019), S. 515–534.
- [67] D. Raabe, C. C. Tasan, H. Springer und M. Bausch: *From High-Entropy Alloys to High-Entropy Steels*, steel research international 86 (2015), S. 1127–1138.
- [68] H. Chen, A. Kauffmann, S. Laube, I.-C. Choi, R. Schwaiger, Y. Huang, K. Lichtenberg, F. Müller, B. Gorr, H.-J. Christ und M. Heilmaier: *Contribution of Lattice Distortion to Solid Solution Strengthening in a Series of Refractory High Entropy Alloys*, Metallurgical and Materials Transactions A 49 (2018), S. 772–781.
- [69] C. Varvenne, A. Luque und W. A. Curtin: *Theory of strengthening in fcc high entropy alloys*, Acta Materialia 118 (2016), S. 164–176.
- [70] C. R. LaRosa, M. Shih, C. Varvenne und M. Ghazisaeidi: *Solid solution strengthening theories of high-entropy alloys*, Materials Characterization 151 (2019), S. 310–317.
- [71] R. Labusch: *A Statistical Theory of Solid Solution Hardening*, Physica Status Solidi (b) 41 (1970), S. 659–669.
- [72] F. Otto, A. Dlouhý, K. G. Pradeep, M. Kuběnová, D. Raabe, G. Eggeler und E. P. George: *Decomposition of the single-phase high-entropy alloy CrMnFeCoNi after prolonged anneals at intermediate temperatures*, Acta Materialia 112 (2016), S. 40–52.
- [73] B. Schuh, F. Mendez-Martin, B. Völker, E. P. George, H. Clemens, R. Pippan und A. Hohenwarter: *Mechanical properties, microstructure and thermal stability of a nanocrystalline CoCrFeMnNi high-entropy alloy after severe plastic deformation*, Acta Materialia 96 (2015), S. 258–268.
- [74] Z. Li, L. Zhang und A. K. Gain: *An investigation on the wear and subsurface deformation mechanism of CoCrFeMnNi high entropy alloy at subzero temperature*, Wear 524–525 (2023), 204868.
- [75] N. L. Okamoto, S. Fujimoto, Y. Kambara, M. Kawamura, Z. M. T. Chen, H. Matsunoshita, K. Tanaka, H. Inui und E. P. George: *Size effect, critical resolved shear stress, stacking fault energy, and solid solution strengthening in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy*, Scientific Reports 6 (2016), 35863.
- [76] S. F. Liu, Y. Wu, H. T. Wang, J. Y. He, J. B. Liu, C. X. Chen, X. J. Liu, H. Wang und Z. P. Lu: *Stacking fault energy of face-centered-cubic high entropy alloys*, Intermetallics 93 (2018), S. 269–273.
- [77] D. Zhou, Z. Chen, K. Ehara, K. Nitsu, K. Tanaka und H. Inui: *Effects of annealing on hardness, yield strength and dislocation structure in single crystals of the equiatomic Cr-Mn-Fe-Co-Ni high entropy alloy*, Scripta Materialia 191 (2021), S. 173–178.
- [78] G. Laplanche, A. Kostka, O. M. Horst, G. Eggeler und E. P. George: *Microstructure evolution and critical stress for twinning in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy*, Acta Materialia 118 (2016), S. 152–163.
- [79] C. Wagner und G. Laplanche: *Effect of grain size on critical twinning stress and work hardening behavior in the equiatomic CrMnFeCoNi high-entropy alloy*, International Journal of Plasticity 166 (2023), 103651.

- [80] F. Otto, A. Dlouhý, C. Somsen, H. Bei, G. Eggeler und E. P. George: *The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy*, Acta Materialia 61 (2013), S. 5743–5755.
- [81] M. Kawamura, M. Asakura, N. L. Okamoto, K. Kishida, H. Inui und E. P. George: *Plastic deformation of single crystals of the equiatomic Cr–Mn–Fe–Co–Ni high-entropy alloy in tension and compression from 10 K to 1273 K*, Acta Materialia 203 (2021), 116454.
- [82] I. V. Kireeva, Y. I. Chumlyakov, Z. V. Pobedennaya, A. V. Vyrodova und I. Karaman: *Twinning in [001]-oriented single crystals of CoCrFeMnNi high-entropy alloy at tensile deformation*, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 713 (2018), S. 253–259.
