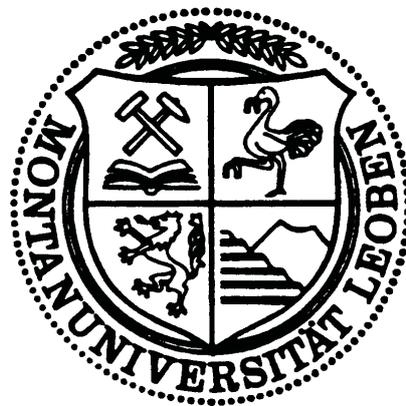


Diplomarbeit

**Hochverformung von hexagonalen Metallen:
Kobalt, Gadolinium und Titan**

Doris Luef



Institut für Metallphysik der Montanuniversität Leoben

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Datum

Unterschrift

Danksagung

Meinem Betreuer Univ. Prof. Dr. Reinhard Pippan möchte ich für die aufmerksame Betreuung während der Durchführung dieser Diplomarbeit danken.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Dipl. Ing. Stephan Scheriau für die Erläuterung diverser Versuche und Hilfestellungen bei einigen Problemen.

Weiters geht mein Dank an Frau Edeltraud Haberz, die in auf dem Gebiet der Metallographie sehr viel Geduld mit der Präparation meiner Proben bewiesen hat. Bei Frau Gabi Moser und Herrn Herwig Felber möchte ich mich für den Versuch, Gadolinium zu präparieren, bedanken. Ein weiteres Dankeschön im Fall Gd geht an Herrn Wolfgang Grosinger und Dr. Christian Motz für die FIB-Bearbeitung. Ein Dankeschön geht auch an das Werkstätten-Team, Herrn Franz Hubner und Herrn Günter Aschauer, für diverse Probenfertigungen. Großen Dank möchte ich Herrn Dipl. Ing. Peter Kutlesa aussprechen, der mir bei der Warmumformung immer sehr hilfreich zur Seite stand. Ein Dankeschön geht ebenso an Dr. Klaus Martinschitz für die Röntgenuntersuchungen.

Bedanken möchte ich mich auch bei meinen Eltern und bei meinem Freund Robert, welche mir dieses Studium ermöglicht und immer an mich geglaubt haben.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Grundlegende Anmerkungen	3
2.1 Hexagonale Metalle	3
2.1.1 Verformung von hexagonalen Metallen	4
2.1.1.1 Verformung von Vielkristallen	7
2.2 High Pressure Torsion	8
2.2.1 Phänomenologie der Fließkurve	10
3. Experimentelles	13
3.1 EBSD	13
3.2 Röntgenographische Untersuchungen	15
3.3 Material	15
3.3.1 Titan	15
3.3.2 Kobalt	16
3.3.3 Gadolinium	17
4. Experimentelle Untersuchungen	19
4.1 Probenherstellung	19
4.2 Verformungsversuche	20
4.2.1 Aufbau und Durchführung der HPT-Versuche	20
4.2.2 Kobalt	21
4.2.3 Gadolinium	23
4.2.4 Titan	25
4.3 Mikrohärte	26
4.3.1 Probenvorbereitung und Präparation	26
4.3.2 Mikrohärte von Kobalt	27
4.3.3 Mikrohärte von Gadolinium	29
4.3.4 Mikrohärte von Titan	30
4.4 Analyse der Mikrostruktur	32
4.4.1 Kobalt	33
4.4.2 Gadolinium	38
4.4.3 Titan	40
4.4.3.1 TEM-Aufnahmen für Titan	41
4.5 Zugversuche	42

4.5.1	Kobalt.....	43
4.5.1.1	Bruchflächenbilder von Kobalt	46
4.5.2	Gadolinium	48
4.5.2.1	Bruchflächenbilder von Gadolinium	50
4.5.3	Titan	52
4.5.3.1	Bruchflächenbilder von Ti.....	54
4.6	Röntgenuntersuchungen	55
4.6.1	Auswertung	56
5.	Diskussion	58
5.1	Vergleich der Momentenkurven, der Härte und der Zugversuche	58
5.2	Mikrostruktur	61
6.	Zusammenfassung.....	63
7.	Anhang	64
7.1	Momentenkurven.....	64
7.2	Härteverläufe.....	65
7.3	Bruchflächenbilder.....	71
7.4	Zugproben Seitenansicht	78
8.	Abbildungsverzeichnis	81
9.	Literaturverzeichnis	87

1. Einleitung

Aufgrund des großen Interesses an Materialien mit sehr guten mechanischen und physikalischen Eigenschaften ist der Bereich der Hochverformung ein heute nicht mehr wegzudenkendes Forschungsgebiet. Durch die verschiedenen Methoden der Severe Plastic Deformation (SPD) ist es möglich, Proben ohne Restporosität herzustellen [1]. Wesentliche Merkmale dieser sogenannten ultrafine grained (UFG) Materialien sind eine Steigerung der Festigkeit, der Härte, Superplastizität bei niedrigen Temperaturen und ausgezeichnete tribologische Eigenschaften im Vergleich zu den grobkörnigen Strukturen [2]. Ohne diese Optimierung der Eigenschaften wären viele Anwendungen in unserer Zeit nicht möglich.

Es gibt einige Verfahren, mit denen Materialien mit sehr hohen Verformungsgraden hergestellt werden können. Eine dieser Methoden ist High Pressure Torsion (HPT), welche für die Verformung der Proben in dieser Arbeit verwendet wurde. Die zweite wichtige Methode, mit der nanokristalline Materialien hergestellt werden können, ist Equal Channel Angular Pressing (ECAP). Mit diesen beiden Methoden können Proben hergestellt werden, die genügend groß sind, um die Entstehung und Veränderung der hochverformten Mikrostruktur zu studieren. Der Vorteil von HPT gegenüber ECAP liegt darin, dass viel höhere Verformungsgrade und somit viel höhere Dehnungen erreicht werden können. Ein weiterer Unterschied besteht darin, dass durch HPT kleinere Mikrostrukturen und ein höherer Anteil an Großwinkelkorngrenzen erlangt werden können [3]. Im Vergleich zum konventionellen Zugversuch, bei dem die Probe bis zum Bruch belastet wird, können mit der HPT-Methode Dehnungen von einigen 1000% erreicht werden.

Am Erich Schmid Institut wurden in den letzten Jahren vor allem kubisch flächenzentrierte Metalle verformt, da diese die meisten unabhängigen Gleitsysteme besitzen und somit am einfachsten verformbar sind, gefolgt von den kubisch raumzentrierten Metallen. Die Verformung bei hexagonalen Metallen ist etwas schwieriger, da nicht so viele unabhängige Gleitsysteme zur Verfügung stehen wie bei den kubischen Metallen. Es wurden zwar schon Versuche an Magnesium, Titan, Cadmium oder Zink [4] durchgeführt, jedoch sind auf dem Gebiet der hexagonalen Metalle noch viele Fragen offen.

Titan besitzt hervorragende mechanische Eigenschaften, ist korrosionsbeständig und biokompatibel, wodurch es sich als Material für Osteosynthese, Implantate der

Zahnmedizin sowie Implantate an Hüfte oder Knie eignet [5]. Titanlegierungen besitzen eine hohe spezifische Festigkeit und sehr gute Korrosionsbeständigkeit, weswegen sie in der Luft- und Raumfahrt, der chemischen Industrie, der Medizintechnik und im Freizeitbereich eingesetzt werden [6]. Die wichtigsten metallischen Implantatmaterialien sind commercial pure (CP) Titan und die Legierung Ti-6Al-4V [2]. Gadolinium wird als Legierungsbestandteil von Regelstäben in der Kerntechnik wegen des hohen Neutroneneinfangsquerschnitts eingesetzt. Ebenso findet es Verwendung als Legierungsbestandteil für korrosionsbeständige Chrom-Eisen-Werkstoffe. In Verbindung mit Kobalt ergeben sich hervorragende ferromagnetische Werkstoffe. Kobalt wird zur Herstellung von Legierungen für Düsentriebwerke und von Pigmenten in der Glas-, Email- und Keramikindustrie, zur Produktion von Hartmetallen und Schneidwerkstoffen und als Bestandteil von Permanentmagneten verwendet [7,8].

Ziel dieser Diplomarbeit war es nun herauszufinden, wie sich die hexagonalen Metalle Kobalt, Gadolinium und Titan bei HPT - Verformung verhalten. Dabei wurde die Änderung der Mikrostruktur mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) wurde die Mikrostruktur einer sehr feinkörnigen Probe im Detail analysiert. Zur Charakterisierung der Mikrostruktur hochverformter hexagonaler Metalle wurde an ausgewählten Proben die EBSD-Technik verwendet. Härtemessungen dienten zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften der Proben, die in weiterer Folge im Zugversuch genauer analysiert wurden.

2. Grundlegende Anmerkungen

In diesem Kapitel werden der Aufbau und das Verformungsverhalten der hexagonalen im Vergleich zu der kubischen Gitterstruktur erörtert. Weiters wird auf den Verformungsprozeß der HPT und auf die Unterschiede der Fließkurve näher eingegangen.

2.1 Hexagonale Metalle

Die Elementarzelle von hexagonalen Metallen (Abb. 2.1) besteht aus zwei Atomen, aus Darstellungsgründen werden üblicherweise drei Elementarzellen angezeigt, um das hexagonale Gitter besser hervorzuheben.

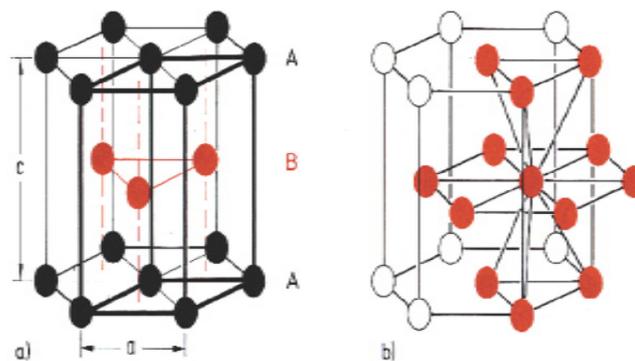


Abbildung 2.1: a) Die dick gezeichneten Linien stellen die Einheitszelle dar

Der Unterschied zu den kubischen Metallen besteht darin, dass die c-Achse länger oder kürzer ist als die a-Achse. Für die hexagonale dichtest gepackte Struktur (hdp) beträgt das ideale c/a -Verhältnis 1,63. Dieser Wert kann für Magnesium in etwa beobachtet werden, für die meisten anderen hexagonalen Metalle weicht er jedoch nach oben oder unten ab.

Die $\{111\}$ Ebene des kfz entspricht der (0002) Ebene des hdp, der Unterschied der Stapelfolge besteht nun darin, dass das kfz Gitter eine ABCABC Anordnung aufweist, das hdp Gitter aber nur ABAB (Abb. 2.2). Die Atome berühren sich bei beiden Gittern entlang der Flächendiagonale und infolgedessen sind sich diese Strukturen sehr ähnlich.

Das hdp Gitter besitzt 6 Oktaederlücken und 8 Tetraederlücken pro Einheitszelle, das kfz Gitter 4 Oktaederlücken und ebenso 8 Tetraederlücken pro Einheitszelle, welche

für das kfz Gitter aus vier Atomen besteht. Die Volumenfüllung beträgt bei beiden Gitterformen aufgrund der gleichen Packung 74% [9].

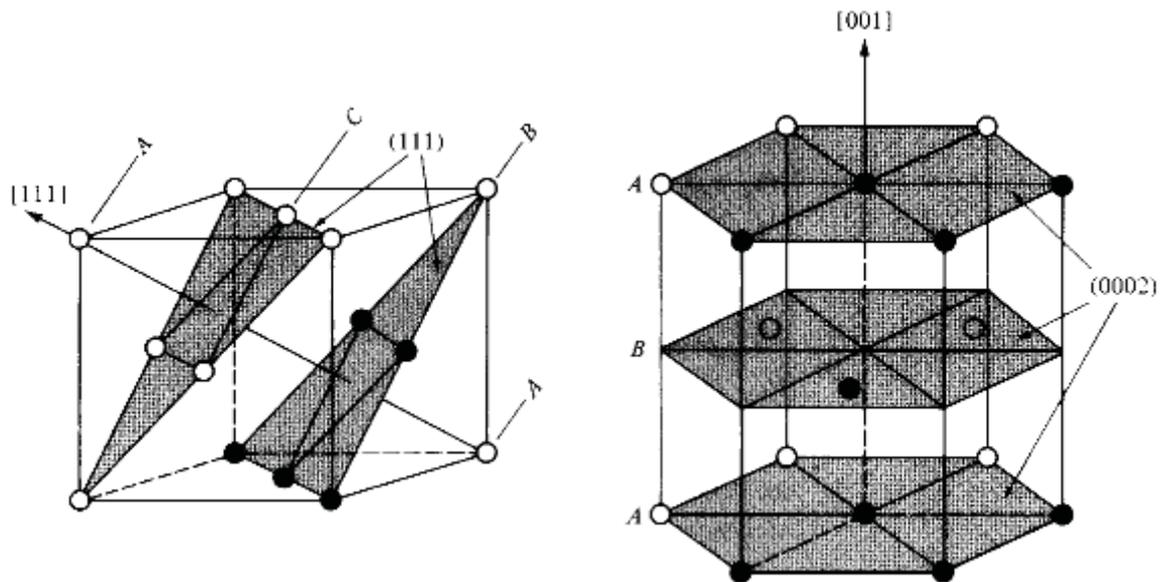


Abbildung 2.2: Unterschied der Stapelfolge im kubisch flächenzentrierten und im hexagonalen Gitter

2.1.1 Verformung von hexagonalen Metallen

Da die Spannung für die Bewegung von Versetzungen nicht auf allen Gitterebenen gleich ist, ist die Verformbarkeit von Metallen stark anisotrop [10]. Kubisch flächenzentrierte Metalle sind am einfachsten plastisch verformbar, gefolgt von den kubisch raumzentrierten und am schlechtesten lassen sich hexagonale Metalle verformen. Dazu kommt noch die Abhängigkeit vom c/a -Verhältnis, siehe Tab. 2.1.

Tabelle 2.1: Abhängigkeit der Gleitmöglichkeiten vom c/a -Verhältnis

$c/a < 1.63$	$1.63 < c/a < 1.73$	$c/a > 1.73$
Basis-, Prismen- und Pyramidengleitung	Nur Basisgleitung	Basisgleitung und Zwillingsbildung

Dadurch lässt sich die eingeschränkte plastische Verformbarkeit des hexagonalen α -Titans im Vergleich zum besser verformbaren, kubisch raumzentrierten β -Titan erklären.

Ein wichtiger Punkt bei der Umformbarkeit ist die Anzahl der Gleitsysteme (Tab. 2.2), die sich aus der Zahl der Gleitrichtung und der Gleitebene zusammensetzen. Das

hexagonale Gitter besitzt bei Basisgleitung nur drei Gleitsysteme, die kubischen Gitter besitzen hingegen zwölf Gleitmöglichkeiten. Üblicherweise sind Ebenen und Richtungen mit dichtester Atombelegung für die plastische Verformbarkeit energetisch am günstigsten. Eine Gleitebene mit höherer Belegungsdichte erleichtert die Abgleitung der Atome gegeneinander, wodurch die Gleitebene im hexagonalen Gitter mit 91% Belegungsdichte dem des kubisch raumzentrierten Gitters mit 83% Belegungsdichte bevorzugt wäre. Da aber der Energiebedarf auch direkt abhängig ist von der Länge des minimalen Gleitweges, der im hexagonalen Gitter $b_{\min}=1*a$ und im kubisch raumzentrierten Gitter $b_{\min}=0,87*a$ beträgt, wird die plastische Verformung im kubisch raumzentrierten Gitter bevorzugt. Wie schon oben erwähnt ist es am einfachsten, kubisch flächenzentrierte Metalle zu verformen. Diese weisen ebenso wie das hexagonale Gitter eine Belegungsdichte von 91% auf und der minimale Gleitweg ist noch kleiner als bei kubisch raumzentrierten Gittern, nämlich $b_{\min}=0,71*a$.

Tabelle 2.2: Die Gleitsysteme im hexagonalen Gitter

Gleitebene	Gleitrichtung	Anzahl der nicht parallelen Ebenen	Gleitrichtung pro Ebene	Anzahl der Gleitsysteme
{0001}	<1-120>	1	3	3=(1x3)
{10-10}	<1-120>	3	1	3=(3x1)
{10-11}	<1-120>	6	1	6=(6x1)
{11-22}	<-2113>	6	2	12=(6x2)

Das c/a-Verhältnis von α -Titan ist kleiner als das des ideal dichtest gepackten hexagonalen Gitters, wodurch ein größerer Abstand zwischen den Prismenebenen hervorgeht. Somit nimmt die Belegungsdichte der Prismenebene relativ zur Basalebene zu. Diese Zunahme der Belegungsdichte begünstigt die Gleitung auf der Prismenebene. Obwohl die Prismen- und die Basalebene über je drei Gleitsysteme verfügen, sind aber nur je zwei voneinander unabhängig, woraus vier unabhängige Gleitsysteme resultieren. Durch die Gleitung auf der Pyramidalebene geht kein unabhängiges Gleitsystem hervor, da sie sich aus einem Prismen- und einem Basalanteil zusammensetzt. Da eine homogene plastische Verformung mindestens

fünf voneinander unabhängige Gleitsysteme verlangt, ist das polykristalline hexagonale α -Titan schwer verformbar. Die restliche Duktilität ist auf zusätzliche Verformungsmöglichkeiten wie sekundäre Gleitsysteme und mechanische Zwillingsbildung zurückzuführen [6].

Im hcp Gitter ist die dichtest gepackte Ebene die (0001)-Ebene und dazu gibt es drei $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Richtungen, somit stehen nur drei Gleitsysteme zur Verfügung, wenn c/a größer als 1,63 ist. Für die Verformung von Vielkristallen werden aber, wie schon oben erwähnt, 5 unabhängige Gleitsysteme benötigt. Dieser Zusammenhang spielt beim Walzen eine große Rolle. Liegt das c/a -Verhältnis des Materials in dem Bereich, wo nur Basisgleitung stattfinden kann, dann gibt es keine Möglichkeit zur notwendigen Formänderung und diese Metalle verhalten sich spröde. Wenn das c/a -Verhältnis kleiner als 1,63 ist, dann ist die Basisebene nicht mehr die dichtest gepackte Ebene, sondern ähnlich wie die Prismen- oder Pyramidalebene. Infolgedessen kann auf diesen Ebenen Gleitung stattfinden und es stehen genügend Gleitsysteme zur Verfügung.

Eine wichtige Rolle bei der plastischen Verformung spielt die mechanische Zwillingsbildung. In Abhängigkeit vom c/a -Verhältnis wird durch die Zwillingsbildung der Kristall senkrecht zur Basisebene entweder verlängert, wenn $c/a < 1,73$ ist, oder verkürzt, bei $c/a > 1,73$. Wenn ein hexagonales Metall senkrecht zur Basisebene gestaucht wird, kann es sich durch Zwillingsbildung nur verformen, wenn $c/a > 1,73$ ist. Diese Einschränkung hat Konsequenzen beim Walzen von hcp Metallen, die nur durch Basisgleitung verformen. Es stehen nämlich nur drei Gleitsysteme für die Verformung zur Verfügung, es werden aber fünf unabhängige Gleitsysteme dafür benötigt. Beim Walzen wird das Material dünner und dabei länger. Die Körner drehen sich durch Gleitung, dass die Basisebene zum Beispiel parallel zur Walzebene liegt. Durch Zwillingsbildung kann das Material beim Walzen also nur dann dünner werden, wenn $c/a > 1,73$ ist. Bei $c/a < 1,63$ können genügend viele Gleitsysteme aktiviert werden durch Prismen- und Pyramidengleitung. Liegt hingegen c/a zwischen 1,63 und 1,73, dann gibt es beim Walzen keine Möglichkeit zur notwendigen Formänderung und das Material verhält sich spröde [9].

