THEORETISCHE UND EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNG DER KORNWECHSELWIRKUNG IN ALUMINIUM

MAX-PLANCK PROJECT REPORT

Michael Sachtleber, Dierk Raabe

Max-Planck-Institut für Eisenforschung
Max-Planck-Str. 1
40237 Düsseldorf
Germany

April, Max-Planck-Society
http://www.mpg.de http://www.mpie.de http://edoc.mpg.de/

Project References

D. Raabe, M. Sachtleber, H. Weiland, G. Scheele, and Z. Zhao: Acta Materialia 51 (2003) 1539-1560.
„Grain-scale micromechanics of polycrystal surfaces during plastic straining"

D. Raabe, M. Sachtleber, Z. Zhao, F. Roters, S. Zaefferer: Acta Materialia 49 (2001) 3433–3441
„Micromechanical and macromechanical effects in grain scale polycrystal plasticity experimentation and simulation"

D. Raabe, Z. Zhao, W. Mao: Acta Materialia 50 (2002) 4379–4394
„On the dependence of in-grain subdivision and deformation texture of aluminium on grain interaction"

M. Sachtleber, Z. Zhao, D. Raabe: Materials Science and Engineering A 336 (2002) 81–87, "Experimental investigation of plastic grain interaction"

D. Raabe, Z. Zhao, S.–J. Park, F. Roters: Acta Materialia 50 (2002) 421–440
„Theory of orientation gradients in plastically strained crystals"

D. Raabe, M. Sachtleber, L. F. Vega, and H. Weiland: Advanced Engineering Materials, 4 (2002) p. 859-864.
"Surface Micromechanics of Polymer Coated Aluminium Sheets during Plastic Deformation"

S. Zaefferer, J.-C. Kuo, Z. Zhao, M. Winning, D. Raabe: Acta Materialia 51 (2003) 4719-4735.
„On the influence of the grain boundary misorientation on the plastic deformation of aluminum bicrystals"

D. Raabe and F. Roters: International Journal of Plasticity 20 (2004) p. 339-361
„Using texture components in crystal plasticity finite element simulations"

M. Sachtleber, Diplomarbeit, eingereicht an der RWTH Aachen im März 2001

1 Liste der verwendeten Abkürzungen und Symbole 5
2 Einleitung 6
2.1 Lokale Heterogenitäten auf Kornebene 6
2.2 Untersuchung der plastischen Heterogenitäten auf Kornebene 7
3 Experimentelle Grundlagen 9
3.1 Grundlagen der Einzelorientierungsmessung im REM 9
3.2 Grundlagen zur optischen Messung plastischer Mikrodehnungen 13
3.2.1 Versuchsaufbau 14
3.2.2 Messprinzip 14
3.2.3 Berechnung der akkumulierten plastischen Dehnung 16
4 Beschreibung der Experimente 20
4.1 Probenvorbereitung 20
4.1.1 Probenmaterial 20
4.1.2 Probengeometrie 21
4.1.3 Probenpräparation 22
4.2 Experimenteller Versuchsablauf 25
4.2.1 Orientierungsmikroskopie 24
4.2.2 Stauchversuche 25
4.2.3 Bestimmung der plastischen Mikrodehnung 26
4.8 Experimentelle Probleme 28
4.9 Vorversuche 28
5 Finite-Elemente-Simulationen 30
6 Ergebnisse 31
6.1 Vorversuch 31
6.2 Experimentelle Ergebnisse 33
6.3 Finite-Elemente-Simulationen 51
7 Diskussion 59
7.1 Diskussion der experimentellen Ergebnisse 59
7.2 Diskussion der theoretischen Ergebnisse 60
7.3 Vergleich zwischen Experimenten und Simulationen 62
7.4 Fazit 63
8 Literaturhinweise 64

1 Liste der verwendeten Abkürzungen und Symbole

a	Gitterparameter
CCD	Charge Coupled Device
d	Netzebenenabstand
ε	Dehnungsmaß
ε^T	Technische Dehnung
ε^L	Logarithmische Dehnung
ε^G	Greensche Dehnung
EBSP	Electron-Backscattering Pattern
$\underline{\mathbf{F}}$	Deformationsgradient
FEM	Finite Elemente Methode
h k l	Miller Indizes
$\underline{g}$	Zonenachse
λ	Streckenverhältnis
n	Natürliche Zahl
OM	Orientierungsmikroskopie
$\underline{P}$	Punktkoordinaten
$\underline{\mathbf{R}}$	Rotationsmatrix
$\underline{r}$	Probenkoordinatensystem
REM	Rasterelektronenmikroskop
θ	Beugungswinkel
$\underline{\mathbf{U}}$	Rechter Streckungstensor
$\underline{\mathbf{V}}$	Linker Streckungstensor

Darstellung mathematischer Symbole

Skalar	a, A
Vektor	$\underline{a}$, $\underline{A}$
Tensor (ab 2. Stufe)	$\underline{\mathbf{a}}$, $\underline{\mathbf{A}}$

2 Einleitung

2.1 Lokale Heterogenitäten auf Kornebene

Bei der plastischen Verformung von Polykristallen ändern die Kristallite zumeist ihre Orientierung. Auch bei homogener gradientenfreier äußerer Krafteinwirkung kommt es aufgrund des anisotropen Verhaltens des Materials und aufgrund von Reibung zumeist zu Orientierungsänderungen und Kornfragmentierungen. Heterogenitäten bezüglich Spannung, Dehnung und kristallographischer Orientierung auf Kornebene sind die Folge.

Neben dem grundlegenden Erkenntnisgewinn bei der Untersuchung lokaler Kornmechanik ist die Aufklärung des Auftretens und die Systematik solcher Heterogenitäten aus verschiedenen Gründen von Interesse:

Erstens, strukturelle und funktionelle Bauelemente werden zunehmend miniaturisiert. Mit der Verkleinerung solcher metallischen Bauteile verringert sich das homogenisierende Zusammenwirken mehrerer Kristalle und somit die Möglichkeit zur gezielten Einstellung einer texturbedingten Quasi–Isotropie. Bei kleinen Abmessungen wird der einkristalline Anisotropieeinfluss dominant und somit auch Gradienten innerhalb einzelner Kristallite.

Zweitens, in Bauteilen sehr geringer Abmessungen zumindest in einer Richtung, wie beispielsweise Drähte und dünne Folien, können solche Heterogenitäten zu Schädigungs- oder Versagensursachen werden.

Drittens, die Quantifizierung der elastisch-plastischen Kornwechselwirkung bei der Polykristallverformung ist ein wichtiger Baustein zur Verbesserung und Verifizierung von kristallplastischen Homogenisierungstheorien. Solche Theorien dienen zur statistischen Vorhersage der plastischen Anisotropie (Fließort-Theorie) und von Verformungstexturen nach der Taylor-Bishop-Hill-Theorie.

Viertens, mikromechanische Untersuchungsmethoden, wie die Nano-Härteprüfung, werden zunehmend zur Charakterisierung von mikromechanischer Effekte verwendet.

Solche Untersuchungsverfahren werden allerdings derzeit in der Regel ohne Berücksichtigung der Kristallkinematik des betroffenen Korns durchgeführt. Die Orientierungsabhängigkeit dieser Messung bleibt dabei unberücksichtigt. Allein der kinematische Anteil an der Einzelkristallhärte kann aber durchaus einen Faktor zwei ausmachen (z.B. durch Variation des Taylorfaktors) und verdient daher nähere Berücksichtigung. Ähnliche Argumente gelten für alle Werkstoffprüfungen, bei denen Mikrostrukturelemente in einer ähnlichen Größenordnung wie die Probenabmessungen vorliegen.

Fünftens, Bereiche lokaler Heterogenitäten bezüglich Spannung und Dehnung sind stets auch Gebiete hoher Keimdichte bei homogenen und heterogenen Phasenumwandlungen.

2.2 Untersuchung der plastischen Heterogenitäten auf Kornebene

Die Texturentwicklung bei der Polykristallverformung ist seit langem Gegenstand der Forschung. Zunächst stand dabei die Untersuchung der Makrotextur mit klassischen experimentellen und theoretischen Methoden im Vordergrund (Röntgentexturgoniometer, Homogenisierungstheorie). Mit der Weiterentwicklung sowohl experimenteller Untersuchungsmethoden (Verschiebungsfeldmessung auf Kornebene [1-2], lokale Orientierungsbestimmung im REM/TEM [3-11]) als auch der Einführung der Kristallplastizitäts–FEM [12-19] hat sich der Schwerpunkt mehr und mehr zur Betrachtung der Mikrotextur und Mikrostrukturmechanik verschoben.

Die Kristallplastizitäts–FEM ermöglichen Berechnungen zur ortsaufgelösten kristallographischen Mikroplastizität unter Berücksichtigung von Kristallorientierungen und prozessnahen Randbedingungen. Eine Herausforderung stellt hierbei die Trennung der Makromechanik von den mikromechanischen Effekten (mikroskopische kristallplastische Effekte) dar. Die Überlagerung makroplastischer und mikroplastischer Effekten blieb in früheren Arbeiten unberücksichtigt. Ähnliche Argumente gelten für Korngrenzeneffekte.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine neuartige experimentelle und theoretische Vorgehensweise zur Untersuchung der Mikroplastizität auf Kornebene in Polykristallen unter Berücksichtigung der oben beschriebenen Problematik entwickelt.

Eine polykristalline Aluminium Probe mit einer kolumnaren quasi-zweidimensionalen Kornmorphologie wurde in einer Zugmaschine mit channel-die-Werkzeug in Einzelstichen zu 3-5% schrittweise plastisch verformt. Die Wände des Schachtes verhinderten eine seitliche Ausdehnung des Material während der Verformung, so dass ein annähernd ebener Spannungszustand vorlag. Die Mikrotextur wurde mittels Einzelorientierungsmessung im Rasterelektronenmikroskop bestimmt.

Im Anschluss an jeden Verformungsschritt wurden die Dehnungsverteilungen an den Probenoberflächen mit Hilfe eines photogrammetrischen Verfahrens untersucht, welches mit einem segmentweisen Abgleich digitalisierter stochastischer Muster auf der Probenoberfläche nach jedem Verformungsschritt arbeitet.

Hierbei wurden mittels pixelweiser Bereichsanalyse aufeinanderfolgender digitaler metallographischer Bildsequenzen Verschiebungsfelder der Proben aufgenommen und die plastischen Mikrodehungsverteilungen berechnet. Durch die Verwendung zweier hochauflösender Kameras war mit dieser optischen Methode eine Messung des Verschiebungsfeldes in drei Raumrichtungen möglich. Daraus konnten zwei der drei Hauptachsendehnungen an der Oberfläche verformter Proben berechnet werden.

Am Ende der Experimente standen Abgleich und die Untersuchung der Zusammenhänge zwischen den unterschiedlichen lokalen Charakterisierungen. Zur quantitativen Auswertung wurde neben den Experimenten die Entstehung der akkumulierten plastischen Dehnungen auch auf theoretischem Wege untersucht. Die Mikrostruktur der unverformten Probe wurde auf ein Finite-Elemente Netz abgebildet und sowohl Kontinuum- als auch Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen durchgeführt.

Ein Vergleich der Kontinuums- mit den Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen diente zur Unterscheidung zwischen makromechanischen und kristallkinematischen Effekten. Um den Einfluss von Korngrenzeneffekten qualitativ darzustellen, wurden die Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen mit den Experimenten verglichen.

3 Experimentelle Grundlagen

3.1 Grundlagen der Einzelorientierungsmessung im REM

Makrotexturen enthalten keine Informationen über die lokale räumliche Anordnung der jeweiligen Orientierungen. Ist man an der lokalen Verteilung von Orientierungen im Gefüge interessiert, so muss man die kristallographische Orientierung der interessierenden Kristallbereiche einzeln bestimmen. Aus einer Vielzahl von Einzelorientierungsmessungen lässt sich die Orientierungstopographie, bzw. die Mikrotextur ermitteln.

Unter Mikrotextur versteht man dabei die lokale Orientierungsverteilung einer ausgewählten Probenstelle, während die Orientierungstopographie die räumliche Verteilung der Orientierungen in der Mikrostruktur abbildet.

Einzelorientierungen werden in der Regel elektronenoptisch im TEM oder REM gemessen. Die Methode, die sich heutzutage weitgehend durchgesetzt hat, beruht auf der Auswertung von Mustern, die durch Beugung rückgestreuter Elektronen am Kristallgitter entstehen (englisch: Electron Back Scatter Diffraction, kurz EBSD). Alle im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Mikrotexturuntersuchungen wurden mit dieser Technik im REM vorgenommen. Das Prinzip dieser Methode geht zurück auf Kikuchi, der ähnliche Muster 1928 im TEM beobachtete [22]. Rückgestreute Kikuchi-Diagramme wurden erstmalig von Boersch beschrieben [23] und später von Alam et al. mit einer speziellen Beugungskamera ausgiebig untersucht [24]. Venables und Mitarbeiter erzeugten als erste solche Rückstreuelektronen-Beugungsdiagramme im REM [25, 26] und bezeichneten sie als Electron Back Scattering Pattern (EBSP). Diese Technik wurde vor allem von Dingley et al. [27-29] und später von Hjelen et al. [30-31] weiter verbessert und zu einem Standardverfahren der Orientierungsbestimmung im REM entwickelt.

Zur Erzeugung der Beugungsbilder wird der Elektronenstrahl im REM auf die zu untersuchende (einkristalline) Probenstelle fokussiert. Beim Auftreffen auf die Probe wird der Elektronenstrahl u.a. inelastisch gestreut. Diese inelastische Streuung erfolgt diffus in alle Raumrichtungen. Aufgrund der diffusen Streuung werden für jede Netzebenenschar Elektronen unter einem Winkel auftreffen, bei dem konstruktive Interferenz entsprechend dem *Braggschen Gesetz* auftritt:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Dabei ist λ die Wellenlänge, d der Netzebenenabstand, θ sowohl Einfalls- als auch Reflektionswinkel und n die Ordnung der Beugung.

Für jede Netzebenenschar liegen die Elektronen, die diese Beziehung erfüllen, auf der Oberfläche von jeweils zwei Kegeln, den sogenannten Kossel-Kegeln. Der Öffnungswinkel dieser Kegel beträgt 180°-2θ (siehe Abbildung 3.1).

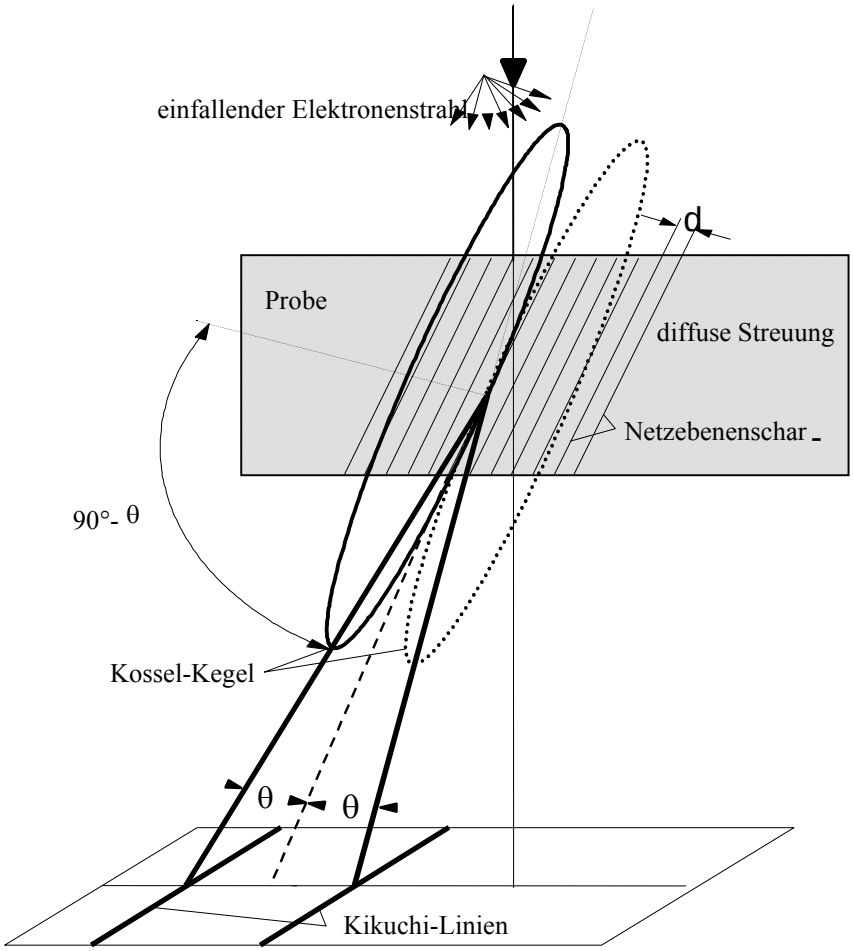


Abbildung 3.1 Schematische Darstellung zur Entstehung von Kikuchi-Linien bei der Bestimmung von Mikrotexturen mit der EBSD-Technik

Das Prinzip der Methode ist in Abbildung 3.2 schematische dargestellt. Die starke Verkippung der Probe liefert eine möglich große Ausbeute an Rückstreuelektronen, da hierbei die Weglänge der rückgestreuten Elektronen im Kristall reduziert wird. Die rückgestreuten Elektronen werden von einem Phosphorschirm aufgenommen. Da aufgrund der geringen Wellenlänge der Elektronen der Bragg-Winkel θ sehr klein ist, erscheinen die Schnittlinien der Kossel-Kegel mit dem Phosphorschirm als Linien.

Jede reflektierende Netzebenenschar wird dabei durch ein Band der Breite 2θ dargestellt. Die Beugungsmuster entstehen durch Überlagerung mehrerer solcher Bänder. Die

Schnittpunkte der Bänder entsprechen dabei den Zonenachsen sich schneidender kristallographischer Ebenen.

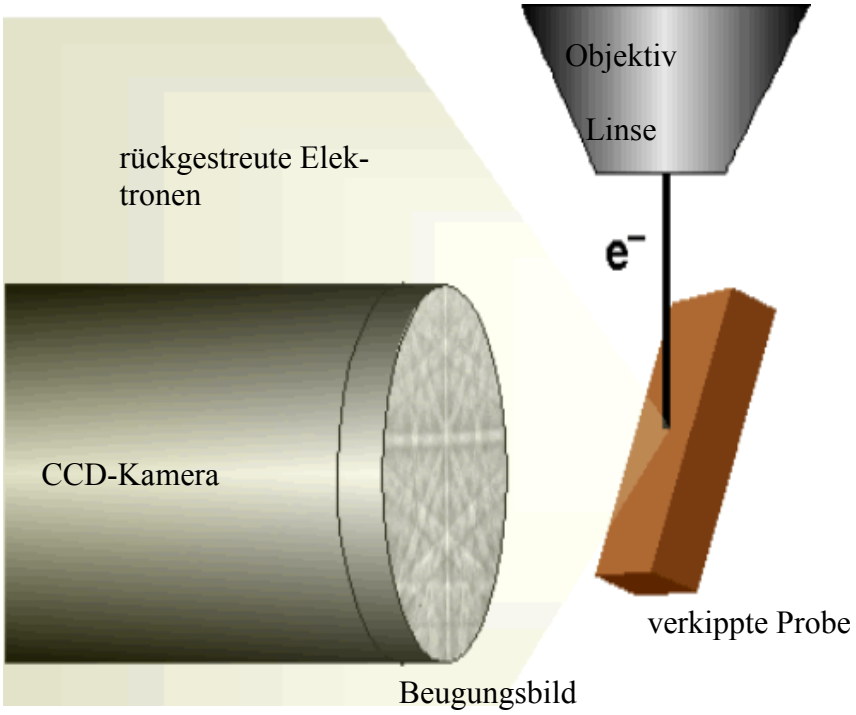


Abbildung 3.2 Schematischer Aufbau und Funktionsweise der Einzelorientierungsmessung im REM

Die in dieser Arbeit verwendete automatisierte Apparatur zur Erzeugung und Auswertung von Rückstreuelektronen-Beugungsdiagrammen ist schematisch in Abbildung 3.3 dargestellt (Engler und Gottstein 1992; Engler et al. 1996). Zur Erzeugung der Beugungsmuster wird der Elektronenstrahl stationär auf die zu untersuchende Probenstelle fokussiert. Ein Elektronendetektor erzeugt ein Standbild der zu untersuchenden Probenstelle. Damit ist eine genaue Zuordnung der Elektronenstrahlposition auf der Probenoberfläche möglich.

Das von dem Phosphorschirm aufgenommene Beugungsbild wird durch ein Bleiglasfenster von einer lichtempfindlichen TV-Kamera übernommen und über einen Kameraverstärker (HAMAMATSU C2400) und einem Bildprozessor (HAMAMATSU Argus 10) auf einem hochauflösenden Monitor dargestellt. Zur Auswertung der Orientierung wird das Beugungsbild mit Hilfe einer Frame-Grabber-Karte in einen angeschlossenen Computer eingelesen. Mit Hilfe entsprechender Bildverarbeitungsalgorithmen werden die Positionen der Bänder in dem jeweiligen Beugungsbild bestimmt.

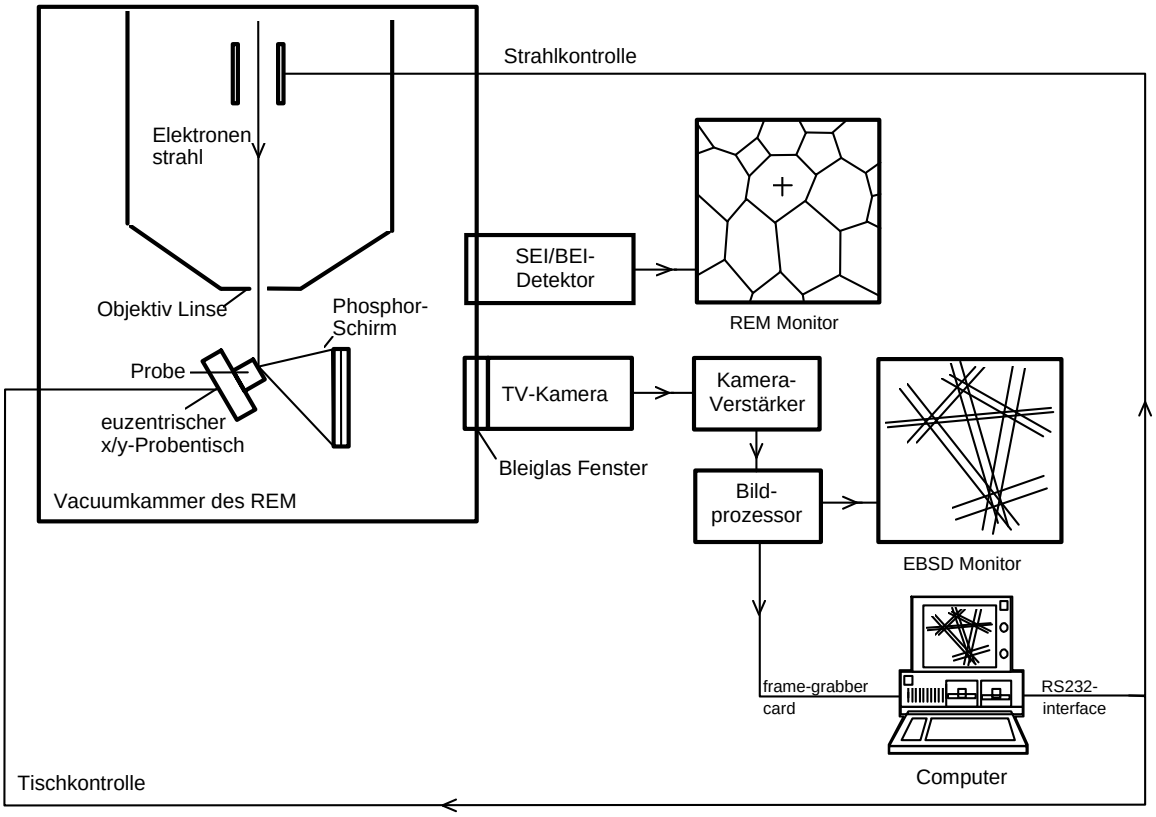


Abbildung 3.3 Schematischer Aufbau einer automatisierten Anlage zur Erzeugung und Auswertung von Rückstreuelektronen-Beugungsdiagrammen und zur Durchführung von Orientierungsmikroskopie im REM (Engler und Gottstein 1992; Engler et al. 1996)

Zur Orientierungsbestimmung aus dem Beugungsbild wird dies indiziert, um daraus die Orientierung zu berechnen. Die zweidimensionalen Bildschirmkoordinaten werden dafür in die dreidimensionalen Probenkoordinaten umgerechnet. Dazu müssen sowohl die Koordinaten des Zentrums des Beugungsbildes als auch der Abstand zwischen Probe und Schirm durch eine Kalibrierung ermittelt werden.

Im Anschluss an die Koordinatentransformation werden die Winkel zwischen den Bändern berechnet und mit einer Bibliothek verglichen, in der jede der möglichen Winkelkombinationen für das entsprechende Kristallsystem enthalten sind. Damit ist eine Indizierung der kristallographischen Zonenachsen möglich. Unter Berücksichtigung des Probenkoordinatensystems kann die Orientierungsmatrix und damit die Orientierung bestimmt werden.

Bei der automatisierten Orientierungsmikroskopie wird die Probe in konstanten Schritten abgerastert und nach jedem Schritt die lokale Orientierung bestimmt. Im allgemeinen dient die Orientierungsmikroskopie zur Aufnahmen der Orientierungstopographie zwecks Abbildung der gewählten Mikrostruktureinheit.

Abbildung 3.4 zeigt ein typisches Beugungsbild einer rekristallisierten Aluminiumprobe.

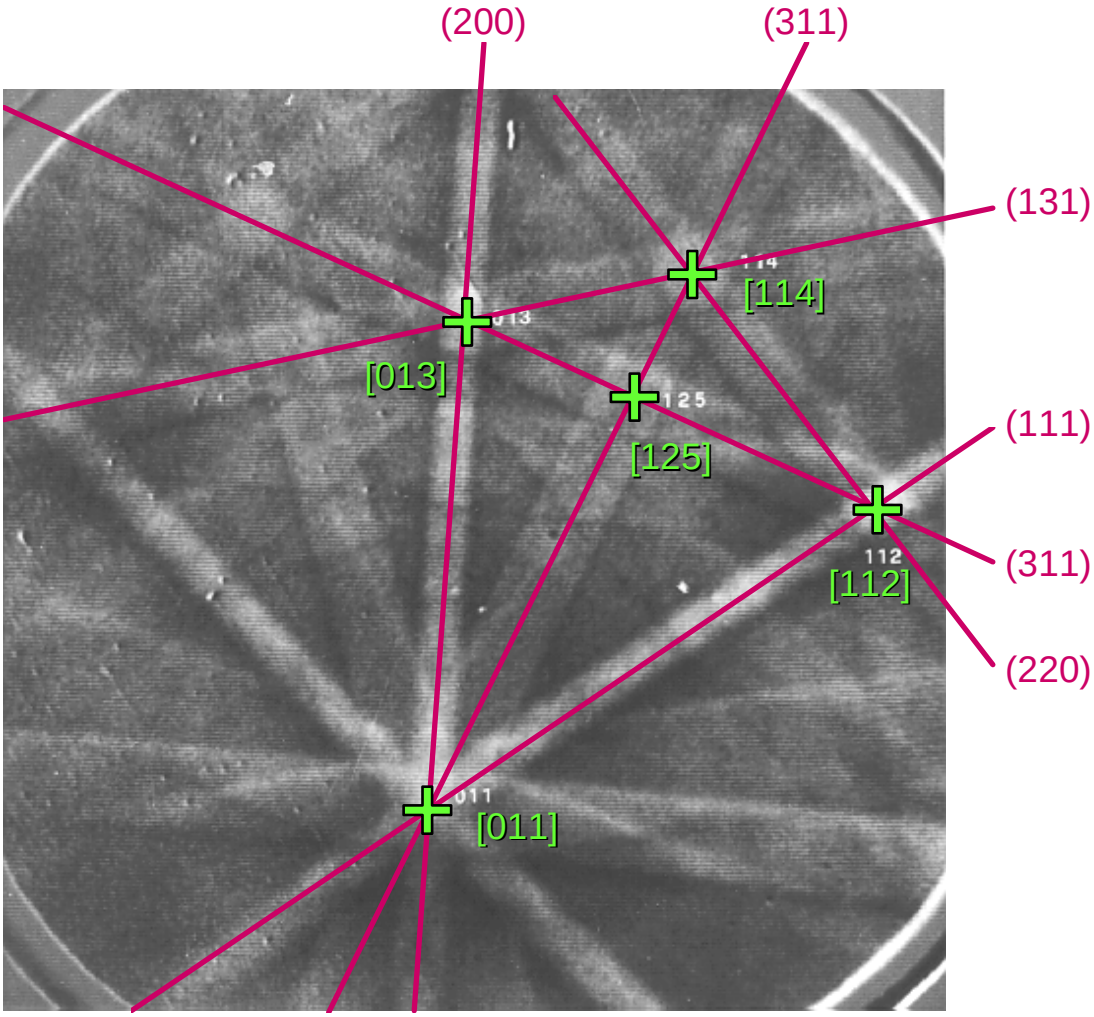


Abbildung 3.4 Indiziertes Beugungsbild einer rekristallisierten Aluminiumprobe

3.2 Grundlagen zur optischen Messung plastischer Mikrodehnungen

Die verwendete Messmethode ist ein photogrammetrisches Verfahren, mit dessen Hilfe der Verformungszustand von Werkstoffen ermittelt werden kann. Das Prinzip basiert auf der Wiedererkennung von Oberflächencharakteristiken, die sich in Form von Grauwertverteilungen digital abbilden lassen. Voraussetzung hierfür ist, dass die Probenoberfläche ein natürliches oder synthetisches Muster oder Raster aufweist. Zur Ermittlung des Verformungsfeldes wird die Probenoberfläche vor und nach jedem Verformungsschritt mit zwei CCD-Kameras (3D-Messung des Versuchsfeldes, hier erstmalig auf der Korn- und subkornskala angewandt) aufgenommen und die Bilder digital in Grauwerten gespeichert. Ein Bildanalysesystem erkennt in diesen digitalen Bildern die

Oberflächencharakteristik und kann jedem Bildpixel Koordinaten zuordnen. Die ersten Koordinaten gewinnt man durch die Aufnahme eines Referenzbildes im unverformten Zustand. Mittels digitaler Bildverarbeitung wird nach jedem Verformungsschritt das digitale Bild des entsprechenden Verformungszustandes mit dem Referenzbild verglichen und die Verschiebung kleinster Oberflächenbereiche zugeordnet. Als Ergebnis erhält man hochaufgelöste flächenhafte Verschiebungs- und Dehnungsfelder der Materialoberfläche.