- [83] I. V. Kireeva, Yu. I. Chumlyakov, A. V. Vyrodova, Z. V. Pobedennaya und I. Karaman: *Effect of twinning on the orientation dependence of mechanical behaviour and fracture in single crystals of the equiatomic CoCrFeMnNi high-entropy alloy at 77K*, Materials Science and Engineering: A 784 (2020), 139315.
- [84] W. Abuzaid und H. Sehitoglu: *Critical resolved shear stress for slip and twin nucleation in single crystalline FeNiCoCrMn high entropy alloy*, Materials Characterization 129 (2017), S. 288–299.
- [85] G. Laplanche, P. Gadaud, O. Horst, F. Otto, G. Eggeler und E. P. George: *Temperature dependencies of the elastic moduli and thermal expansion coefficient of an equiatomic, single-phase CoCrFeMnNi high-entropy alloy*, Journal of Alloys and Compounds 623 (2015), S. 348–353.
- [86] I. V. Kireeva, Yu. I. Chumlyakov, Z. V. Pobedennaya, I. V. Kuksgausen und I. Karaman: *Orientation dependence of twinning in single crystalline CoCrFeMnNi high-entropy alloy*, Materials Science and Engineering: A 705 (2017), S. 176–181.
- [87] L. Patriarca, A. Ojha, H. Sehitoglu und Y. I. Chumlyakov: *Slip nucleation in single crystal FeNiCoCrMn high entropy alloy*, Scripta Materialia 112 (2016), S. 54–57.
- [88] J. A. Greenwood, J. B. P. Williamson und F. P. Bowden: *Contact of nominally flat surfaces*, Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences 295 (1966), S. 300–319.
- [89] K. N. G. Fuller und D. Tabor: *The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids*, Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences 345 (1975), S. 327–342.
- [90] L. Pastewka und M. O. Robbins: *Contact between rough surfaces and a criterion for macroscopic adhesion*, Proceedings of the National Academy of Sciences 111 (2014), S. 3298–3303.
- [91] M. D. Pashley, J. B. Pethica und D. Tabor: *Adhesion and micromechanical properties of metal surfaces*, Wear 100 (1984), S. 7–31.
- [92] I. Platzman, R. Brener, H. Haick und R. Tannenbaum: *Oxidation of Polycrystalline Copper Thin Films at Ambient Conditions*, The Journal of Physical Chemistry C 112 (2008), S. 1101–1108.
- [93] D. H. Buckley: *Surface effects in adhesion, friction, wear, and lubrication - 1st Edition*. Tribology Series Vol. 5, Elsevier, Amsterdam, 1981.
- [94] J. Ledieu, M. Feuerbacher, C. Thomas, M.-C. de Weerd, S. Šturm, M. Podlogar, J. Ghanbaja, S. Migot, M. Sicot und V. Fournée: *The (110) and (320) surfaces of a Cantor alloy*, Acta Materialia 209 (2021), 116790.
- [95] A. V. Korchuganov und I. S. Lucenko: *Peculiarities of chemical element redistribution near free surfaces in CoCrFeMnNi high-entropy alloys*, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 511 (2019), 012024.
- [96] H. Czichos und K.-H. Habig: *Tribologie-Handbuch*. 4. Aufl., Springer Verlag, Wiesbaden, 2015.

- [97] T. F. J. Quinn: *Review of oxidational wear: Part I: The origins of oxidational wear*, Tribology International 16 (1983), S. 257–271.
- [98] J. S. Rau, S. Balachandran, R. Schneider, P. Gumbsch, B. Gault und C. Greiner: *High diffusivity pathways govern massively enhanced oxidation during tribological sliding*, Acta Materialia 221 (2021), 117353.
- [99] L. Fang, S. Korres, W. A. Lamberti, M. N. Webster und R. W. Carpick: *What stress components drive mechanochemistry? A study of ZDDP tribofilm formation*, Faraday Discussions 241 (2023), S. 394–412.
- [100] N. P. Suh, S. Jahanmir, I. Abrahamson E. P. und A. P. L. Turner: *Further Investigation of the Delamination Theory of Wear*, Journal of Lubrication Technology 96 (1974), S. 631–637.
- [101] J. Tunna, J. Sinclair und J. Perez: *A Review of wheel wear and rolling contact fatigue*, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part F: Journal of Rail and Rapid Transit 221 (2007), S. 271–289.