Zusätzlich zum Versetzungsgleiten tritt die mechanische Zwillingsbildung bei hcp Metallen schon bei geringen Verformungsgraden auf, um das Fehlen der Gleitsysteme zu kompensieren. Für Titan wird angenommen, dass der Übergang der

Spannungsakkommodation von der Zwillingsbildung zum Versetzungsgleiten für die Kornverfeinerung bei ECAP verantwortlich [11].

2.1.1.1 Verformung von Vielkristallen

Plastische Verformung resultiert aus massiver Versetzungsbewegung. Um eine Versetzung durchs Gitter zu bewegen, muss eine Kraft, die in der Gleitebene in Richtung des Burgers Vektors auf sie wirken. Somit ist für die Bewegung von Versetzungen nicht die angelegte Zugspannung, sondern die resultierende Schubspannung im Gleitsystem ausschlaggebend. Die resultierende Schubspannung τ wird mit

$$\tau = \sigma \cdot \cos \varphi \cdot \cos \psi = m \sigma$$

berechnet, wobei σ die angelegte Zugspannung, φ der Winkel zwischen Zugrichtung und Gleitebenennormalen und ψ der Winkel zwischen Zugrichtung und Gleitrichtung ist (Abb. 2.3). Der Faktor $m = \cos \varphi \cdot \cos \psi$ wird als Schmid-Faktor bezeichnet, der bei einem Zugversuch zwischen 0 und 0.5 liegt.

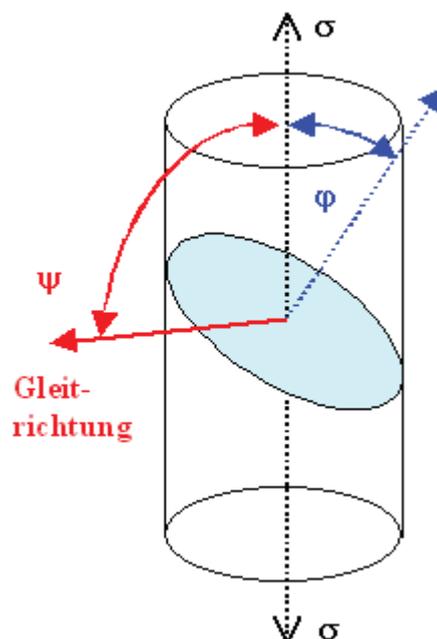


Abbildung 2.3: Winkelbeziehungen zwischen Zugrichtung, Gleitrichtung und Gleitebenennormalen

Bei Verformung in Vielkristallen muss jedes Korn an der Verformung teilnehmen und seine Verformung mit den Körnern in der Nachbarschaft abstimmen, damit das Material nicht in einzelne Körner zerfällt. Da aber die Körner eines Vielkristalls unterschiedliche Orientierungen haben, werden beim Anlegen einer äußeren Zugspannung diejenigen Körner zuerst verformen, die günstig orientierte Gleitsysteme, also einen hohen Schmid-Faktor, besitzen. In anderen Körnern, deren Gleitsysteme weniger günstig orientiert sind, ist die kritische Schubspannung noch nicht erreicht, und somit findet noch keine Verformung statt. Aus der Verformung eines einzelnen Kornes resultiert eine Formänderung, die aber von der sich nicht plastisch verformenden Umgebung nicht getragen wird. Deswegen muss die Formänderung elastisch unterdrückt werden, woraus hohe innere Spannungen resultieren und schließlich die kritische Schubspannung auch in den Nachbarkörnern erreicht wird.

2.2 High Pressure Torsion

Bei der HPT Verformung [12] wird das Material durch Torsion unter hohem hydrostatischen Druck verformt. Durch den hohen Druck sind höchste Verformungsgrade bis zu mehreren 1000% möglich sind. Das Prinzip von HPT ist in Abb. 2.4 schematisch dargestellt.

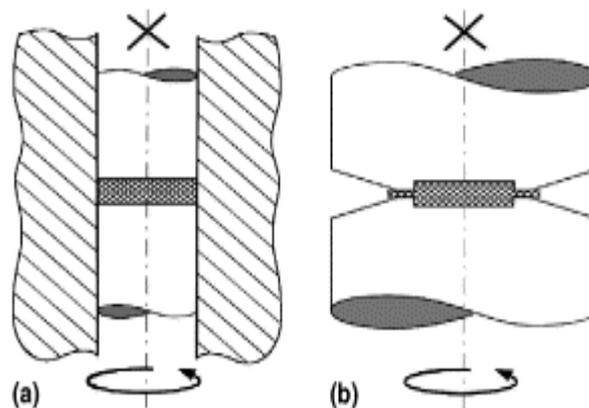


Abbildung 2.4: a) idealisierter Versuchsaufbau, b) realer Versuchsaufbau

Zwischen zwei Stempel wird eine scheibchenförmige Probe eingelegt und danach der für den Versuch jeweils erforderliche hydrostatische Druck aufgebracht. Anschließend wird der untere Stempel um seine Längsachse verdreht und das zur Verformung notwendige Moment wird durch Reibung übertragen [13]. Bei HPT

spielen zwei Parameter eine wichtige Rolle, die Größe des hydrostatischen Drucks und die Anzahl der Umdrehungen N . Da die Verformung nicht über den gesamten Probenbereich konstant ist und in der Mitte der Probe sogar gegen null geht, ist die Mikrostruktur nicht homogen [3]. Auf dieses Verhalten wird in Kap. 4 noch genauer eingegangen.

Die Verformungsversuche können sowohl bei tiefen, als auch bei hohen Temperaturen durchgeführt werden. Bei tiefen Temperaturen wird im flüssigen Stickstoffbad verformt, bei hohen Temperaturen werden mittels einer Spule die Stempel erwärmt (Abb. 2.5).

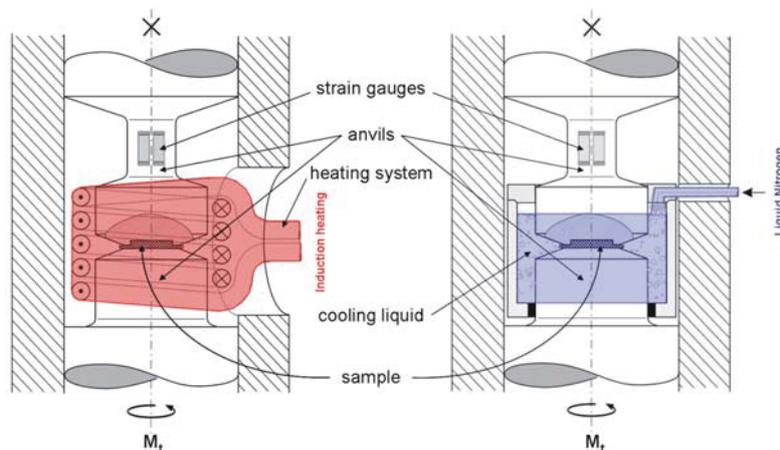


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Verformung bei hohen (links) und tiefen (rechts) Temperaturen

Bei den Versuchen werden so genannte „Momentenkurven“ aufgezeichnet. Dabei wird das zur Verformung erforderliche Torsionsmoment über der Dehnung bei einem bestimmten Radius, welche mit folgender Formel berechnet wird, aufgetragen.

$$\varepsilon = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot n}{h \cdot \sqrt{3}}$$

r bezeichnet den Radius, bei dem die Dehnung berechnet wird, n ist die Umdrehung und h bezeichnet die Höhe der Probe. Für die Ermittlung der Momentenkurve wird der Wert des Radius der Probe minus 1 genommen. Eine Momentenkurve von unterschiedlichen Nickel-Proben ist in Abb. 2.6 dargestellt [14].

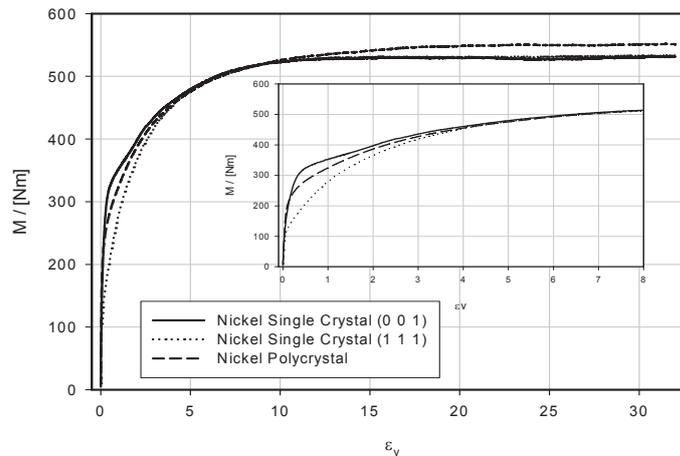


Abbildung 2.6: Klassischer Verlauf des Torsionsmoments von Nickel

Man erkennt, dass das Moment am Beginn der Verformung stark ansteigt ($\varepsilon < 1$). Für Dehnungen zwischen $1 < \varepsilon < 10$ wird der Anstieg des Moments allmählich kleiner und bei einer Dehnung von ca. $\varepsilon = 10$ kommt es zu einer Sättigung. Diese Kurve zeigt das klassische Verfestigungsverhalten unter hohen hydrostatischen Druck von kubisch flächenzentrierten Metallen, in diesem Fall von unterschiedlichen Nickel-Proben.

2.2.1 Phänomenologie der Fließkurve

Die Fließkurve von Metallen wird üblicherweise im Zugversuch bei einachsiger Belastung ermittelt, bei dem die Proben in einer mechanischen Prüfmaschine mit konstanter Geschwindigkeit verlängert werden. Die zur Verlängerung notwendige Kraft F und die Änderung der Ausgangslänge Δl werden während des Versuches aufgezeichnet. Das technische Spannungs- Dehnungsdiagramm erhält man, indem die Spannung σ , $\sigma = F / A_0$, über die Dehnung ε aufgetragen wird. Diese Spannung bezieht sich auf den Ausgangsquerschnitt A_0 der Probe, die Dehnung berechnet sich durch $\varepsilon = \Delta l / l_0$ und bezieht sich auf die Ausgangslänge l_0 der Probe.

Als Fließkurve wird das wahre Spannungs- Dehnungsdiagramm bezeichnet, welches aus dem technischen Diagramm mit

$$\varepsilon_w = \ln^*(1 + \varepsilon)$$

$$\sigma_w = \sigma^*(1 + \varepsilon)$$

berechnet werden kann.

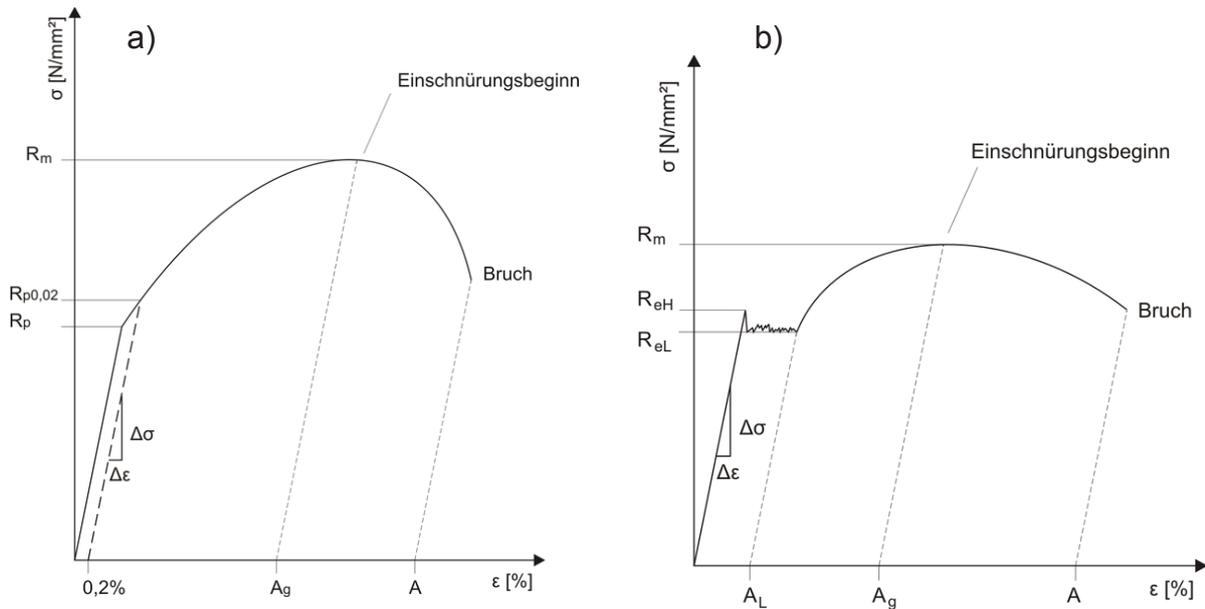


Abbildung 2.7: a) ohne Streckgrenze (Reinmetalle, Cu, Ni, Al, Ag), b) mit ausgeprägter Streckgrenze (C-Stähle)

Bei kfz-Metallen ist der Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich kontinuierlich, man spricht dabei auch von einer nicht ausgeprägten Streckgrenze (Abb. 2.7 a)). Bei Stählen mit C oder N wird von einer ausgeprägten Streckgrenze gesprochen, der elastisch-plastische Übergang verläuft diskontinuierlich (Abb. 2.7 b)).

Das Verformungsverhalten verläuft zuerst elastisch und geht dann in den plastischen Teil über. Im elastischen Bereich gilt das Hook'sche Gesetz und die Verformung verläuft reversibel. Im plastischen Bereich steigt die zur Verformung notwendige Spannung zuerst an, dabei verfestigt das Material. Hierbei spricht man von einer physikalischen Verfestigung. Sobald dieser Zustand eintritt, verläuft die Verformung irreversibel, es werden viele Versetzungen gebildet, die durch das Korn wandern und sich gegenseitig behindern. Die Zugfestigkeit R_m ist die höchste für das Material ertragbare, technische Spannung, danach sinkt die für die Verformung notwendige Kraft ab. Ab diesem Kennwert entfestigt das Material, wobei man von einer geometrischen Entfestigung spricht, da der Querschnitt der Probe abnimmt bis es zum Bruch der Probe kommt. Darin liegen auch die Nachteile des Zugversuches, nämlich einerseits wird die Probe bis zum Bruch belastet und andererseits wird die Verformung durch die geometrische Entfestigung instabil. Im Fall b) kommt es nach

dem Erreichen der oberen Streckgrenze R_{eH} zu einem Loslösen der Versetzungen von den interstitiellen Atomen. Die Versetzung kann durch das Gitter wandern und die Spannung sinkt ab. Beim Erreichen der unteren Streckgrenze R_{eL} sind die interstitiellen Atome sozusagen nachgesprungen, oder die Versetzung kommt bei einer Ansammlung von Atomen vorbei, womit die Versetzung von den Atomen wieder festgehalten wird und die zur Verformung notwendig Spannung erhöht werden muss. Der Verformung zwischen oberer und unterer Streckgrenze wird auch als Lüdersdehnung bezeichnet. Am Ende der Lüdersdehnung geht die Kurve in den plastischen Bereich mit der üblichen Verfestigung über [9].

3. Experimentelles

In diesem Kapitel wird auf die verwendeten Methoden zur Ermittlung der Mikrostruktur näher eingegangen. Die Besonderheiten der verwendeten Materialien werden aufgelistet.

3.1 EBSD

Im REM können mittels EBSD-Technik die Orientierungen einzelner Körner und die Orientierungsunterschiede zwischen den Körnern bestimmt werden. Der Vorteil dieser Untersuchungsmethode gegenüber den Beugungsverfahren im TEM liegt darin, dass einerseits die Probenpräparation nicht so aufwendig ist und andererseits größere Bereiche abgerastert werden können. Im TEM können nur kleine Teilbereiche der Probe untersucht werden, womit gute statistische Untermauerungen der Messergebnisse verloren gehen.

Eine Probe wird ins REM eingebaut und um 70° gekippt. Beim Auftreffen des Primärelektronenstrahls kommt es zu einer Wechselwirkung mit den Hüllenelektronen der Probenatome, weshalb die Primärelektronen elastisch und inelastisch gestreut werden. Der Anteil der inelastischen Streuprozesse nimmt mit steigender Austrittstiefe der rückgestreuten Elektronen zu, woraus eine Zunahme des Energieverlustes führt. Wenn diese gestreuten Elektronen die Bragg-Bedingung

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

erfüllen, werden sie von den Netzebenen (h k l) unter dem Winkel θ gebeugt.

Durch die Beugung entsteht ein Streukegel, der so genannte Kossel-Kegel (Abb. 3.1). Da an beiden Seiten der Netzebene Beugung auftritt, entsteht ein Doppelkegel. Diese Kegel werden auf einem ebenen, aufzeichnenden Medium, dem Phosphorschirm, abgebildet, wodurch ein Kegelschnitt entsteht, der aufgrund des geringen Öffnungswinkels als Gerade abgebildet wird. Somit erhält man ein helles Beugungsband, das auch als Kikuchiband bezeichnet wird. Die Schnittpunkte der Kikuchibänder sind die Zonenachsen der zugehörigen Netzebenen und werden als Pole bezeichnet. Die Auswertung erfolgt mithilfe eines Computerprogramms, wobei die Winkel zwischen den Polen erkannt und aus ihrer Lage am Phosphorschirm die Kristallorientierung berechnet werden kann. Diese gefundene Orientierung wird mit

den gespeicherten Lösungen verglichen. Bei einer Übereinstimmung ist es möglich, die Pole und Bänder durch Miller Indizes zu identifizieren [15].