3.2.1 Versuchsaufbau

Messungen im dreidimensionalen Raum erfordern einen Messaufbau mit zwei Kameras, die in einem Winkel von ca. 45° bis 90° zueinander stehen. Ein 3D-Aufbau muss vor der Messung kalibriert werden, um die Abbildungseigenschaften der Kamera und der Objektivverzerrungen bestimmen zu können. Mit Hilfe der bekannten Abbildungseigenschaften lassen sich anschließend die Berechnungen durchführen.
Abbildung 3.5 zeigt den Versuchsaufbau mit den beiden hochauflösenden Digitalkameras. Die Geometrie des Aufbaus, speziell der Winkel der Kameras zueinander, muss während der Messungen konstant bleiben.

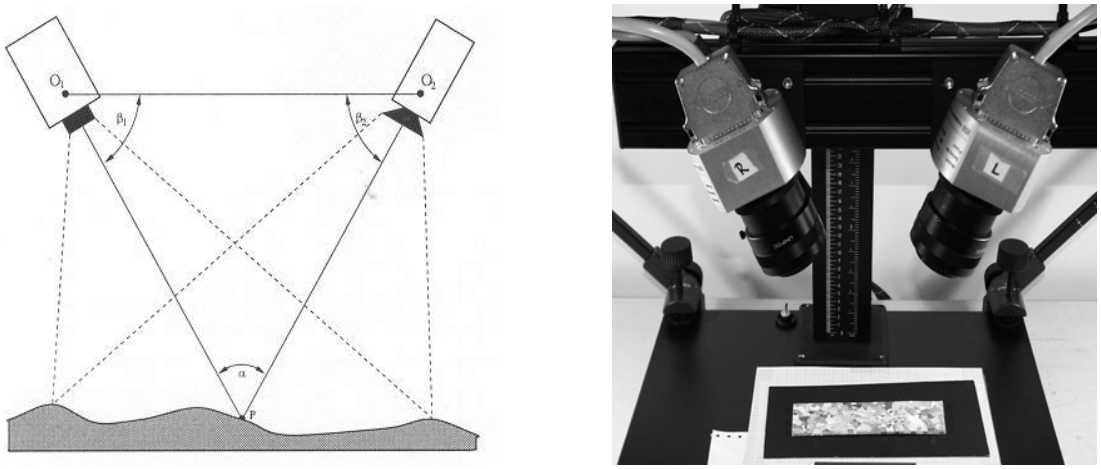


Abbildung 3.5 Photogrammetrischer Versuchsaubau

3.2.2 Das Messprinzip

Bei der Bestimmung des Verschiebungsfeldes auf der Probenoberfläche wird ein virtuelles Gitternetz über die einzelnen Digitalbilder gelegt. Die Gitterpunkte diese Netzes wurden durch die Grauwertverteilung ihrer vorher genau definierten Pixel-Umgebung (Facette) identifiziert. Auf diese Art kann jeder Gitterpunkt der Probenoberfläche nach jedem Verformungsschritt anhand der Grauwertverteilung innerhalb seiner Facette wiedererkannt und somit der Verlauf seiner Verschiebung verfolgt werden.

Das Grundprinzip der Bildauswertung beruht auf der Annahme, dass die Grauwertverteilung der quadratischen Facette im unverformten Zustand der Grauwertverteilung der gleichen Fläche im verformten Zustand entspricht.

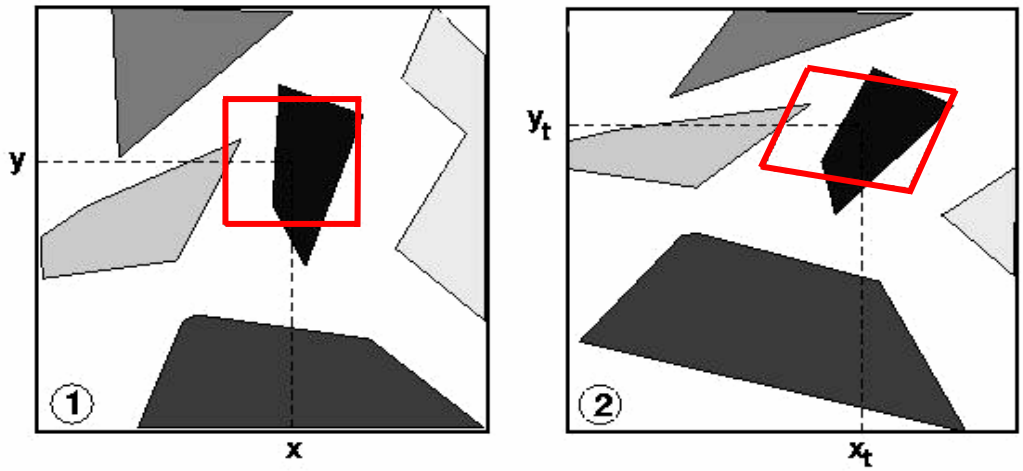


Abbildung 3.6 a) unverformter Zustand b) verformter Zustand

In Abbildung 3.6 ist dieses Prinzip dargestellt. Der Punkt P=(x,y) wird im linken Bild (unverformter Zustand) als Startpunkt gesetzt. Er ist definiert durch die Grauwertverteilung seiner Facette, die hier der Anschaulichkeit halber rot dargestellt ist. Die Gestalt der Facette ändert sich während der Verformung, aber nicht die Verteilung der Grauwerte innerhalb dieser Fläche. Im rechten Bild, im verformten Zustand, wird dieser Punkt anhand der konstant gebliebenen Grauwertverteilung innerhalb der Facette, wiedererkannt und seine neuen Koordinaten aufgenommen.

Mit diesem Messprinzip können beliebige Oberflächenmuster ausgewertet werden. Denkbar hierbei sind: Erstens, ein regelmäßiges auf die Probe aufgebrachtes Gitternetz, zweitens ein stochastisches Punktmuster oder drittens die intrinsische Oberflächenstruktur einer Probe. Es ist aber in allen Fällen darauf zu achten, dass sie sich in Form von Grauwerten abbilden lassen (vgl. Kapitel 4.1.3).

Muster sind dann besonders gut für die Zuordnung geeignet, wenn das Flächenverhältnis zwischen hellen und dunklen Bereichen in etwa 50:50 beträgt und die Übergänge zwischen ihnen nicht zu scharf sind. Durch Berechnung der Abstandsänderungen von benachbarten Punkten werden die entsprechenden Dehnungen berechnet [19].

3.2.3 Berechnung der akkumulierten plastischen Dehnung

Ein Maß für die Deformation eines Linienelementes kann wie folgt definiert werden:

$$\lambda = \lim_{l \to 0} \left(\frac{l + \Delta l}{l} \right)$$

Das Streckenverhältnis λ ist also die relative Längenänderung eines infinitesimalen Linienelementes. Ein Dehnungsmaß ε kann als Funktion des Streckenverhältnisses definiert werden. Häufig verwendete lineare Dehnungsmaße sind die folgenden Funktionen:

- Technische Dehnung: $\varepsilon^T = \mathrm{f}(\lambda) = \lambda - 1$
- Logarithmische Dehnung: $\varepsilon^L = \mathrm{f}(\lambda) = \ln(\lambda)$
- Green´sche Dehnung: $\varepsilon^G = \mathrm{f}(\lambda) = \frac{1}{2}(\lambda^2 - 1)$

Im unbelasteten Zustand nimmt ein Körper eine bestimmte Lage im Raum ein. Infolge einer Belastung werden die Kontinuumselemente ihre Lage im Raum verändern. Sie erfahren Verschiebungen, die man durch den Verschiebungsvektor $\underline{u}$ ausdrücken kann. Die Komponenten dieses Vektors ermittelt man aus der Differenz zwischen den Ortskoordinaten eines Kontinuumselementes vor und nach der Belastung. Die Gesamtheit der Verschiebungsvektoren eines belasteten Körpers kennzeichnet den Verschiebungszustand, der durch Translation, Rotation und Verzerrung (Verformung, Formänderung) charakterisiert ist. Dabei entspricht die Translation und Rotation der Bewegung eines starren Körpers.

Ein Linienelementvektor kann also während der Bewegung eine Translation, Rotation und Streckung bzw. Stauchung erfahren. Dieser Bewegungsvorgang ist durch den Deformationsgradienten $\underline{\mathbf{F}}$ charakterisiert.

Der Deformationsgradient $\underline{\mathbf{F}}$ ist ein Tensor zweiter Stufe und transformiert ein Linienelement $\underline{dX}$ in ein Linienelement $\underline{dx}$. Das Linienelement verbindet dabei die gleichen materiellen Koordinaten [21].

Abbildung 3.7 veranschaulicht den beschriebenen Fall.

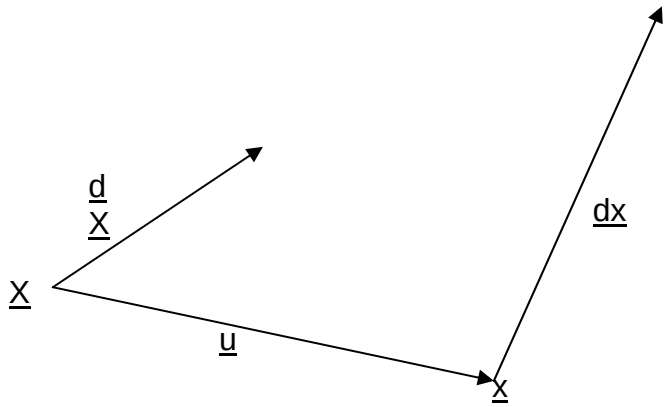


Abbildung 3.7 Verschiebung und Dehnung eines Linienelementes

Der Deformationsgradient $\underline{\mathbf{F}}$ ist wie folgt definiert:

$$\underline{dx} = \underline{\mathbf{F}} \cdot \underline{dX}$$

In der vorliegenden Arbeit wird mit einer photogrammetrischen Methode das plastische Verschiebungsfeld in drei Raumrichtungen auf der Probenoberfläche gemessen. Aus diesen Verschiebungsvektoren lässt sich der oben definierte Deformationsgradient $\underline{\mathbf{F}}$ bestimmen. Über den Dehnungsgradienten erhält man mittels Polarzerlegung den Streckungstensor, also die Dehnung.
Um aus dem Verschiebungsfeld den Deformationsgradienten zu bestimmen, müssen die Koordinaten jedes Punktes im unverformten Zustand als auch im verformten Zustand bekannt sein. Um den Deformationsgradienten in einem einzelnen Punkt zu berechnen, benötigt man eine Menge von Punkten aus der Umgebung des betrachteten Punktes. Hierbei muss für das Berechnungsmodell ein homogener Dehnungszustand angenommen werden.

Die Koordinaten der verformten Punkte $\underline{P}_v$ stehen über den Deformationsgradienten und eine Starrkörpertranslation $\underline{u}$ in einem funktionalen Zusammenhang mit den Koordinaten der unverformten Punkte $\underline{P}_u$:

$$\underline{P}_v = \underline{u} + \underline{\mathbf{F}} \cdot \underline{P}_u$$

Diese Formel beschreibt ein lineares Gleichungssystem, wobei die Unbekannten die vier Parameter des Deformationsgradienten **F** sind. Der Deformationsgradient kann als affine Transformation interpretiert werden, die ein Einheitsquadrat in ein Parallelogramm transformiert. Durch Polarzerlegung kann der Deformationsgradient in ein Produkt aus Starrkörperrotation und einen Streckungstensor zerlegt werden. Hierbei sind zwei Möglichkeiten denkbar:

1) Zerlegung in Rotation und Rechts-Streck-Tensor (Cauchy-Green-Tensor)

$$\underline{\mathbf{F}} = \underline{\mathbf{R}} \cdot \underline{\mathbf{U}}$$

2) Zerlegung in Links-Streck-Tensor und Rotation

$$\underline{\mathbf{F}} = \underline{\mathbf{V}} \cdot \underline{\mathbf{R}}$$

Wobei R ein orthogonaler Tensor zweiter Stufe ist. **U** bzw. **V** hingegen sind zwei symmetrische positive definite Tensoren. Sie besitzen dieselben Hauptwerte. Ihre Hauptachsen sind jedoch infolge **R** gegeneinander verdreht.
Die Tensoren **U** bzw. **V** bewirken nur Längenänderungen, während **R** eine starre Rotation verursacht. Der Streckungstensor U weist im zweidimensionalen Raum folgende Form auf:

$$\underline{\mathbf{U}} = \begin{pmatrix} U_{11} & U_{12} \\ U_{21} & U_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1+\varepsilon_x & \varepsilon_{xy} \\ \varepsilon_{xy} & 1+\varepsilon_y \end{pmatrix}$$

Die Dehnungsmaße ε_x und ε_y sind abhängig vom Koordinatensystem definiert. Die symmetrische Matrix **U** kann auf die Hauptdiagonalenform transformiert werden. Die beiden Eigenwerte λ_1 und λ_2 können dann wie folgt berechnet werden:

$$\lambda_{1,2} = 1 + \frac{\varepsilon_x + \varepsilon_y}{2} \pm \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_x + \varepsilon_y}{2}\right)^2 - \left(\varepsilon_x \cdot \varepsilon_y - \varepsilon_{xy}^2\right)}$$

Der größere Eigenwert wird Hauptdehnung[1] (major strain) oder größte Hauptformänderung und der kleinere Eigenwert Hauptdehnung[2] (minor strain) oder kleinste Hauptformänderung genannt. Die dazugehörigen Eigenvektoren bestimmen die beiden Hauptdehnungsrichtungen. Die so ermittelten Dehnungswerte sind unabhängig vom

Koordiantensystem. Unter Annahme von Volumenkonstanz: $\lambda_1 \lambda_2 \lambda_3 = 1$ kann die dritte Hauptdehnung ε_3 aus den beiden Hauptdehnungen ε_1 und ε_2 berechnet werden.

Zur Berechnung der Dehnung wird angenommen, dass die reine Starrkörperverschiebung, die die einzelnen Linienelemente zusätzlich zu ihrer Deformation erfahren haben, nicht durch den Deformationsgradienten mitmodelliert werden kann. Dies bedeutet, dass zur Berechnung des Deformationsgradienten alle Punkte einer Umgebung eine Translation erfahren. Die Translation wird so gewählt, dass der Punkt, für den der Deformationsgradient berechnet wird, in den Ursprung verschoben wird.

Die bisherige Darstellung ging auf die Dehnungsermittlung im zweidimensionalen Fall ein. Als Messdaten liegen jedoch dreidimensionale, karthesische Koordinaten der Probenoberfläche vor. Um die Berechnungsmodelle nutzen zu können, muss eine Transformation der 3D-Messdaten in den 2D-Raum durchgeführt werden.

Die Transformation erfolgt nach dem Tangentialmodell. Dieses Modell geht davon aus, dass die lokale Umgebung eines Punktes sehr gut durch eine Tangentialebene angenähert werden kann. Die Berechnung dieser Tangentialebene muss für den verformten und für den unverformten Zustand getrennt erfolgen.

Die Punkte der lokalen Umgebung werden in diese Tangentialebene projiziert. Man erhält für beide Zustände zwei Punktmengen im zweidimensionalen Raum. Der oben erläuterte Deformationsgradient $\underline{\mathbf{F}}$ wird aus diesen 2D-Punktmengen berechnet.

Als Ergebnis erhält man eine flächenhafte farbliche Darstellung der Verteilung der akkumulierten plastischen Dehnung auf der Probenoberfläche. Hierbei entspricht jede Farbe einem bestimmten plastischen Dehnungszustand der Probe. Ähnliche Farbgebungen lassen also auf eine vergleichbare akkumulierte plastische Dehnung schließen.

In Abbildung 3.8 werden beispielhaft solche Verteilungen der akkumulierten plastischen Dehnung auf der Probenoberfläche dargestellt. Das linke Bild zeigt die Dehnungskomponente in x-Richtung nach einer Verformung mit 3,2% Höhenabnahme und das rechte Bild dieselbe Probe nach einer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme.

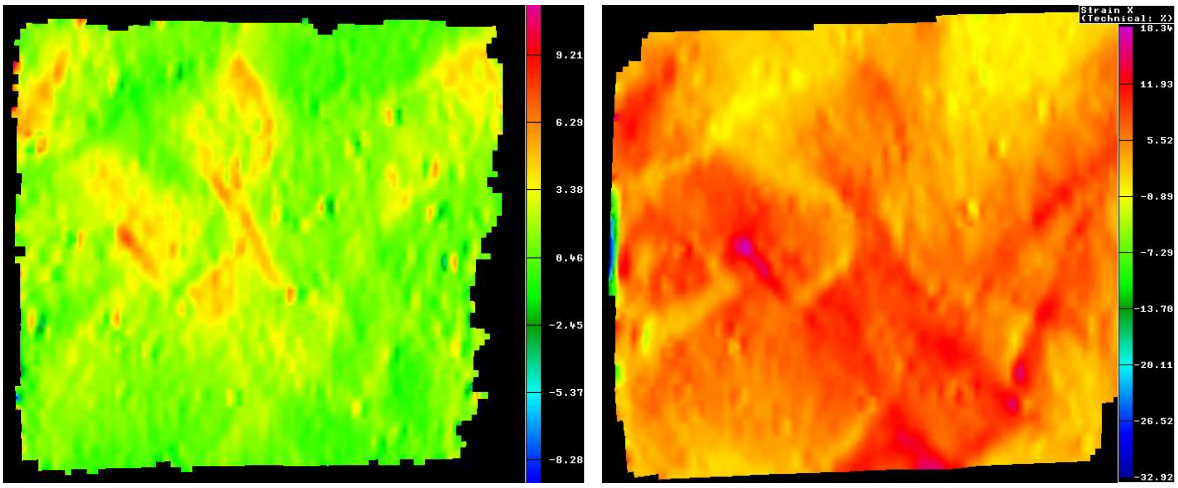


Abbildung 3.8 Dehnungskomponente in x-Richtung nach 3.2% und 6.5% Höhenabnahme

4 Beschreibung der Experimente

4.1 Probenvorbereitung

4.1.1 Probenmaterial

Als Probenmaterial für diese Arbeit wurde polykristallines Aluminium technischer Reinheit verwendet. Das Ausgangsmaterial lag als Blech der Dicke 4mm vor. Auf einer Laborwalze wurde das Blech reversierend homogen bis zu einem Walzgrad von 25% kaltgewalzt und anschließend 3h lang bei 600°C geglüht. Mit Hilfe dieser Glühung wurde das Walzgefüge mit seinen langgestreckten Körnern in ein homogenes Gefüge mit globularen Körnern umgewandelt werden, denn bei Walzgefügen erhält man wegen der Verformungsinhomogenitäten keine oder nur unzureichende Kikuchi-Beugungsbilder.

Die Grobkornglühung ergab eine mittlere Korngröße von 4,5mm. Abbildung 4.1 zeigt die Gefügeaufnahme einer polykristallinen Aluminiumprobe mit globularen Körnern nach der Grobkornglühung.

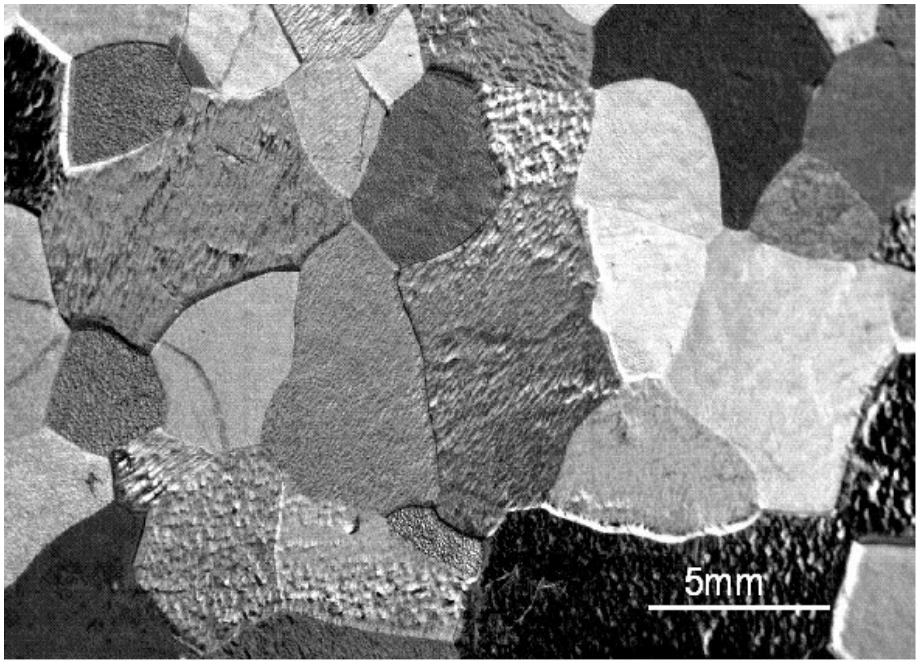


Abbildung 4.1 Gefügeaufnahme der polykristallinen Aluminiumprobe

Die Kristallite weisen eine kolumnare Morphologie auf, so dass eine quasi-zwei-dimensionale Kornanordnung vorliegt.

4.1.2 Probengeometrie

Die Geometrie der Proben wurde so gewählt, dass sie nach jedem Verformungsschritt im Rasterelektronenmikroskop auf ihre Mikrotextur hin untersucht werden konnte. Die Abmessungen der Vakuumkammer stellten somit eine Begrenzung der Probengröße nach oben hin dar. Um scharfe Beugungsbilder und für die EBSP-Auswertung notwendige Beugungsbilder zu erhalten, mussten die Proben im REM stark verkippt werden, im vorliegenden Fall um 70°. Aufgrund dieser Rotation musste berücksichtigt werden, dass die Länge der Proben im Laufe der Verformungsexperimente zunimmt.

Die Probengröße wurde nach unten hin durch die maschinellen Anforderung der channel-die-Experimente begrenzt. Die Probengröße durfte nicht zu klein gewählt werden, damit die aufzubringenden Verformungskräfte nicht zu klein waren und noch eingestellt werden konnten. Somit stellt die Probengeometrie einen Kompromiss zwischen den Anforderungen der Zugmaschine und des Rasterelektronenmikroskops dar. Als günstigste Form für die Stauchversuche hat sich eine orthorombische Probengeometrie erwiesen. Die Abmessungen hierbei betragen 17mm × 10mm × 3mm. Die Probendicke entspricht dabei der Blechdicke des Ausgangbleches.

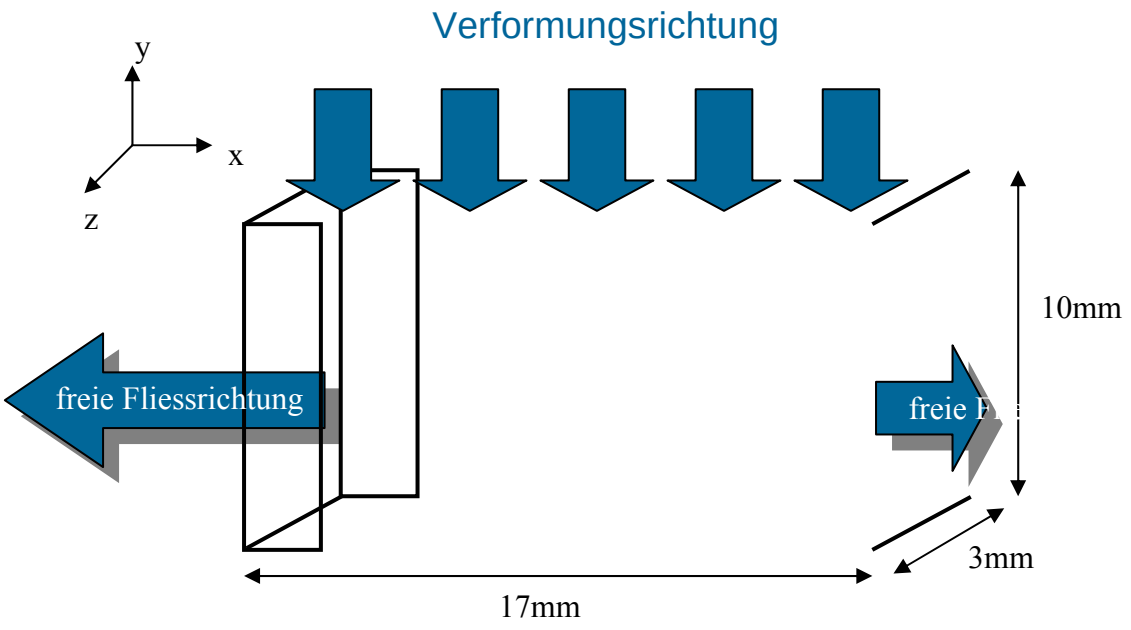


Abbildung 4.2 Probengeometrie

In Abbildung 4.2 ist die gewählte Probengeometrie schematisch dargestellt. Die Wände des channel-die-Werkzeuges verhindern eine seitliche Ausdehnung der Probe, so dass das Material nur in x-Richtung fließen kann.

4.1.3 Probenpräparation

Die Probenpräparation für die EBSD-Untersuchungen entsprach einer Standard-vorbereitung für den Gebrauch im Rasterelektronenmikroskop. Die metallographische Präparation erfolgte durch Schleifen auf Nassschleifpapier von 800er bis 4000er Körnung und anschließendes manuelles Polieren mit Struers . Dadurch wurde eine glatte Probenoberfläche erzeugt und die durch das Schleifen erzeugten verformten Oberflächenschichten entfernt.

Das Anätzen des Gefüges wurde mit dem Ätzmittel Al-M4 durchgeführt. Die chemische Zusammensetzung des Ätzmittels ist in Tabelle 4.3 aufgeführt.

Tabelle 4.3 Chemische Zusammensetzung des verwendeten Ätzmittels

Al-M4 (Makroätzung)	
Salzsäure (32%ig)	20ml
Salpetersäure (65%ig)	20ml
Flusssäure	5ml
destilliertes Wasser	20ml

Da das Messprinzip für die optischen Mikrodehnungsmessungen auf der Wiedererkennung von Oberflächencharakteristiken beruht (vgl. Kapitel 3.2.1), musste die polierte Probenoberfläche mit einer entsprechenden Charakteristik versehen werden.

Denkbar hierbei waren: Erstens, ein regelmäßiges auf die Probe aufgebrachtes Gitternetz, zweitens ein stochastisches Punktmuster oder drittens die intrinsische Oberflächenstruktur der Proben. Es war aber in allen Fällen darauf zu achten, dass sie sich in Form von Grauwerten abbilden ließen und dass sich in jeder Facette Grauwertgradienten in alle drei Koordinatenrichtungen befanden.

Farbmuster waren dann besonders gut für die Zuordnung geeignet, wenn das Verhältnis zwischen hellen und dunklen Bereichen in etwa 50:50 betrug und die Übergänge zwischen ihnen nicht zu scharf waren.

Die besten Ergebnisse wurden mit einem weißen Sprühlack erzielt, der ein feines Punktmuster auf der Probenoberfläche erzeugte. Die weiße Farbe bot den höchsten Kontrast zu der spiegelnden metallischen Oberfläche, die als digitales Pixelbild schwarz erschien.

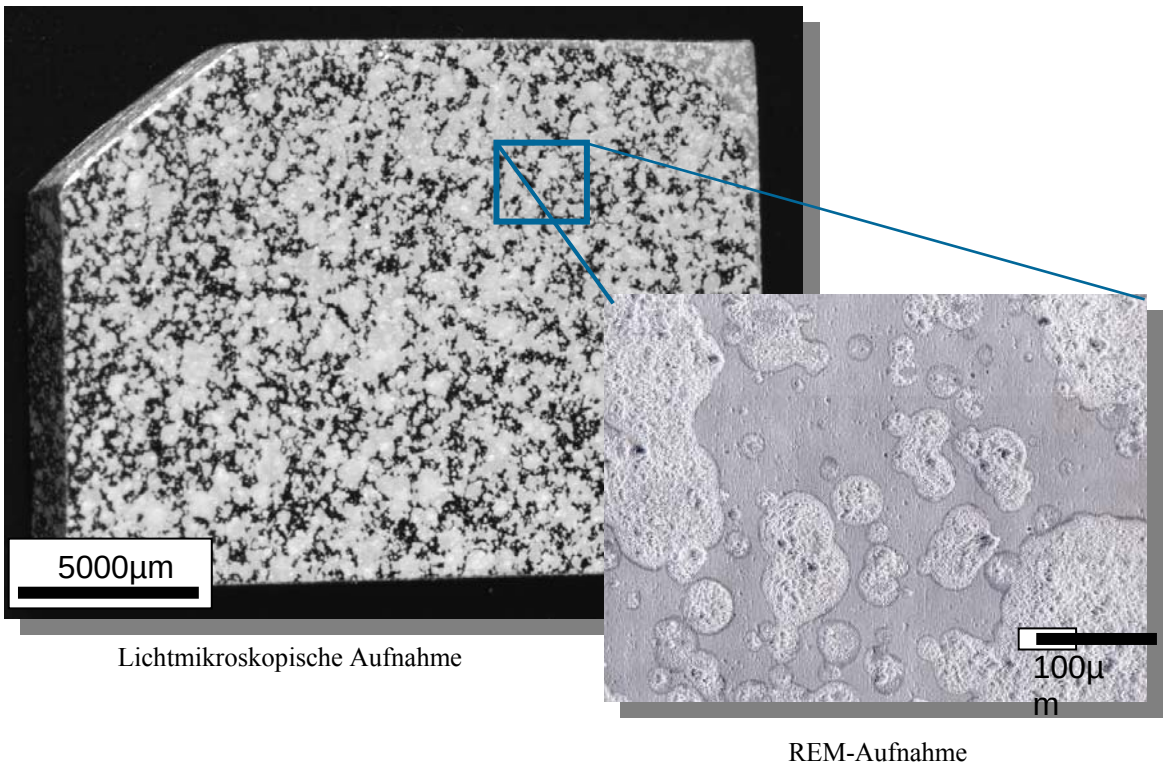
Es empfahl sich ein feiner Farbauftrag. Ein großflächiger Farbauftrag konnte von dem mit Grauwertgradienten arbeitenden Bildanalysesystem nicht ausgewertet werden.