- [102] A. J. Kinloch: *The science of adhesion*, Journal of Materials Science 15 (1980), S. 2141–2166.
- [103] K.-H. Zum Gahr: *Microstructure and Wear of Meaterials*. Elsevier Science Publishers B. V., Amsterdam, 1987.
- [104] K. L. Johnson, K. Kendall, A. D. Roberts und D. Tabor: *Surface energy and the contact of elastic solids*, Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences 324 (1971), S. 301–313.
- [105] B. V. Derjaguin, V. M. Muller und Yu. P. Toporov: *Effect of contact deformations on the adhesion of particles*, Journal of Colloid and Interface Science 53 (1975), S. 314–326.
- [106] H. R. Hertz: *Über die Berührung fester elastischer Körper und über die Harte*, J. Für Die Reine Und Angewandte Mathematik (1881), S. 156–171.
- [107] D. Tabor: *Surface Forces and Surface Interactions*. In: *Plenary and Invited Lectures*; M. Kerker, A. C. Zettlemoyer und R. L. Rowell (Hrsg.), Academic Press, 1977, S. 3–14.
- [108] X. Chen und Z. Han: *A low-to-high friction transition in gradient nano-grained Cu and Cu-Ag alloys*, Friction 9 (2021), S. 1558–1567.
- [109] F. Liang, X. Xu, P. Wang, Y. Zhang, Z. Han und X. Chen: *Microstructural origin of high scratch resistance in a gradient nanograined 316L stainless steel*, Scripta Materialia 220 (2022), 114895.
- [110] J. F. Archard: *Contact and Rubbing of Flat Surfaces*, Journal of Applied Physics 24 (1953), S. 981–988.
- [111] A. T. Alpas, H. Hu und J. Zhang: *Plastic deformation and damage accumulation below the worn surfaces*, Wear 162–164 (1993), S. 188–195.
- [112] P. J. Blau: *Mechanisms for transitional friction and wear behavior of sliding metals*, Wear 72 (1981), S. 55–66.
- [113] N. Argibay, M. Chandross, S. Cheng und J. R. Michael: *Linking microstructural evolution and macro-scale friction behavior in metals*, Journal of Materials Science 52 (2017), S. 2780–2799.
- [114] D. A. Rigney: *Large strains associated with sliding contact of metals*, Material Research Innovations 1 (1998), S. 231–234.
- [115] P. Heilmann, W. A. T. Clark und D. A. Rigney: *Orientation determination of subsurface cells generated by sliding*, Acta Metallurgica 31 (1983), S. 1293–1305.
- [116] W. Cai, P. Bellon und A. J. Beaudoin: *Probing the subsurface lattice rotation dynamics in bronze after sliding wear*, Scripta Materialia 172 (2019), S. 6–11.
- [117] C. Haug, D. Molodov, P. Gumbsch und C. Greiner: *Tribologically induced crystal rotation kinematics revealed by electron backscatter diffraction*, Acta Materialia 225 (2022), 117566.
- [118] D. M. Evans, D. N. Layton und H. Wilman: *The deformation of copper and iron crystals by unidirectional abrasion*, Proc. R. Soc. Lond. A 205 (1951), S. 17–30.

- [119] C. Greiner, Z. Liu, L. Strassberger und P. Gumbsch: *Sequence of stages in the microstructure evolution in copper under mild reciprocating tribological loading*, ACS applied materials & interfaces 8 (2016), S. 15809–15819.
- [120] W. Xia, G. Dehm und S. Brinckmann: *Investigation of single asperity wear at the microscale in an austenitic steel*, Wear 452–453 (2020), 203289.
- [121] S. Brinckmann und G. Dehm: *Nanotribology in austenite: Plastic plowing and crack formation*, Wear 338 (2015), S. 436–440.
- [122] W. Xia, P. P. Patil, C. Liu, G. Dehm und S. Brinckmann: *A novel microwall sliding test uncovering the origin of grain refined tribolayers*, Acta Materialia 246 (2023), 118670.
- [123] S. Y. Tarasov, A. V. Chumaevskii, D. V. Lychagin, A. Y. Nikonov und A. I. Dmitriev: *Subsurface structural evolution and wear lip formation on copper single crystals under unlubricated sliding conditions*, Wear 410–411 (2018), S. 210–221.