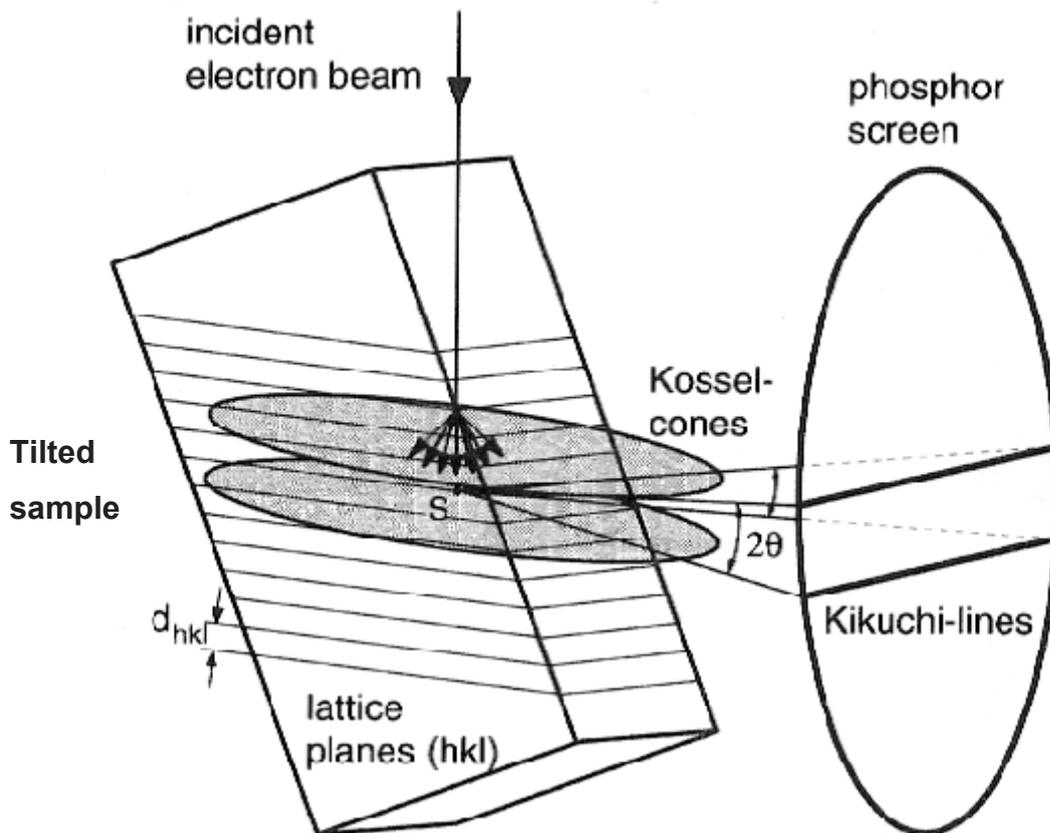


Abbildung 3.1: Entstehung der Kikuchibänder bei der EBSD-Technik

Diese Beugungsbilder werden durch eine Low-Light Kamera aufgezeichnet und in den Rechner übertragen, wo das Beugungsbild in den Hough Raum über die Gleichung

$$\rho_i = x_k \cdot \cos \theta_i + y_k \cdot \sin \theta_i$$

transformiert wird. Den Koordinaten im Bildraum entsprechen x_k und y_k , die Koordinaten im Hough Raum ρ_i und θ_i . Im Hough Raum sind die hellen Kikuchibänder als helle Punkte dargestellt, somit können sie durch die Software detektiert werden und aufgrund ihrer Lage die Kristallorientierung bestimmt werden. Bei einem Scan wird zu jedem abgetasteten Punkt die Orientierung berechnet und gespeichert.

Zur Darstellung der Orientierungen mittels der Inverse Pole Figure Map (IPF) wurde die Software Orientation Imaging Microscopy (OIM) verwendet. Dabei wird für jeden

Messpunkt die kristallographische Richtung in Bezug auf eine Ebene des Probenkoordinatensystems berechnet und mit einer bestimmten Farbe dargestellt. Mit dieser Methode lassen sich die Änderungen der Orientierungen sehr gut darstellen.

3.2 Röntgenographische Untersuchungen

Mittels der Röntgenmethode kann man Strukturbestimmungen oder auch chemische Analysen durchführen. Elektronen treten aus einer Glühwendel (Kathode) aus und werden durch eine angelegte Hochspannung zum Target (Anode) beschleunigt. Durch diesen Aufprall werden die Elektronen abgebremst und erzeugen die so genannte Bremsstrahlung. Die Bremsstrahlung wird von der charakteristischen Strahlung überlagert. Die scharfen Peaks der charakteristischen Strahlung entstehen dadurch, dass Elektronen von höheren Schalen in tiefere Schalen übergehen. Der Übergang in tiefere Schalen ist nur möglich, wenn die beschleunigten Elektronen der Kathode Elektronen des Targetmaterials einer unteren Schale vorher heraus schlagen. Die Wellenlänge der Elektronen, die von der höheren in die tiefere Schale wechseln ist materialspezifisch. Neben der $K\alpha$ Strahlung des charakteristischen Spektrums treten die unerwünschten $K\beta$ Peaks auf. Um diese zu unterdrücken, können Filtermaterialien oder Monochromatoren verwendet werden [9]. Die so erzeugten monochromatischen Röntgenstrahlen werden sowohl zur Strukturanalyse, für Beugungsexperimente, zur Bestimmung der Kristallstruktur oder einer Textur verwendet, als auch zur Ermittlung der Kristallitgröße, der Versetzungsdichte oder von Eigenspannungen.

3.3 Material

3.3.1 Titan

Titan wurde 1795 vom Berliner Chemiker Martin Klaproth entdeckt und gehört zu den Nichteisen- und Leichtmetallen, wobei es mit einer Dichte von $4,51 \text{ g/cm}^3$ das schwerste Leichtmetall ist.

Titan weist bei Raumtemperatur und tiefen Temperaturen eine hexagonal dichte Kugelpackung auf, die mit α -Titan bezeichnet wird. Die starke Anisotropie der mechanischen Eigenschaften wird durch das hexagonale Gitter hervorgerufen. Außerordentlich auffällig ist dabei die elastische Anisotropie, ausgedrückt durch den

E-Modul, der in α -Titan-Einkristallen zwischen 145 GPa bei Belastung senkrecht zur Basalebene und 100 GPa bei Belastung parallel zur Basalebene liegt. Die Hochtemperaturphase kristallisiert in der kubisch raumzentrierten Modifikation aus und wird als β -Titan bezeichnet. Die allotrope Umwandlung von krz Titan in hcp Titan findet bei $882 \pm 2^\circ\text{C}$ statt, wobei diese Umwandlungstemperatur auch Transustemperatur genannt. Zwischen der hexagonalen α -Phase und der kubisch raumzentrierten β -Phase besteht eine so genannte Burgers-Orientierungsbeziehung. Dabei wandelt die $\{110\}$ -Ebene mit der $\langle 111 \rangle$ -Richtung des krz-Gitters in die $\{0001\}$ -Ebene mit der $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Richtung des hexagonalen Gitters über. Der Schmelzpunkt liegt bei 1668°C und die Stapelfehlerenergie beträgt in etwa 300 mJ/m^2 [11].

Das Auftreten der zwei Gittermodifikationen, die durch Legieren eingestellt werden kann, ist die Voraussetzung für die große Vielfalt der Eigenschaften, die man mit Titanlegierungen erreichen kann [6].

3.3.2 Kobalt

Kobalt wurde 1735 von dem schwedischen Chemiker Georg Brandt in Bismuterzen entdeckt.

Kobalt gehört zu den Eisen- und Schwermetallen, ist sehr hart und zäh und ebenso wie Eisen ferromagnetisch. Die Schmelztemperatur beträgt 1495°C , die Curie-Temperatur liegt bei 1121°C und ist die höchste von allen Materialien [16]. Kobalt existiert in zwei allotropen Formen. Bis zu ca. 420°C liegt es in der hexagonalen Modifikation vor, darüber in der kubisch flächenzentrierten [7]. Die Umwandlung ist eine martensitische Phasentransformation und verläuft über Gleiten von Transformationsversetzungen, wie z.B. Partialversetzungen, auf dicht gepackten Ebenen. Diese Umwandlung verläuft aber nicht sehr schnell und tritt nicht unbedingt beim Abkühlen unterhalb der Umwandlungstemperatur auf. Es konnte gezeigt werden, dass beim Abschrecken aus der Hochtemperaturphase an die 30% kfz Phase übrig blieben, die durch anschließendes Scherverformen martensitisch umwandelten. Die Stapelfehlerenergie von Kobalt ist sehr niedrig, sie liegt bei $27 \pm 4 \text{ mJ/m}^2$, dadurch ist das Auftreten von Zwillingen keine Seltenheit [11].

3.3.3 Gadolinium

Gadolinium gehört zu den Lanthanoiden, die auch 4f-Metalle genannt werden. Diese Metalle werden auch oft als seltene Erdmetalle bezeichnet, da sie in selten vorkommenden Mineralien gefunden worden. Jedoch sind sie gar nicht so selten in der Erdkruste vorhanden, Neodym wird häufiger gefunden als Blei oder Kobalt [7].

Gadolinium liegt bei Raumtemperatur in einer hexagonalen Modifikation vor und ab 1235°C kristallisiert es kubisch raumzentriert aus. Die Curie-Temperatur liegt bei ca. 20,25°C und somit hat Gadolinium die niedrigste Curie-Temperatur aller Metalle, weswegen es als Legierungselement für ferromagnetische Materialien verwendet wird. Da die Curie-Temperatur bei Raumtemperatur liegt wird Gadolinium als mögliches Wärmespeichermaterial diskutiert. Wie sich eine Kornfeinung auf diese Eigenschaften auswirkt war eine der Motivationen für die Untersuchung dieses Materials. Die Schmelztemperatur liegt bei 1312°C [16].

Tabelle 2.3: Übersicht der Eigenschaften von Kobalt, Gadolinium und Titan, Schmelztemperatur T_m , Umwandlungstemperatur $T_{\alpha-\beta}$, Curie-Temperatur, Gitterparameter a , c/a -Verhältnis, Stapelfehlerenergie

	T_m	$T_{\alpha \rightarrow \beta}$	T_{Curie}	a	c/a	Stapelfehlerenergie
	[°C]	[°C]	[°C]	[nm]	[-]	[mJ/m ²]
Kobalt	1495	420	1121	2,50	1,62	27±4
Gadolinium	1312	1235	20,25	3,629	1,58	-
Titan	1668	882±2	-	2,95	1,58	300

Der E-Modul weist eine starke Richtungsabhängigkeit auf. Für Kobalt beträgt der E-Modul bei Belastung parallel zur Basalebene 211 GPa, während er bei Belastung senkrecht zur Basalebene 313 GPa beträgt, der E-Modul des Bulk ergab 218 GPa. Für Titan liegt der Wert in der Basalebene bei 100 GPa und senkrecht dazu bei 143 GPa, für den Bulk wurde 114 GPa ermittelt. Diese Werte wurden berechnet aus den elastischen Konstanten der Einkristalle [17]. Für Kobalt findet man in der Literatur übereinstimmende Werte [18]. Für nanokristallines Kobalt wurde in [18] der E-Modul mit 209 GPa, für polykristallines mit 223 GPa angegeben. Der E-Modul von Gadolinium wurde in [19] mittels der Nanoindentations-Methode für nano- und polykristallines Bulk-Material gemessen, wobei anzumerken ist, dass mit steigender

Prüflast der Wert des E-Moduls sinkt. Bei einer Prüflast von 500 μN betrug der E-Modul für polykristallines Gadolinium ~ 80 GPa und für nanokristallines 95 GPa. Bei 4000 μN betrug er für polykristallines Gadolinium 45 GPa, für nanokristallines 75 GPa.

4. Experimentelle Untersuchungen

4.1 Probenherstellung

Als Probenausgangsmaterial wurden Stäbe aus Kobalt und Titan mit einem Ausgangsdurchmesser von 8 mm und ein Gadoliniumstab mit \varnothing 10 mm verwendet. Mittels Röntgenfluoreszenz Analyse wurde die Reinheit der Probenmaterialien überprüft. Die Reinheit von Titan lag bei 99,96%, von Gadolinium bei 99,24% und von Kobalt bei 99,75%.

Am Secotom wurden Scheiben mit einer Dicke von 0,8 mm angefertigt. Anschließend wurden die Proben in der HPT Maschine mit 32 Tonnen vorgepresst, um die Form der Stempel anzunehmen. Um die durch die Vorpressung eingebrachten Verformungsstrukturen zu reduzieren, sind die gepressten Proben eine Stunde im Vakuumofen (10^{-5} mbar) gegläht worden, Gadolinium und Kobalt bei 800°C, Titan bei 850°C.

Von den unverformten, rekristallisierten Proben wurde mittels EBSD die Ausgangsstruktur ermittelt (Abb. 4.1). Um mit der EBSD-Methode korrekte Daten der Orientierung der Körner zu erhalten, wurden die Proben elektrisch leitend eingebettet und anschließend geschliffen. Die letzte Schleifscheibe mit einer Körnung von 2500 wurde zum Schluss mit einer dünnen Wachsschicht überzogen, da sonst zu tiefe Riefen auf der Oberfläche entstanden wären. Als abschließenden Schritt wurden die Proben 2x15 min mit Mastermed poliert, um eine ebene Oberfläche zu erhalten.

Die Größe des Scans von Kobalt wurde mit 900 μ m mal 900 μ m gewählt, die Schrittweite mit 1,5 μ m. Der Titan Scan hatte dieselbe Größe, die Schrittweite betrug aber 4 μ m. Die Schleifriefen in der geglähten Kobalt-Probe sind Artefakte zufolge der Probenpräparation und werden in der IPF-Map als Farbänderung deutlich sichtbar.

Von Gadolinium konnte im REM kein EBSD Scan gemacht werden, da sich die Oxidschicht dieses Materials sehr schnell bildet. Dadurch war es nicht möglich im REM Aufnahmen der Mikrostruktur zu machen.

An unverformten Materialien ist die EBSD-Technik zur Bestimmung der Orientierungen fast immer möglich, da die Defektdichte sehr niedrig ist. Bei verformten Materialien nimmt die Defektdichte zu, wodurch erhebliche Schwierigkeiten bei der Indizierung entstehen können, worauf später noch näher eingegangen wird.

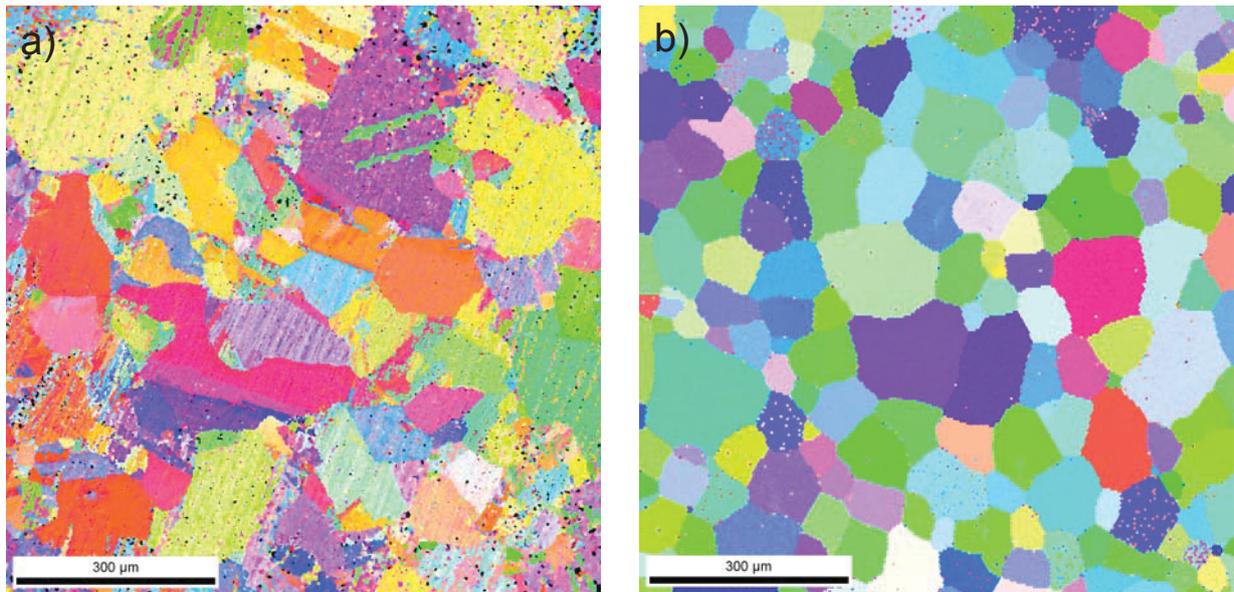


Abbildung 4.1: EBSD-Scans von a) unverformten Kobalt, b) unverformten Titan. Beide Bilder zeigen eine polygonale Struktur der Körner, die für rekristallisierte Mikrostrukturen typisch ist. Bei der Aufnahme von Kobalt sind deutlich Rekristallisationszwillinge zu erkennen.

4.2 Verformungsversuche

4.2.1 Aufbau und Durchführung der HPT-Versuche

Vor dem Verformungsversuch wurden die Proben und die Stempel sandgestrahlt, um die Rauigkeit zu erhöhen und ein Durchrutschen der Proben zu verhindern. Zur Kontrolle wurde auf der Probenoberfläche eine Markierung mit einem wasserfesten Permanentmarker aufgebracht. Wenn diese Markierung nach dem Versuch noch deutlich erkennbar ist, ist das Torsionsmoment auf die Probe korrekt übertragen worden und es fand kein Durchrutschen statt.

Die Stempel und eine Probe mit 8 mm Durchmesser sind in Abb. 4.2 dargestellt. Da es beim Aufbringen des hydrostatischen Drucks und während des Tordierens zu einem Materialaustritt zwischen den Stempeln kommt und sich somit die Reibungsverhältnisse ändern, sind die Flächen der Stempel konusförmig geschliffen. Die Versuche wurden bei Raumtemperatur, tiefer Temperatur (flüssiger Stickstoff, -196°C) und bei höheren Temperaturen durchgeführt. Die Momentenkurven konnten bis zu einer Temperatur von 300°C aufgezeichnet werden. Die Rotationsgeschwindigkeit der Stempel betrug 0,2 Umdrehungen pro Minute, somit dauerte eine Umdrehung fünf Minuten. Für die Probe mit 8 mm Durchmesser wurde ein Druck von ~ 320 kN, für Gadolinium mit 10mm Durchmesser ~ 395 kN gewählt.



Abbildung 4.2: Sandgestrahlte Stempel und Probe

4.2.2 Kobalt

Die Verformungsparameter sind in Tabelle 4.1 aufgezeigt. Begonnen wurde mit einer Umdrehung bei verschiedenen Temperaturen, um die Änderung der Härte und der Mikrostruktur zu untersuchen. Bei zwei Proben wurde die Verdrehung kurz nach dem Momentenabfall gestoppt, um den Härteverlauf genauer zu studieren. Darauf wird später noch genauer eingegangen. Eine Probe wurde bei 500°C mit einer Umdrehung verformt und anschließend langsam bis auf 300°C abgekühlt und dabei aber weiterverformt. Die Temperatur wurde alle 30s um 10°C verringert. Dieselbe Vorgehensweise wurde bei einer zweiten Probe angewandt, die aber bei 650°C und einer Umdrehung verformt wurde und danach bis auf Raumtemperatur bei fortlaufender Verformung abgekühlt wurde.