Bei den Versuchen zum Farbauftrag hatte sich bewährt, zunächst neben die Probe zu sprühen, um dann mit einer kurzen schnellen Bewegung die Sprühdose über die Probe hinaus zu bewegen. Dieser Vorgang wurde mehrere Male von verschiedenen Seiten aus durchgeführt. Die Sprühdose muss nach jedem Sprühvorgang gereinigt werden, um Ansatzbildung in der Düse zu vermeiden.

Für die elektronenoptischen Orientierungsmessungen zwischen den aufeinanderfolgenden Umformschritten stellte die aufgebrachte Farbe ein Hindernis dar. Der Spühlack als Nichtleiter führte im Rasterelektronenmikroskop zu Aufladungen, die eine Auswertung an dieser Stelle unmöglich machten. Einige Vorversuche ergaben, dass die besten Ergebnisse mit einem feindispersen Farbauftrag mit großen Zwischenräumen im Punktmuster erzielt wurden. Hierbei konnte zwischen den Farbpunkten gemessen und nicht auswertbaren Probenstellen interpoliert werden (vgl. Kapitel 4.9).

Um einen möglichst feinen Farbauftrag zu erzielen, wurde in dieser Arbeit ein Airbrush-System verwendet. In Einzelfällen wurde die Probe mit einer mattschwarzen Farbe grundiert, um störende Reflektionen aufgrund verformungsinduzierter Reliefbildung an der Oberfläche zu beseitigen. Hierbei wurde auf eine EBSD-Untersuchung nach jedem

Verformungsschritt verzichtet, da die Grundierung vor jeder EBSP-Messung hätte entfernt werden müssen.



Lichtmikroskopische Aufnahme

REM-Aufnahme

Abbildung 4.4 Präparierte Probe mit weißem Farbauftrag

Abbildung 4.4 stellt eine präparierte Probe mit weißem Farbauftrag sowohl auf makroskopischer Ebene als auch auf Kornskala (REM-Bild) dar. Auf die polierte Probenoberfläche wurde mit ein weißes regelloses Farbmuster aufgebracht. Die REM-Aufnahme zeigt die feine disperse Farbverteilung, in deren Zwischenräume eine aussagekräftige Orientierungsmessung möglich ist. Zur besseren Orientierung für den Ein- und Ausbau im REM und als Referenzpunkt für den Vergleich der einzelnen Ergebnisse wurde eine Ecke der Probe angeschliffen (wie in Abbildung 4.4 dargestellt) oder mit einem Kratzer markiert.

4.2 Experimenteller Versuchsablauf

Der Ablauf der einzelnen Untersuchungsschritte war bei jeder Messreihe identisch. Zunächst wurde die lokale Mikrotextur und Orientierungstopologie von Kornnachbarschaften der Proben mittels Rasterelektronenmikroskopie bestimmt. Im Anschluss erfolgte die plastische Verformung der Proben schrittweise in Einzelstichen von etwa 3–5% pro Schritt in einer Zugmaschine mit channel-die–Werkzeug. Nach jeden Verformungsschritt wurden

die plastischen Dehnungsverteilungen an den Probenoberflächen mit Hilfe des in Kapitel 3.2 beschriebenen photogrammetrischen Verfahrens untersucht. Hierbei wurden mittels pixelweiser Bereichsanalyse aufeinanderfolgender digitaler metallographischer Bildsequenzen Verschiebungsfelder der Proben aufgenommen und die plastischen Mikrodehnungsverteilungen berechnet. Neben den Experimenten wurden in einigen Fällen FE-Simulationen und Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen basierend auf den experimentellen Daten durchgeführt (siehe auch Kapitel 4.2.4). Am Ende stehen ein Abgleich dieser unterschiedlichen lokalen Charakterisierungen und theoretischen Betrachtungen.

4.2.1 Orientierungsmikroskopie

Um Informationen über die Mikrostruktur und -textur der Proben und deren Änderung nach den einzelnen Verformungsschritten zu erhalten, bedient man sich der Orientierungsmikroskopie. Hierbei wird die gesamte Probe in konstanten Schritten abgerastert und an jeder Stelle des vorgegebenen Rasters die jeweilige Orientierung mittels EBSD-Technik aufgenommen. Die vorliegenden Untersuchungen wurden an einem JEOL Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Das Messfeld wurde in seinen Abmessungen geringfügig größer als die Probengeometrie gewählt. Somit war gewährleistet, dass alle Probenränder genau in dem Scan erfasst wurden. Die Schrittweite der Orientierungsmessungen wurde als Kompromiss zwischen Genauigkeit und Messzeit definiert. Bei einer mittleren Korngröße von 4000µm wurde eine Schrittweite von 100µm gewählt.

Die Mikrostrukturuntersuchungen im REM wurden standardmäßig mit einer Beschleunigungsspannung von 20kV, einem Probenstrom von $3 \cdot 10^{-8}$ A und einem Kippwinkel von 70° durchgeführt. Der Arbeitsabstand betrug 15mm.

4.2.2 Stauchversuche

Die Verformungsexperimente wurden mit einer mechanischen Zugmaschine der Firma Schenck-Treibel durchgeführt, die mit einem channel-die-Werkzeug ausgestattet worden ist. Die Druckverformung hat sich für hohe Verformungen als der günstigste Versuch erwiesen. Eine Dehnungsanalyse an freien Druck- oder Zugversuchen war nicht sinnvoll, da hierbei die Probengeometrie nicht stabil bliebt sondern die Probe ausbaucht und tordiert bzw. einschnürt.

In Abbildung 4.6 ist schematisch der Aufbau des verwendeten channel-die-Werkzeuges dargestellt. Das Werkzeug wurde aus gehärtetem Stahl hergestellt und besteht aus drei Teilen, die während der Verformung zusammengeschraubt blieben.

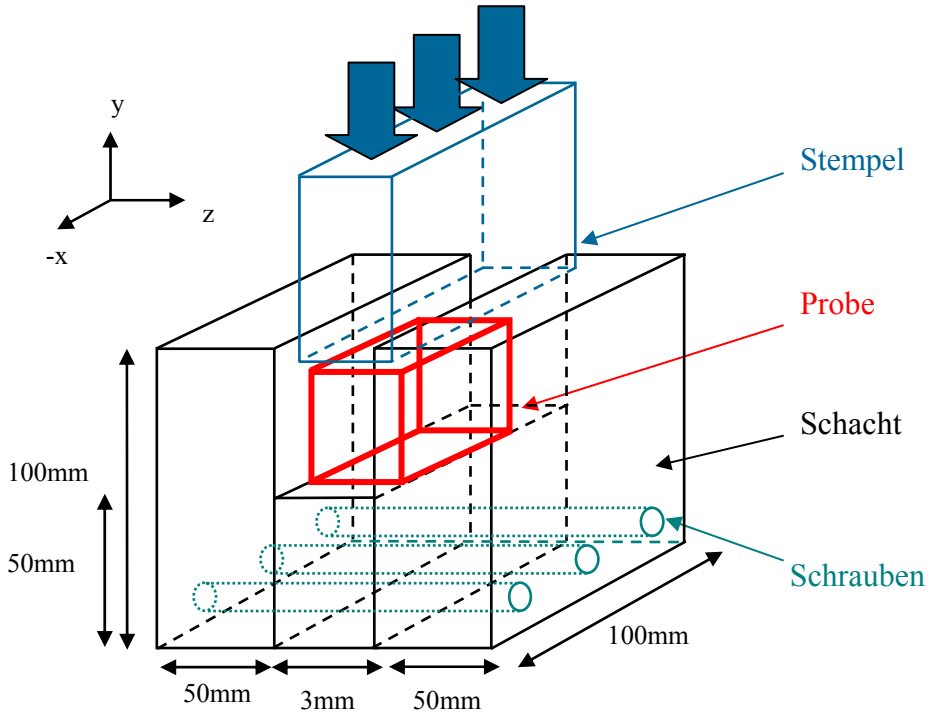


Abbildung 4.6 Channel-die-Werkzeug

Für den Einbau der Proben können die Schrauben entfernt werden. Die rechteckigen Proben passen exakt in den Schacht des Werkzeuges. Die Kraftübertragung geschieht über einen Stempel, der ebenfalls genau in die Geometrie des Werkzeuges passt. Die Proben werden von diesem Stempel in negative y-Richtung gestaucht. Die channel-Wände verhindern jede seitliche Ausdehnung, so dass die Proben sich während der Verformung nur in x-Richtung ausdehnen können und somit annähernd ebene Dehnungsverhältnisse Verhältnisse vorliegen.

Eine 80µm dicke PTFE-Folie wurde zweifach um die Proben gewickelt. Diese Festkörperschmierung reduziert die Reibung an den Schachtwänden und trägt zum quasi-ebenen Dehnungszustand bei. Die Folie soll außerdem eine Zerstörung des Farbauftrages durch Reibung verhindern. Die Verformung erfolgte schrittweise in Einzelstichen von etwa 3–5% pro Schritt und einer Dehnrate von $1{,}7 \cdot 10^{-5}$ s^{-1}, so dass im Anschluss an jeden Verformungsschritt die lokalen plastischen Dehnungen gemessen werden konnten.

4.2.3 Bestimmung der plastischen Mikrodehnung

Die Analyse der akkumulierten plastischen Dehnung auf der Probenoberfläche wurde nach dem im Kapitel 3.2 beschriebenen photogrammetrischen Prinzip ermittelt. Es wurden hochauflösende Kameras des Typs Vosskühler CCD 1300F verwendet. Die Pixelauflösung betrug 1280 × 1024.

Vor der eigentlichen Messung musste das Meßsystem eingerichtet und kalibriert werden. Die Kameras wurden so ausgerichtet werden, dass die Bildmitten einen gemeinsamen Punkt im gewünschten Messfeld fixierten. Der Messabstand musste so gewählt sein, dass der Winkel zwischen den Kameras im Intervall zwischen 45° und 90° lagen. Bei den vorliegenden Untersuchungen hatte sich ein Arbeitsabstand von 28cm zwischen den Kameras und der Probe als sinnvoll erwiesen.

Nach Ausrichten der Kameras konnten Blende und Schärfe der Objektive eingestellt werden. Um eine große Tiefenschärfe zu erreichen, musste mit möglichst großer Blende gearbeitet werden. Dabei war auf eine ausreichende Ausleuchtung des Messfeldes zu achten. Unterbelichtete Bereiche erschienen schwarz im Videobild. Überbelichtete Bereiche wurden rot dargestellt. Eine optimale Ausleuchtung ließ sich mit Hilfe der im System integrierten Falschfarbendarstellung erzielen.

Die für die Auswertung notwendige gleichmäßige Probenausleuchtung wurde mit zwei seitlich angebrachten Reprographielampen erreicht. Zum Einstellen der Schärfe eignete sich am besten ein Blatt bedrucktes Papier, zum Beispiel eine Visitenkarte.

Vor der ersten Messung musste das Messgerät kalibriert werden. Hierbei wurden die Abbildungseigenschaften der beiden Kameras bestimmt. Dazu wurde eine Kalibrierobjekt mit einer aufgedruckten Anordnung von Punkten verwendet. Das Kalibrierobjekt wurde aus unterschiedlichen Positionen von den Kameras aufgenommen, die einzelnen Punkte identifiziert und deren Koordinaten pixelgenau bestimmt.

Durch eine Ausgleichsrechnung nach der Methode der kleinsten Quadrate wurden danach die Abbildungsparameter der Kameras und die Koordinaten aller an der Kalibrierung beteiligten Punkte bestimmt. Die wichtigsten Berechnungsparameter hierbei waren Facettengröße, also die Größe eines Messquadrates in Pixeln, und der Facettenabstand. Der Facettenabstand wurde durch den Abstand der Mittelpunkte zweier Facetten beschrieben. Als Projektparameter wurden die Facettengröße zu 15 Pixel und der Facettenabstand zu 11 Pixeln eingestellt.

In jedem digitalen Bild mussten Startpunkte festgelegt werden. Ausgehend von diesen Punkten wurden die entsprechenden Facetten aller Bilder der Sequenz miteinander verglichen und deren Koordinaten aufgenommen. Im Anschluss erfolgte die Berechnung der akkumulierten plastischen Dehnung aus dem gemessenen Verschiebungsfeld.

Zwischen zwei verschiedenen Berechnungsmethoden konnte gewählt werden. Die Dehnung konnte sowohl mehrstufig mit allen Dehnungsstufen als auch einstufig erfolgen. Bei der einstufigen Lösungsmethode werden lediglich der Ausgangszustand und der jeweilige Endzustand der Proben berücksichtigt. Bei der mehrstufigen Berechnungsmethode summiert sich ein Messfehler über die Einzelschritte auf. Deshalb wurden alle Berechnungen in der vorliegenden Arbeit mit dem einstufigen Lösungsmodus durchgeführt. Die Dehnungsberechnung erfolgte also Schrittweise nach jedem Verformungsschritt [19].

Abbildung 4.7 zeigt den Aufbau des Messstandes bestehend aus zwei Kameras, zwei Reprographielampen und einem verfahrbaren Abstandshalter.

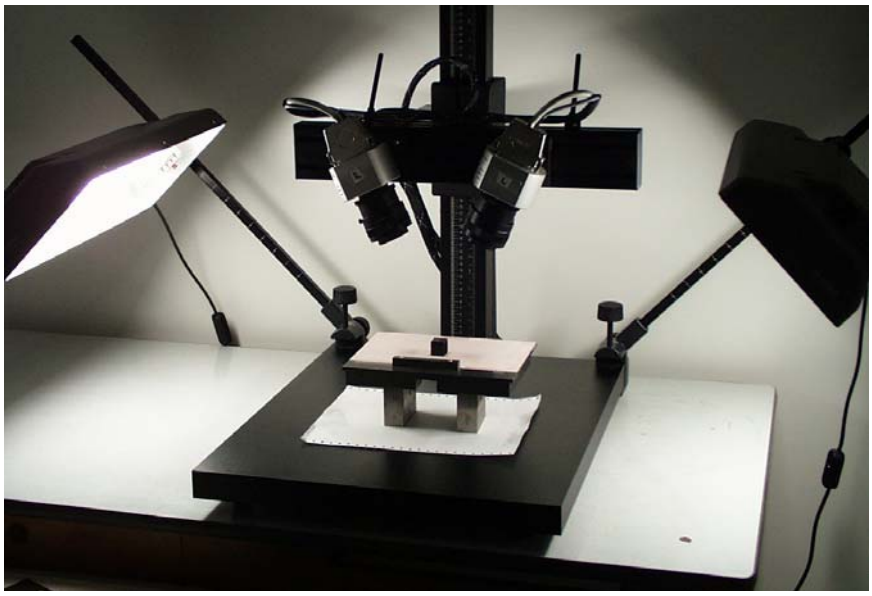


Abbildung 4.7 Messtand zur Dehnungsmessung

4. 8 Experimentelle Probleme

Während der Vorbereitung und Durchführung der Versuche traten folgende experimentelle Herausforderungen auf:

Erstens, die Ausleuchtung der Proben musste vor und nach der plastischen Verformung konstant sein, da die Dehnungsanalyse auf der Wiedererkennung von Grauwertverteilungen basiert. Die Software konnte zwar geringe Parallelverschiebungen in der Helligkeit zwar ausgleichen, aber geändert wurden während der Versuche nicht nur die Beleuchtung sondern auch der Verformungszustand. Somit wurden zwei wichtige Größen gleichzeitig verändert, von denen eine sogar eine Messgröße war.

Zweitens, bei zunehmender Verformung kommt es zu Reliefbildung auf der Probenoberfläche und somit zu ungewollten lokalen Reflektionen. Diese Bereiche wurden in der CCD-Optik überbelichtet und konnten nicht ausgewertet werden. Versuche mit Polarisationsfiltern konnten dieses Problem nicht beheben. Erst mit der Anschaffung von geeigneten Reprographielampen und einer vorhergehenden Grundierung der Proben mit matt-schwarzer Farbe konnten die Reflektionen beseitigt werden.

Drittens, die präparierte Probenoberfläche musste vor Zerstörung durch Reibung an der channel-Wand geschützt werden. Eine Teflon-Folie wurde als Festkörperschmierung zwischen die Probe und das Werkzeug gebracht und reduzierte somit die Reibung. Weitgehend unerforscht blieb jedoch der Einfluss der Reibung auf den Spannungszustand der Probe.

Viertens, das aufgebrachte Farbmuster stellte für die EBSD-Untersuchungen im REM ein Hindernis dar. Mit Hilfe eines feindispersen Farbauftrages konnte die Orientierung in den Zwischenräumen zwischen den einzelnen Farbpunkten aufgenommen und die fehlenden Stellen interpoliert werden. Auf diese Problematik wird in Kapitel 4.9 noch eingehender eingegangen.

4.9 Vorversuche

Vor den eigentlichen Experimenten musste eine Reihe von Vorversuchen durchgeführt werden, um wichtige Prozessparameter einzustellen.

Als Test der Software zur Bestimmung der akkumulierten plastischen Dehnung wurde ein Radiergummi als Beispiel für ein Kontinuum gestaucht. Das Messfeld hierbei betrug

20mm×20mm und entsprach in etwa der Probengröße der regulären Experimente. Die Kraft wurde punktuell in der Mitte des Gummis mit Hilfe einer Mikrometerschraube aufgebracht. Die Ergebnisse dieser Versuche sind im Kapitel 6.1 dargestellt.
Die ersten Stauchversuche erfolgten in der Zugmaschine ohne channel-die Werkzeug. Die Probengeometrie betrug hier 20mm×20mm×45mm. Abbildung 4.8 zeigt den Versuchablauf dieses Experimentes.

Abbildung 4.8 Versuchsablauf des freien Stauchversuches (links unverformte Probe)

Die Probengeometrie blieb bei diesen offenen Versuchen nicht stabil, sondern tordierte und bauchte aus. Eine Analyse der plastischen Dehnung war hierbei nicht sinnvoll. Freie Zugversuche garantieren ebenfalls wegen der eintretenden Probeneinschürung keine stabile Probenform. Deshalb wurden alle weiteren Versuche als Druckversuche in der channel-die durchgeführt, da dies für hohe Verformungen der günstigste Versuch ist.
Das photogrammetrische Messverfahren zur Bestimmung der plastischen Dehnung erforderte eine besondere Probenpräparation (siehe Kapitel 4.1.3). Um die Auswertung der zu optimieren, wurde zunächst mit den verschiedensten Farbaufträgen experimentiert. Wie in Kapitel 4.8 bereits erwähnt, führten die meisten Lacke zu Aufladungen im REM. Deshalb wurden elektrisch leitende Farben auf Kupfer- und Graphitbasis auf ihre Prozesstauglichkeit getestet. Im REM wurden mit diesen Farbaufträgen sehr gute Ergebnisse erzielt. Der Elektronenstrahl ging durch die Farbe hindurch und es wurden die tatsächlichen kristallographischen Orientierungen der Probe unter dem Farbtupfen gemessen. Aber sowohl der Kupferlack als auch die Graphitfarbe verfügten nicht über die nötige Abriebfestigkeit. Das Farbmuster wurde während der Stauchversuche schon bei

geringen Kräften durch Reibung an den Werkzeugwänden zerstört. Als Kompromiss wurde herkömmliche nichtleitende Farbe verwendet, und diese aber so fein dispers aufgetragen, dass in den Zwischenräumen zwischen den einzelnen Farbtupfen die Orientierungen aufgenommen werden konnten (vgl. Abbildung 4.4).

5 Finite-Elemente Simulationen

Die Kenntnis der lokalen Mechanik ist für die Interpretation der Experimente von großer Bedeutung. Ohne sie wäre nur eine qualitative Beschreibung der Kornwechselwirkungen möglich. Deshalb wurde zur quantitativen Auswertung neben den Experimenten die Entstehung der akkumulierten plastischen Dehnungen auch auf theoretischem Wege untersucht.

Die Mikrostruktur der unverformten Probe aus Messreihe 4 wurde in ein Finite-Elemente Netz abgebildet. Das Finite-Elemente Netz bestand hierbei aus zweidimensionalen Elementen mit vier Knoten und vier Integrationspunkten (Typ CPE4 = continuum stress/ displacement plane strain 4 nodes) . Die Gesamtzahl der Elemente betrug 5705.

Es wurden sowohl Kontinuums- als auch Kristallplastizitäts-Rechnungen durchgeführt. Beide Simulationen wurden unter identischen externen Randbedingungen durchgeführt, die dem quasi-ebenen Spannungszustand der Experimente entsprachen. Hierbei wurden zwei parallele Reibflächen normal zur Verformungsrichtung angenommen. Der Reibungskoeffizient variierte ja nach Rechnung von 0,0 bis 0,2 bei den Kontinuumrechnungen und von 0,0001 bis 0,2 bei den Kristallplastizitäts-Simulationen.

Die Beschreibung der Kristallplastizität basierte auf der Methode von S. R. Kalidini et al. [13] bei der zwölf $\{1\underline{1}1\}\langle 110\rangle$ Gleitsysteme des kubisch flächenzentrierten Gitters und das viskosplastische Fließgesetz benutzt wurden.

Alle Simulationen wurden mit dem kommerziellen Finite-Elemente Programm ABAQUS unter Verwendung der benutzerdefinierten Subroutine UMAT durchgeführt [20].

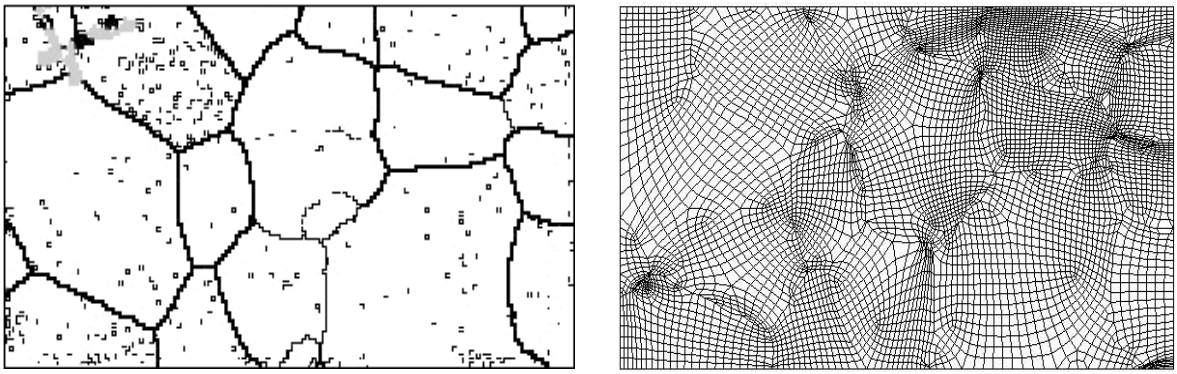


Abbildung 5.1 a) Kornstruktur aus EBSD-Daten b) Finite-Elemente Netz

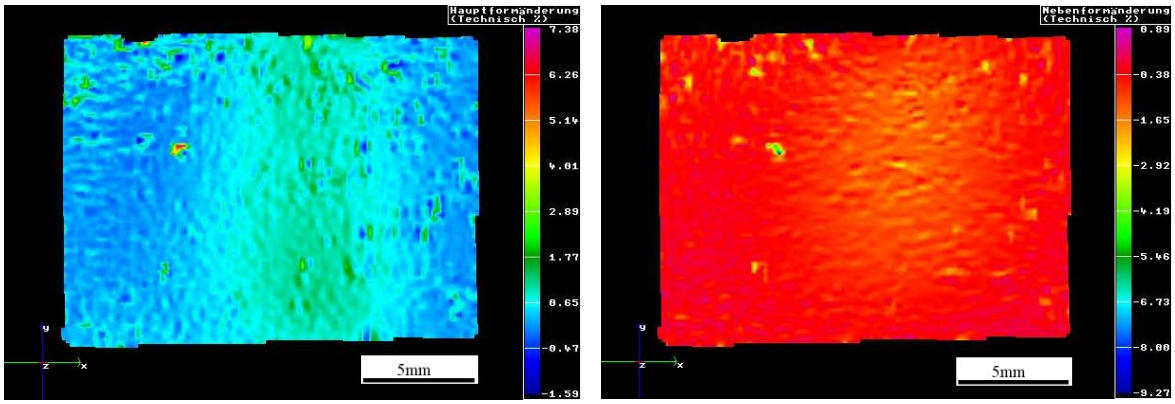
Abbildung 5.1 zeigt im Bildteil a) die Kornmorphologie, speziell die Korngrenzen der Probe 4, welche durch das Finite-Elemente-Netz abgebildet wurden (Bild b).

6 Ergebnisse

6.1 Vorversuch

Bei diesem Vorversuch wurde ein Radiergummi als Beispiel für ein Kontinuum in undefinierten Einzelstichen punktuell mit Hilfe einer Mikrometerschraube gestaucht und die Dehnungen auf der Oberfläche bestimmt.

Im folgenden sind die Dehnungsverteilungen der unterschiedlichen Verformungszustände dargestellt, zunächst die größte und kleinste Hauptformänderung und anschließend die Dehnungen in x- und y-Richtung.