- [124] Z. Liu, P. Messer-Hannemann, S. Laube und C. Greiner: *Tribological performance and microstructural evolution of α -brass alloys as a function of zinc concentration*, Friction 8 (2020), S. 1117–1136.
- [125] F. Ruebeling, Y. Xu, G. Richter, D. Dini, P. Gumbsch und C. Greiner: *Normal load and counter body size influence the initiation of microstructural discontinuities in Copper during sliding*, ACS Applied Materials & Interfaces 13 (2021), S. 4750–4760.
- [126] A. Dollmann, A. Kauffmann, M. Heilmaier, A. Srinivasan Tirunilai, L. S. Mantha, C. Kübel, S. J. Eder, J. Schneider und C. Greiner: *Dislocation-mediated and twinning-induced plasticity of CoCrFeMnNi in varying tribological loading scenarios*, Journal of Materials Science 57 (2022), S. 17448–17461.
- [127] S. V. Prasad, J. R. Michael, C. C. Battaile, B. S. Majumdar und P. G. Kotula: *Tribology of single crystal nickel: Interplay of crystallography, microstructural evolution, and friction*, Wear 458 (2020), S. 203320.
- [128] S. Laube, A. Kauffmann, F. Ruebeling, J. Freudenberger, M. Heilmaier und C. Greiner: *Solid solution strengthening and deformation behavior of single-phase Cu-base alloys under tribological load*, Acta Materialia 185 (2020), S. 300–308.
- [129] D. A. Hughes und N. Hansen: *Graded nanostructures produced by sliding and exhibiting universal behavior*, Physical Review Letters 87 (2001), S. 135503.
- [130] N. Ohmae, T. Tsukizoe und F. Akiyama: *On the microscopic processes involved in metallic friction*, Philosophical Magazine A 40 (1979), S. 803–810.
- [131] W. M. Rainforth, R. Stevens und J. Nutting: *Deformation structures induced by sliding contact*, Philosophical Magazine A 66 (1992), S. 621–641.
- [132] W. M. Rainforth: *Microstructural evolution at the worn surface: a comparison of metals and ceramics*, Wear 245 (2000), S. 162–177.
- [133] P. Patil, S. Lee, G. Dehm und S. Brinckmann: *Influence of crystal orientation on twinning in austenitic stainless-steel during single micro-asperity tribology and nanoindentation*, Wear 504–505 (2022), 204403.
- [134] A. Dollmann, J. S. Rau, B. Bieber, L. Mantha, C. Kübel, A. Kauffmann, A. S. Tirunilai, M. Heilmaier und C. Greiner: *Temporal sequence of deformation twinning in CoCrNi under tribological load*, Scripta Materialia 229 (2023), 115378.
- [135] X. Chen, R. Schneider, P. Gumbsch und C. Greiner: *Microstructure evolution and deformation mechanisms during high rate and cryogenic sliding of copper*, Acta Materialia 161 (2018), S. 138–149.
- [136] A. Emge, S. Karthikeyan und D. A. Rigney: *The effects of sliding velocity and sliding time on nanocrystalline tribolayer development and properties in copper*, Wear 267 (2009), S. 562–567.

- [137] A. Brodyanski, M. W. Klein, R. Merz, M. Smaga, T. Beck und M. Kopnarski: *Microstructural changes caused by friction loading in high manganese TWIP steel and case-hardened 16MnCr5*, Materials Characterization 163 (2020), S. 110231.
- [138] K. Wolff, Z. Liu, D. Braun, J. Schneider und C. Greiner: *Chronology of the microstructure evolution for pearlitic steel under unidirectional tribological loading*, Tribology International 102 (2016), S. 540–545.
- [139] A. Fischer: *Subsurface microstructural alterations during sliding wear of biomedical metals. Modelling and experimental results*, Computational Materials Science 46 (2009), S. 586–590.
- [140] Z. Liu, C. Patzig, S. Selle, T. Höche, P. Gumbsch und C. Greiner: *Stages in the tribologically-induced oxidation of high-purity copper*, Scripta Materialia 153 (2018), S. 114–117.
- [141] S. Brinckmann, C. A. C. Fink und G. Dehm: *Nanotribology in austenite: Normal force dependence*, Wear 338–339 (2015), S. 430–435.
- [142] L. Lee, P. Behera, K. R. Sriraman und R. R. Chromik: *Effects of humidity on the sliding wear properties of Zn–Ni alloy coatings*, RSC Advances 7 (2017), S. 22662–22671.