Tabelle 4.1: Wege der Verformung für Kobalt; α ...Verdrehwinkel; $\alpha=360^\circ$ entspricht einer Umdrehung N

T	RT	300°C	500°C	N ₂	RT	300°C	500°C→300°C	650°C→RT
α	360°	360°	360°	360°	10°	10°	360°→2x360°	360°→6,5x360°

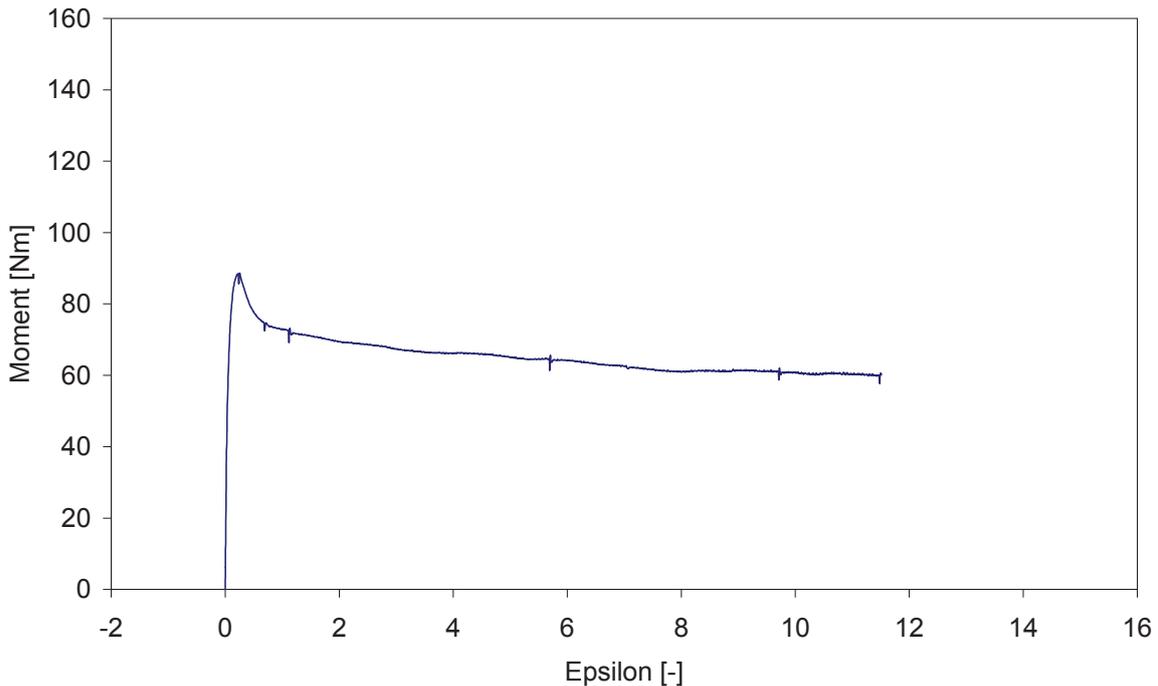


Abbildung 4.3: Darstellung der Momentenkurve von Kobalt bei Raumtemperatur und einer Umdrehung; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm

Das Verformungsverhalten einer Kobalt-Probe (Abb. 4.3) bei Raumtemperatur ist gekennzeichnet durch den raschen Anstiegs des Moments. Das Material wird stark verfestigt, nach einer Verformung von ~ 0.3 setzt eine beachtliche Entfestigung ein. Dieser Abfall des Moments ist der Grund, warum die Proben über die Höhe nicht homogen verformen. Dies wird in späterer Folge noch ausführlich untersucht. Das Verhalten spiegelt sich sowohl in der Härteverteilung, als auch in der Mikrostruktur (Kap. 4.) wider. Bei weiterer Verformung kommt das Material dann in einen Sättigungsbereich. Das Moment verändert sich nicht mehr allzu stark und die Mikrostruktur bleibt konstant.

Um die Inhomogenität der Verformung zu untersuchen wurden Kobalt Proben mit 6 mm Durchmesser und einem umschließenden Eisenring mit 8 mm Aussendurchmesser verformt. Der Eisenring, der die Kobalt-Probe umschließt, sollte Lokalisierungen, die durch den Verformungsprozeß entstehen können, aufheben. Das Material, das während des Verformungsprozesses austritt, stammt somit nur vom Eisenring und Kobalt sollte homogener verformen. Die Kobaltprobe wurde mit dem Eisenring in den Stempel gelegt und vorgepresst. Danach wurden sie sandgestrahlt und anschließend verformt. Für die Verformung bei Raumtemperatur wurde das

Torsionsmoment aufgezeichnet (Abb. 4.4), wobei es sich hier um ein „Mischmoment“ handelt, das nach etwa einer halben Umdrehung wieder in einen Sättigungsbereich kommt.

Tabelle 4.2: Verformungstemperaturen und Umformgrad der Kobalt-Proben mit 6 mm Durchmesser und 8 mm Eisenring

T	RT	500°C	650°C → RT
α	360°	360°	360° → 6,5x360°

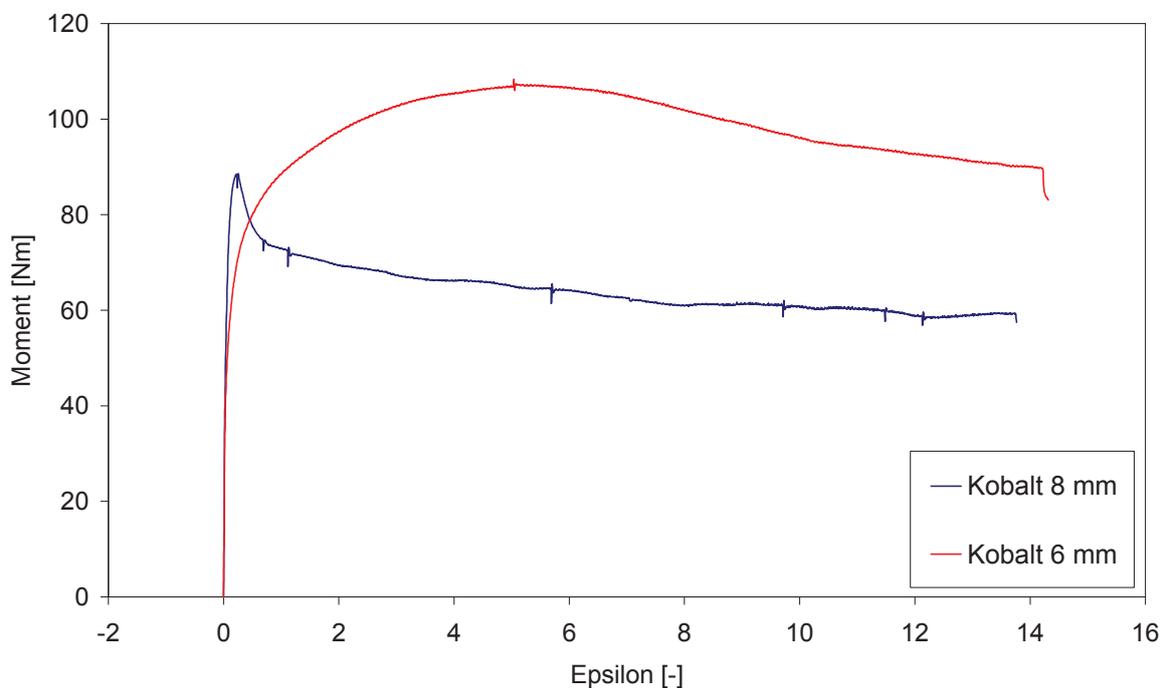


Abbildung 4.4: Vergleich des Verformungsverhaltens von Kobalt mit 8mm Durchmesser und Kobalt mit 6 mm Durchmesser + Eisenring; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm

4.2.3 Gadolinium

Die Gadoliniumproben hatten einen Durchmesser von 10 mm, weshalb ein Verformungsdruck von 395 kN gewählt wurde um vergleichbare Umformbedingungen zu gewährleisten. Die Verformungsbedingungen sind in Tab. 4.3 aufgelistet.

Tabelle 4.3: Verformungstemperaturen und Umformgrad für Gadolinium

T	RT	300°C	500°C	N ₂	RT
α	360°	360°	360°	360°	10°

Das Verformungsverhalten von Gadolinium ist bei Raumtemperatur und höheren Temperaturen ähnlich wie bei Kobalt. Nach dem raschen Anstieg des Moments erfolgt ein leichter Abfall bis zu einem Sättigungsbereich, wobei dieser bei Gadolinium nicht so ausgeprägt ist wie bei Kobalt. Bei der Verformung im flüssigen Stickstoffbad ist dieser Abfall allerdings nicht zu beobachten. Bei dieser tiefen Temperatur zeigt sich nämlich ein annähernd „klassischer“ Verlauf des Moments wie es von den kubischen Metallen her bekannt ist (Anhang, Abb. 7.2, Zusammenfassung der Momentenverläufe bei den drei gemessenen Temperaturen). In Abbildung 4.5 ist der Verlauf des Moments bei Raumtemperatur dargestellt.

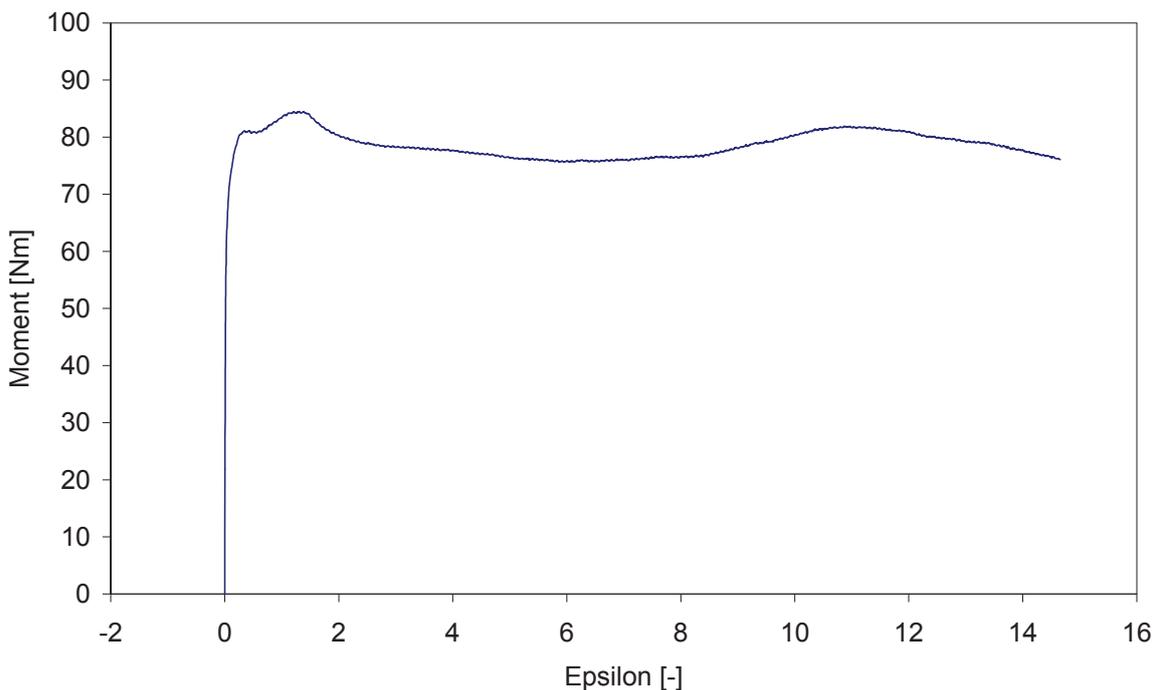


Abbildung 4.5: Der Verlauf des Verformungsmoments von Gadolinium bei RT und einer Umdrehung; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 4 mm

4.2.4 Titan

Bei Titan wurde eine Verformungskraft ebenso wie bei Kobalt von 320 kN gewählt, dies entspricht einem Druck von 32 Tonnen.

Tabelle 4.4: Verformungstemperaturen und Umformgrade für Titan

T	RT	300°C	500°C	N ₂	500°C → 300°C	500°C → RT
α	360°	360°	360°	360°	360° → 2x360°	360° → 5x360°

Titan zeigte bei den Versuchen den annähernd klassischen Verlauf der Momentenkurve (Abb. 4.6), nach dem Anstieg des Moments wird ohne einen merkbaren Abfall das Sättigungsniveau erreicht.

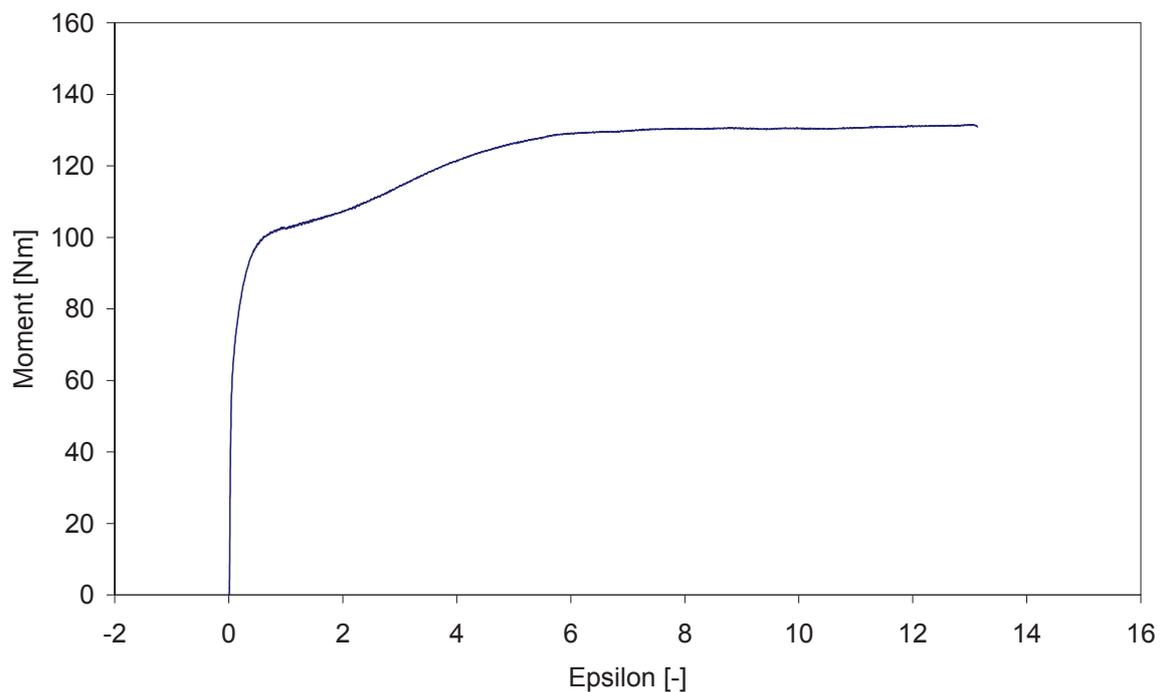


Abbildung 4.6: Verformungskurve von Titan bei Raumtemperatur und einer Umdrehung; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm

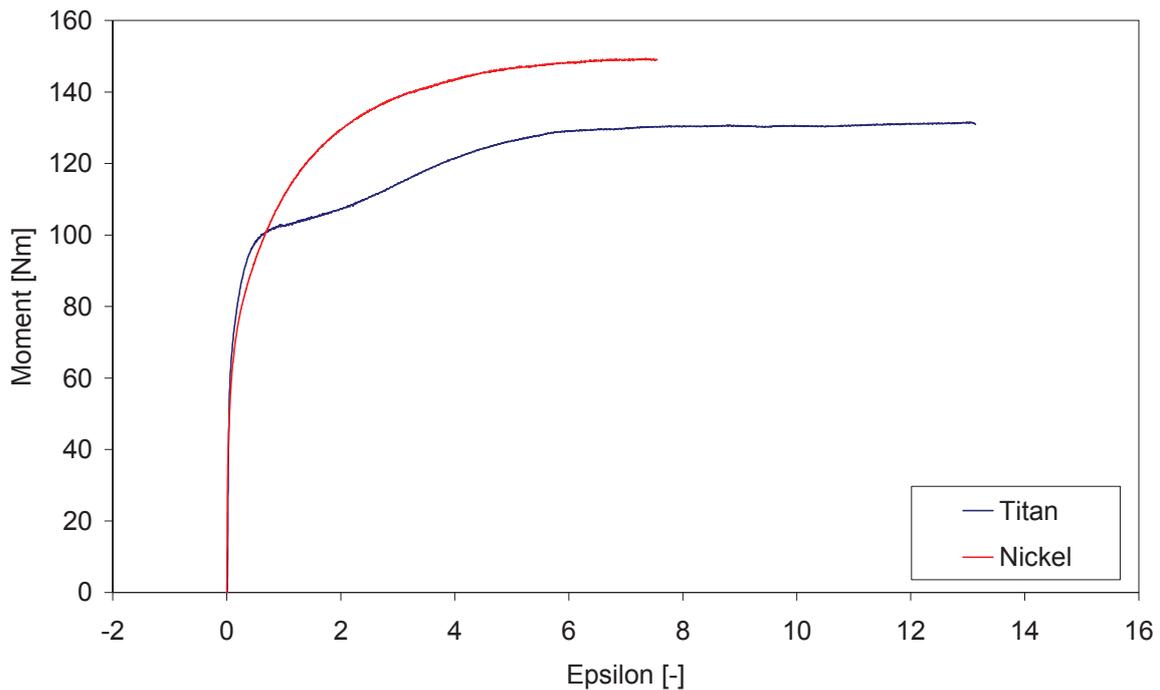


Abbildung 4.7: Vergleich des Verlaufs des Verformungsmoments von Titan und Nickel; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm

Um den Unterschied des Verformungsverhaltens eines kubisch flächenzentrierten und hexagonal dicht gepackten Materials darzustellen, ist in Abbildung 4.7 eine Momentenkurve von Nickel beigefügt. Daraus geht deutlich hervor, dass der Momentenverlauf von Titan dem Verlauf von Nickel sehr nahe kommt.

Der Unterschied im Kurvenverlauf von Titan im Vergleich zu Kobalt hatte auch auf die Entwicklung der Mikrostruktur und der Härte Auswirkungen. Titan verformte sich über die Höhe der Probe sehr homogen, sowohl im Randbereich, als auch in der Mitte, was bei Kobalt nicht der Fall war. In den folgenden Kapiteln wird darauf noch näher eingegangen.

4.3 Mikrohärte

4.3.1 Probenvorbereitung und Präparation

Für die Mikrohärteuntersuchung wurden die Proben nach dem Verformen in der Mitte mit der Diamantdrahtsäge in zwei Hälften geschnitten. Die Messung erfolgte an der Schnittfläche als Funktion des Radius (Abb. 4.8), wobei als Abstand zwischen den Messungen 0.5 mm gewählt wurden.

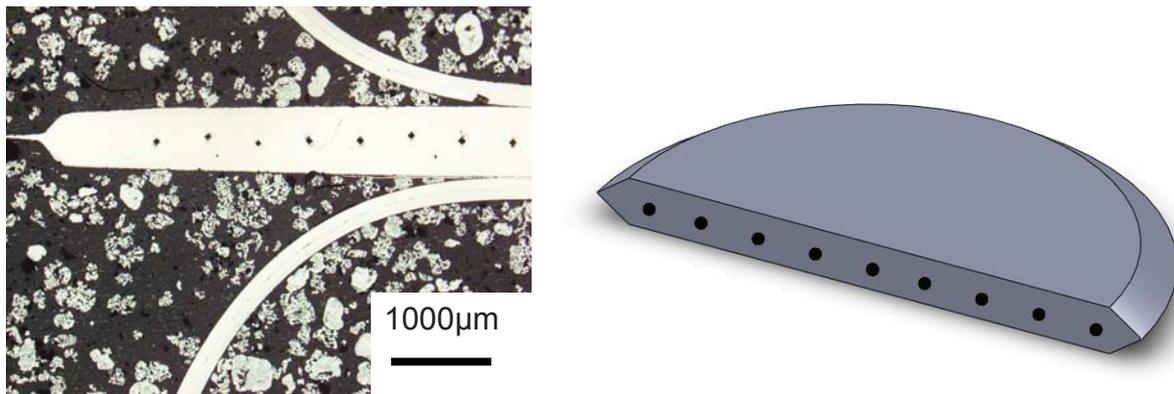


Abbildung 4.8: Darstellung einer halbierten Probe mit Mikrohärteteindrücken

Um eine glatte Oberfläche für die Messung zu bekommen, wurden die Proben eingebettet, geschliffen und poliert. Die Proben, die bei flüssiger Stickstofftemperatur verformt wurden, wurden in einen Probenhalter aus Messing eingespannt und im Kühlschrank aufbewahrt, um ein Rekristallisieren bei Raumtemperatur zu unterbinden.