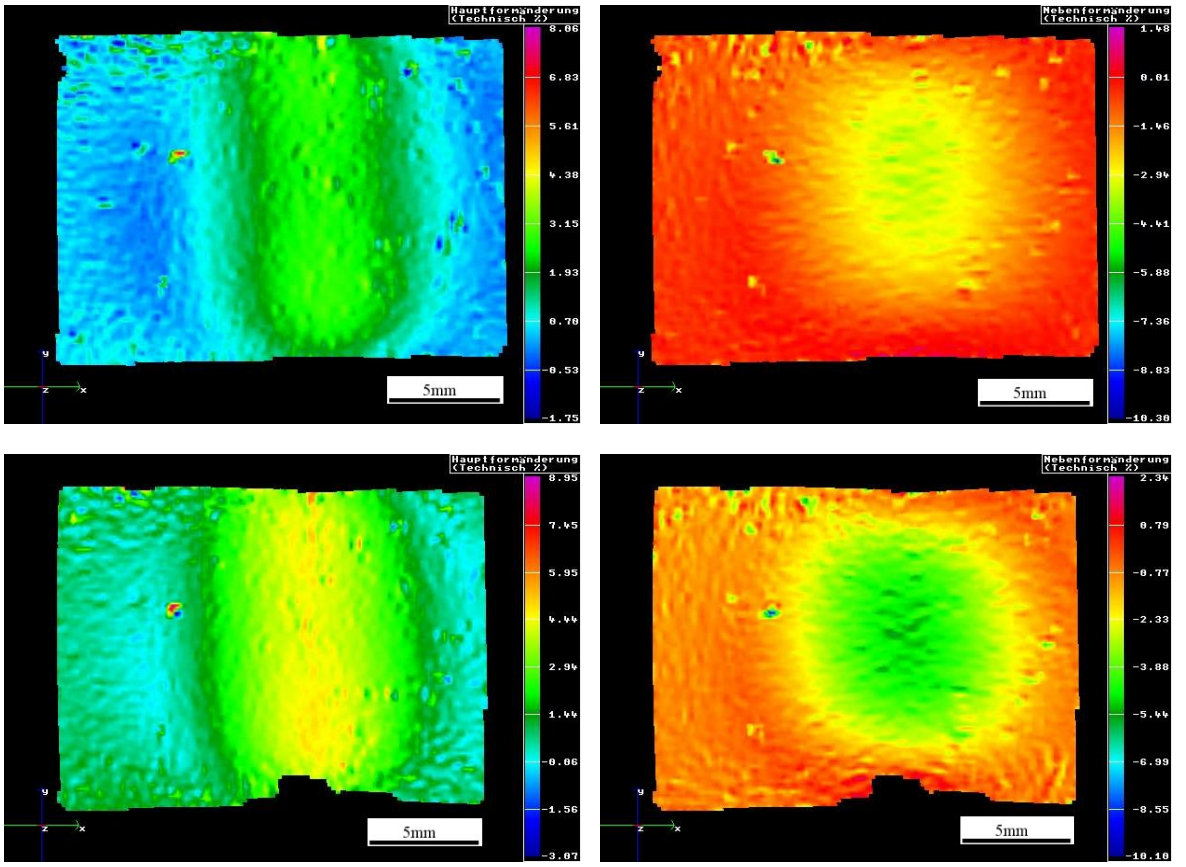
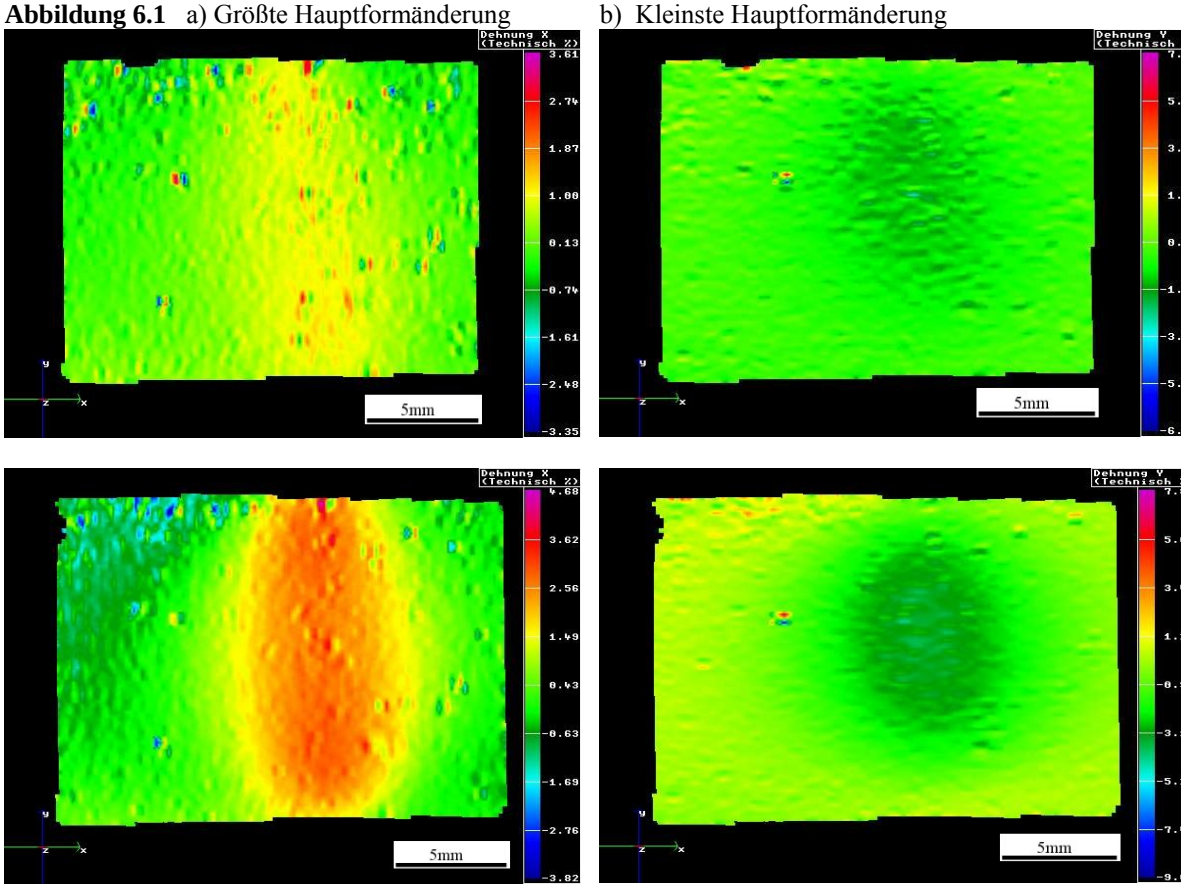
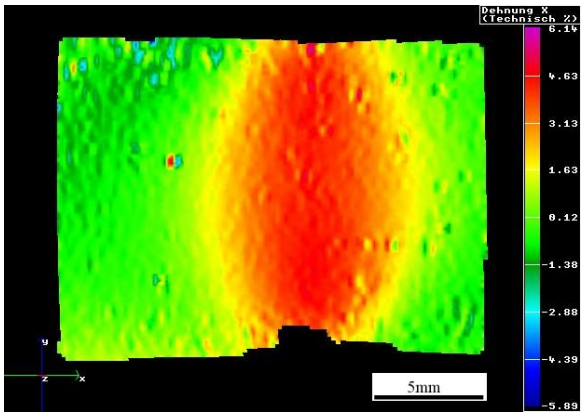


Abbildung 6.1 a) Größte Hauptformänderung b) Kleinste Hauptformänderung





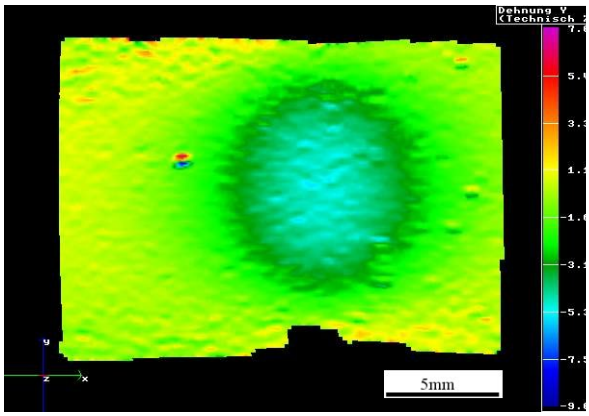


Abbildung 6.1 c) Dehnung in x-Richtung d) Dehnung in y-Richtung

6.2 Experimentelle Ergebnisse

6.2.1 Ergebnisse der Messreihe 1

Bei dieser Versuchsreihe (erster Polykristallversuch) erfolgte die Verformung in drei Schritten mit 3%, 6,5% und 11% Höhenabnahme Die Probengeometrie dieser Messreihe war im Gegensatz zu allen weiteren Versuchen mit 20×20×10mm gegeben. Da die Probendimension zu groß für die Untersuchung im REM war, wurde auf eine Mikrotexturuntersuchung verzichtet und das Gefüge mit Hilfe einer Makroätzung (vgl. 4.1.3) dargestellt.

Die folgenden Abbildungen stellen die Ergebnisse der Dehnungsanalyse und Mikrotexturuntersuchungen dar.

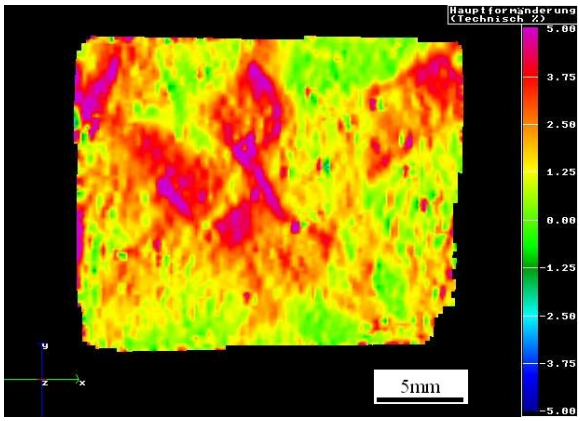


Abbildung 6.2-1 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

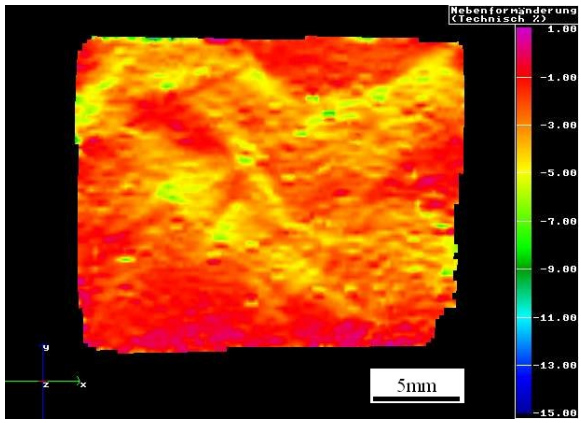


Abbildung 6.2-2 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

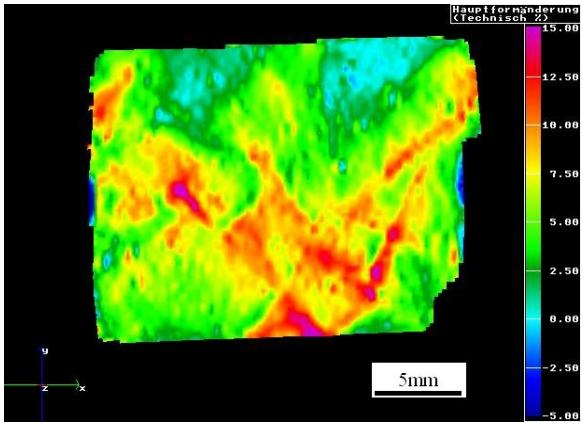


Abbildung 6.2-3 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme

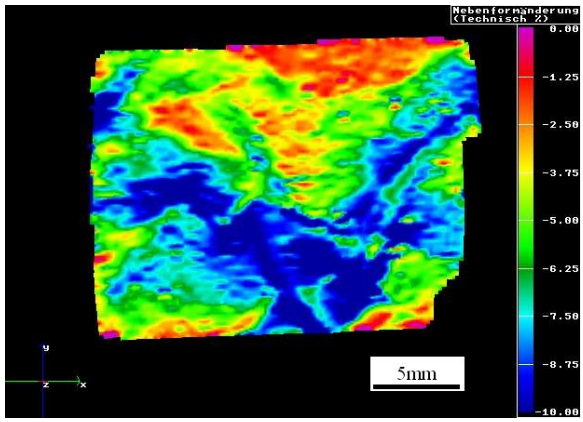


Abbildung 6.2-4 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme

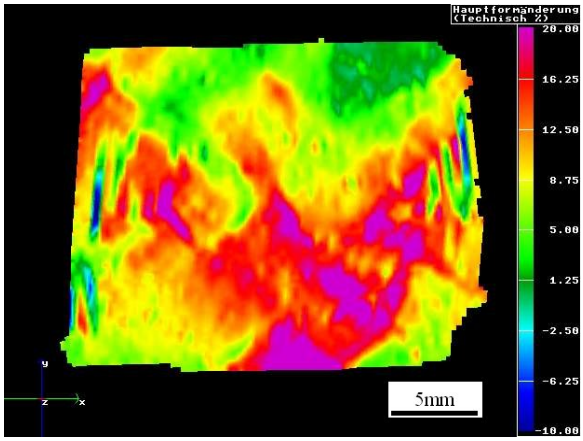


Abbildung 6.2-5 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 11% Höhenabnahme

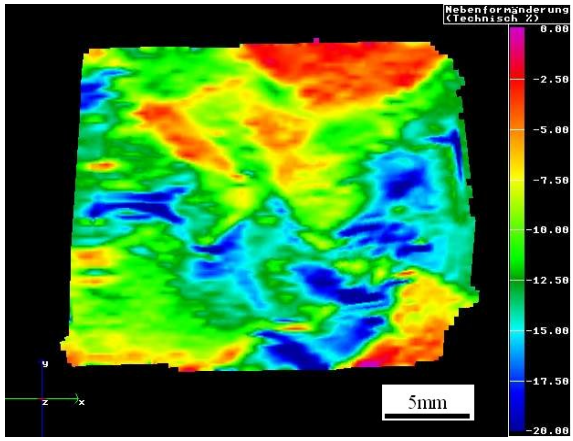


Abbildung 6.2-6 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 11% Höhenabnahme

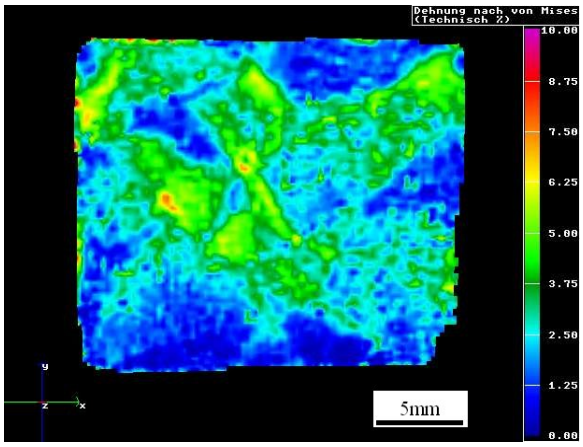


Abbildung 6.2-7 Von Mises Vergleichsdehnung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

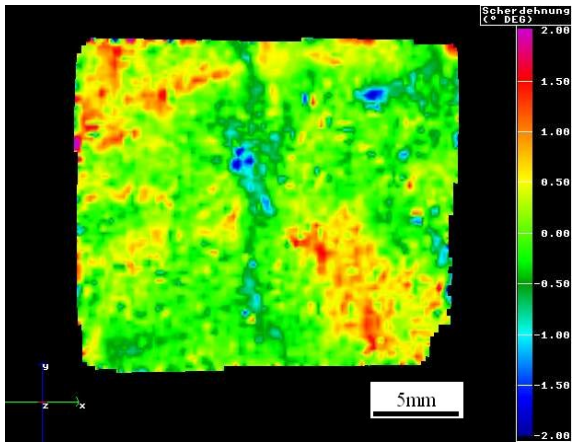


Abbildung 6.2-8 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

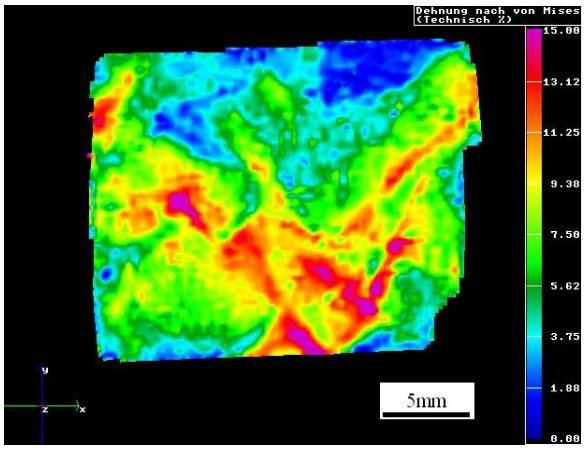


Abbildung 6.2-9 Von Mises Vergleichsdehnung nach plastischer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme

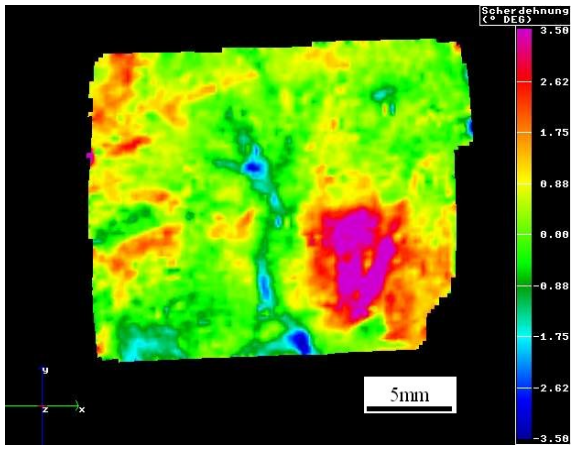


Abbildung 6.2-10 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme

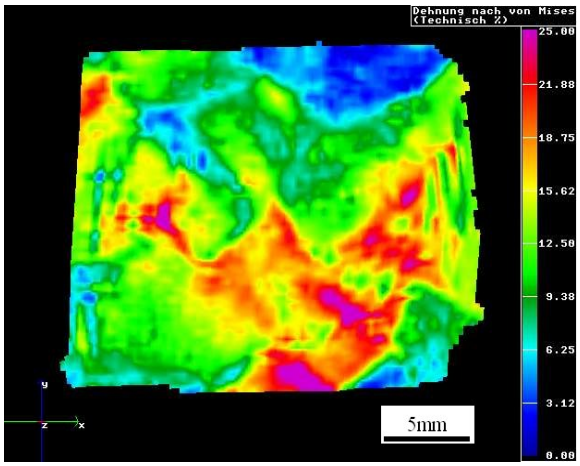


Abbildung 6.2-11 Von Mises Vergleichsdehnung nach plastischer Verformung mit 11% Höhenabnahme

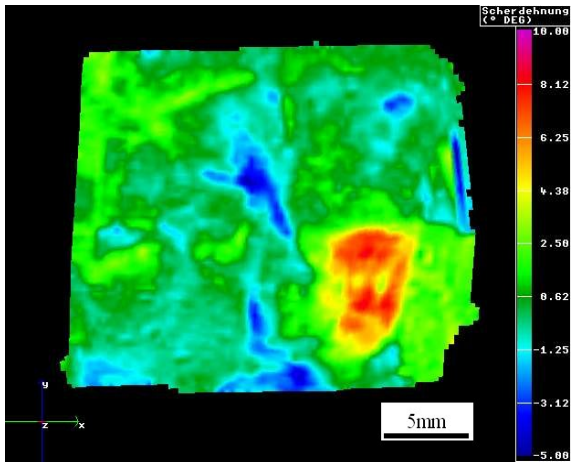


Abbildung 6.2-12 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 11% Höhenabnahme

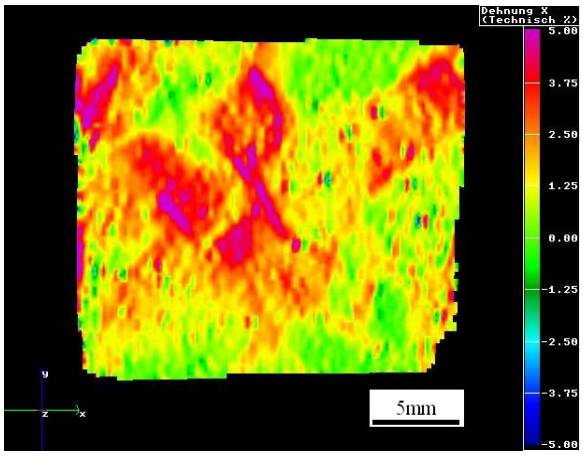


Abbildung 6.2-13 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

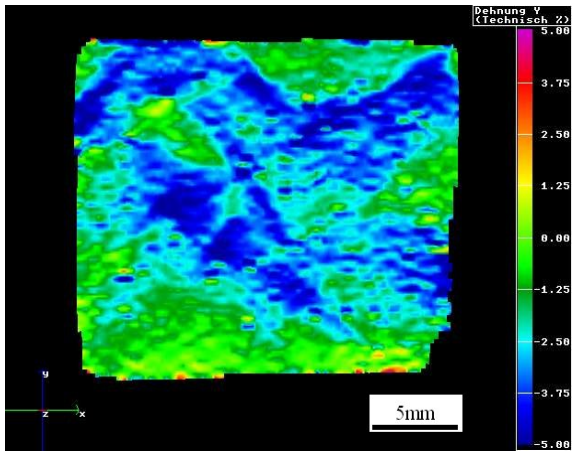


Abbildung 6.2-14 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

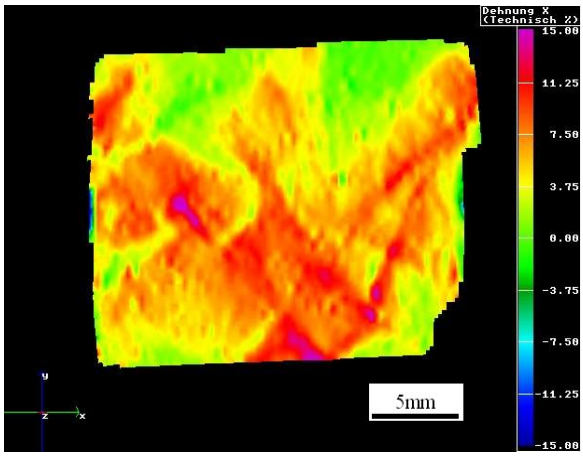


Abbildung 6.2-15 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme

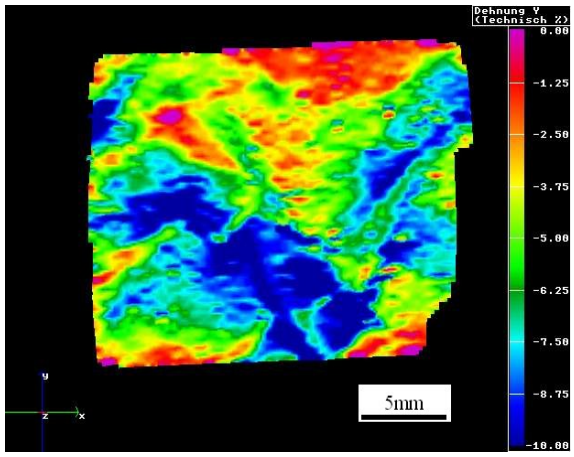


Abbildung 6.2-16 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 6,5% Höhenabnahme

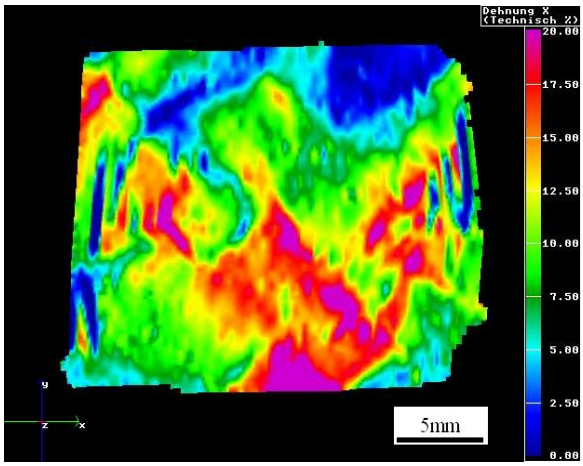


Abbildung 6.2-17 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 11% Höhenabnahme

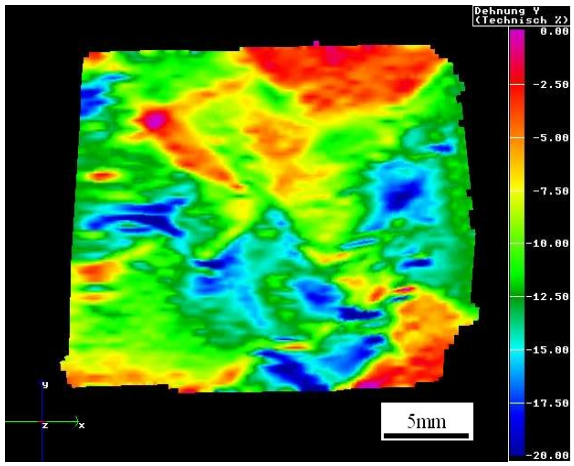


Abbildung 6.2-18 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 11% Höhenabnahme

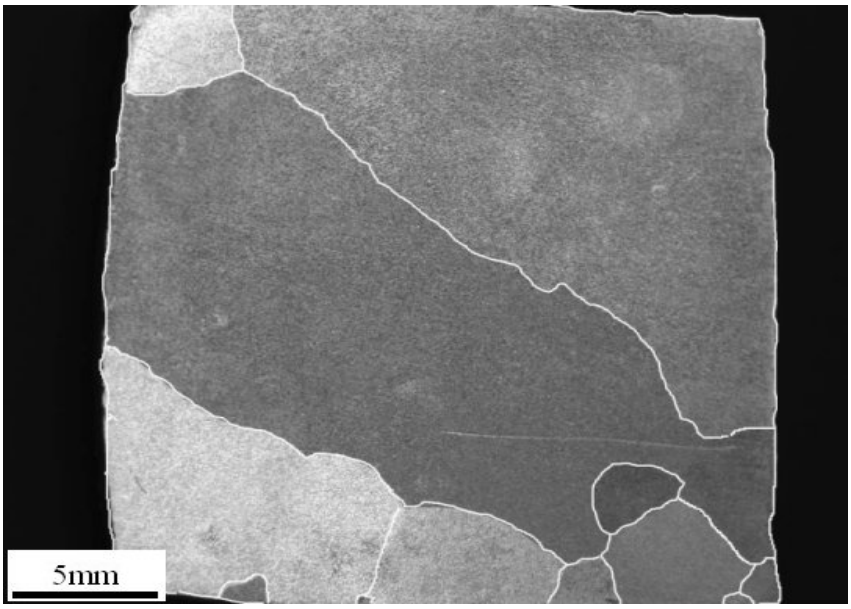


Abbildung 6.2-19 Gefügeaufnahme mit nachgezeichneten Korngrenzen

6.2.2 Ergebnisse der Messreihe 2

Bei diesem Versuch wurde die polykristalline Probe in drei unabhängigen Verformungsschritten mit 5%, 12% und 20% Höhenabnahme gestaucht. Die elektronenoptische Mikrotexturanalyse erfolgte mit einer Schrittweite von 100µm. Im folgenden sind die Ergebnisse der Dehnungsmessungen und Mikrotexturanalyse dargestellt:

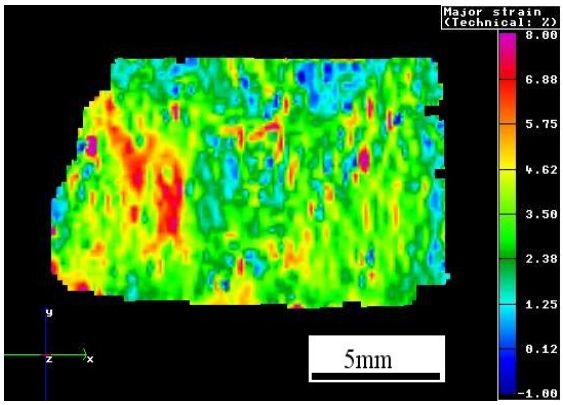


Abbildung 6.3-1 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 5% Höhenabnahme

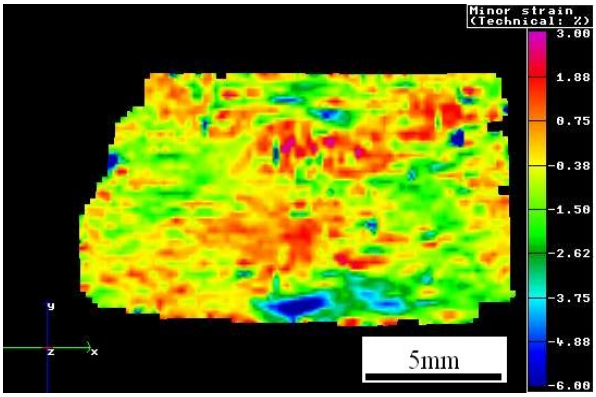


Abbildung 6.3-2 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 5% Höhenabnahme

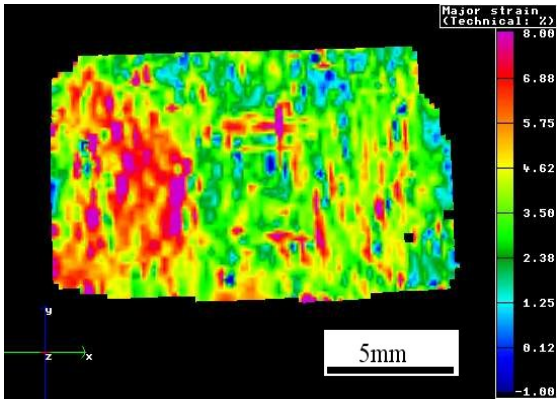


Abbildung 6.3-3 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 12% Höhenabnahme

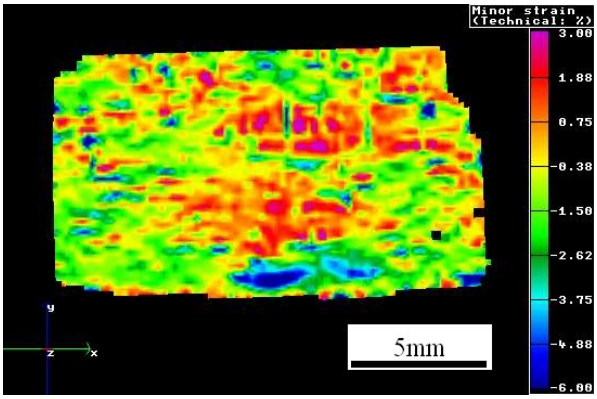


Abbildung 6.3-4 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 12% Höhenabnahme

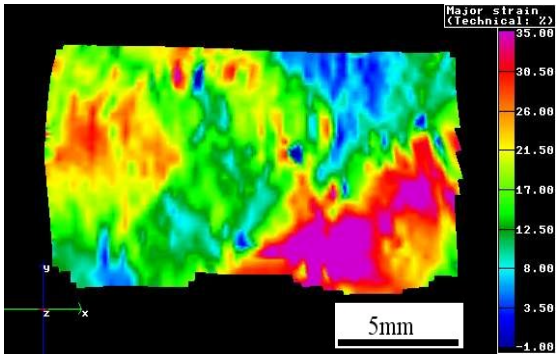


Abbildung 6.3-5 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 20% Höhenabnahme

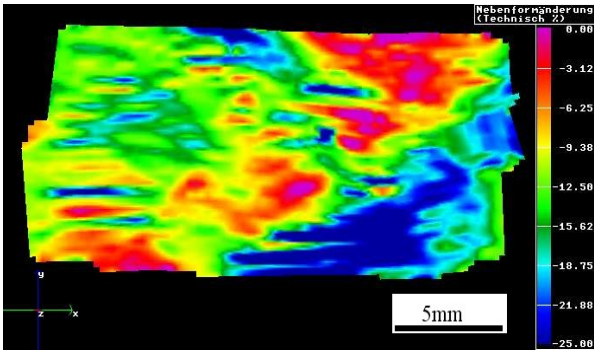


Abbildung 6.3-6 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 20% Höhenabnahme

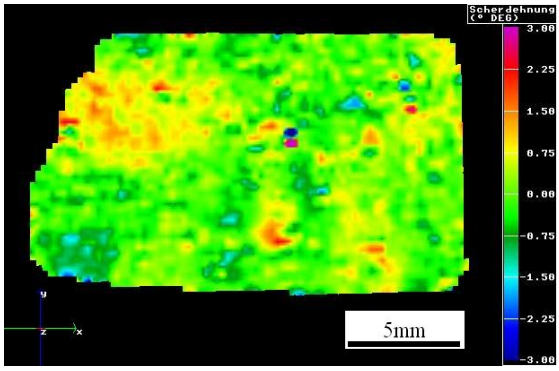


Abbildung 6.3-7 Scherdehnung nach plastischer

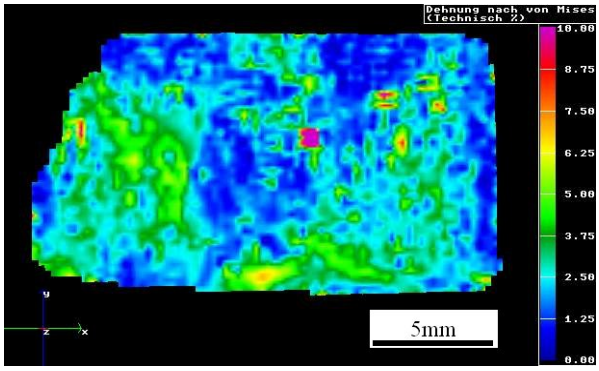


Abbildung 6.3-8 Von Mises Vergleichsdehnung

Verformung mit 5% Höhenabnahme

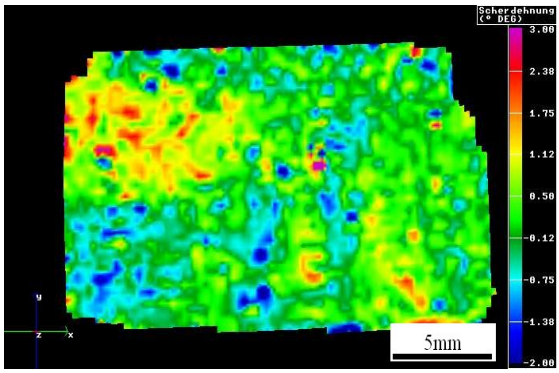


Abbildung 6.3-9 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 12% Höhenabnahme