- [143] Y. Tsuya: *The anisotropy of the coefficient of friction and plastic deformation in copper single crystals*, Wear 14 (1969), S. 309–322.
- [144] W. Cai und P. Bellon: *Microstructural self-organization triggered by twin boundaries during dry sliding wear*, Acta Materialia 60 (2012), S. 6673–6684.
- [145] Y. Zhu, D. Kuhlmann-Wilsdorf und T. Imura: *Determining subsurface stress distributions in tribological samples from dislocation cell sizes in low energy dislocation structures*, Materials Science and Engineering: A 113 (1989), S. 297–303.
- [146] D. A. Hughes, D. B. Dawson, J. S. Korellis und L. I. Weingarten: *A microstructurally based method for stress estimates*, Wear 181 (1995), S. 458–468.
- [147] C. Haug, F. Ruebeling, A. Kashiwar, P. Gumbsch, C. Kübel und C. Greiner: *Early deformation mechanisms in the shear affected region underneath a copper sliding contact*, Nature Communications 11 (2020), S. 1–8.
- [148] D. V. Lychagin, A. V. Filippov, E. A. Kolubaev, O. S. Novitskaia, Y. I. Chumlyakov und A. V. Kolubaev: *Dry sliding of Hadfield steel single crystal oriented to deformation by slip and twinning: Deformation, wear, and acoustic emission characterization*, Tribology International 119 (2018), S. 1–18.
- [149] A. I. Vakis, V. A. Yastrebov, J. Scheibert, L. Nicola, D. Dini, C. Minfray, A. Almqvist, M. Paggi, S. Lee, G. Limbert, J. F. Molinari, G. Anciaux, R. Aghababaei, S. Echeverri Restrepo, A. Papangelo, A. Cammarata, P. Nicolini, C. Putignano, G. Carbone u. a.: *Modeling and simulation in tribology across scales: An overview*, Tribology International 125 (2018), S. 169–199.
- [150] S. J. Eder, M. Rodríguez Ripoll, U. Cihak-Bayr, D. Dini und C. Gachot: *Unraveling and Mapping the Mechanisms for Near-Surface Microstructure Evolution in CuNi Alloys under Sliding*, ACS Applied Materials & Interfaces 12 (2020), S. 32197–32208.
- [151] S. J. Eder, P. G. Grützmacher, M. Rodríguez Ripoll und J. F. Belak: *Elucidating the Onset of Plasticity in Sliding Contacts Using Differential Computational Orientation Tomography*, Tribology Letters 69 (2021), S. 79.
- [152] S. Jun, Y. Lee, S. Y. Kim und S. Im: *Large-scale molecular dynamics simulations of Al(111) nanoscratching*, Nanotechnology 15 (2004), S. 1169–1174.
- [153] J. Gagel, D. Weygand und P. Gumbsch: *Discrete Dislocation Dynamics simulations of dislocation transport during sliding*, Acta Materialia 156 (2018), S. 215–227.
- [154] K. Holmberg, H. Ronkainen, A. Laukkanen, K. Wallin, A. Erdemir und O. Eryilmaz: *Tribological analysis of TiN and DLC coated contacts by 3D FEM modelling and stress simulation*, Wear 264 (2008), S. 877–884.

- [155] J. Zhu, X. Li, Q. Zhou und R. Aghababaei: *On the anisotropic scratching behavior of single crystalline copper at nanoscale*, Tribology International 175 (2022), 107794.
- [156] A. Kareer, E. Tarleton, C. Hardie, S. V. Hainsworth und A. Wilkinson: *Scratching the surface: Elastic rotations beneath nanoscratch and nanoindentation tests*, Acta Materialia 200 (2020), S. 116–226.
- [157] J. Zhu, Q. Zhou, Y. Huang, B. Zhou und J. Wang: *Surface deformation of single crystalline copper on different nano-scratching paths*, Journal of Materials Science 56 (2021), S. 10640–10652.
- [158] C. Haug: *Tribologisch induzierte Verformungsmechanismen und Reibung in Abhängigkeit von der Kristallorientierung in Kupfer*, Dissertation, Karlsruhe (2022).
- [159] *Werkstoffeigenschaften Saphir*, Saphirwerk, (2014).
- [160] *Werkstoffdatenblatt htc®-SSiC-F, hightech ceramtec*, (2023).