Gemessen wurde die Härte am MIKROMET 5104 von Buehler mit dem Verfahren nach Vickers. Die Eindruckgröße konnte mittels der Software „Omnimed MHT“ ausgewertet werden. Da auf der Schmalseite der Proben bei einem bestimmten Radius nur zwei Härteeindrücke möglich sind, wurden mehrere Proben entlang einer Linie vermessen.

Gadolinium ist im Vergleich zu Titan ein sehr weiches Metall, weshalb bei den meisten Messungen eine Eindruckkraft von entweder HV 0,5 (500 g), oder HV 0,1 (100 g) gewählt wurde. Im Gegensatz dazu wurde für Titan die größte vorhandene Kraft, nämlich HV 1 (1000 g) verwendet.

Im Folgenden wird auf die Härtewerte bei $r=0$ (Nahe der Mitte) und $r=3$ (Rand) näher eingegangen. Der Unterschied der Werte bei diesen Radien kommt dadurch zustande, dass die Spannung während des Verformens nicht homogen über den Querschnitt verteilt ist (siehe Kap. 4.4).

4.3.2 Mikrohärtete von Kobalt

Für die Mikrohärtete von Kobalt wurde je nach Höhe der Probe eine Kraft von 500 g bzw. 1000 g gewählt. Die Härte des unverformten, rekristallisierten Materials lag zwischen 156,2 HV1 (1530 MPa) und 194,7 HV1 (1903 MPa).

Durch die Verformung konnte zwar eine Steigerung der Härte erzielt werden, jedoch verlaufen die Härtewerte annähernd konstant über den Radius. Dieses Verhalten ist auf den extrem raschen Anstieg und den folgenden Abfall der Momentenkurve und den anschließenden Sättigungsbereich zurückzuführen.

Tabelle 4.5: Zusammenfassung der Mikrohärte-Messung bei $r=0$ (nahe der Mitte) und $r=3$ (Rand) von Kobalt-Proben nach einer Umdrehung bei verschiedenen Umformtemperaturen

Probenname	Radius 0	Radius 3
Co 1U RT	2736 MPa	3491 MPa, 3736 MPa
Co 1U 300°C	3531 MPa	3589 MPa, 3629 MPa
Co 1U 500°C	3197 MPa	3266 MPa, 3197 MPa
Co 1U N2	3531 MPa	3580 MPa, 3599 MPa
Co 1U 500°C-300°C	3168 MPa	3756 MPa, 3462 MPa
Co 1U 650°C-RT	3040 MPa	3805 MPa, 3619 MPa

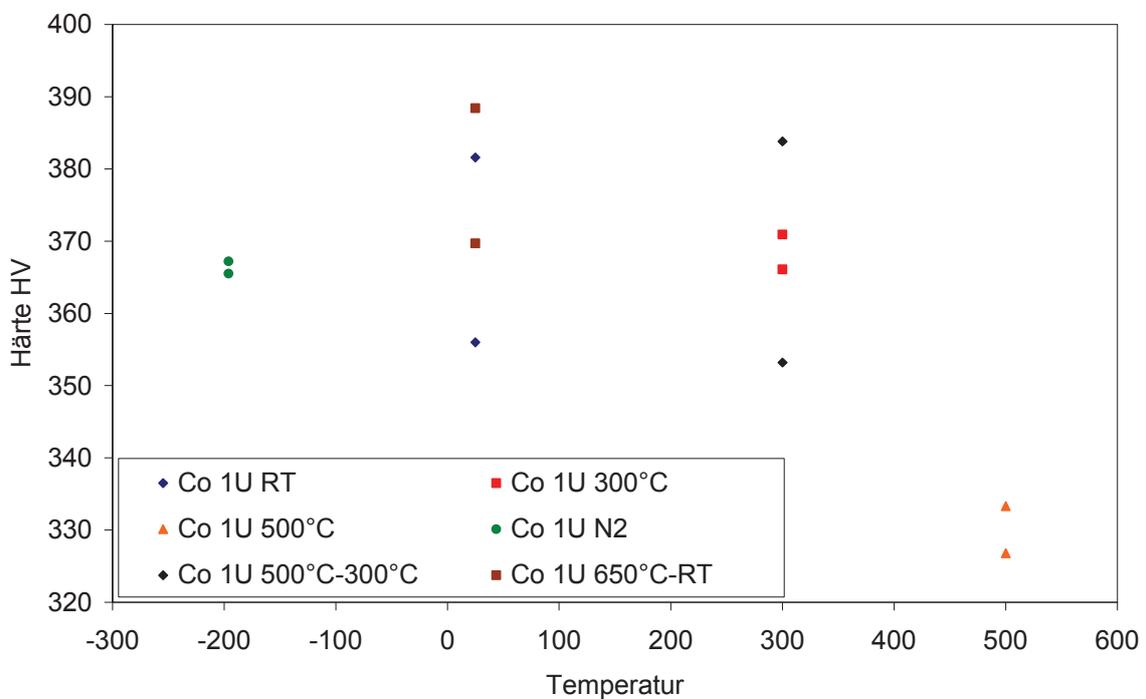


Abbildung 4.9: Härte im Sättigungszustand als Funktion der Hochverformungstemperatur von Kobalt

4.3.3 Mikrohärte von Gadolinium

Da Gadolinium ein sehr weiches Metall ist, wurde bei den Eindrücken mit einer geringen Kraft gearbeitet. Das Material im unverformten, rekristallisierten Zustand hatte eine Härte im Bereich zwischen 43,5 HV1 (421,7 MPa) und 56,3 HV1 (549,2 MPa).

Es wurde wieder eine Steigerung der Härte nach der Verformung erzielt, wobei die höchsten Werte jene Probe aufweisen konnte, die bei Stickstofftemperatur verformt wurde. Bei dieser Probe betrug der Wert im Randbereich 149,8 HV1 (1461 MPa).

Tabelle 4.6: Zusammenfassung der Mikrohärte-Messung bei $r=0$ (nahe der Mitte) und $r=3$ (Rand) von Gadolinium-Proben nach einer Umdrehung bei verschiedenen Umformtemperaturen

Probenname	Radius 0	Radius 3
Gd 1U RT	951,3MPa	1069 MPa, 902,2 MPa
Gd 1U 300°C	1069 MPa	1020 MPa, 1059 MPa
Gd 1U 500°C	892,4 MPa	912,1 MPa, 951,3 MPa
Gd 1U N2	1147 MPa	1138 MPa, 1461 MPa

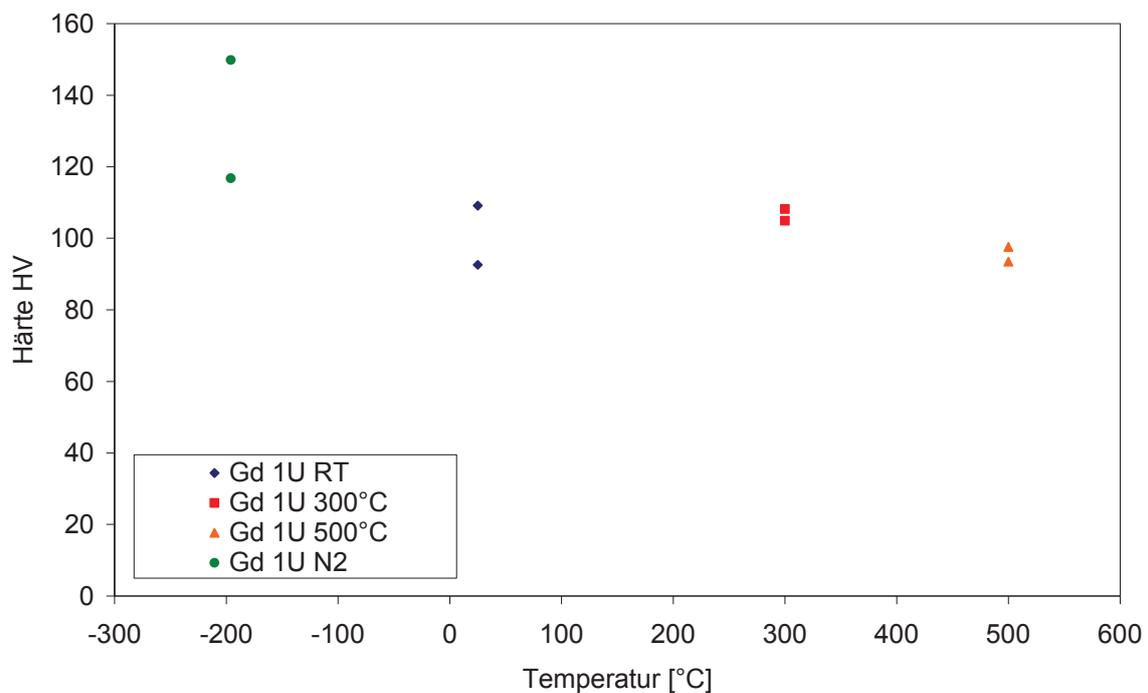


Abbildung 4.10: Härte im Sättigungszustand als Funktion der Hochverformungstemperatur von Gadolinium

4.3.4 Mikrohärtete von Titan

Die Härte des rekristallisierten Titans lag bei 1775 MPa (181 HV1).

Die Härteverläufe zeigten einen Anstieg von der Mitte weg bis zum Rand, außer der Probe, die bei 500°C verformt wurde und während des Abkühlens auf Raumtemperatur weiterverformt wurde. Bei dieser Probe wurde nahe der Mitte eine höhere Härte gemessen als im Sättigungsbereich und der Verlauf der Härte weist eine große Streuung auf (Anhang, Abb. 7.14).

Tabelle 4.7: Zusammenfassung der Mikrohärtete-Messung bei $r=0$ (Nahe der Mitte) und $r=3$ (Rand) von Titan-Proben nach einer Umdrehung bei verschiedenen Umformtemperaturen

Probenname	Radius 0	Radius 3
Ti 1U RT	2854MPa	4021MPa, 4266MPa
Ti 1U 300°C	2618MPa	4295MPa, 4168MPa
Ti 1U 500°C	2530MPa	3835MPa, 4021MPa
Ti 1U N2	2687MPa	3717 MPa, 3962 MPa
Ti 1U 500°C-300°C	2422MPa	3678 MPa, 3786 MPa
Ti 1U 500°C-RT	3099MPa	2158 MPa, 2295 MPa
Ti 3U RT	2707 MPa	4119 MPa, 4237 MPa

Um den Härteverlauf bei höheren Verformungen zu analysieren, wurde eine Probe mit drei Umdrehungen verformt und die Härte über dem Radius gemessen (Abb. 4.11). Daraus ist der vorhin erwähnte Anstieg sehr gut erkennbar, der auch mit dem Verlauf des Torsionsmoments sehr gut übereinstimmt.

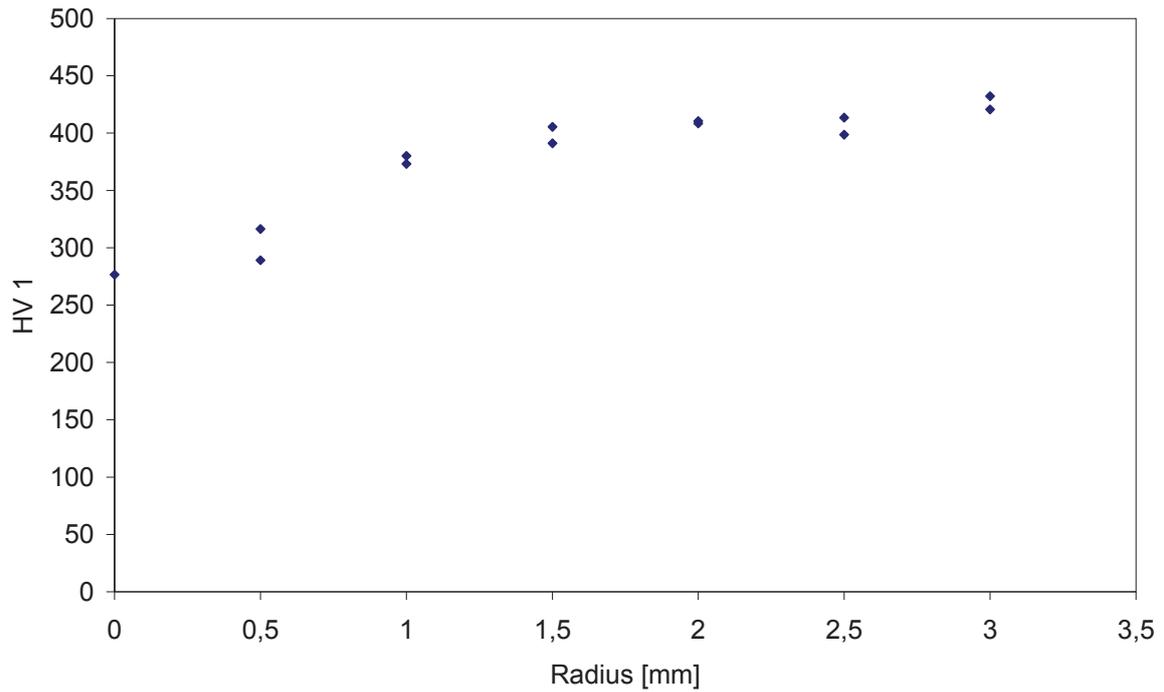


Abbildung 4.11: Härte als Funktion des Radius von Titan nach drei Umdrehungen bei Raumtemperatur

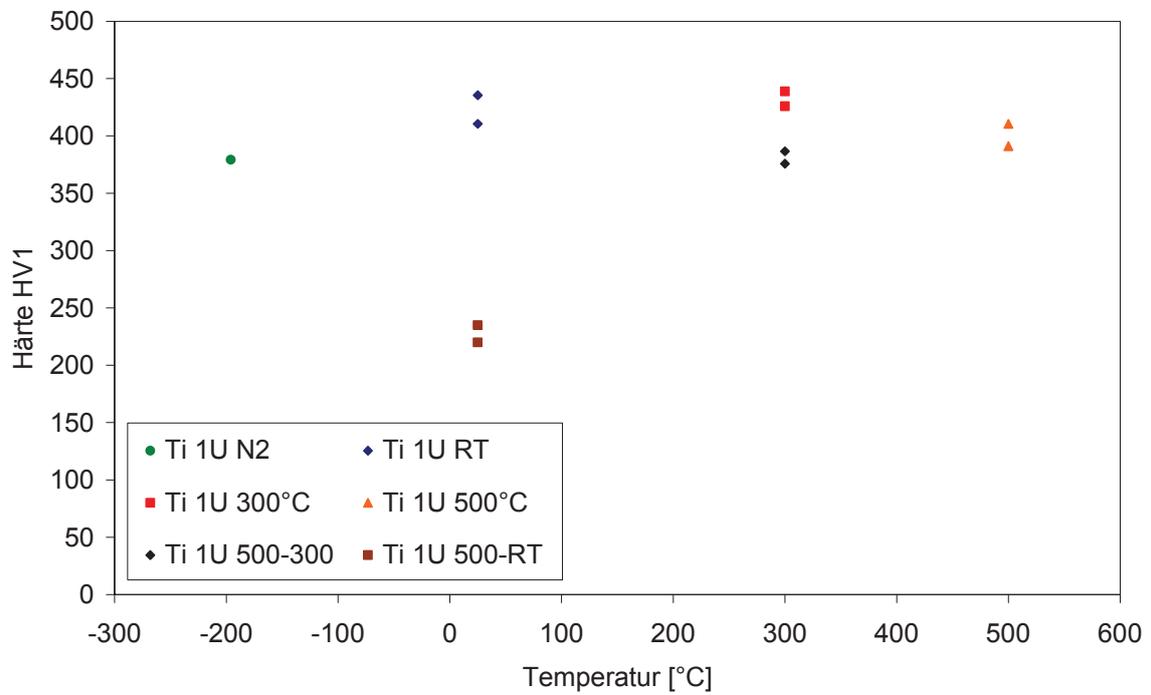


Abbildung 4.12: Härte im Sättigungszustand als Funktion der Hochverformungstemperatur von Titan

Aus Abb. 4.12 geht hervor, dass bei den Proben, die bei Raumtemperatur und 300°C verformt wurden, die höchsten Härtewerte gemessen worden. Diese Proben sind bei den anschließenden Zugversuchen spröd gebrochen.

Die Härte der Probe, die bei 500°C verformt wurde und bei weiterlaufender Verformung bis auf Raumtemperatur abgekühlt wurde, zeigt im Sättigungsbereich einen deutlich niedrigeren Wert als die Probe, die bei Raumtemperatur verformt wurde.

Zusammenfassend kann für den Verlauf der Mikrohärtigkeit gesagt werden, dass sich der Verlauf der Verformungskurve im Verlauf der Härtekurven widerspiegelt. Bei Kobalt und Gadolinium ist der Verlauf der Härte über den Radius ziemlich konstant; ein möglicher Grund liegt im Abfall des Torsionsmoments und in der daraus resultierenden inhomogenen Verformung des Materials an der Ober- und Unterseite des Scheibchens. Im Gegensatz dazu zeigt Titan, welches einen annähernd klassischen Torsionsmomentenverlauf hat, einen Anstieg der Härte bei $r=3$ im Vergleich zur Mitte der Probe.

4.4 Analyse der Mikrostruktur

Am Rasterelektronenmikroskop wurden von den Proben mit dem BSE Detektor (Four Quadrant Backscattered Detector) Aufnahmen der Mikrostruktur gemacht. Hierfür wurden die Proben elektrisch leitend eingebettet, geschliffen und poliert.

Die Mikrostruktur ist nicht homogen über den Probenquerschnitt. Diese Inhomogenität ist teilweise darauf zurückzuführen, dass in der Mitte der Probe die Torsionsverformung gegen null geht [3], nur die relativ geringe Stauchverformung wird in dieser Mitte aufgebracht. Durch Abweichungen von der idealen HPT-Verformung kann dann selbst in der Mitte der Probe noch Verformung induziert werden (Details siehe [20]).

4.4.1 Kobalt

Die Verformung bei Raumtemperatur wirkte sich auf Kobalt wie erwartet durch eine Reduktion der Korngröße auf ~ 50 nm aus. Durch die Verformung bei höheren Temperaturen wurde die Korngröße zwar verringert, allerdings war die Struktur nicht so fein wie bei Raumtemperatur. Die Körner hatten nach der Verformung bei 500°C ~ 200 nm. Eine Gegenüberstellung ist in Abb. 4.13 bei Radius drei und 15000facher Vergrößerung dargestellt.