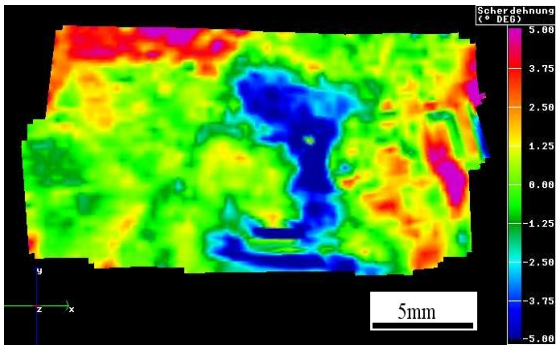


Abbildung 6.3-11 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 20% Höhenabnahme

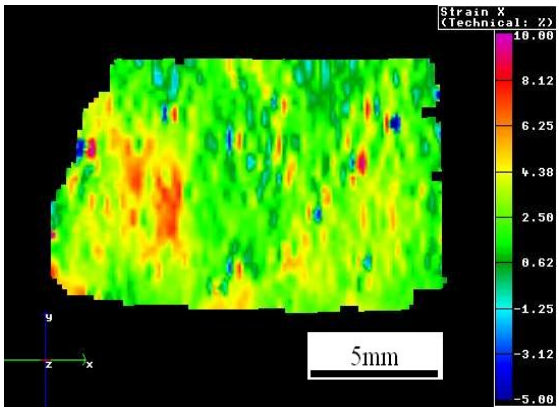
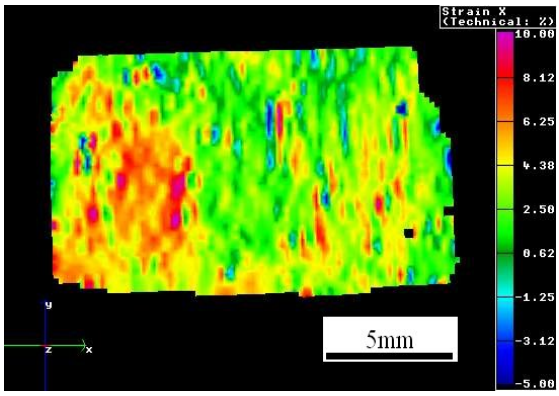


Abbildung 6.3-13 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 5% Höhenabnahme



nach plastischer Verformung mit 5% Höhenabnahme

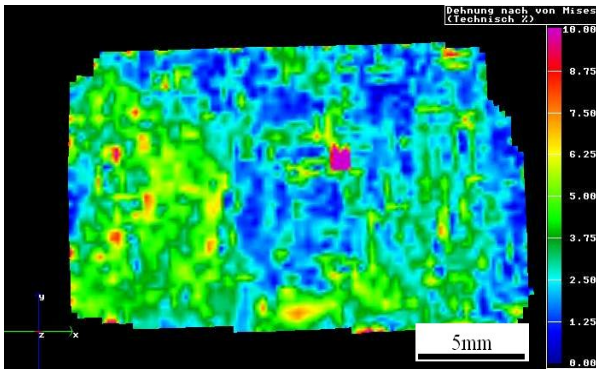


Abbildung 6.3-10 Von Mises Vergleichsdehnung nach plastischer Verformung mit 12% Höhenabnahme

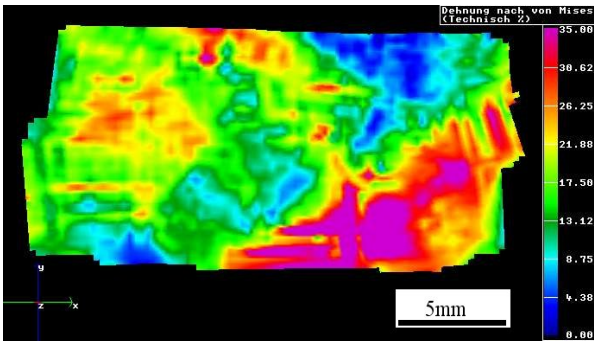


Abbildung 6.3-12 Von Mises Vergleichsdehnung nach plastischer Verformung mit 20% Höhenabnahme

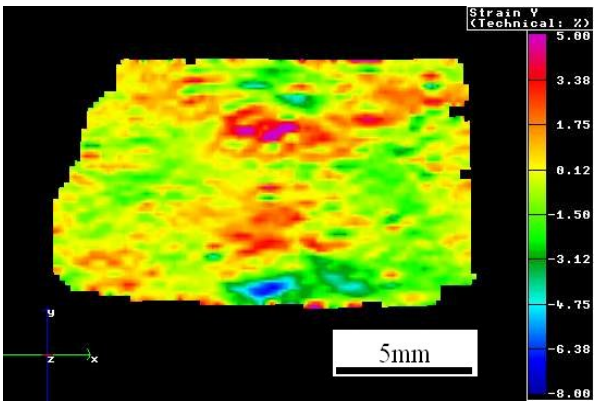


Abbildung 6.3-14 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 5% Höhenabnahme

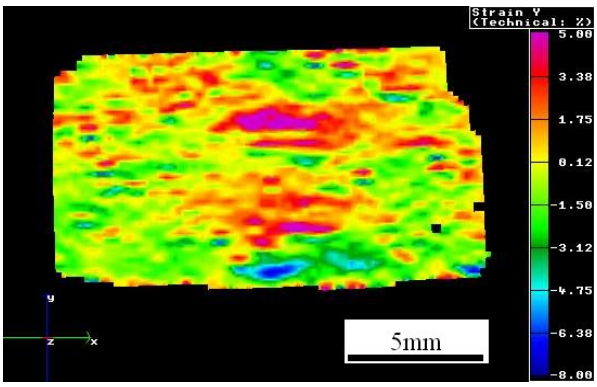


Abbildung 6.3-15 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 12% Höhenabnahme

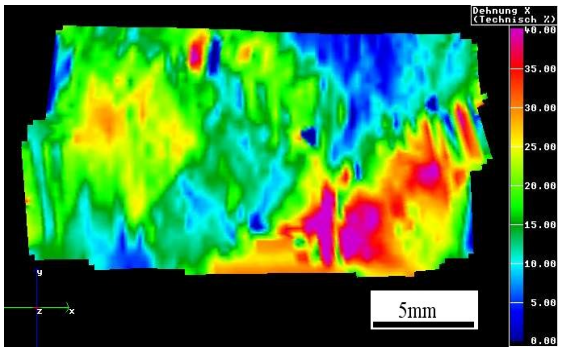


Abbildung 6.3-16 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 5% Höhenabnahme

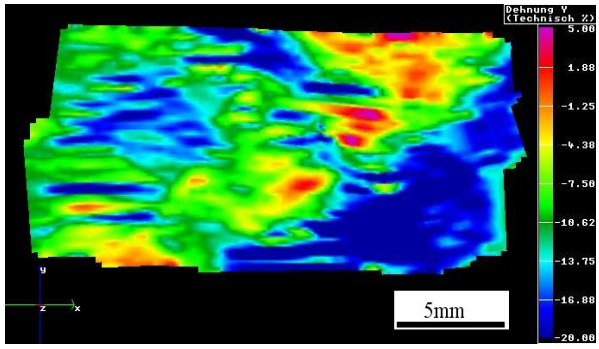


Abbildung 6.3-17 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 20% Höhenabnahme

Abbildung 6.3-18 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 20% Höhenabnahme

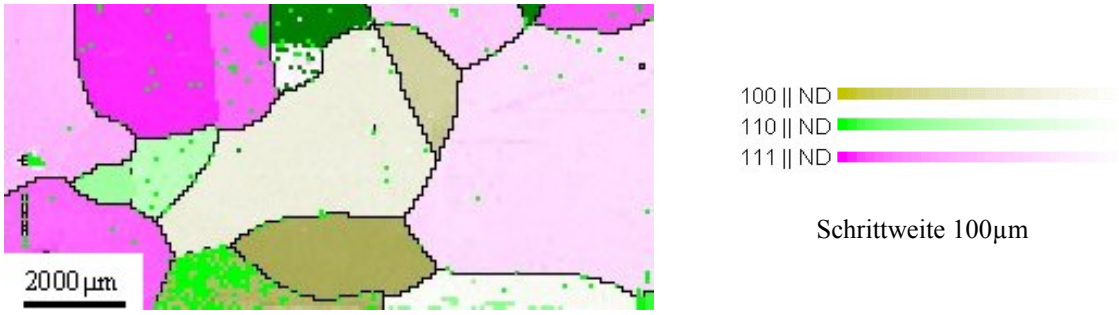


Abbildung 6.3-19 Orientierungsmikroskopie der Probe, Darstellung parallel zur Blechnormalen

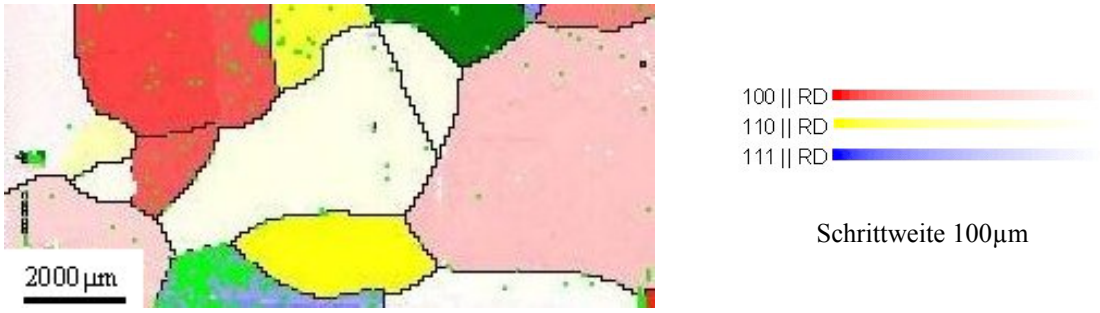


Abbildung 6.3-19 Orientierungsmikroskopie der Probe, Darstellung parallel zur Walzrichtung

6.2.3 Ergebnisse der Messreihe 3

Bei dieser Versuchsreihe wurde die Probe in zwei Einzelstichen mit 3% und 10% Höhenabnahme gestaucht. Die automatisierten Mikrotexturuntersuchungen erfolgten mit einer Schrittweite von 100µm. Die folgenden Bilder zeigen die Dehnungsverteilungen und die Mikrotextur der Probenoberfläche.

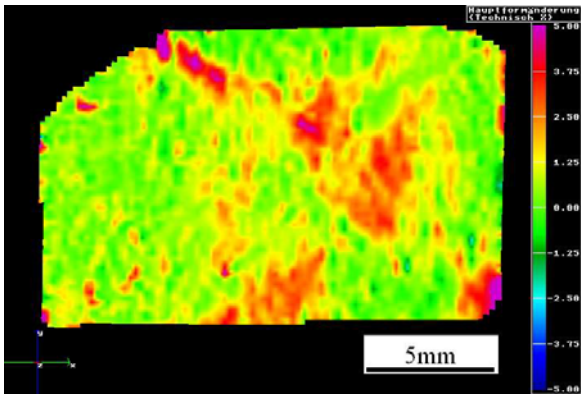


Abbildung 6.4-1 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

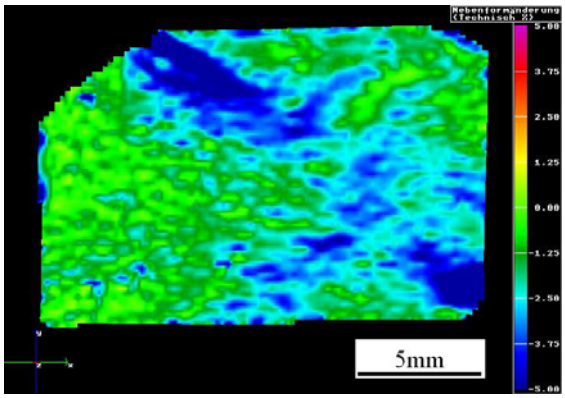


Abbildung 6.4-2 Kleinste Hauptformänderung nach plast. Verformung mit 3% Höhenabnahme

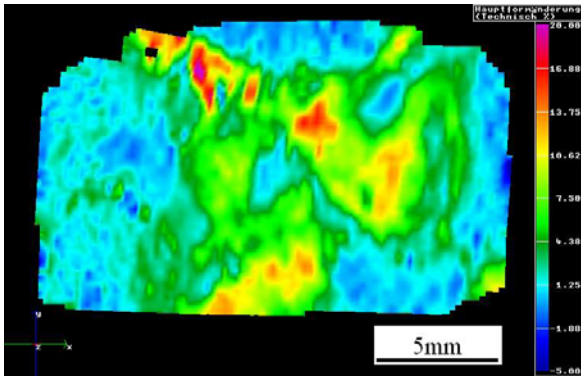


Abbildung 6.4-3 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme

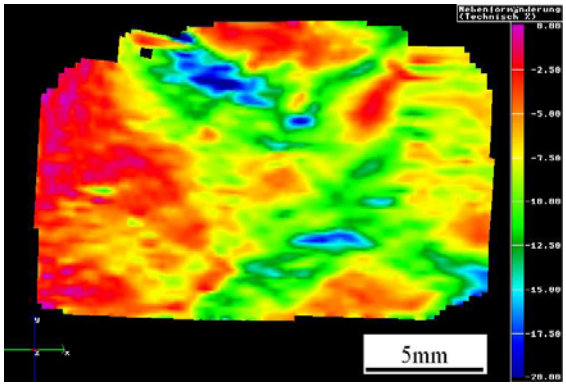


Abbildung 6.4-4 Kleinste Hauptformänderung nach plast. Verformung mit 10% Höhenabnahme

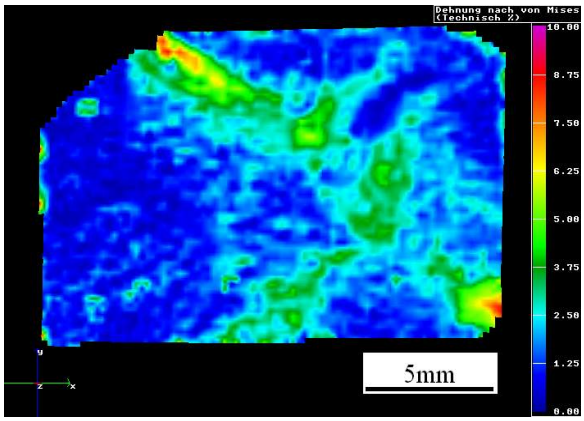


Abbildung 6.4-5 Von Mises Vergleichsdehnung nach plast. Verformung mit 3% Höhenabnahme

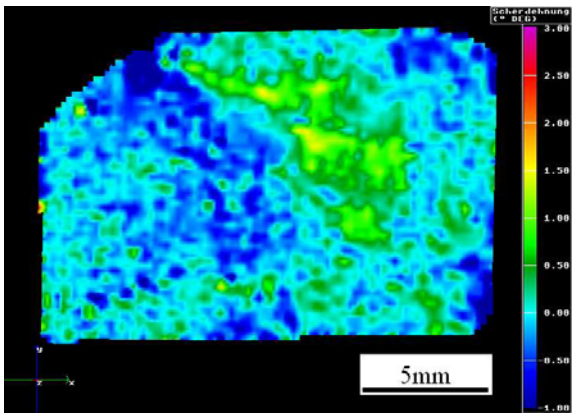
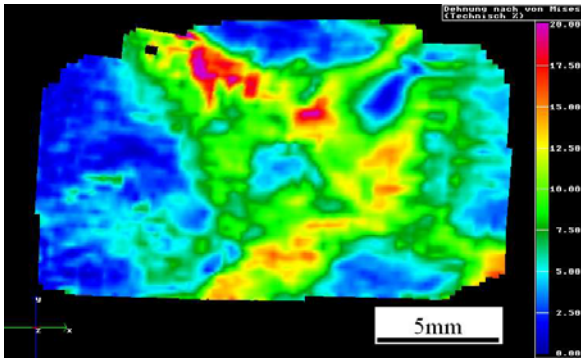


Abbildung 6.4-6 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme



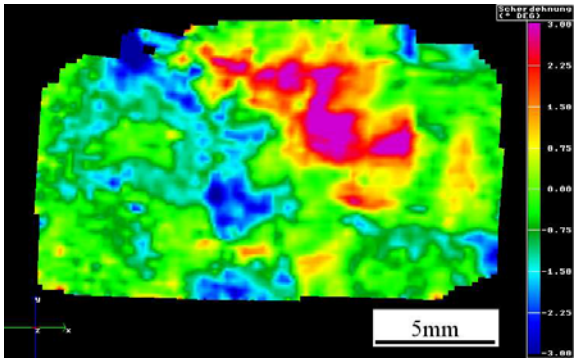


Abbildung 6.4 -7 Von Mises Vergleichsdehnung nach plast. Verformung mit 10% Höhenabnahme

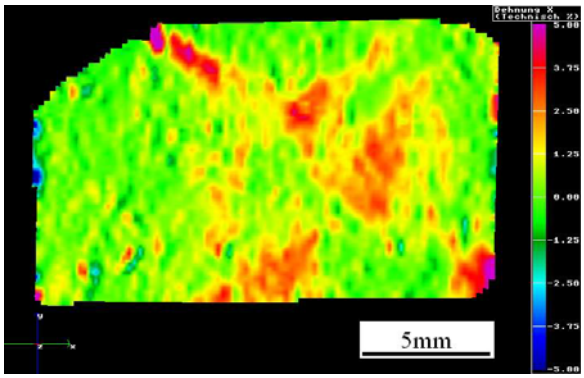


Abbildung 6.4-8 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme

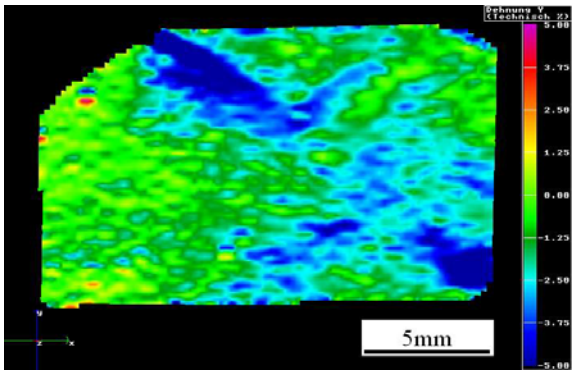


Abbildung 6.4-9 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

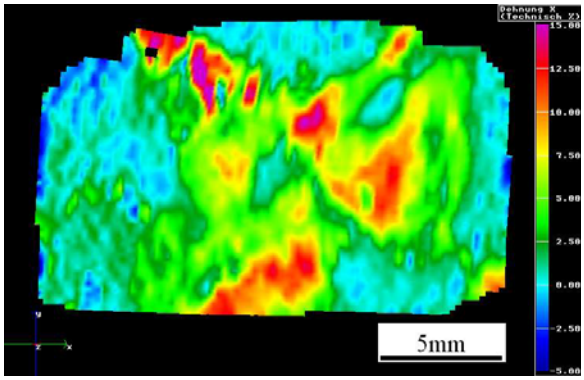


Abbildung 6.4-10 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

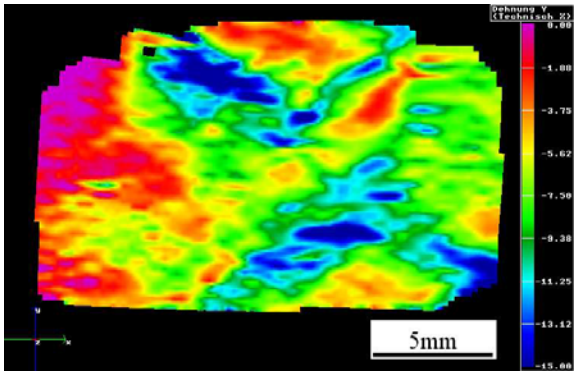


Abbildung 6.4-11 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme

Abbildung 6.4-12 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme

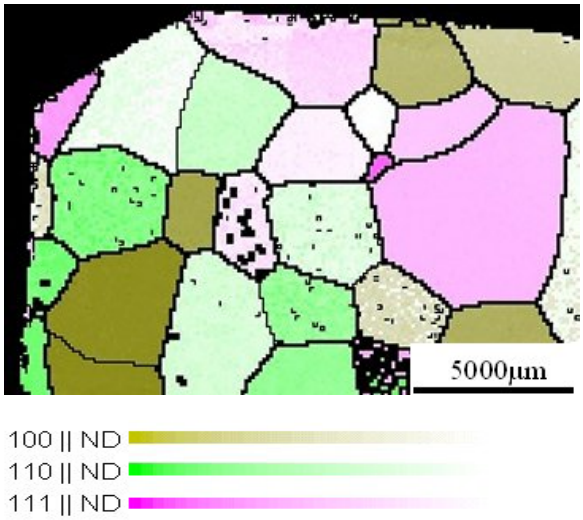


Abbildung 6.4-13 Orientierungsmikroskopie der Probenoberfläche, Darstellung parallel zur Blechnormalen

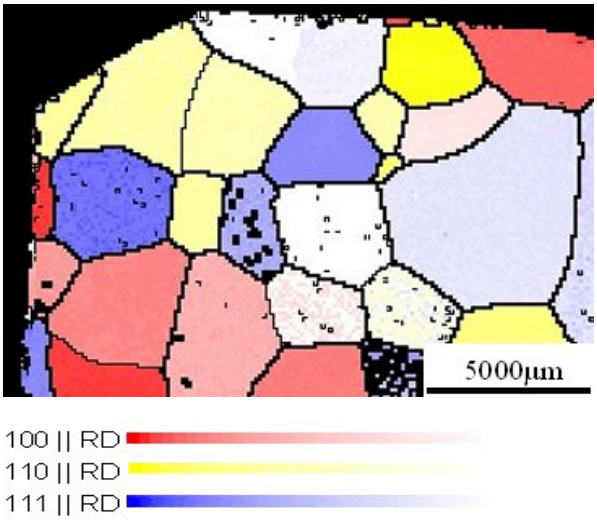


Abbildung 6.4-14 Orientierungsmikroskopie der Probenoberfläche, Darstellung parallel zur Walzrichtung

Um einen direkten Vergleich zwischen den berechneten Verteilungen der akkumulierten plastischen Dehnung auf der Probenoberfläche und den Mikrotexturdaten zu erhalten, wurden im folgenden die Korngrenzen der EBSD-Untersuchung mit den Mikrodehnungsverteilungen korreliert.

Die EBSD-Messungen wunden am unverformten Zustand der Probe durchgeführt. Die Berechnung der Dehnungsverteilungen erfolgten nach dem letzten Verformungsschritt (10% Höhenabnahme). Damit ein direkter Vergleich möglich war, wurden beide Bilder auf die gleiche Größe skaliert.

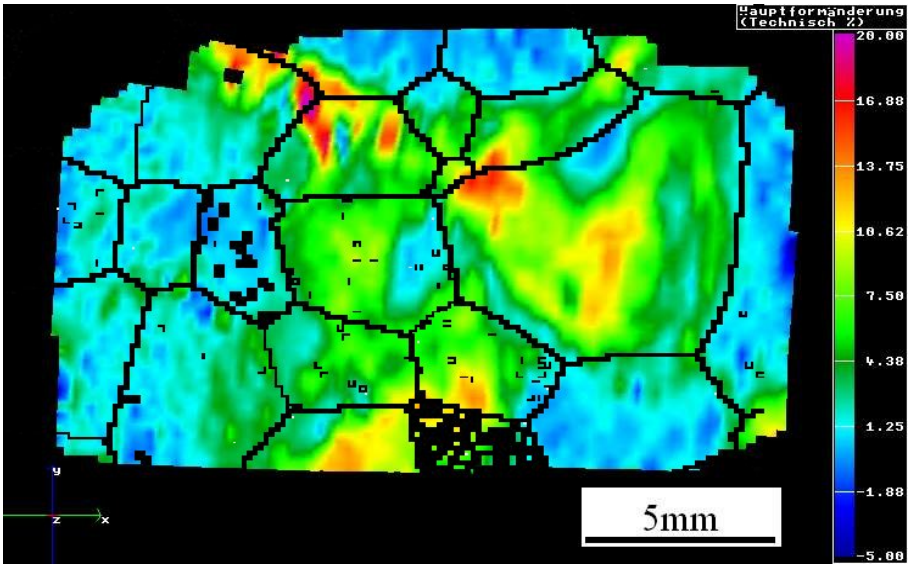


Abbildung 6.4-15 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

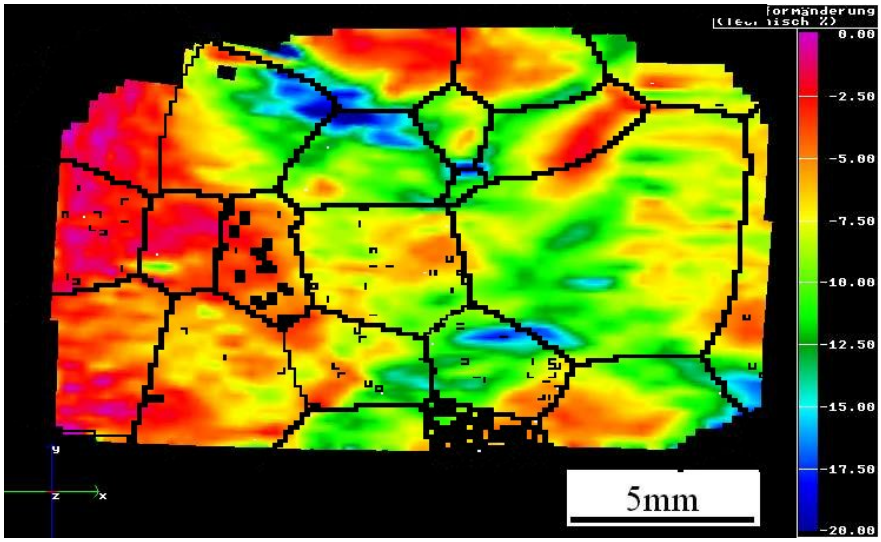


Abbildung 6.4-16 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

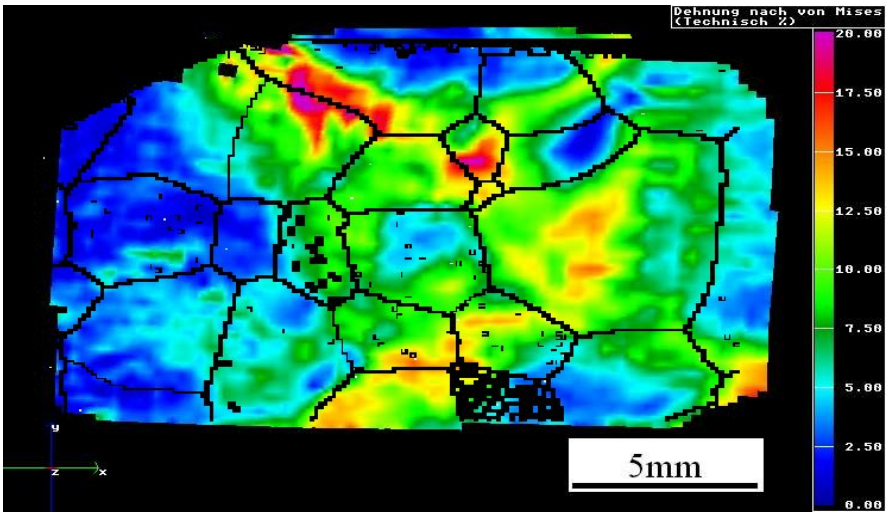


Abbildung 6.4-17 Vergleichsdehnung nach von Mises nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