- [161] V. Pishchik, L. A. Lytvynov und E. R. Dobrovinskaya: *Sapphire: Material, Manufacturing, Applications*. Springer US, Boston, MA, 2009.
- [162] Salmang und Scholze: *Keramik*. 7. Aufl., Springer, Berlin, 2007.
- [163] W. D. Callister: *Materials Science and Engineering*. Wiley, New York, 2019.
- [164] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino und J. Michael: *TEM sample preparation and FIB-induced damage*, MRS Bulletin 32 (2007), S. 400–407.
- [165] R. Hielscher und H. Schaeben: *A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm*, Journal of Applied Crystallography 41 (2008), S. 1024–1037.
- [166] A. P. Thompson, H. M. Aktulga, R. Berger, D. S. Bolintineanu, W. M. Brown, P. S. Crozier, P. J. in 't Veld, A. Kohlmeyer, S. G. Moore, T. D. Nguyen, R. Shan, M. J. Stevens, J. Tranchida, C. Trott und S. J. Plimpton: *LAMMPS - a flexible simulation tool for particle-based materials modeling at the atomic, meso, and continuum scales*, Computer Physics Communications 271 (2022), 108171.
- [167] R. Gröger, V. Vitek und A. Dlouhý: *Effective pair potential for random fcc CoCrFeMnNi alloys*, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 28 (2020), 075006.
- [168] S. J. Eder, U. Cihak-Bayr, D. Bianchi, G. Feldbauer und G. Betz: *Thermostat Influence on the Structural Development and Material Removal during Abrasion of Nanocrystalline Ferrite*, ACS applied materials & interfaces 9 (2017), S. 13713–13725.
- [169] A. Stukowski: *Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO—the Open Visualization Tool*, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 18 (2009), 015012.
- [170] A. Dollmann, A. Kauffmann, M. Heilmaier, C. Haug und C. Greiner: *Microstructural changes in CoCrFeMnNi under mild tribological load*, Journal of Materials Science 55 (2020), S. 12353.
- [171] W. Cai und W. D. Nix: *Imperfections in Crystalline Solids*. Stanford University, California, 2016.
- [172] J. Joseph, N. Haghdadi, K. Shamlaye, P. Hodgson, M. Barnett und D. Fabijanic: *The sliding wear behaviour of CoCrFeMnNi and AlxCoCrFeNi high entropy alloys at elevated temperatures*, Wear 428–429 (2019), S. 32–44.
- [173] A. Ayyagari, C. Barthelemy, B. Gwalani, R. Banerjee, T. W. Scharf und S. Mukherjee: *Reciprocating sliding wear behavior of high entropy alloys in dry and marine environments*, Materials Chemistry and Physics 210 (2017), S. 162–169.
- [174] M. R. Jones, B. L. Nation, J. A. Wellington-Johnson, J. F. Curry, A. B. Kustas, P. Lu, M. Chandross und N. Argibay: *Evidence of inverse Hall-Petch behavior and low friction and wear in high entropy alloys*, Scientific Reports 10 (2020), S. 10151.
- [175] F. M. Fowkes: *Attractive forces at interfaces*, Industrial & Engineering Chemistry 56 (1964), S. 40–52.

- [176] M. Kalin und M. Polajnar: *The wetting of steel, DLC coatings, ceramics and polymers with oils and water: The importance and correlations of surface energy, surface tension, contact angle and spreading*, Applied Surface Science 293 (2014), S. 97–108.
- [177] Z. Wang, D. Y. Li, Y.-Y. Yao, Y.-L. Kuo und C.-H. Hsueh: *Wettability, electron work function and corrosion behavior of CoCrFeMnNi high entropy alloy films*, Surface and Coatings Technology 400 (2020), 126222.
- [178] G. Ström, M. Fredriksson und P. Stenius: *Contact angles, work of adhesion, and interfacial tensions at a dissolving Hydrocarbon surface*, Journal of Colloid and Interface Science 119 (1987), S. 352–361.
- [179] P. Rehbinder: *Verminderung der Ritzhärte bei Adsorption grenzflächenaktiver Stoffe*, Zeitschrift für Physik 72 (1931), S. 191–205.
- [180] S. J. Bull, N. Moharrami, S. V. Hainsworth und T. F. Page: *The origins of chemomechanical effects in the low-load indentation hardness and tribology of ceramic materials*, Journal of Materials Science 51 (2016), S. 107–125.