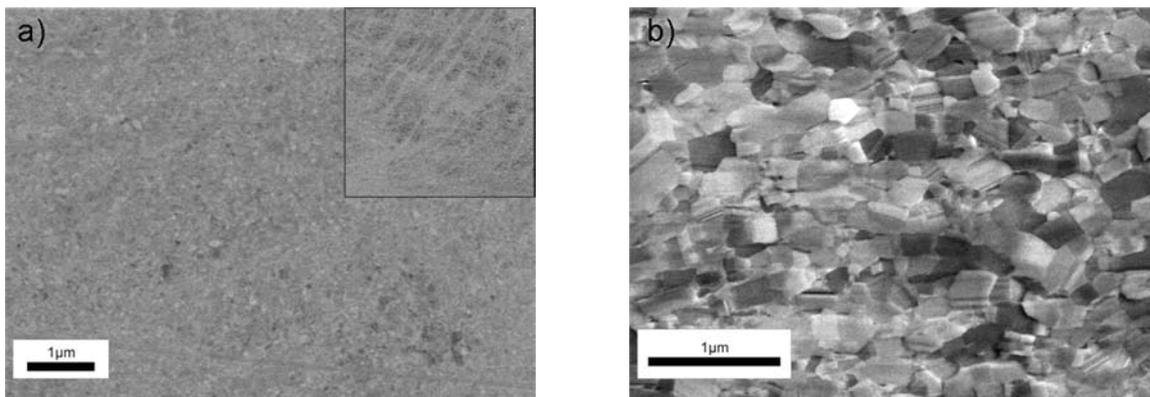


Abbildung 4.13: Mikrostruktur im Randbereich einer bei a) 20°C ; im Ausschnitt sind die mechanischen Zwillinge abgebildet; b) 500°C verformten Kobalt-Probe nach einer Umdrehung

Aus Abbildung 4.13 ist der Einfluss der Verformungstemperatur deutlich zu erkennen. Abbildung 4.13 a) zeigt Kobalt nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur, woraus eine sehr kleine Strukturgröße von ~ 50 nm resultiert. Bei 500°C und einer Umdrehung (Abb. 4.13 b)) sind die Körner deutlich größer. Bei höheren Temperaturen sind die Versetzungen leichter zu bewegen und thermisch aktivierte Prozesse sind erleichtert. Dies ist eine Erklärungsmöglichkeit warum feine Substrukturen gebildet werden. Viel wichtiger bei der gebildeten Sättigungsstruktur sind vermutlich aber die Restrukturierungsprozesse wie Erholung und Rekristallisation. Es sind auch viele Rekristallisationszwillinge in der bei 500°C verformten Probe vorhanden.

Bei Untersuchungen mit dem Lichtmikroskop (LiMi) bei geringen Vergrößerungen zeigte sich eine starke Inhomogenität der Verformung über den Probenquerschnitt (Abb. 4.14).

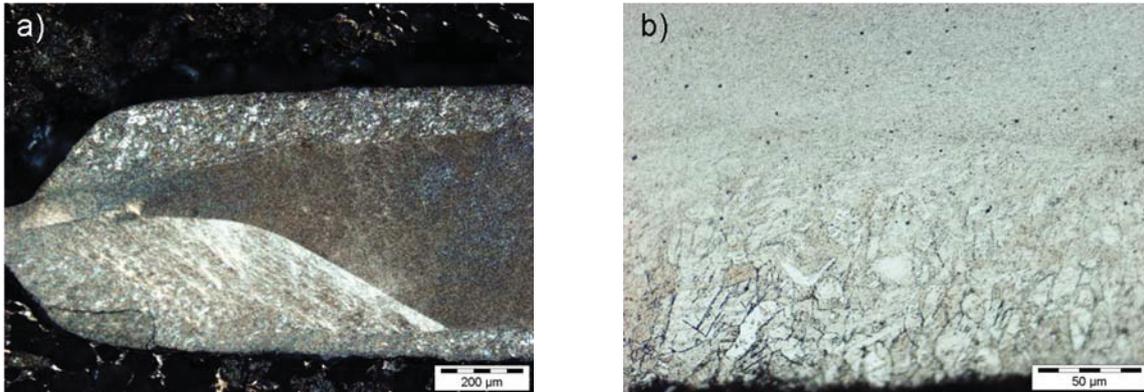


Abbildung 4.14: LiMi-Aufnahme von Kobalt, 1 Umdrehung bei 500°C; (a) Randbereich; (b) in der Nähe der Mitte der Probe findet man am Rand nahe des Stempels einen Bereich, der nicht so stark verformt

Abbildung 4.14 a) zeigt den Rand der Probe, woraus der weniger verformte Randbereich deutlich hervorgeht und in Abb. 4.14 b) ist ein Bereich aus der Mitte der Probe versehen. Es ist deutlich zu erkennen, dass die inhomogene Verformung über den gesamten Querschnitt verläuft.

Um diese Inhomogenität der Verformung zu unterdrücken, wurden, wie schon erwähnt, drei Proben auf einen Durchmesser von 6 mm abgedreht und in einem Reineisenring mit einem inneren Durchmesser von 6 mm und einem äußeren Durchmesser von 8 mm verformt.

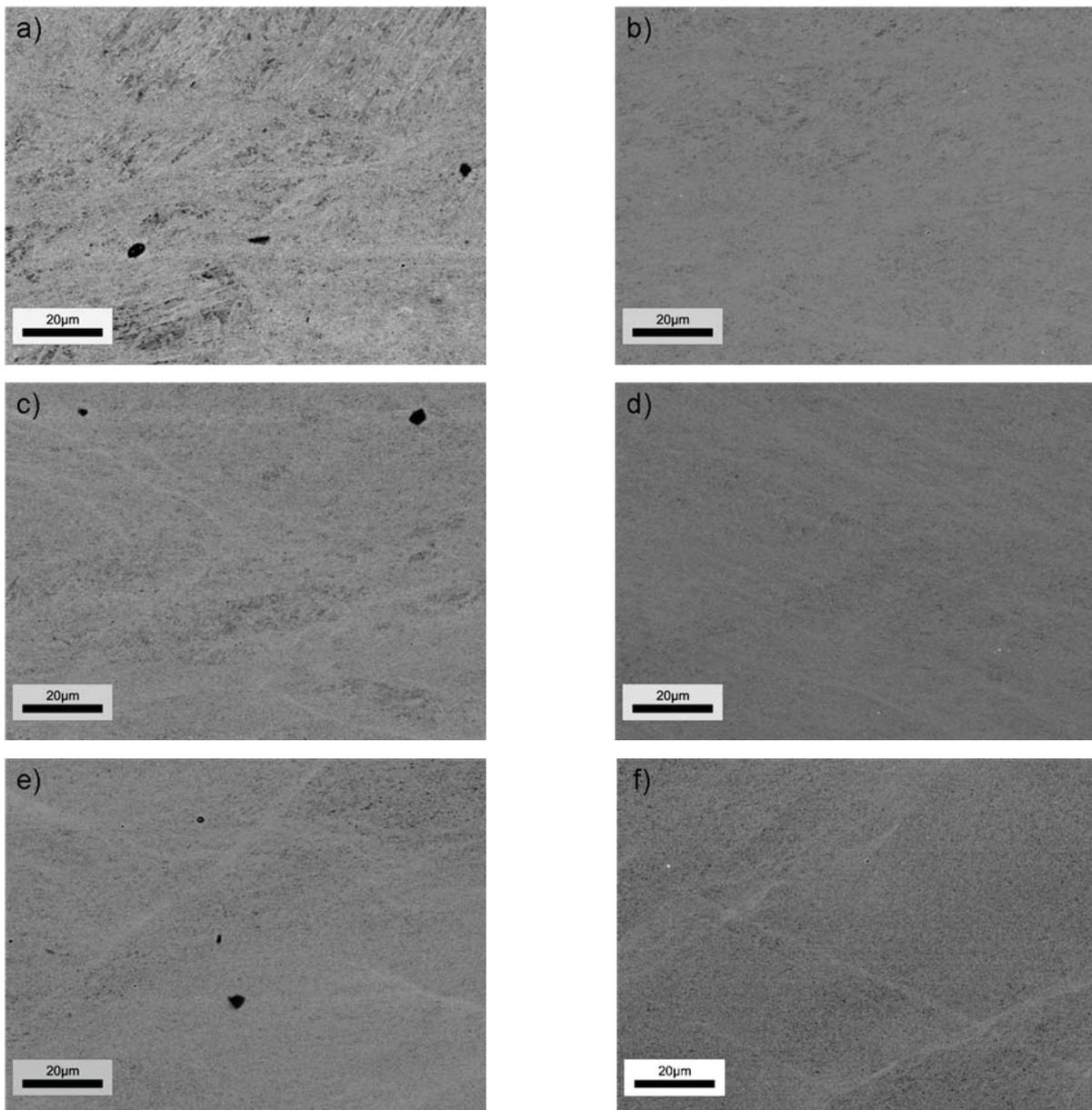


Abbildung 4.15: REM-Aufnahmen von Kobalt verformt bei 650°C und während des Abkühlens weiter verformt; a) Co DM 6 mm $r=0$, b) Co DM 8 mm $r=0$, c) Co DM 6 mm $r=1$, d) Co DM 8 mm $r=1$, e) Co DM 6 mm $r=2$, f) Co DM 8 mm $r=3$

In Abb. 4.15 ist der Vergleich von Kobalt (Abb. 4.15 b), d), f)) und Kobalt mit Eisenring (Abb. 4.15 a), c), e)) dargestellt. Die Verformung beider Proben wurden mit einer Umdrehung bei 650°C und anschließendem weiterverformen und dabei abkühlen bis auf Raumtemperatur durchgeführt. In Abb. 4.15 a) kann man erkennen, dass feine Bänder durch das Material laufen, die die restliche Struktur in grobe Blöcke teilt. In diesen Bändern ist eine sehr feinkörnige Mikrostruktur zu finden und diese Bereiche sind lokal härter. Die Verformung beginnt in diesen Bändern, welche sich über den gesamten Querschnitt verbreiten. Bei höheren Verformungsgraden

(Abb. 4.15 e)) sind die Blöcke soweit „zermahlen“ worden und es bleibt eine homogene, feine Mikrostruktur zurück. Die Probe mit dem Durchmesser von 8 mm (Abb. 4.15 b), d), und f)) zeigt eine ähnliche Struktur nahe der Probenmitte, es sind jedoch nicht so grobe Blöcke vorhanden, wie es bei der 6 mm Probe der Fall ist.

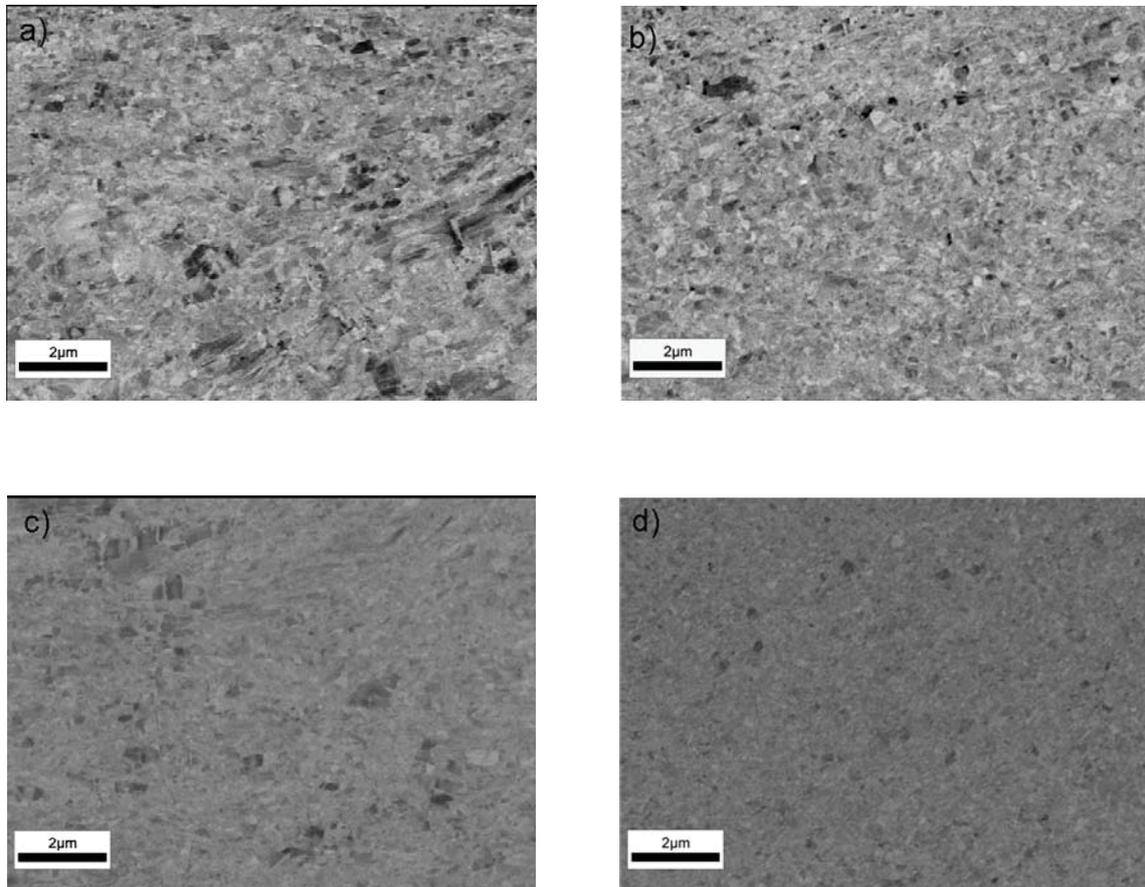


Abbildung 4.16: REM-Aufnahmen von Kobalt verformt bei 650°C und während dem Abkühlen weiterverformt; a) Co mit Eisenring bei $r=0$, b) Co mit Eisenring bei $r=2$, c) Co ohne Eisenring bei $r=0$, d) Co ohne Eisenring bei $r=3$

Bei höheren Vergrößerungen (Abb. 4.16) ist für Kobalt mit einem Durchmesser von 6 mm die grobe Struktur in der Mitte der Probe bei im Vergleich zu der globularen Struktur bei $r=2$ (Rand) deutlich erkennbar. Zwar hat die Probe mit 8 mm Durchmesser in der Mitte auch eine Blockstruktur, welche jedoch nicht so ausgeprägt ist wie bei der Probe mit dem Eisenring.

Von der Probe (8 mm ohne Eisenring), die bei 500°C verformt wurde, konnten EBSD-Scans aufgezeichnet werden (Abb. 4.17), die das Verhalten der inhomogenen Verformungsverteilung während der Verformungsversuche deutlich zeigten. Es muss

angeführt werden, dass es bei hochverformten Materialien immer schwierig ist, EBSD-Messungen durchzuführen, da sich die Beugungsmusterqualität verschlechtert. Mit steigender Verformung wird das Volumen, das ein eindeutiges Beugungsmuster liefert, immer kleiner. Dafür gibt es zwei Gründe. Einerseits werden während der Verformung immer mehr Versetzungen gebildet, die das Kristallgitter zunehmend stören, wodurch die Beugungsqualität sinkt. Andererseits wird die kristallographische Orientierung lokal durch Verformungszellen-, Zellblock- oder Subkornbildung immer feiner verteilt, womit die Wahrscheinlichkeit im Aktionsvolumen Gebiete mehrerer Kristallorientierungen anzutreffen, steigt. In diesen Bereichen wird ein Beugungsbild aufgenommen, das aus mehreren Kikuchibändern besteht.

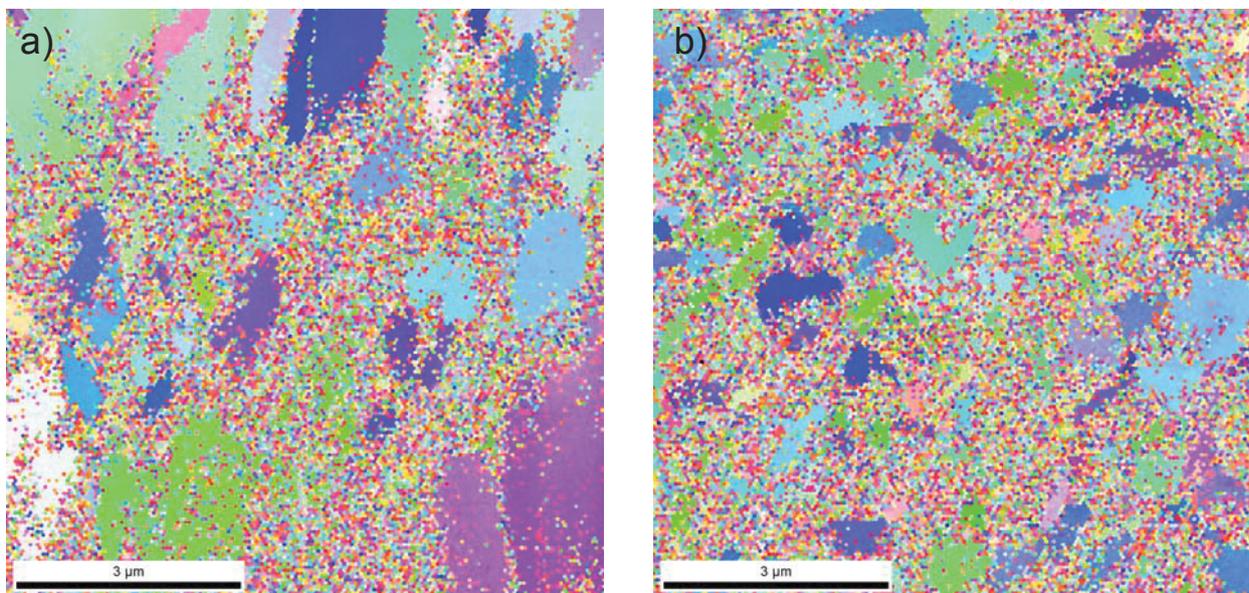


Abbildung 4.17: Kobalt nach einer Umdrehung bei 500°C, Radialrichtung; a) EBSD Scan in der Mitte, b) EBSD Scan am Rand

Aus Abbildung 4.17 wird sehr deutlich sichtbar, dass viele Bereiche vorhanden sind, in denen keine eindeutige Orientierung zugewiesen werden kann. Es besteht zwar die Möglichkeit, ein Daten-Cleanup zu verwenden, wodurch die Rohdaten bei falscher Anwendung verfälscht werden können. In Abb. 4.18 b) wurde das „Grain-Dilation“ Verfahren benutzt, bei dem ein Toleranzwinkel und eine minimale Korngröße in Datenpunkten angegeben werden. Für jeden Messpunkt wird überprüft, ob er einem Korn angehört oder nicht. Ein Messpunkt gehört zu einem Korn, wenn die Anzahl der innerhalb des gegebenen Toleranzwinkels orientierten und

zusammenhängenden Messpunkte kleiner als die minimale Korngröße ist. Gehört ein Messpunkt nicht zu diesem Korn, wird er einem benachbarten Korn angefügt.

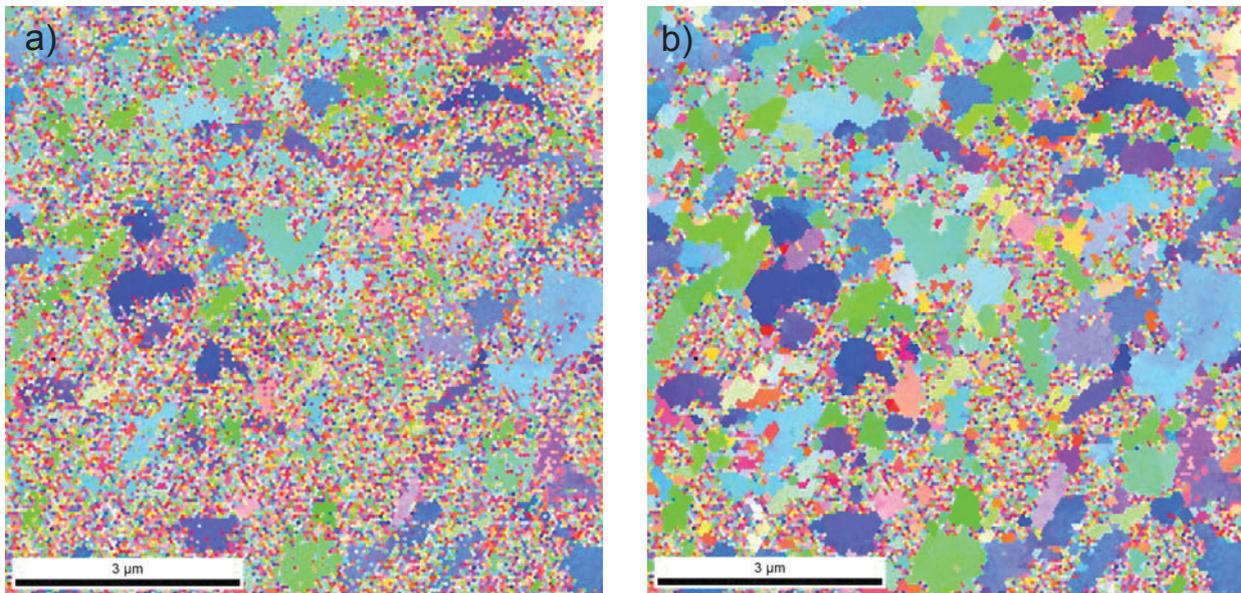


Abbildung 4.18: EBSD von Kobalt am Rand nach einer Umdrehung bei 500°C; a) ohne clean-up, b) mit clean-up

Es ist klar, dass kleinere Körner durch das clean up größer wurden und man somit nicht mit Sicherheit sagen kann, ob der Scan noch mit den Strukturgrößen des betrachteten Materials übereinstimmt.