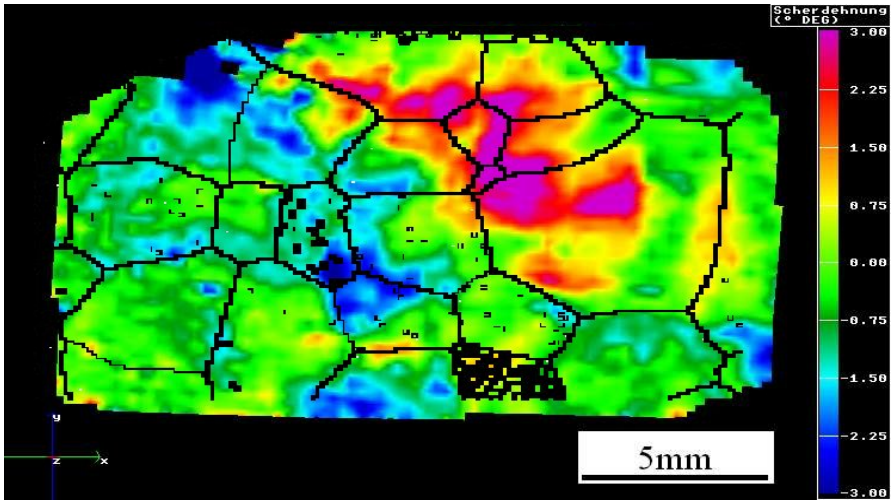


Abbildung 6.4-18 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

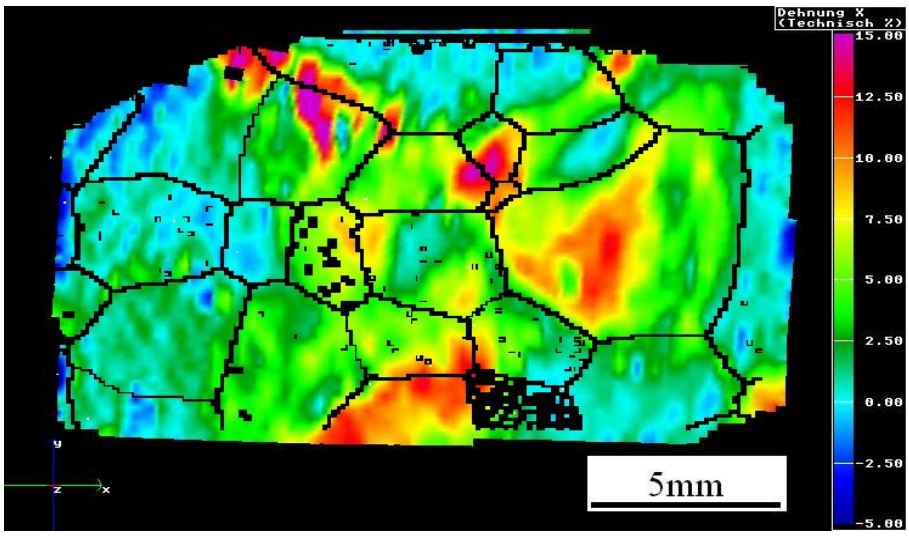


Abbildung 6.4-19 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

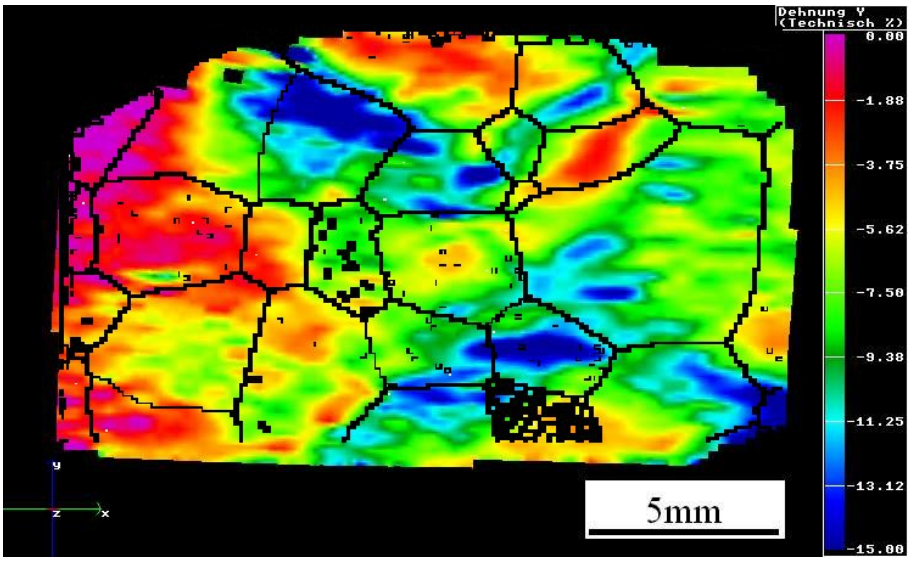


Abbildung 6.4-20 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 10% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

6.2.4 Ergebnisse der Messreihe 4

Bei dieser Versuchsreihe erfolgte die Verformung in drei Einzelstichen mit 3%, 8% und 13% Höhenabnahme. Für die Mikrotexturuntersuchungen wurde eine Schrittweite von 100µm gewählt. Im folgenden sind die Dehnungsverteilungen der verschiedenen Verformungszustände und die Mikrotexturverteilung der Probenoberfläche dargestellt:

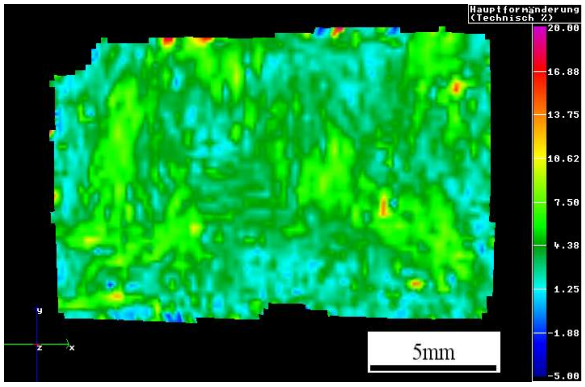


Abbildung 6.5-1 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

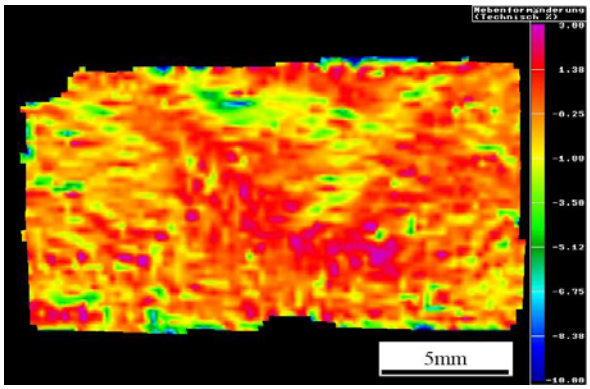


Abbildung 6.5-2 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

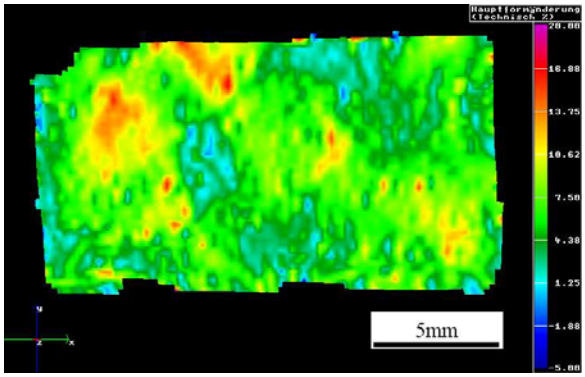


Abbildung 6.5-3 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 8% Höhenabnahme

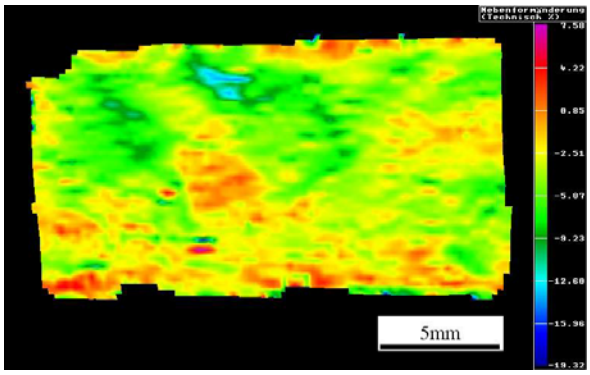


Abbildung 6.5-4 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 8% Höhenabnahme

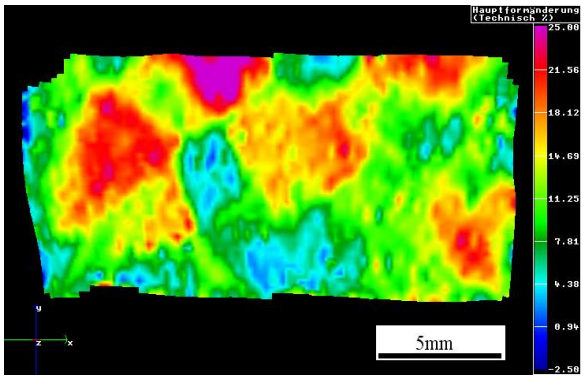


Abbildung 6.5-5 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme

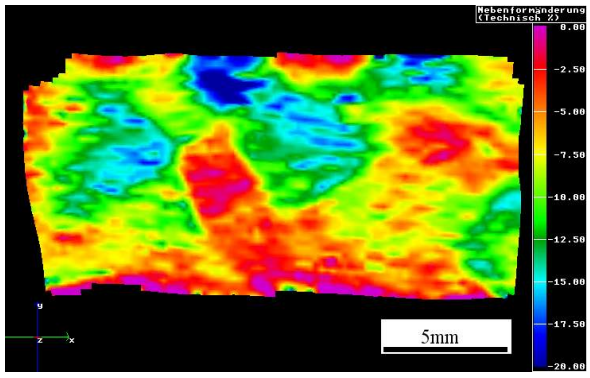


Abbildung 6.5-6 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme

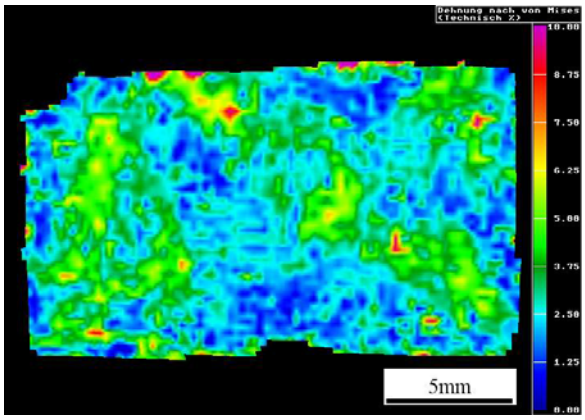


Abbildung 6.5-7 Vergleichdehnung nach von Mises nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

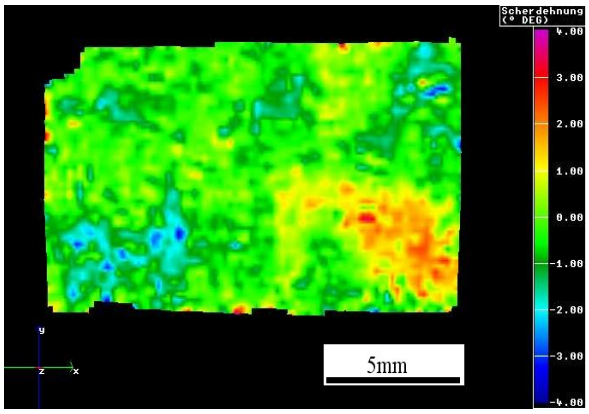


Abbildung 6.5-8 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

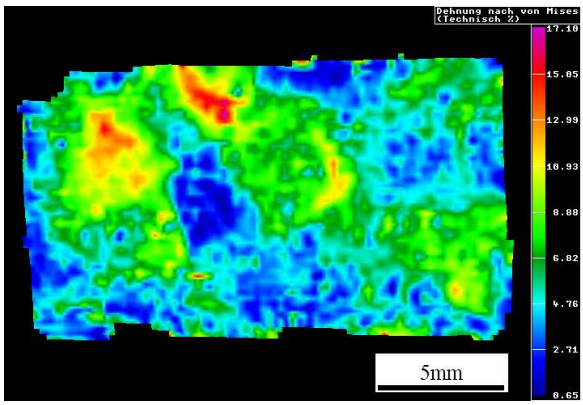


Abbildung 6.5-9 Von Mises Vergleichdehnung nach plastischer Verformung mit 8% Höhenabnahme

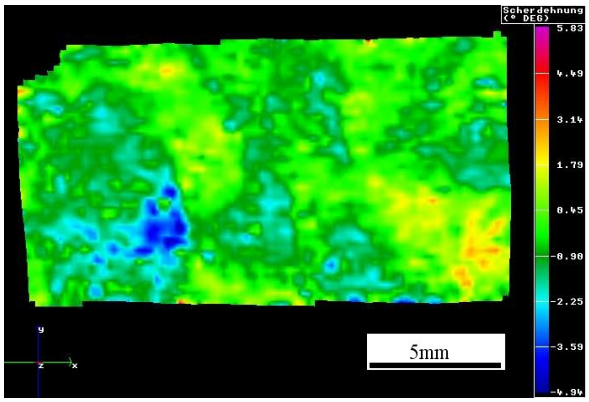


Abbildung 6.5-10 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 8% Höhenabnahme

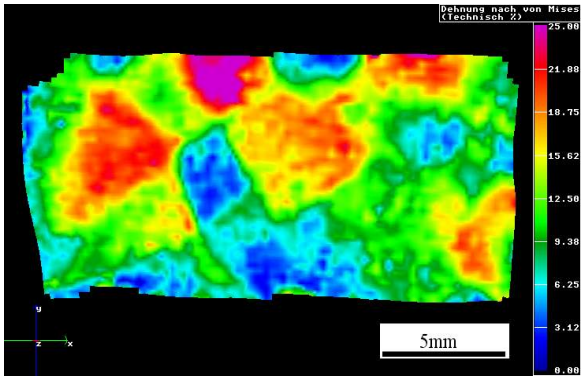


Abbildung 6.5-11 Von Mises Vergleichdehnung nach plast. Verformung mit 13% Höhenabnahme

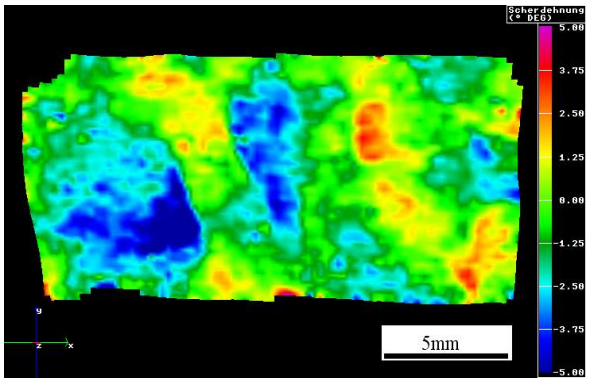


Abbildung 6.5-12 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme

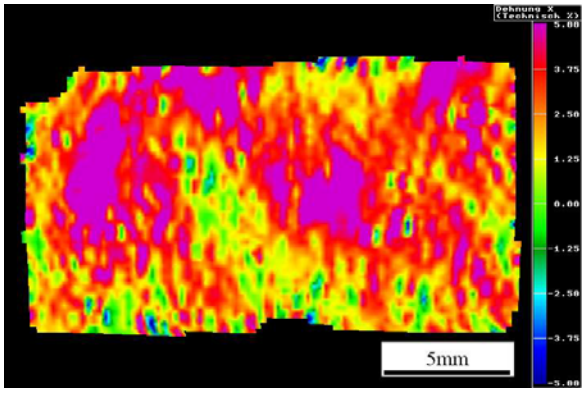


Abbildung 6.5-13 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

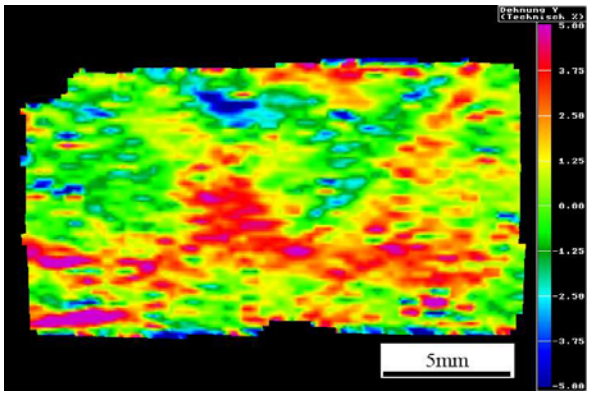


Abbildung 6.5-14 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 3% Höhenabnahme

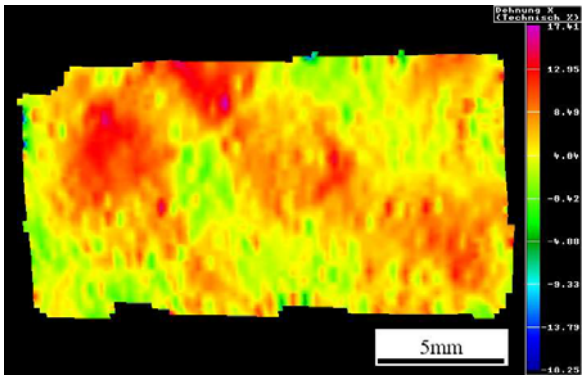


Abbildung 6.5-15 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 8% Höhenabnahme

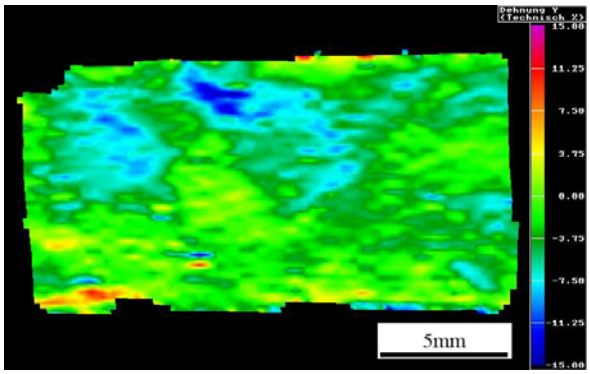


Abbildung 6.5 -16 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 8% Höhenabnahme

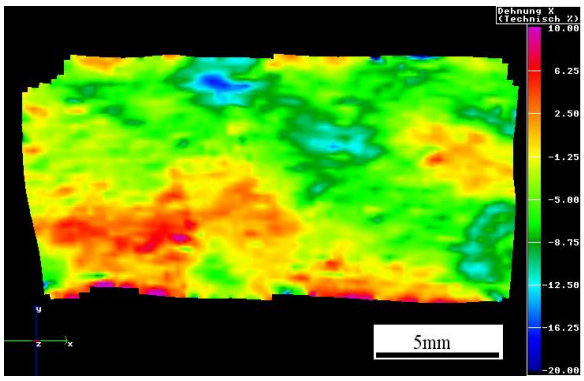


Abbildung 6.5-17 Dehnung in x-Richtung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme

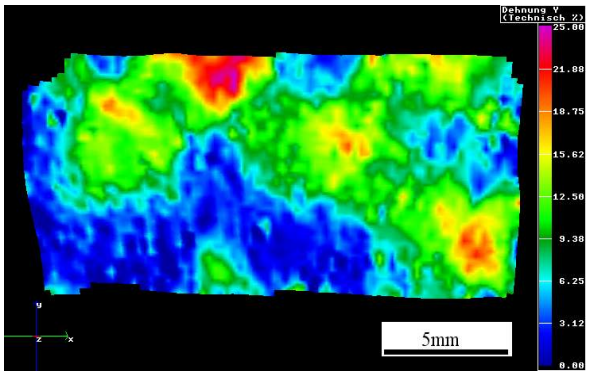


Abbildung 6.5-18 Dehnung in y-Richtung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme

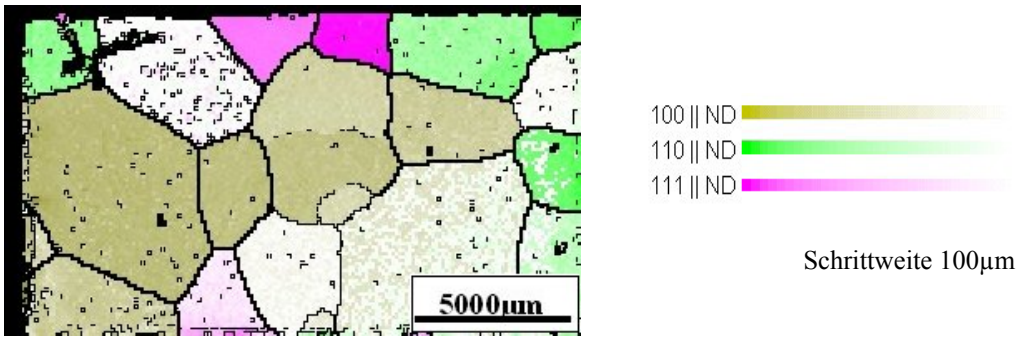


Abbildung 6.5-19 Orientierungsmikroskopie des unverformten Zustandes, Darstellung parallel zur Blechnormalenrichtung

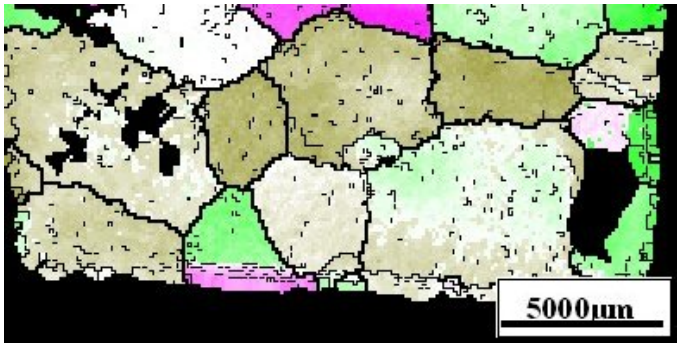


Abbildung 6.5-20 Orientierungsmikroskopie nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme, Darstellung parallel zur Blechnormalenrichtung

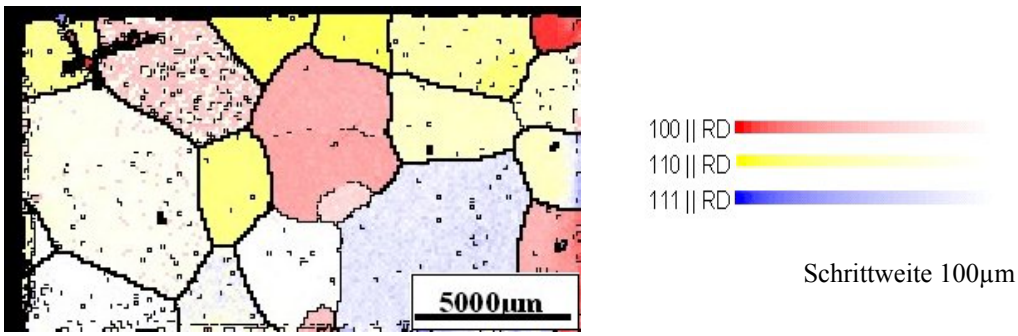


Abbildung 6.5-21 Orientierungsmikroskopie des unverformten Zustandes, Darstellung parallel zur Walzrichtung

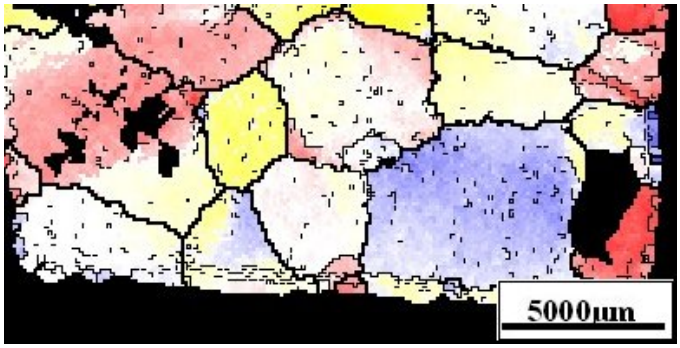


Abbildung 6.5-22 Orientierungsmikroskopie nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme, Darstellung parallel zur Walzrichtung

Um einen direkten Vergleich zwischen den Verteilungen der akkumulierten plastischen Dehnung und den Mikrotexturdaten zu erhalten, wurden im folgenden die Korngrenzen der EBSD-Untersuchung nach dem letzten Verformungsschritt (13% Höhenabnahme insgesamt) mit den Mikrodehnungsverteilungen korreliert.

Korngrenzen mit einem Desorientierungswinkel kleiner 15° und größer 5°sind mit einer dünneren Linienstärke dargestellt.

Die Abbildungen 6.5-23 veranschaulichen den Vergleich zwischen Mikrostruktur und lokaler plastischer Dehnung.

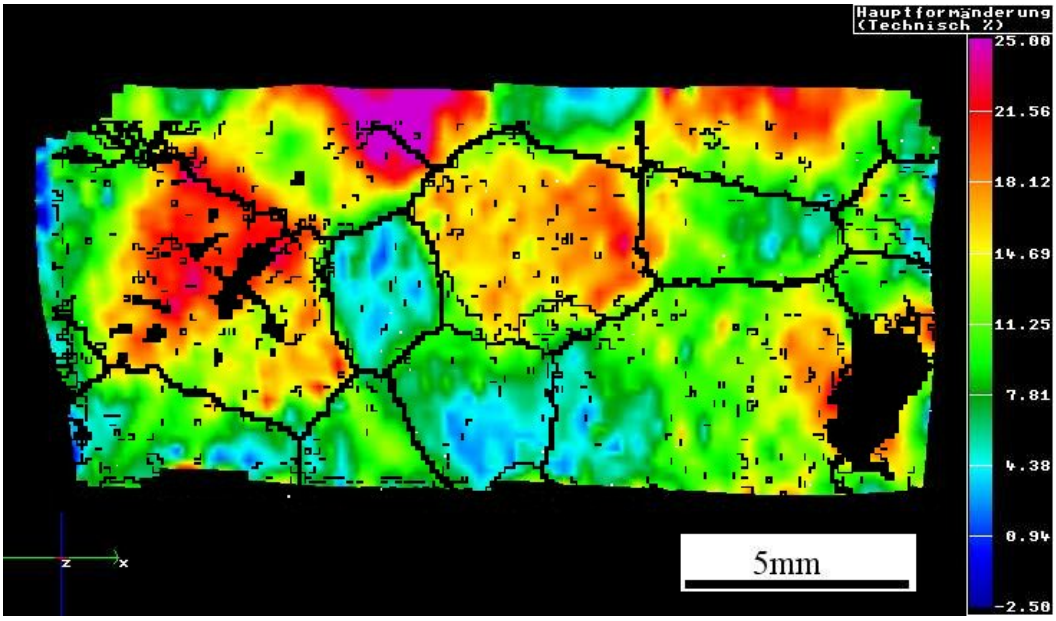


Abbildung 6.5-23 Größte Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

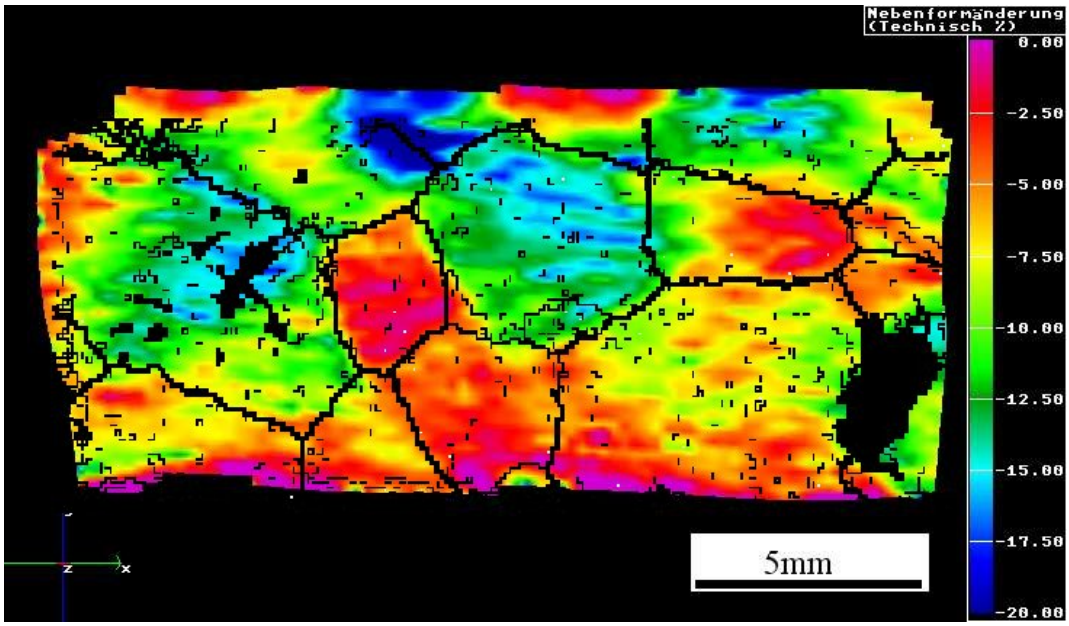


Abbildung 6.5-24 Kleinste Hauptformänderung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

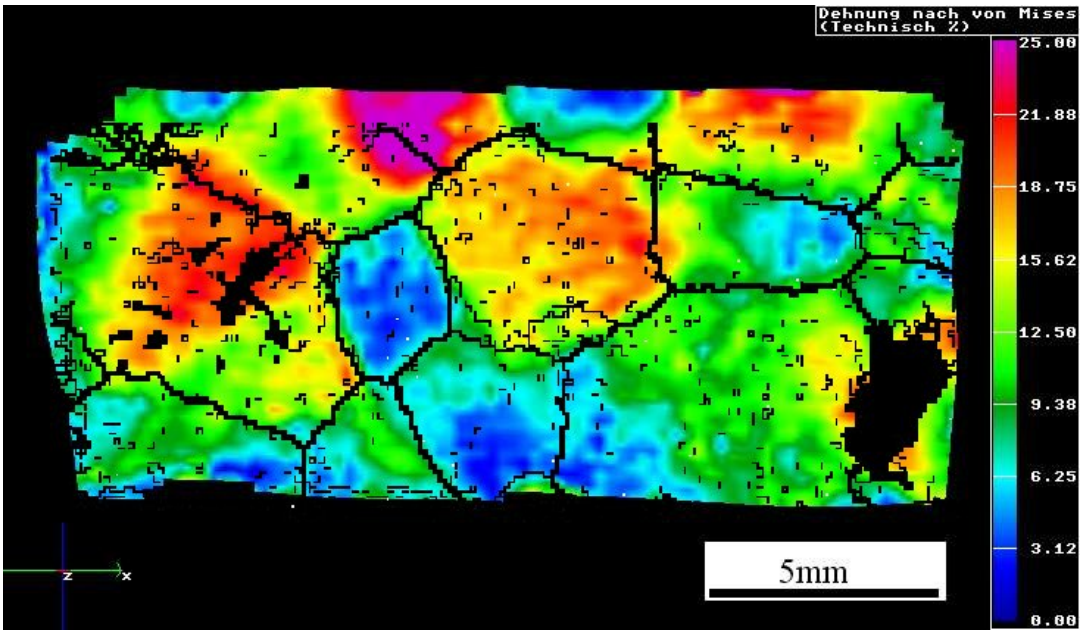


Abbildung 6.5-25 Vergleichsdehnung nach von Mises nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

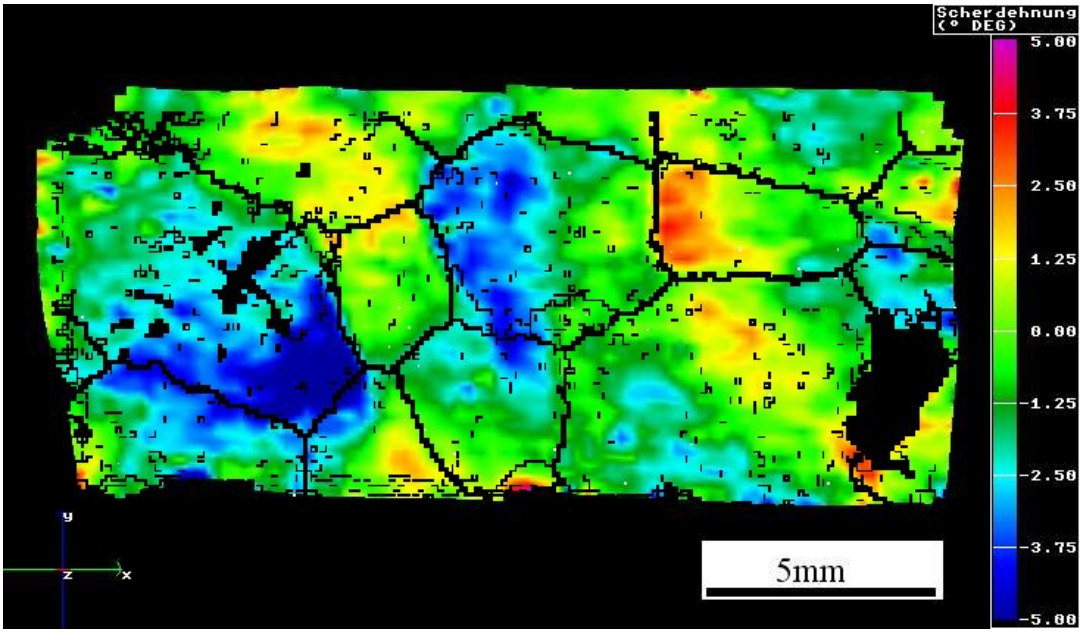


Abbildung 6.5-26 Scherdehnung nach plastischer Verformung mit 13% Höhenabnahme und den Korngrenzen aus der EBSD-Untersuchung

6.3 Ergebnisse der Finite-Elemente-Simulationen

Die Mikrostrukturdaten aus der EBSD-Untersuchung der unverformten Probe aus Messreihe 4 wurden in ein Finite-Elemente-Netz abgebildet. Es wurden sowohl Kontinuums- als auch Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen durchgeführt.