- [181] O. O. Adewoye und T. F. Page: *Electron microscopy study of surface and subsurface friction damage in single-crystal SiC*, Wear 73 (1981), S. 247–260.
- [182] H. Czichos: *The mechanism of the metallic adhesion bond*, Journal of Physics D: Applied Physics 5 (1972), S. 1890–1897.
- [183] Y. Li und D. Y. Li: *Electron work function, adhesion, and friction between 3d transition metals under light loads*, Wear 259 (2005), S. 1432–1436.
- [184] R. C. Setiawan, M. Wu und D. Y. Li: *Dependence of Interfacial Adhesion between Substances on Their Electron Work Functions*, Langmuir 38 (2022), S. 1672–1679.
- [185] Y. Li und D. Y. Li: *Experimental studies on relationships between the electron work function, adhesion, and friction for 3d transition metals*, Journal of Applied Physics 95 (2004), S. 7961–7965.
- [186] L. D. Dyer: *Rolling friction on single crystals of copper in the plastic range*, Acta Metallurgica 9 (1961), S. 928–936.
- [187] J. M. Bailey und A. T. Gwathmey: *Friction and Surface Deformation During Sliding on a Single Crystal of Copper*, A S L E Transactions 5 (1962), S. 45–56.
- [188] R. P. Steijn: *Friction and wear of single crystals*, Wear 7 (1964), S. 48–66.
- [189] D. H. Buckley: *The Influence of the Atomic Nature of Crystalline Materials on Friction*, A S L E Transactions 11 (1968), S. 89–100.
- [190] D. H. Buckley: *The metal-to-metal interface and its effect on adhesion and friction*, Journal of Colloid and Interface Science 58 (1977), S. 36–53.
- [191] P. Shen, H. Fujii und K. Nogi: *Effect of substrate crystallographic orientation on wettability and adhesion in several representative systems*, Journal of Materials Processing Technology 155 (2004), S. 1256–1260.
- [192] F. P. Bowden, A. J. W. Moore und D. Tabor: *The ploughing and adhesion of sliding metals*, Journal of Applied Physics 14 (1943), S. 80–91.
- [193] C. Greiner, Z. Liu, R. Schneider, L. Pastewka und P. Gumbsch: *The origin of surface microstructure evolution in sliding friction*, Scripta Materialia 153 (2018), S. 63–67.
- [194] K. Lu und J. Lu: *Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment*, Materials Science and Engineering: A 375–377 (2004), S. 38–45.
- [195] J. W. Edington: *Electron Diffraction in the Electron Microscope*. In: *Electron Diffraction in the Electron Microscope*; J. W. Edington (Hrsg.), Macmillan Education UK, London, 1975, S. 1–77.
- [196] S. Kang, Y.-S. Jung, B.-G. Yoo, J. Jang und Y.-K. Lee: *Orientation-dependent indentation modulus and yielding in a high Mn twinning-induced plasticity steel*, Materials Science and Engineering: A 532 (2012), S. 500–504.

-
- [197] E. J. Seo, J. K. Kim, L. Cho, J. Mola, C. Y. Oh und B. C. De Cooman: *Micro-plasticity of medium Mn austenitic steel: Perfect dislocation plasticity and deformation twinning*, Acta Materialia 135 (2017), S. 112–123.
- [198] W. Boas und E. Schmid: *Über die Temperaturabhängigkeit der Kristallplastizität*, Zeitschrift für Physik 71 (1931), S. 703–714.
- [199] N. Beckmann, P. A. Romero, D. Linsler, M. Dienwiebel, U. Stolz, M. Moseler und P. Gumbsch: *Origins of Folding Instabilities on Polycrystalline Metal Surfaces*, Physical Review Applied 2 (2014), 064004.
- [200] W.-M. Choi, Y. H. Jo, S. S. Sohn, S. Lee und B.-J. Lee: *Understanding the physical metallurgy of the CoCrFeMnNi high-entropy alloy: an atomistic simulation study*, npj Computational Materials 4 (2018), S. 1–9.
- [201] X. Sun, S. Lu, R. Xie, X. An, W. Li, T. Zhang, C. Liang, X. Ding, Y. Wang, H. Zhang und L. Vitos: *Can experiment determine the stacking fault energy of metastable alloys?*, Materials & Design 199 (2021), 109396.