4.4.2 Gadolinium

Bei diesem Material stellte sich sehr bald heraus, dass mit den herkömmlichen Präparationsmethoden keine „brauchbaren“ Bilder im REM gemacht werden können. Gadolinium bildet an Luft sehr rasch eine Oxidschicht, weshalb es nicht möglich war, Korngrößen mit dem REM oder Orientierungskarten mit dem EBSD zu erstellen. Es war auch nicht so einfach, dieses Material zu präparieren, da es einerseits sehr weich ist und andererseits nach der Präparation sofort wieder eine Oxidschicht bildet. Es durfte auch nicht mit Wasser oder wasserhaltigem Alkohol in Berührung kommen, weswegen wasserfreier Alkohol verwendet wurde. Abbildung 4.19 zeigt Gadolinium nach einer Umdrehung bei 500°C im REM. Aus Abbildung 4.19 a) kann man zwar so etwas wie eine Struktur erkennen, jedoch handelt es sich hierbei um die Struktur der Oxidschicht, die ähnlich der Struktur des Metalls unter dem Oxid ist. Ebenso kann man, wie schon zuvor bei Kobalt, eine inhomogene Verformungsstruktur erkennen.

Abbildung 4.19 b) zeigt, dass keine Kornstruktur erkennbar ist und die Oxidschicht, die sehr spröde ist, an dieser Stelle abgeplatzt ist.

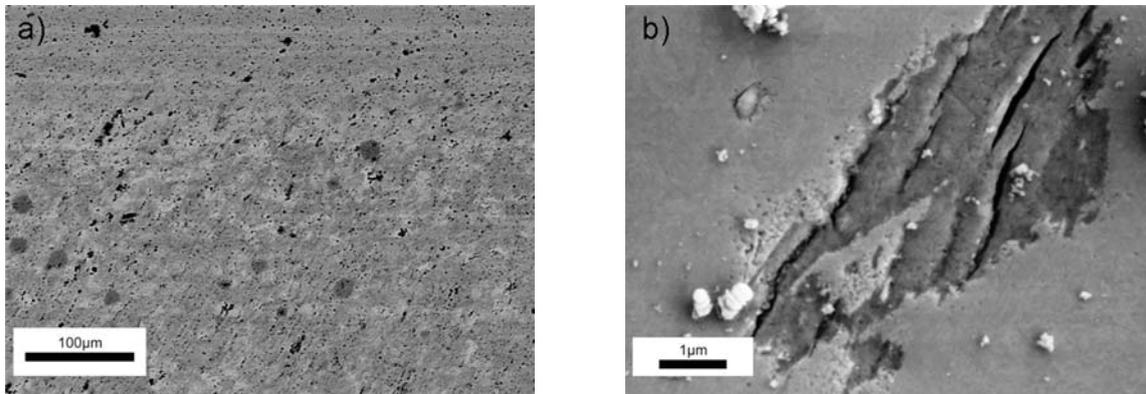


Abbildung 4.19: Gadolinium, 1 Umdrehung bei 500°C; a) 250fache Vergrößerung; b) 15000fache Vergrößerung

Aufgrund der fehlenden Darstellungsmöglichkeit im REM wurde versucht, die Oxidschicht mittels Focused Ion Beam Work Station (FIB) durch Absputtern zu entfernen und danach gleich das Grundmaterial abzubilden. Dabei wurde erst der Second Electron Detektor im FIB verwendet und anschließend wurde die Probe (eine Umdrehung bei 300°C) ins REM eingebaut, um mit dem BSE Detektor einen besseren Kontrast zu erhalten.

Die Präparation der Probe für diese Untersuchung war etwas aufwendiger, da eine Schmalseite und eine Fläche der Probe geschliffen und poliert werden mussten. Anschließend wurde die Probe mit Leitsilber auf einen Probenhalter aufgeklebt. Abgetragen wurde bei einem Radius von 3 mm auf der Schmalseite, wobei nur der Randbereich betrachtet wurde. Die Mitte der Probe ist eigentlich von besonderem Interesse, jedoch wäre viel mehr Zeit für die Abtragung im FIB notwendig.

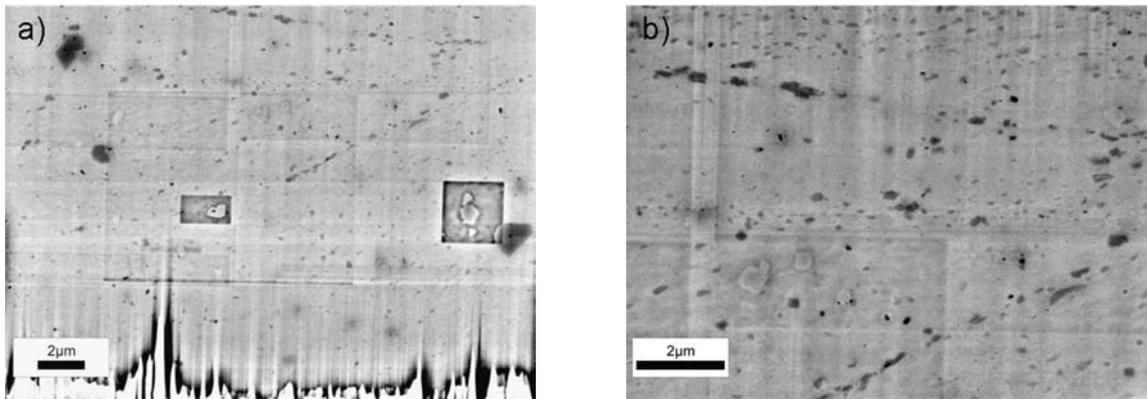


Abbildung 4.20: REM-Bilder nach der FIB-Präparation von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 300°C; a) 5000fache Vergrößerung; b) 10000fache Vergrößerung

Abbildung 4.20 a) zeigt die polierte Fläche wobei die zwei kleinen dunkleren Bereiche durch Aufnahmen, die an diesen Stellen zuvor im FIB gemacht worden sind, kontaminiert sind. Es ist zwar eine Struktur erkennbar, jedoch nicht sehr deutlich. Aus Abbildung 4.20 b) kann man zwei größere Körner erkennen, wobei fraglich ist, ob es sich hierbei wirklich um Körner oder um Einschlüsse handelt.

4.4.3 Titan

Wie schon erwähnt, zeigte Titan während der Verformung ein Verhalten des Torsionsmoments ähnlich wie kfz oder krz Metalle, weswegen die Verformung über den Querschnitt homogen verlief. Eine Gegenüberstellung der Struktur bei Radius 3 mm und der Unterschied der Verformungstemperaturen (Abb. 4.21) zeigt deutlich, dass bei höheren Temperaturen die Körner größer sind als bei Raumtemperatur.

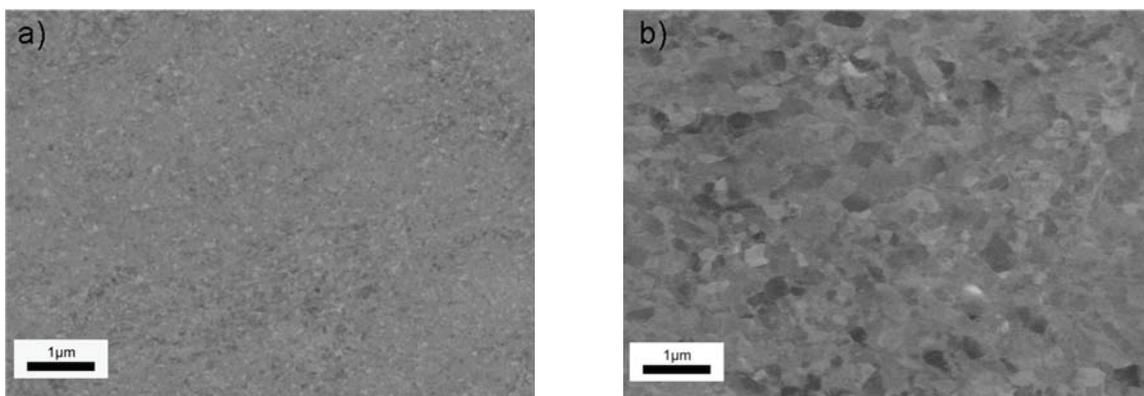


Abbildung 4.21: Mikrostruktur von hochverformten Titan Proben nach einer Umdrehung; a) 20°C; b) 500°C

Von Titan konnten, wie schon bei Kobalt, EBSD-Scans von der Probe bei 500°C verformt aufgezeichnet werden (Abb. 4.22). Abbildung 4.22 a) wurde in der Mitte der Probe, Abbildung 4.22 b) im Randbereich aufgenommen. Daraus geht das inhomogene Verformungsverhalten über den Querschnitt der Probe hervor. Die schlechte Pattern-Qualität in der unteren Hälfte in Abb. 4.22 b) ist auf Kontamination zurückzuführen. Es wurde kein Daten Clean up angewandt, da dies aufgrund der schlechten Qualität zu einer Verfälschung der Ergebnisse führen würde.

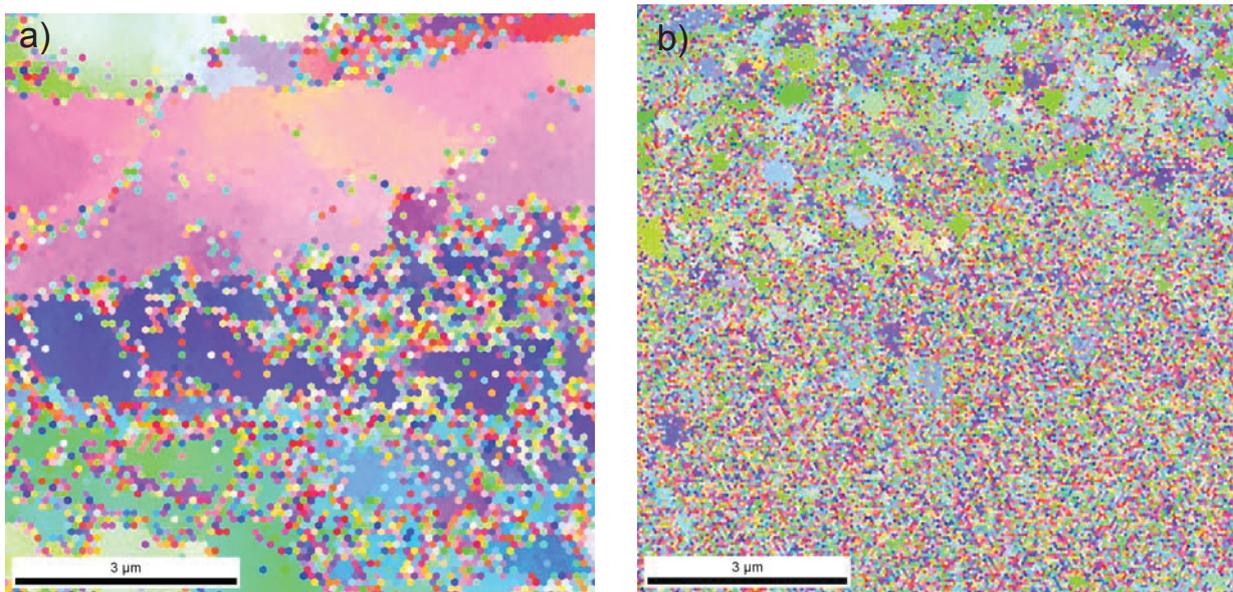


Abbildung 4.22: EBSD an hochverformten Titan nach einer Umdrehung bei 500°C, a) Mitte, b) Rand

4.4.3.1 TEM-Aufnahmen für Titan

Aufgrund der fehlenden Darstellungsmöglichkeit der Orientierungen mittels der EBSD-Methode der Titan-Proben, die bei tieferen Temperaturen umgeformt wurden, wurde von einem Verformungszustand eine TEM-Probe angefertigt. Dafür wurde ein Scheibchen bei einer Umdrehung bei Raumtemperatur verformt und anschließend für das TEM präpariert. Dafür wurde der Randbereich der Probe bei einem Radius von ~3 mm und die seitliche Betrachtungsrichtung gewählt.

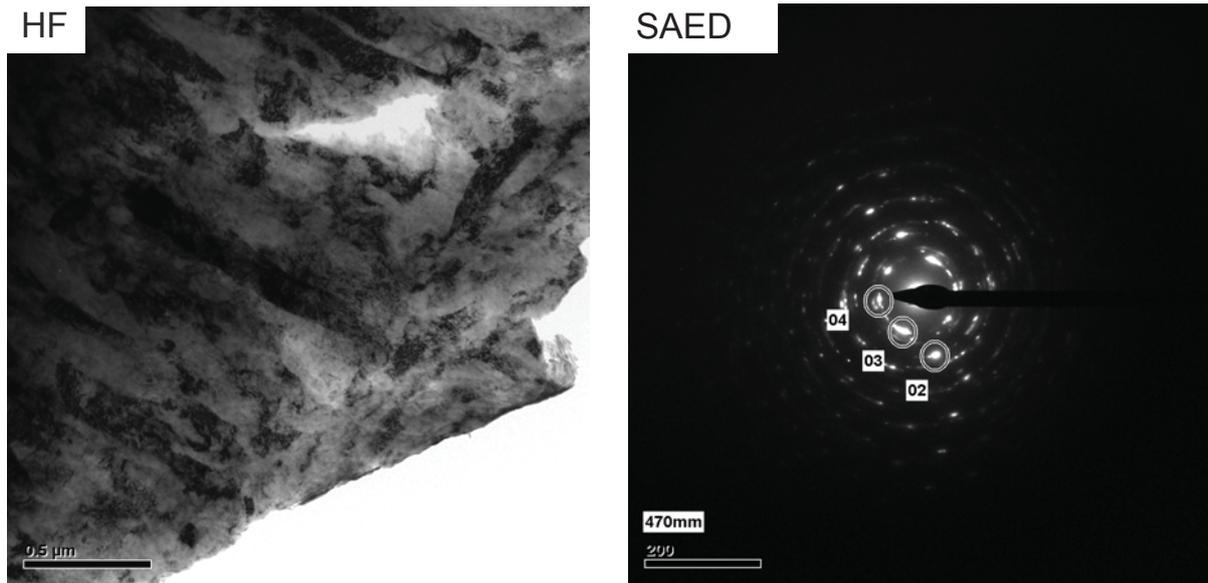


Abbildung 4.23: Hellfeld-Aufnahme und SAED-Pattern von Titan, verformt bei Raumtemperatur und einer Umdrehung

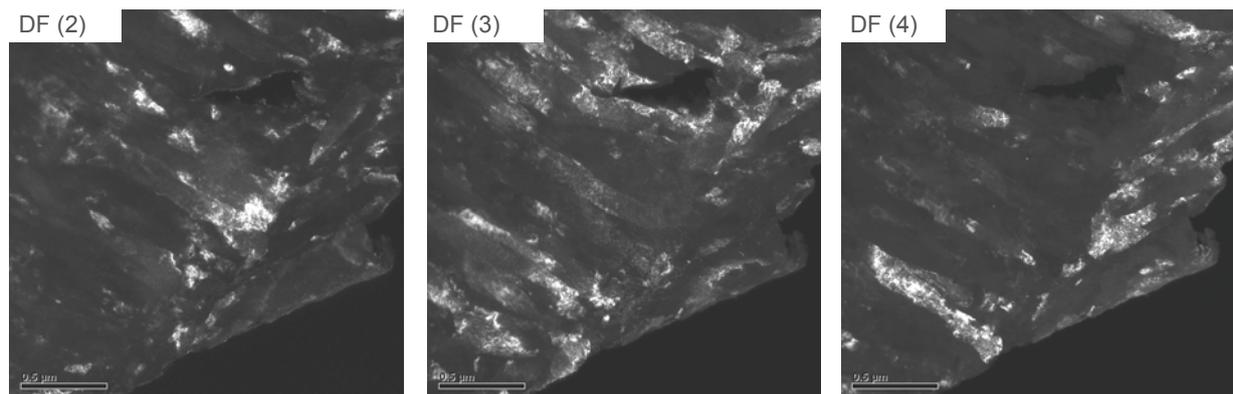


Abbildung 4.24: Die zugehörigen Dunkelfeld-Aufnahmen des SAED-Pattern der Titan-Probe (eine Umdrehung bei Raumtemperatur)

Aus der Hellfeld-Aufnahme geht deutlich eine Blockstruktur hervor und dazwischen sind nanokristalline Strukturen erkennbar. Daraus kann man schließen, dass der Sättigungsbereich vermutlich noch nicht erreicht ist.

4.5 Zugversuche

Die Proben für die Zugversuche wurden aus den HPT Scheibchen gefertigt. Dafür wurden die Proben nach der Verformung planparallel geschliffen und auf 8 mm Durchmesser gedreht. Dasselbe wurde für jedes Material von dem unverformten Zustand durchgeführt. Anschließend wurden alle Proben in eine Vorrichtung

eingespannt und mit dem Fräser bearbeiten. Schließlich wurden die Scheibchen mit der Secotom Trennmaschine in der Mitte geteilt und noch einmal mit dem Fräser bearbeitet. Man erhält so pro Scheibchen zwei Zugproben mit der Geometrie, wie sie in Abb. 4.25 dargestellt ist.

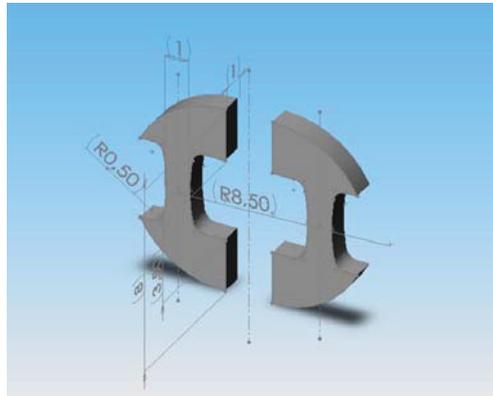


Abbildung 4.25: Geometrie der Zugproben, die aus den HPT-Scheibchen gefertigt wurden

Die Zugversuche selbst wurden auf dem Zugmodul der Firma Kammrath&Weiss durchgeführt, wobei die Geschwindigkeit $3\mu\text{m/s}$ betrug.

Nach den Zugversuchen wurden die Bruchflächen im REM ausgewertet und analysiert.

4.5.1 Kobalt

Kobalt zeigt im unverformten Zustand ein duktileres Verhalten. Die Proben weisen eine ausgeprägte Verfestigung auf, zeigen aber nur geringe Einschnürung. Bevor es zu einer Entfestigung gekommen ist, oder nach einer kurzen Entfestigungsphase sind die Proben gebrochen.