Im Folgenden sind die Ergebnisse dieser Simulationen dargestellt. Abbildung 6.6 zeigt die Vergleichsdehnung nach von Mises als Ergebnis der Kontinuums-FEM-Rechnung nach einer Verformung mit 8% Höhenabnahme bei unterschiedlichen Reibungskoeffizienten:

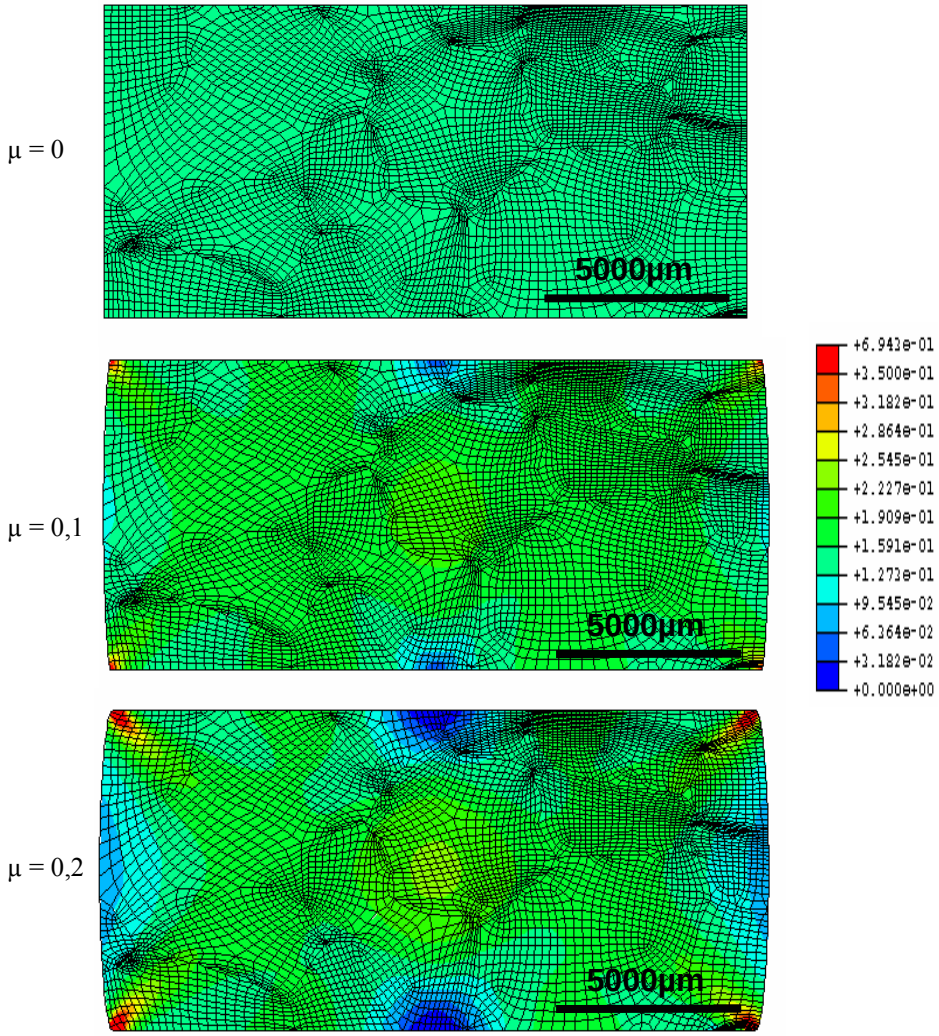


Abbildung 6.6 Vergleichsdehnung nach von Mises als Ergebnis der Kontinuums-FEM-Rechnung mit unterschiedlichen Reibungskoeffizienten

Im Anschluss wurden Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen mit konstantem Reibungskoeffizient (μ = 0,2) für verschiedene Verformungsschritte mit Höhenabnahmen von 3%, 8% und 13% durchgeführt. Abbildung 6.7 zeigt die Vergleichdehnung nach von Mises der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen.

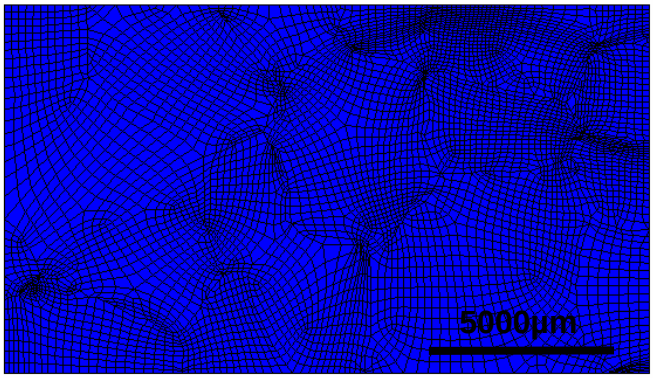
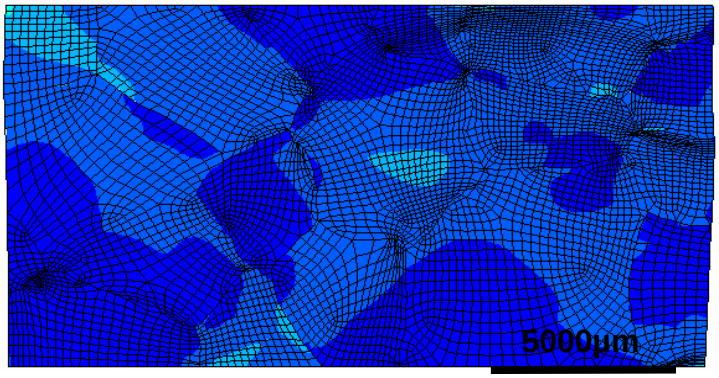


Abbildung 6.7-1 Vergleichsdehnung nach von Mises im unverformten Zustand, $\mu = 0{,}2$



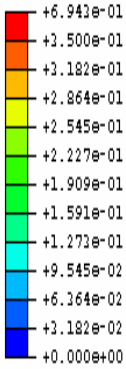


Abbildung 6.7-2 Vergleichsdehnung nach von Mises nach 3% Höhenabnahme, $\mu = 0{,}2$

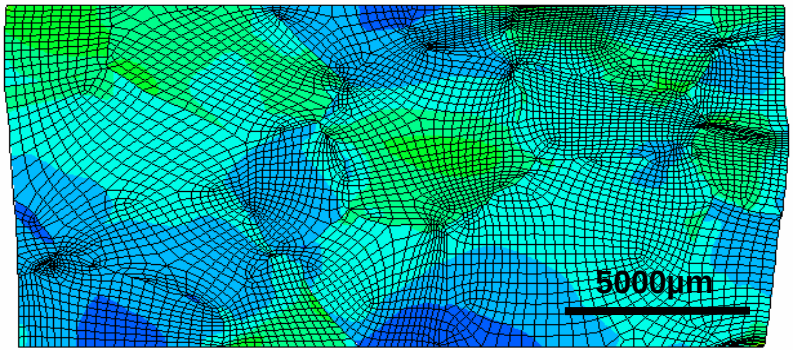


Abbildung 6.7-3 Vergleichsdehnung nach von Mises nach 8% Höhenabnahme, $\mu = 0{,}2$

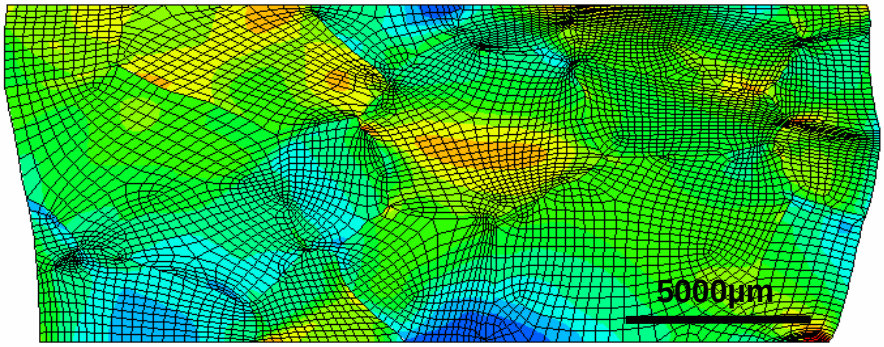


Abbildung 6.7-4 Vergleichsdehnung nach von Mises nach 13% Höhenabnahme, $\mu = 0{,}2$

In Abbildung 6.8 ist die Vergleichsdehnung nach von Mises als Ergebnisse der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung mit unterschiedlichen Reibungswerten dargestellt. Der Verformungszustand war hierbei konstant und entsprach einer plastischen Verformung mit einer Höhenabnahme von 13%. Der Reibungskoeffizient variierte von 0,0001 bis 0,2.

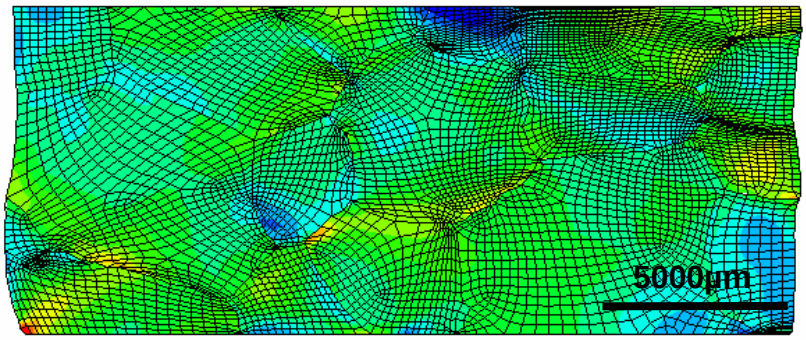


Abbildung 6.8-1 Vergleichsdehnung nach von Mises nach 13% Höhenabnahme, µ = 0,0001

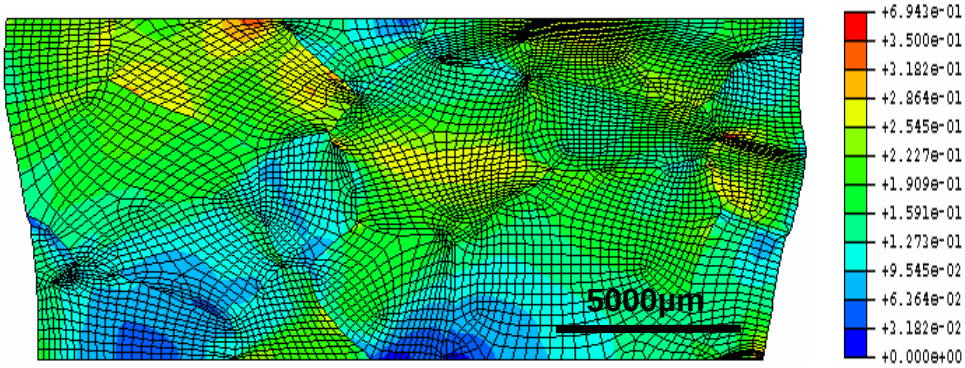


Abbildung 6.8-2 Vergleichsdehnung nach von Mises nach 13% Höhenabnahme, µ = 0,1

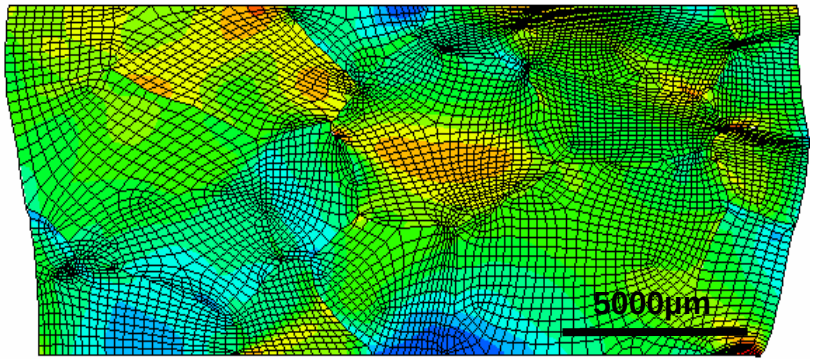


Abbildung 6.8-3 Vergleichsdehnung nach von Mises nach 13% Höhenabnahme, m = 0,2

In den folgenden Abbildungen (6.9-1 bis 6.9-8) werden die Ergebnisse der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen mit den Kontinuums-FEM-Rechnungen verglichen. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung nach von Mises gerechnet mit unterschiedlichen Reibungskoeffizienten. Der Verformungszustand wurde mit 8% Höhenabnahme konstant gehalten.

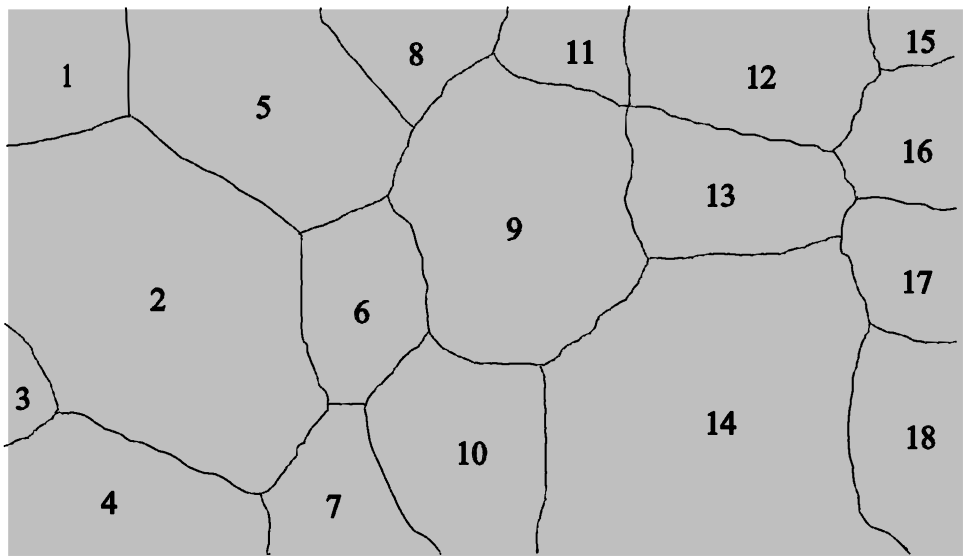


Abbildung 6.9-1 Kontinuums-FEM-Rechnung, von Mises Dehnung nach 8% Höhenabnahme, μ = 0,0

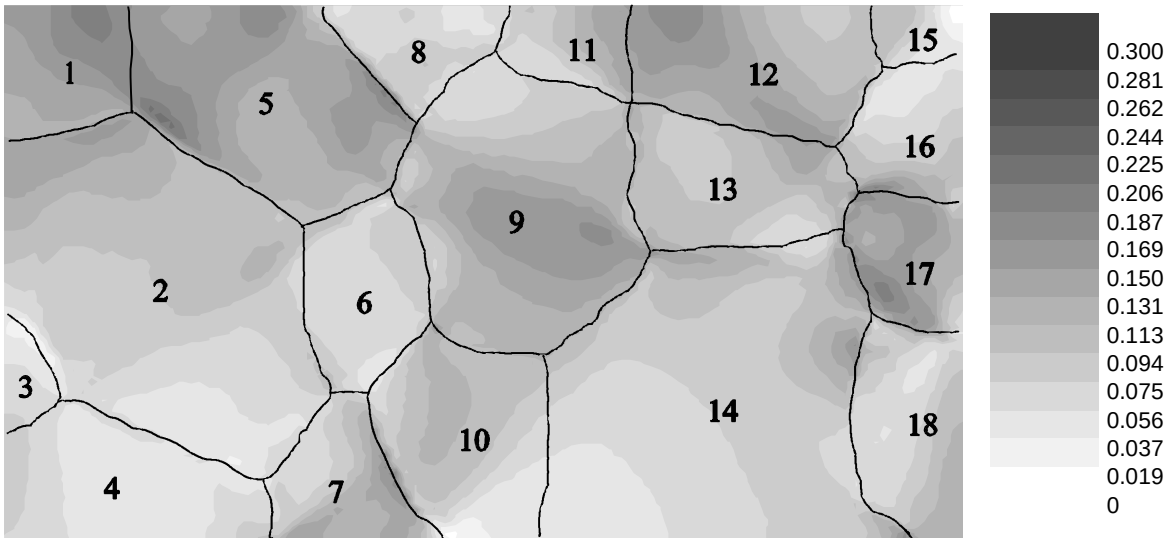


Abbildung 6.9-2 Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung, von Mises Dehnung nach 8% Höhenabnahme, μ = 0,0

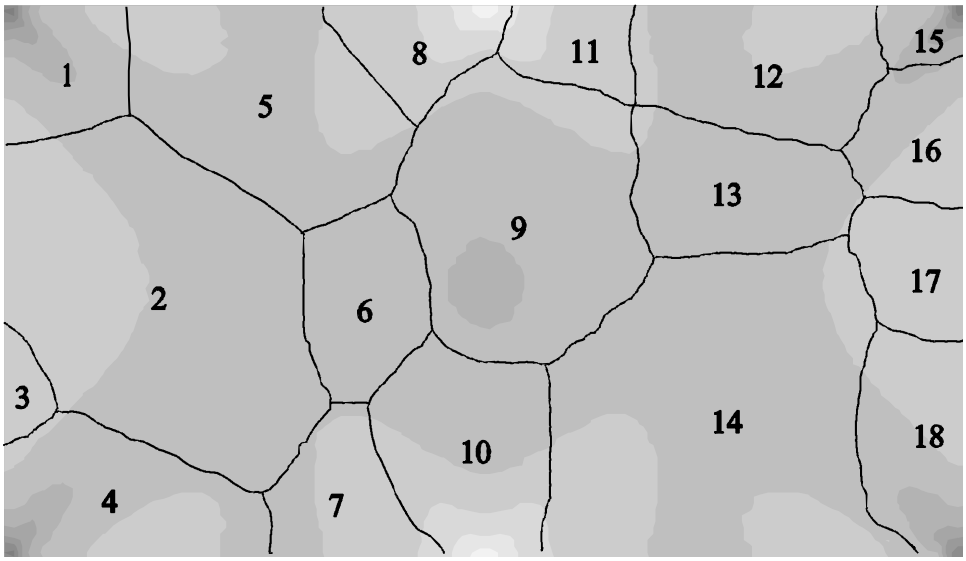


Abbildung 6.9-3 Kontinuums-FEM-Rechnung, von Mises Dehnung nach 8% Höhenabnahme, μ = 0,1

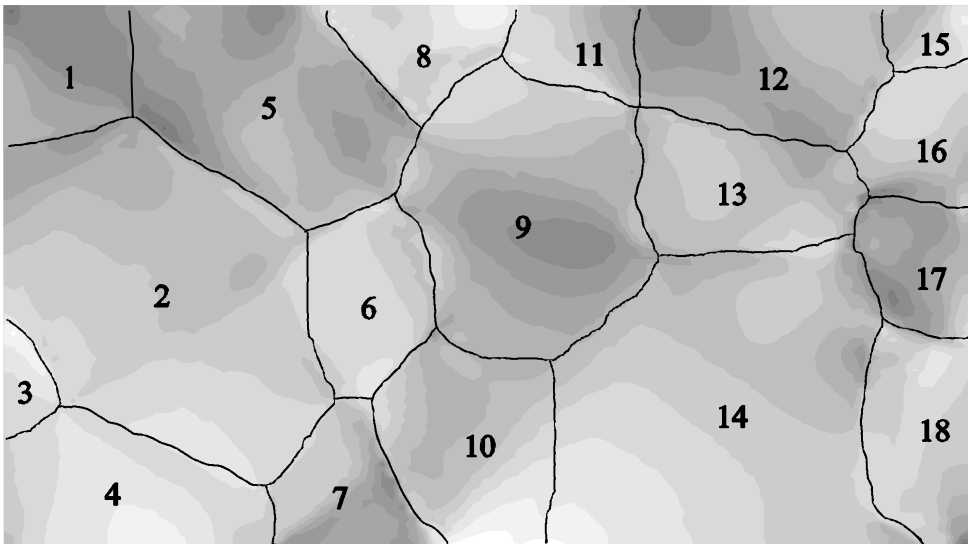


Abbildung 6.9-4 Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung, von Mises Dehnung nach 8% Höhenabnahme, μ = 0,1

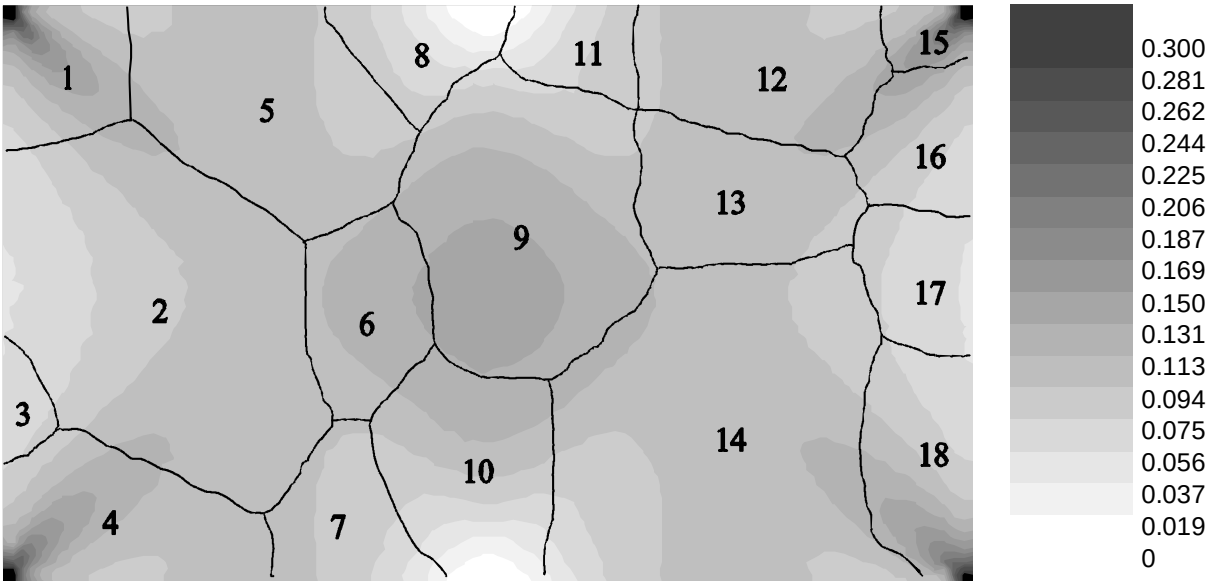


Abbildung 6.9-5 Kontinuum-FEM-Rechnung, von Mises Dehnung nach 8% Höhenabnahme, μ = 0,2

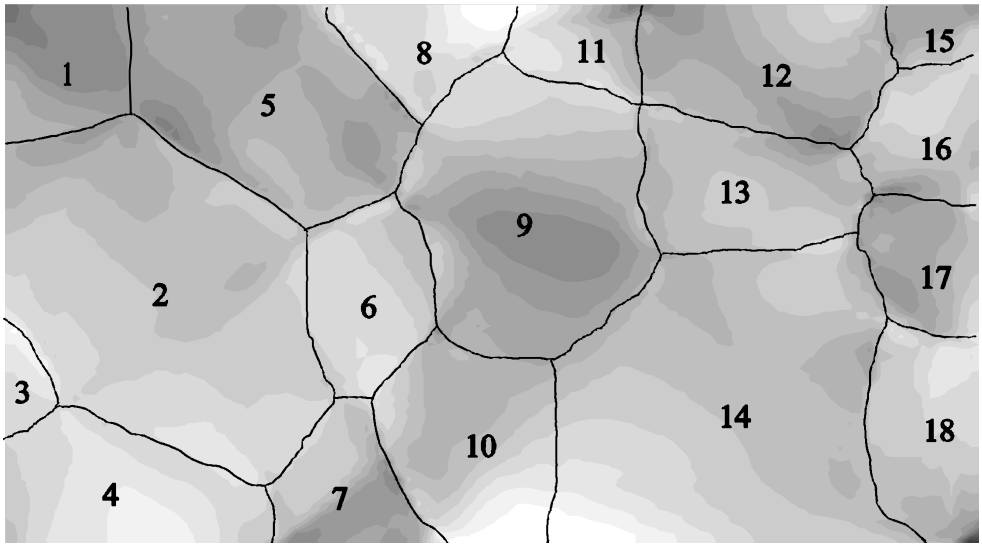


Abbildung 6.9-6 Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung, von Mises Dehnung nach 8% Höhenabnahme, μ = 0,2

Im Folgenden werden, im Gegensatz zu den Abbildungen 6.9-5 und 6.9-6, die Vergleichsdehnungen nach von Mises als Höhenlinien dargestellt. Abbildung 6.9-7 zeigt die Ergebnisse der Kontinuums-FEM-Rechnung und Abbildung 6.9-8 die der KristallplastizitätsFEM-Rechnung.

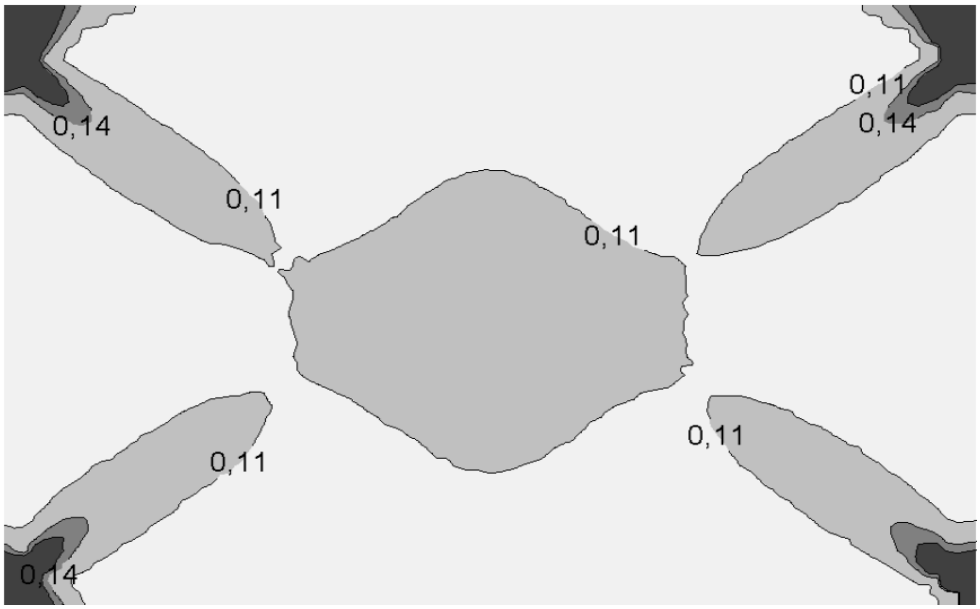


Abbildung 6.9-7 Kontinuums-FEM-Rechnung, Vergleichsdehnung nach von Mises, Darstellung mit Höhenlinien, Verformung mit 8% Höhenabnahme, μ=0,2

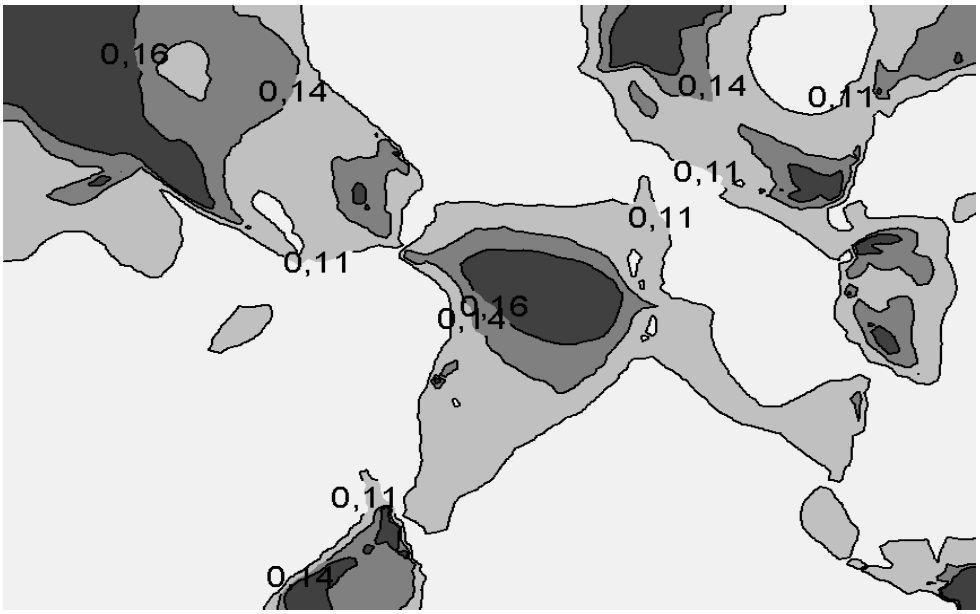


Abbildung 6.9-8 Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung, Vergleichsdehnung nach von Mises, Darstellung mit Höhenlinien, Verformung mit 8% Höhenabnahme, μ=0,2

In Abbildung 6.10-1 ist für die Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung (μ = 0,2) die Summe der berechneten akkumulierten lokalen kristallographischen Abscherung dividiert durch die *globale* Vergleichsdehnung nach von Mises (nach 8% Höhenabnahme) dargestellt. Hierbei wurde die makroskopische Vergleichsdehnung gemäß der Taylor-Bishop-Hill-Theorie als Konstante angenommen. Diese Darstellung entspricht einem *makromechanischer Taylorfaktor*. Im Vergleich dazu stellt Abbildung 6.10-2 die Summe der berechneten akkumulierten kristallographischen Abscherung bezogen auf die *lokale* Vergleichsdehnung nach von Mises dar (*mikromechanischer Taylorfaktor*).

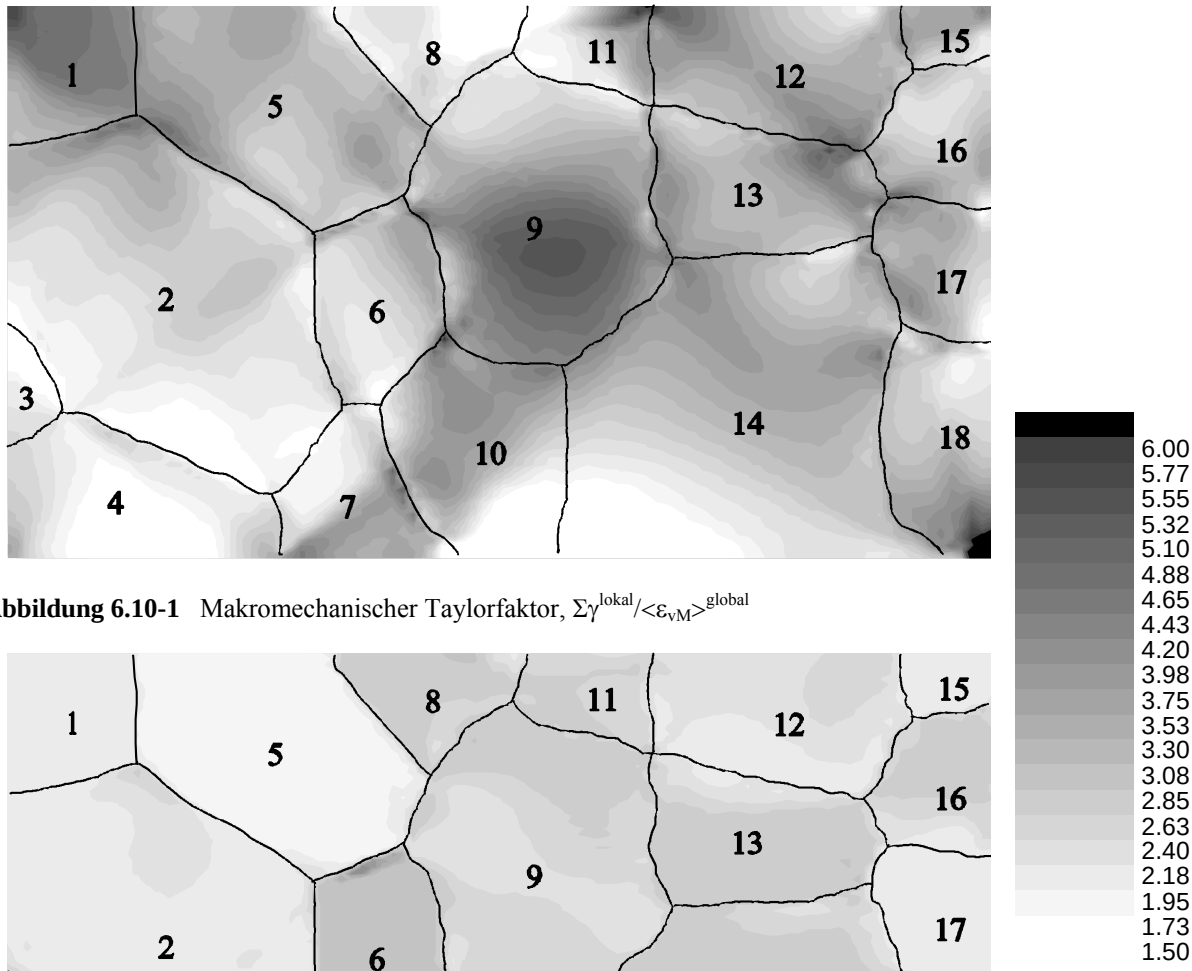


Abbildung 6.10-1 Makromechanischer Taylorfaktor, $\Sigma\gamma^{lokal}/\langle\varepsilon_{vM}\rangle^{global}$

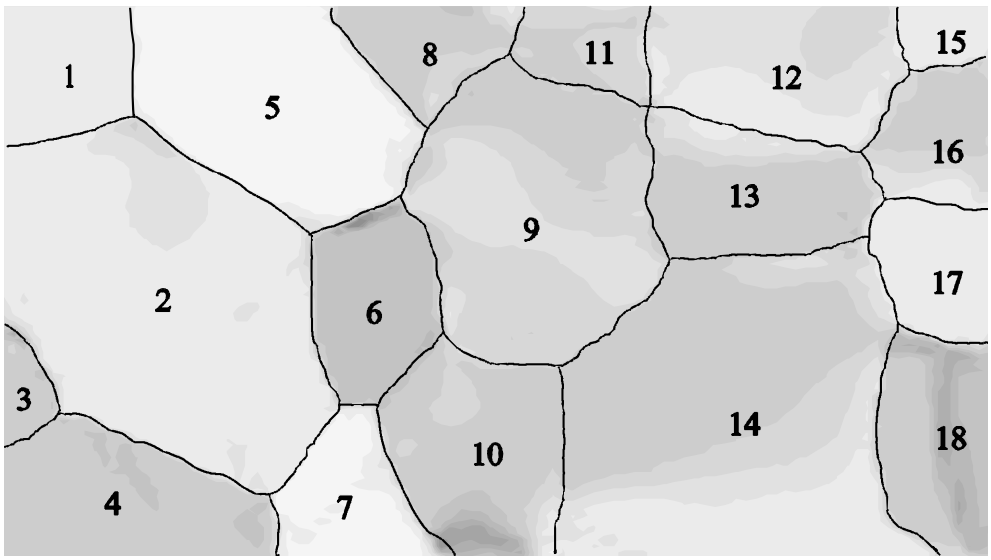


Abbildung 6.10-2 Mikromechanischer Taylorfaktor, $\Sigma\gamma^{lokal}/\langle\varepsilon_{vM}\rangle^{lokal}$

Abbildung 6.11 verdeutlicht die Differenz zwischen der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung und der Kontinuums-FEM-Rechnung. Die Daten der Mises-Dehnung, ermittelt in der Kontinuums-FEM-Rechnung, wurden von den Daten der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung subtrahiert. Beide Simulationen wurden mit identischem Reibungskoeffizient (μ = 0,2) durchgeführt. Die Verformung entsprach einer makroskopischen Höhenabnahme von 8%.

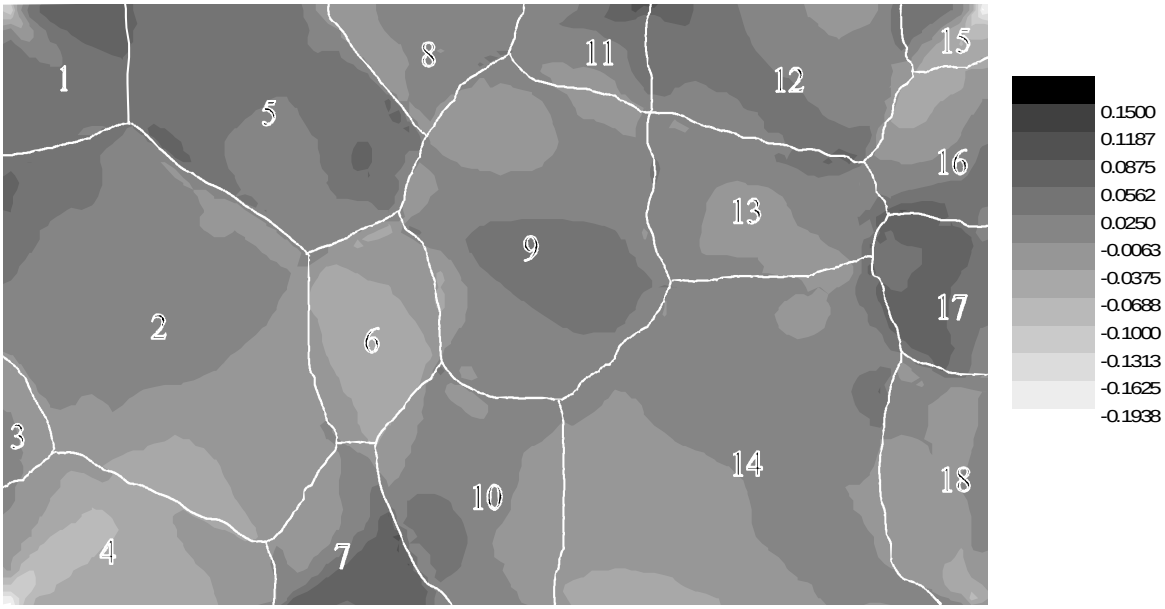


Abbildung 6.11 Topologie der Unterschiede zwischen der Kontinuums-FEM-Rechnung und der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung (μ=0,2), Differenz der Abbildungen 6.9-5 und 6.9-6

7 Diskussion

7.1 Diskussion der experimentellen Ergebnisse

Die in Kapitel 6.2 dargestellten Mikrodehnungsverteilungen der Messreihen 1 bis 4 zeigen, dass bei makroskopischen Verformungen ohne äußeren Gradienten, Heterogenitäten in der plastischen Dehnung auftreten.

Einige Kristallbereiche weisen eine sehr hohe akkumulierte plastische Dehnung auf, wohingegen andere Bereiche kaum verformt sind. Bei zunehmender plastischer Verformung beobachtet man eine Verstärkung dieser Heterogenität im Dehnungsverhalten.

Die Dehnungsverteilungen lassen sich gut mit der Kornstruktur korrelieren (Abbildungen 6.5-23 ff). Einige Körner verformen sich homogen, wohingegen andere Körner innerhalb ihrer Korngrenzen ein heterogenes Verformungsverhalten aufweisen. Diese Tatsache wird auch am Scherverhalten einzelner Körner deutlich. Aufgrund der anisotropen Scherbedingungen einzelner Körner und freien Oberflächen in Längsrichtung der Proben ändert sich die Gestalt der Proben unterschiedlich. Abbildung 6.5-26 zeigt beispielsweise ein Korn, dessen linke Hälfte um 5° abschert, während die rechte Kornhälfte annähernd stabil bleibt.

In Abbildung 6.5-9 ist die von Mises Dehnung nach makroskopischen Verformung (Höhenabnahme von 8%) dargestellt. Während sich hier einige Körner mit ungefähr 1% Dehnung nur sehr gering verformt haben, erfahren andere Kristalle eine maximale Dehnung von 15%. Bezogen auf die makroskopische Dehnung von nur 8% Höhenabnahme ergibt sich ein sehr großes Spektrum von –87,5% bis zu +87,5% Abweichung vom Mittelwert.

Damit ist die plastische Heterogenität von Korn zu Korn wesentlich ausgeprägter als nach der klassischen Taylor-Homogenisierungstheorie erwartet.

Interessant ist hierbei, dass diese Heterogenitäten in der Mikrodehnung bereits bei geringer makroskopischer Verformung auftreten. Aufgrund ihrer unterschiedlichen kinematischen Härte (Orientierungsfaktor) reagieren die einzelnen Körner verschieden auf die makroskopische plastische Verformung.

Doch nicht nur Einflüsse der Kristallkinematik wurden beobachtet. Einige der Ergebnisse zeigen einen deutlichen Geometrieeffekt. Auf den Diagonalen der rechteckigen Proben treten erhöhte Dehnungswerte auf. Besonders deutlich wird dies bei den Messreihen 1 und 3 (Abbildungen 6.2-1 ff und 6.4-1 ff). Einige Proben weisen Akkumulationen von lokaler plastischer Dehnung sowohl in unmittelbarer Nähe von Korngrenzen und Tripelpunkten,

als auch hohe Dehnungen im Korninneren auf. Diese Tatsache lässt auf einen hohen Einfluss der Versetzungsdynamik schließen.

7.2 Diskussion der theoretischen Ergebnisse

Der in den Experimenten beobachtete Geometrieeffekt konnte sowohl durch die Kontinuums-FEM-Rechnungen als auch durch die Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen bestätigt werden. Die Kontinuums-FEM-Rechnungen zeigen bei Reibungswerten größer Null deutliche Lokalisationseffekte der plastischen Dehnung entlang der Diagonalen mit starken Maxima in den Probenecken und einem schwächeren Maximum in der Probenmitte. Dehnungsminima hingegen traten in der Mitte der Probenränder auf (Abbildung 6.6).

Die Ergebnisse der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen sind deutlich heterogener in der Dehnungsverteilung als die der Kontinuums-FEM-Rechnungen (Abbildungen 6.7 und 6.8). In einige Probenbereichen korreliert die Dehnungsverteilung mit der Korntopologie der Großwinkelkorngrenzen.

Auch hier findet sich der durch Reibung hervorgerufene Geometrieeffekt wieder. Deutliche Maxima der plastischen Dehnung wurden sowohl in der Probenmitte als auch auf den Diagonalen oben links und unten rechts vorhergesagt. Einzelne Körner weisen in den Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen eine deutlich höhere Akkumulation der Dehnung auf als andere.

Ein direkter Vergleich der Kontinuums-FEM-Rechnungen mit den Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen (Abbildungen 6.6 bis 6.9) ergab folgende Beobachtungen:

Zunächst unterscheidet sich die makroskopische Probengestalt bei den beiden Simulationen. Aufgrund der anisotropen Scherbedingungen einzelner Körner in der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung und der in Längsrichtung angenommenen freien Oberflächen ändert sich die Gestalt der Proben unterschiedlich. Bei beiden Simulationen treten diagonale Dehnungsanteile auf. Allerdings unterscheiden sich diese Lokalisationen in Schärfe und Symmetrie. (Abbildung 6.9-7 und 6.9-8).

Bei den Kontinuums-FEM-Rechnungen wurden Dehnungsmaxima in den vier Ecken der Probe vorhergesagt, die wesentlich höher sind als die der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen. Eine Ausnahme bildet hierbei die rechte untere Ecke (Abbildung 6.9-5 und Abbildung 6.9-6). Dieser Effekt ist möglicherweise darin begründet, dass bei der

Kristallplastizität die Akkomodation der Dehnung in ein größeres Volumen hinein erfolgt und somit die Dehnung einen anderen Pfad nimmt.

Im Gegensatz dazu ist die Dehnung entlang der Diagonalen bei der Kontinuums-FEM-Rechnung weniger lokalisiert als bei der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung. Diese fehlende Symmetrie der diagonalen Dehnung bei den Ergebnissen der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen kann auf die Kornstruktur der Probe zurückgeführt werden. Aufgrund starker kinematischer Einflüsse einzelner Körner (z.B. Korn 6) wird der Pfad der makroskopischen Dehnung abgelenkt.

In Abbildung 6.11 sind die Unterschiede zwischen den beiden Simulationen dargestellt. Die Daten der von Mises-Dehnung, ermittelt in der Kontinuums-FEM-Rechnung, wurden von den Daten der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung subtrahiert.

Hierbei treten minimale Dehnungen in den Eckpunkten der Probe und Dehnungsmaxima in deren Umgebung auf.

Korn 5 weist eine sehr hohe Dehnung auf, was auf die oben erwähnte Verschiebung der diagonalen Dehnung zurückzuführen ist. Ähnliches wird bei den Körnern 5 und 17 beobachtet, welche in der Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung eine wesendlich höhere Verformung als entsprechende Bereiche in der Kontinuums-FEM-Rechnung erfahren.

In den Körnern 2, 9 und 12 werden ebenfalls Dehnungsmaxima beobachtet. Allerdings ist hier der Dehnungsunterschied zur Umgebung geringer.

In Abbildung 6.10-2 wird deutlich, dass eben diese Körner, die eine hohe akkumulierte Dehnung aufweisen, über einen geringen mikromechanischen Taylorfaktor verfügen.

Desweiteren wurde deutlich, dass die Kristallplastizitäts-FEM-Rechnung größere Heterogenitäten und stärkere Gradienten in der Dehnungsverteilung vorhersagt. Der Grund hierfür ist das Zusammenspiel von Kontinuumseffekten und kristallkinematischen Einflüssen. Im folgenden wird deutlich, dass die Heterogenität in der Dehnungsverteilung nicht alleine auf die Kristallkinematik der einzelnen Körner und ihre Wechselwirkung zurückzuführen ist.

Die Tatsache, dass Dehnungsmaxima innerhalb einzelner Körnern auftreten, bedeutet, dass die kinematische Härte auf zumindest einige Probenbereiche großen Einfluss nehmen kann. Folgende Betrachtungen verdeutlichen diesen Effekt. In Abbildung 6.10-1 ist die Summe aller akkumulierten lokalen Abscherungen normiert auf die globale makroskopische Vergleichsdehnung nach von Mises dargestellt: $\sum \gamma^{\text{lokal}} \big/ \langle \varepsilon_{\text{vM}} \rangle^{\text{global}}$.

Im Gegensatz dazu zeigt Abbildung 6.10-2 die akkumulierte lokale Abscherung bezogen auf die lokale mikroskopische Vergleichsdehnung: $\sum \gamma^{\text{lokal}} \big/ \langle \varepsilon_{\text{vM}} \rangle^{\text{lokal}}$.

Die letztgenannte Darstellung kann als *mikromechanischer Taylorfaktor* bezeichnet werden, da hierbei die Abscherung auf die *lokale* und nicht auf die *globale* Mises-Dehnung normiert wurde. Wird im Gegensatz dazu die akkumulierte lokale Abscherung auf die globale Dehnung normiert, entspricht diese Darstellung einem *makromechanischen Taylorfaktor*, da $\langle \varepsilon_{\mathrm{vM}} \rangle^{\mathrm{global}}$ entsprechend der Taylor-Bishop-Hill-Theorie als Konstante verwendet wird. Allerdings entspricht der makromechanische Taylorfaktor nicht dem klassischen Taylorfaktor, wie er in der Homogenisierungstheorie berechnet wird.

Bei den Kristallplastizitäts-Rechnungen werden die lokalen Abscherungen $\sum \gamma^{\mathrm{lokal}}$ und nicht wie in der Taylor-Bishop-Hill-Homogenisierungstheorie die globalen Abscherungen verwendet: $\mathrm{M}^{\mathrm{homog}} = \sum \gamma^{\mathrm{global}} \big/ \langle \varepsilon_{\mathrm{vM}} \rangle^{\mathrm{global}}$.

Die Darstellung des makromechanischen Taylorfaktors (Abbildung 6.10-1) zeigt eine sehr heterogene Dehnungsverteilung, ähnlich der von Mises Dehnungsverteilung in Abbildung 6.9-6. Aufgrund einer unpassenden Normierung, wird hier der Einfluss der Kristallkinematik nicht deutlich. Normiert man allerdings dieselben Daten mit der lokalen Dehnung, erhält man eine homogenere Verteilung (Abbildung 6.10-2).

Einzelne Körner mit unterschiedlicher kinematischer Härte (mikromechanischer Taylorfaktor) haben nun ein relativ homogenes mechanisches Erscheinungsbild. Das bedeutet, nach Normieren mit lokal äquivalenten Dehnungen werden Dehnungsheterogenitäten offenbart, die als Kornwechselwirkungen mit dem lokalen Taylorfaktor verbunden sind.

Abbildung 6.10-2 zeigt auf, dass nicht Orientierungsgradienten oder Wechselwirkungsphänomene, sondern heterogene makroskopische Dehnungsprofile für die Dehnungsheterogenitäten auf Korneben verantwortlich sind. Große Dehnungsheterogenitäten im Inneren einzelner Körner müssen also Kontinuumseffekten zugeschrieben werden.

Beispielsweise besitzen die Körner 1, 2, 5, 7 und 17 geringe und beinahe konstante mikromechanische Taylorfaktoren. Im Gegensatz dazu verfügen die Körner 4, 6, 8, 10, 16 und 18, über sehr große mikromechanische Taylorfaktoren, die Körner 6, 10 und 18 sogar in Verbindung mit Gradienten im Korninneren.

Gegenwärtig werden Korngrenzen in Kristallplastizitäts-FEM-Rechnungen als einfache kinematische Hindernisse angesehen, definiert durch die Änderung des Schmidfaktors. Effekte der Versetzungsdynamik, wie Versetzungsaufstau (Hall-Petch) oder geometrisch notwendige Versetzungen, bleiben dabei unberücksichtigt.

7.3 Vergleich zwischen Experimenten und Simulationen

Bei den Körnern 4, 5, 6, 13, 14 und 15 werden sowohl im Experiment als auch bei den Simulationen ähnliche Dehnungsverteilungen im Korninneren beobachtet.

Allerdings werden bei einem direkten Vergleich zwischen experimentellen und berechneten Ergebnissen auch Unterschiede offensichtlich. Der Dehnungsgradient zwischen Korn 2 und Korn 5 erscheint im Experiment größer als in der Theorie. In Korn 9 verhält es sich genau umgekehrt. Die Simulation sagt einen bedeutenden Dehnungsgradienten mit einem Maximum in der Kornmitte und Minima an den Krongrenzen voraus. Dies stimmt mit dem Kontinuum-Dehnungsprofil überein, welches ein starkes Maximum im Schnittpunkt der beiden Diagonalen voraussagt.

Jedoch bestätigen die experimentellen Ergebnisse diese Vorhersage der Dehnungsminima an den Korngrenzen nicht, da hierbei der Gradient im Korninneren eher in Richtung der Tripelpunkte mit den Nachbarkörnern ausgerichtet ist. Eine ähnliche Dehnungslokalisierung tritt im Tripelpunkt zwischen den Körnern 1, 2 und 5 auf.

Um Fehlinterpretationen aufgrund makroskopischer Effekte zu vermeiden, sollten diese Beobachtungen mit der Darstellung des mikroskopischen Taylorfaktors (Abbildung 6.10-2) verglichen werden. Diese sagt Korngrenzeneffekte an den Tripelpunkten zwischen den Körnern 1, 2, 5 und 5, 6, 9 und 14, 17, 18 bzw. 9, 13, 14 vorher. Starke Lokalisierungen an geradlinigen Korngrenzensegmenten wurden allerdings nicht gefunden.

7.4 Fazit

Die plastische Heterogenität auf Kornebene ist wesentlich ausgeprägter als nach der Taylortheorie erwartet. Sowohl die Experimente als auch die Simulationen decken Heterogenitäten in der Dehnungsverteilung auf Kornebene auf.

Die Heterogenitäten erwiesen sich als Überlagerung von drei verschiedenen Effekten. Die *Kontinuumsmechanik* nimmt insbesondere durch Reibung Einfluss auf die Dehnungsverteilung innerhalb der Probe. Simulation und Experimente bestätigen das Auftreten eines typisches Dehnkreuzes.

Die *Kristallkinematik* einen einzelnen Korns bestimmt sein Verformungsverhalten und somit auch den Verlauf des Dehnkreuzes innerhalb der Probe.

Dehnungslokalisierungen an Tripelpunkten und Korngrenzen lassen auf einen Einfluss der *Versetzungsdynamik* schließen. Mit Hilfe einfacher kinematischer Betrachtungen können also Einblicke in die Mikromechanik von Kristallen während plastischer Verformung genommen werden. Jedoch sollten auch makromechanische Einflüsse bei der Untersuchung der Kornmechanik berücksichtigt werden. Hierbei ist eine strenge Unterscheidung zwischen makromechanischem und mikromechanischem Taylorfaktor nötig. Eine Normierung der Daten auf die lokale Dehnung ist somit ein wichtiger Bestandteil für eine genaue Analyse intrinsischer Eigenschaften der Polykristallverformung und Kornwechselwirkungen.

8 Literaturhinweise

1 F. Delaire, J.L. Raphanel, C. Rey, Acta Mater., 1991, 48, 1075.
2 M. Sachtleber, D. Raabe, in Vorbereitung
3 H. Weiland and R.C. Becker, Proceedings 20. RISØ International Symposium on Materials Science, eds.: T. Leffers and O.P. Pederson, RISØ National Laboratory, Roskilde, Denmark (1999) 213-224
4 H. Weiland and R. Schwarzer, Conf. Proc.7th Int. Conf. on Textures of Materials (ICOTOM 7), Holland 1984, 857-862
5 R. Ørsund, J. Hjelen, E. Nes: Scripta metallurgica, 1989, Vol. 23, pp. 1193-1201
6 B.L. Adams, S. I. Wright and K. Kunze, Metall. Trans.1993, A24, 819
7 B.L. Adams and H. Weiland (eds) Microscale Textures of Materials, special edition of Textures and Microstructures, Vol. 20 (1-4), 1993
8 S. Zaefferer, R.A. Schwarzer, Zeitschrift fuer Metallkunde, Vol. 85, Issue 8, (1994) pp. 585
9 R. Schwarzer and J.H. Bunge, Übersicht in Adv. Eng. Materials
10 D.A. Hughes, Proceedings 16th Int. RISØ Symp. on Mat. Sci., Roskilde, Dänemark (1995) 63–85
11 D.A. Hughes and A. Kumar, Proceedings of the 11th International Conference on Textures of Materials ICOTOM 11, 1996, Xi'an, China, eds.: Z. Liang, L. Zuo, Y. Chu, International Academic Publishers, 137 Chaonei Dajie, Beijing 100010, China, 1345–1350
12 R.C. Becker, Acta Metall. Mater. 39 (1991) 1211.
13 S. R. Kalidindi, C. A. Bronkhorst and L. Anand, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1992, 40, 537
14 P.R. Dawson, A.J. Beaudoin, K.K. Mathur, Proceedings 15. RISØ International Symposium on Materials Science, eds.: S.I. Andersen, J.B. Bilde-Sørensen, T. Lorentzen, O.B. Pedersen, N.J. Sorensen, RISØ National Laboratory, Roskilde, Denmark (1994), 33
15 A. Beaudoin, H. Mecking, F. Kocks: Phil. Mag. A, 1996, 73, 1503.
16 R.C. Becker and S. Panchanadeeswaran, Acta Metall. Mater., 43 (1995) 2701.
17 K.K. Mathur, P.R. Dawson, Int. J. Plast., 1998, 8, 67
18 P.R. Dawson: International Journal of Solids and Structures 37 (2000) 115-130
19 Handbook for the Aramis system by GOM mbh, Gesellschaft für Optische Meßtechnik, Version September 2000, Braunschweig, Germany
20 ABAQUS/Standard User's Manual, Volume II, 14.1.4-1, , Hibbitt, Karlsson and Sorensen, Pawtucket, RI (1999)
21 J. Betten, Kontinuumsmechanik, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1993
22 S. Kikuchi, Japan J Phys. 5 (1928) 83.
23 Boersch,H., Z. Techn. Phys. 18 (1937) 574.
24 Alam, M. N., Blackman, M., Pashley, D.W., Poc. Royal Soc. A221 (1954) 224.
25 Venables, J.A., Harland, C.J., Phil. Mag. 27 (1973) 1193.
26 Venables, J.A., Bin-Jaya, R., Phil. Mag. 35 (1977) 13173.
27 Dingley, D.J., Sanning Electron Micorscopy 1984/II (1984) 569.
28 Dingley, D.J., in "Proc. ICOTOM 8" TMS, (Hrsg. J.S. Kallend, G. Gottstein) TMS, Warrendale Pa (1988)17
29 Dingley, D.J., Randle, V., J. Mate. Sci. 27 (1992) 4545.
30 Hjelen, J., Hoier, R., Nes, E., in „Proc. XI Int. Conf. On Electron Microskopy", Kyoto, Japan, (1986) Vol. 1, 751.
31 Hjelen, J., Orsund, R., Hoel, E., Runde, P., Furu, T., Nes, E., Textures and Microstruktures 20 (1993) 29