Im Gegensatz dazu sind die verformten Proben alle ziemlich spröde gebrochen. Ob die geringe Duktilität auf vorhandene Risse oder sehr lokales Abscheren zurückzuführen ist, kann nicht ganz eindeutig beantwortet werden. Bei der Probe, die bei Raumtemperatur umgeformt wurde, war ein Riss in der Bruchfläche zu finden (Abb. 4.28 c)).

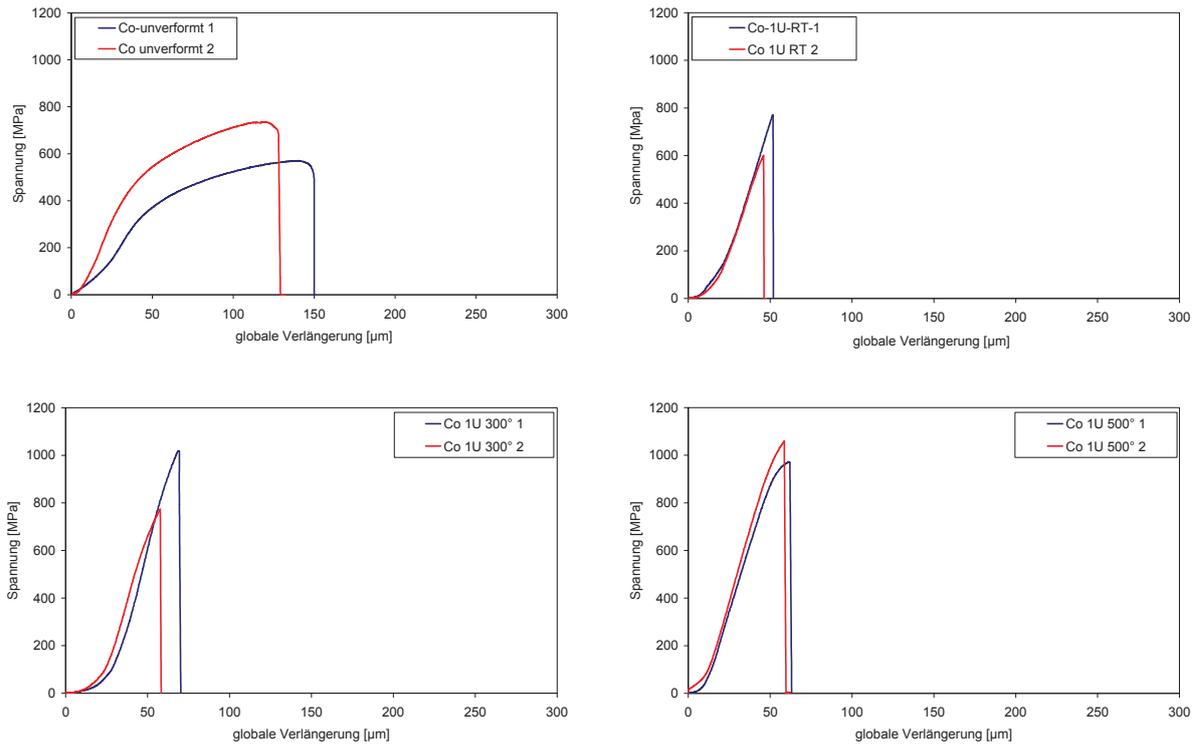


Abbildung 4.26: Zugversuchsergebnisse der unterschiedlichen Kobalt-Proben, die Spannung aufgetragen als Funktion der globalen Verlängerung; die HPT-Parameter sind in den Diagrammen angegeben

In Abbildung 4.26 ist die Spannung als Funktion der globalen Verlängerung, welche der Dehnung dividiert durch die Ausgangslänge entspricht, aufgetragen.

Da die Proben in der Zugvorrichtung nur lose eingelegt waren, kommt es zu einer Ausrichtung der Einspannungen bei geringen Dehnungen, womit sich der langsame Anstieg der Spannung am Beginn des Versuchs in einigen Diagrammen erklären lässt.

In Abbildung 4.27 ist das Verhältnis von Brucheinschnürung zu Ausgangsquerschnitt über die Temperatur aufgetragen.

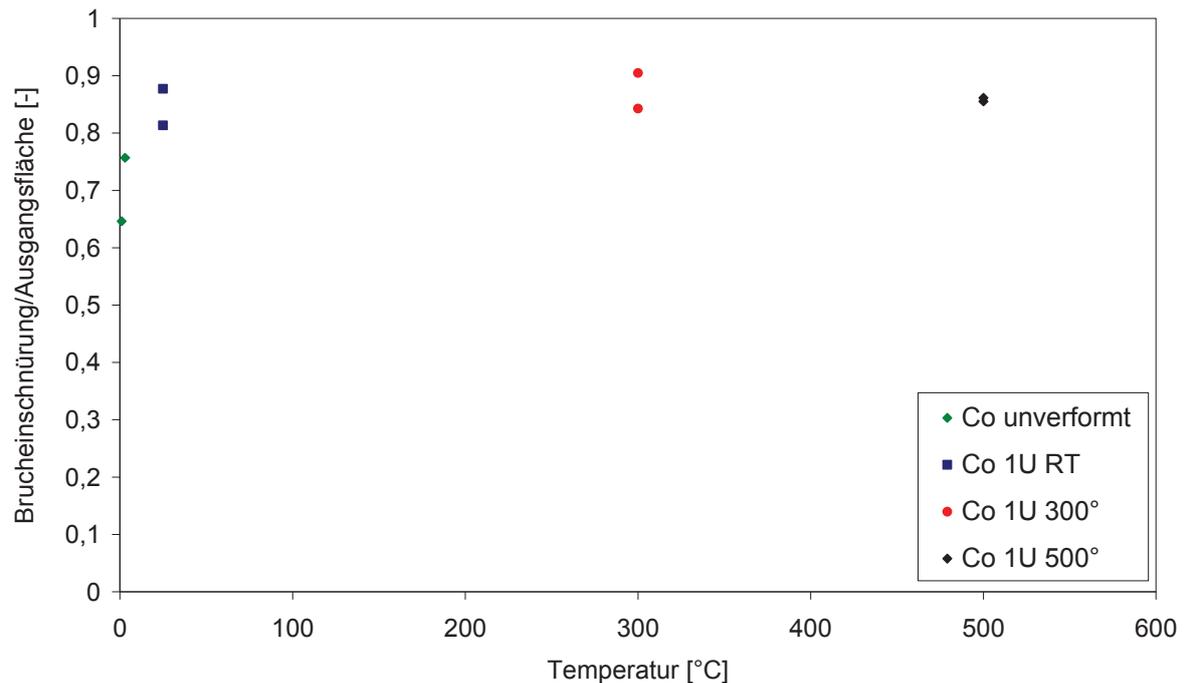


Abbildung 4.27: Das Verhältnis der Brucheinschnürung zur Ausgangsfläche aufgetragen als Funktion der Temperatur

Tabelle 4.8: Zusammenfassung der Zugfestigkeit R_m , des Ausgangsquerschnitts und der Brucheinschnürung von Kobalt

Probe	R_m [MPa]	A_0 [mm ²]	A_t [-]	Bemerkung
Co unverformt 1	570,37	0,338	0,212	
Co unverformt 2	735,29	0,255	0,193	
Co 1U RT 1	770,91	0,320	0,281	
Co 1U RT 2	600,22	0,361	0,293	Probe nicht in der Mitte Gebrochen
Co 1U 300°C 1	1019,25	0,316	0,286	
Co 1U 300°C 2	772,28	0,327	0,275	
Co 1U 500°C 1	972,34	0,347	0,296	
Co 1U 500°C 2	1059,31	0,323	0,278	

Aus Tabelle 4.8 geht hervor, dass die höchsten Werte der Zugfestigkeit durch Verformung bei hohen Temperaturen erreicht wurden.

4.5.1.1 Bruchflächenbilder von Kobalt

Aus den REM-Aufnahmen geht hervor, dass unverformtes Kobalt eine duktile Bruchfläche aufweist. Dabei sind wahrscheinlich an einigen Tripelpunkten Poren entstanden, die durch die aufgebrachte Spannung größer wurden und zusammenwuchsen. Die verformten Proben zeigen ein sprödes Verhalten und nur wenig Einschnürung. Es ist möglich, dass sich die Verformung in einem Scherband konzentrierte und dieses Verhalten zu dem spröden Versagen führte.

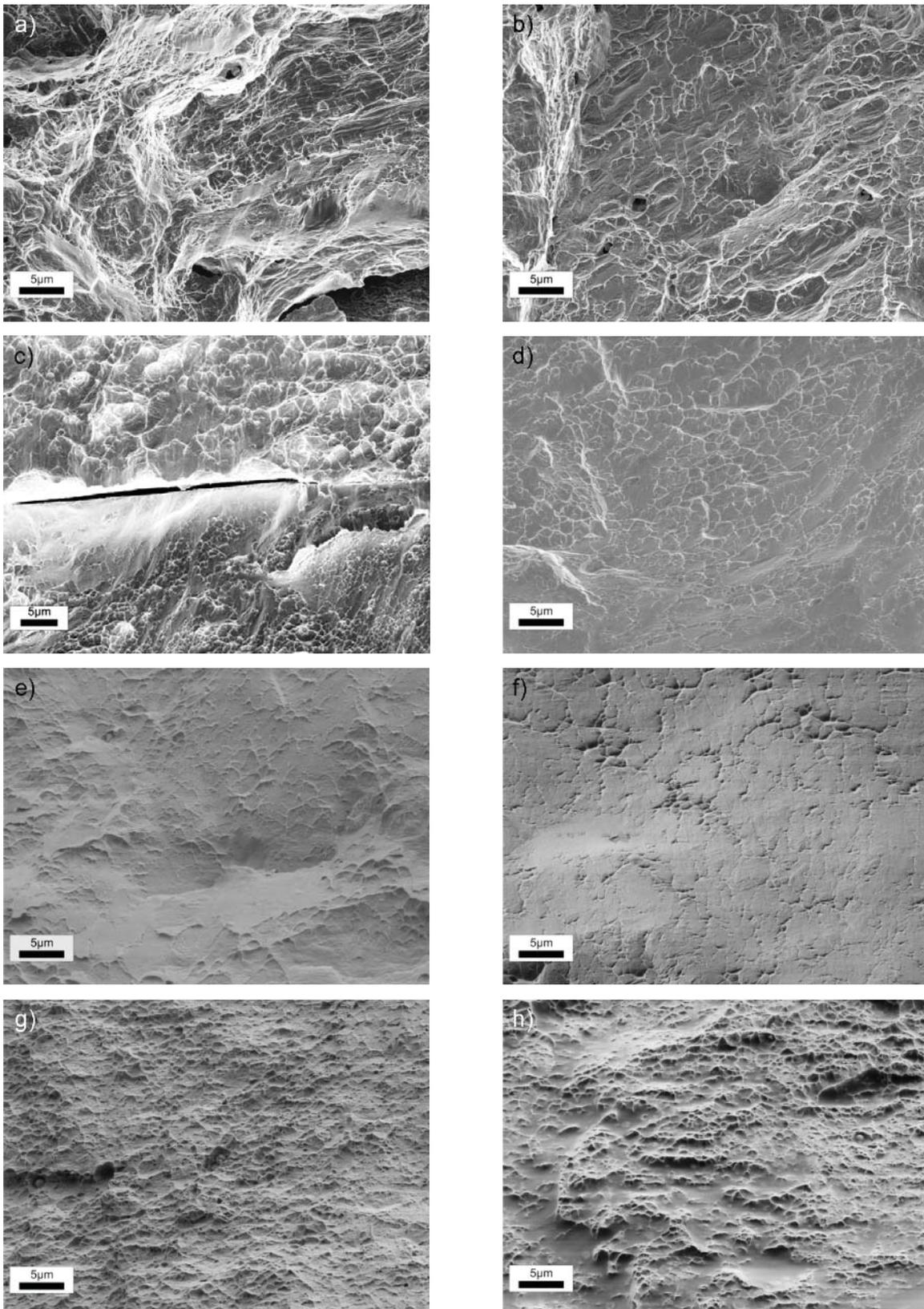


Abbildung 4.28: Bruchflächenbilder von Kobalt bei ca. 2,5 kx; a) unverformter Zustand, Probe 1; b) unverformter Zustand, Probe 2; c) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 1; d) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 2; e) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 1; f) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 2; g) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 1; h) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 2

4.5.2 Gadolinium

Gadolinium zeigte in allen Verformungszuständen ein gutes plastisches Verformungsverhalten.

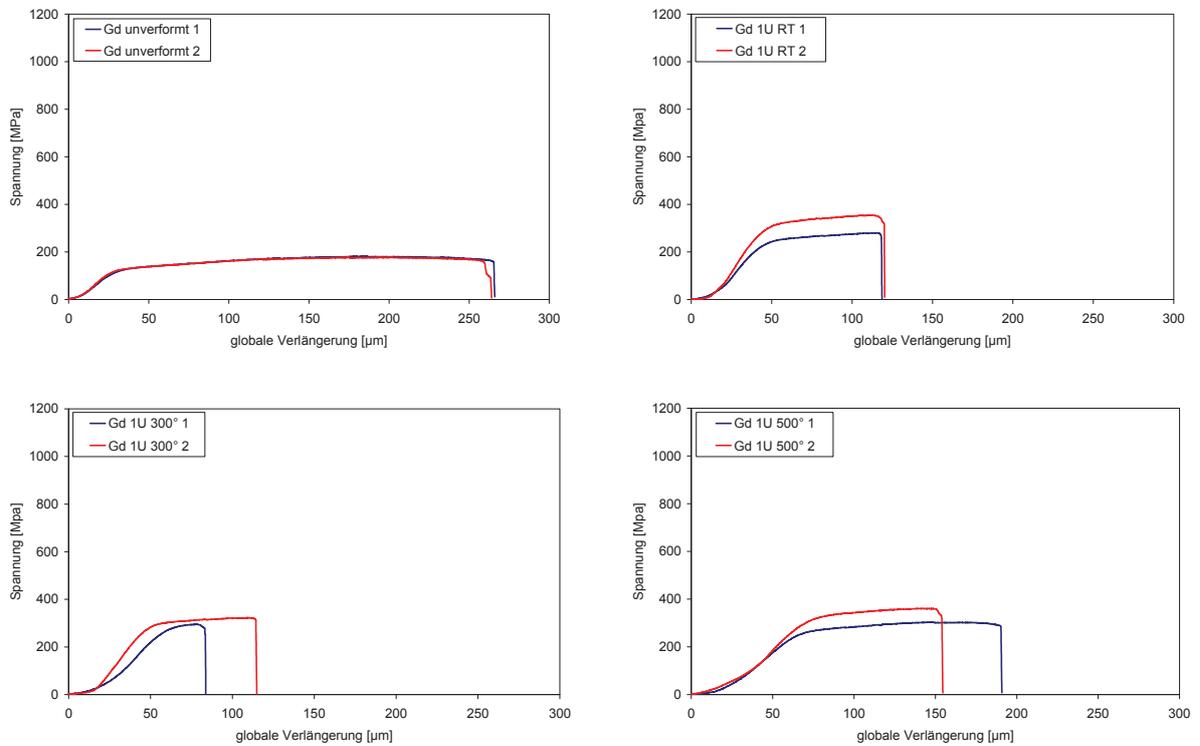


Abbildung 4.29: Die Spannung als Funktion der globalen Verlängerung von den Gadolinium-Proben; die HPT-Bedingungen sind in den Diagrammen angegeben

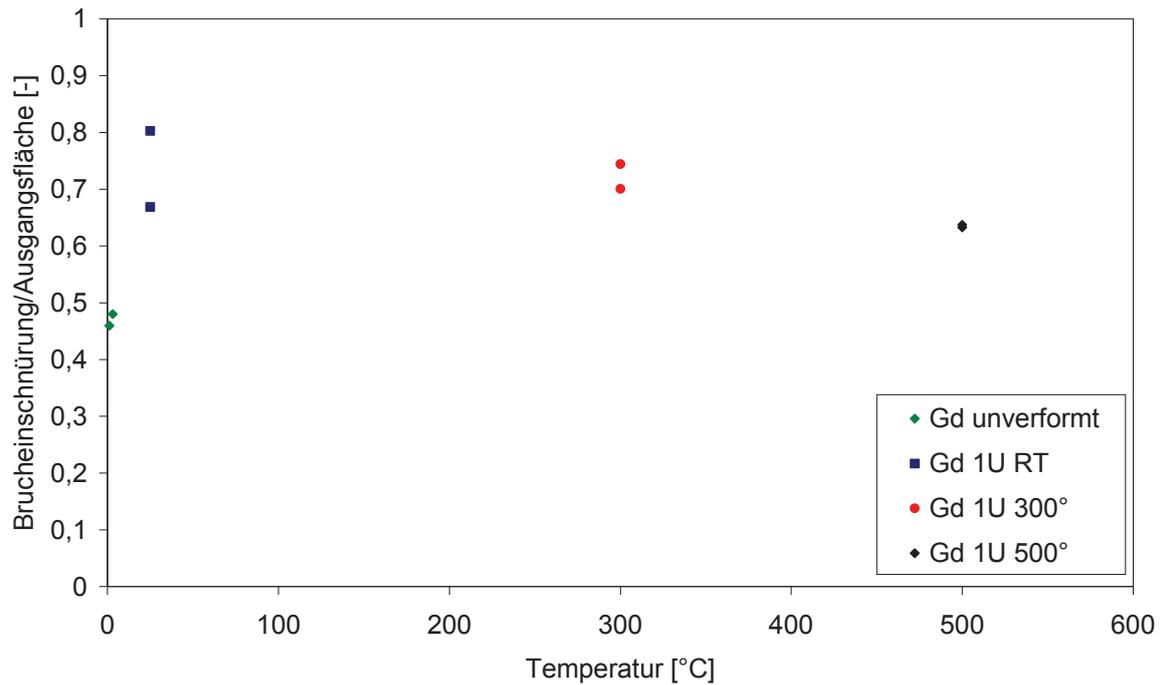


Abbildung 4.30: Das Verhältnis der Brucheinschnürung zur Ausgangsfläche aufgetragen als Funktion der Temperatur

Tabelle 4.9: Zusammenfassung der Zugfestigkeit R_m , des Ausgangsquerschnitts und der Brucheinschnürung von Gadolinium

Probe	R_m [MPa]	A_0 [mm ²]	A_t [-]
Gd unverformt 1	181,81	0,356	0,164
Gd unverformt 2	177,18	0,361	0,173
Gd 1U RT 1	280,18	0,323	0,216
Gd 1U RT 2	354,59	0,302	0,243
Gd 1U 300°C 1	296,02	0,314	0,234
Gd 1U 300°C 2	323,11	0,329	0,231
Gd 1U 500°C 1	302,31	0,319	0,202
Gd 1U 500°C 2	360,21	0,302	0,193

4.5.2.1 Bruchflächenbilder von Gadolinium

Wie schon erwähnt zeigen die Gadolinium-Proben ein duktiler Verhalten, es ist deutlich eine Wabenstruktur erkennbar (Abb. 4.31, a-h). Die Poren bildeten sich wahrscheinlich an jedem dritten oder vierten Tripelpunkt, wodurch es nicht möglich ist, die Korngröße abzuschätzen. Um diese abschätzen zu können, müsste sich an jedem Tripelpunkt eine Pore bilden.

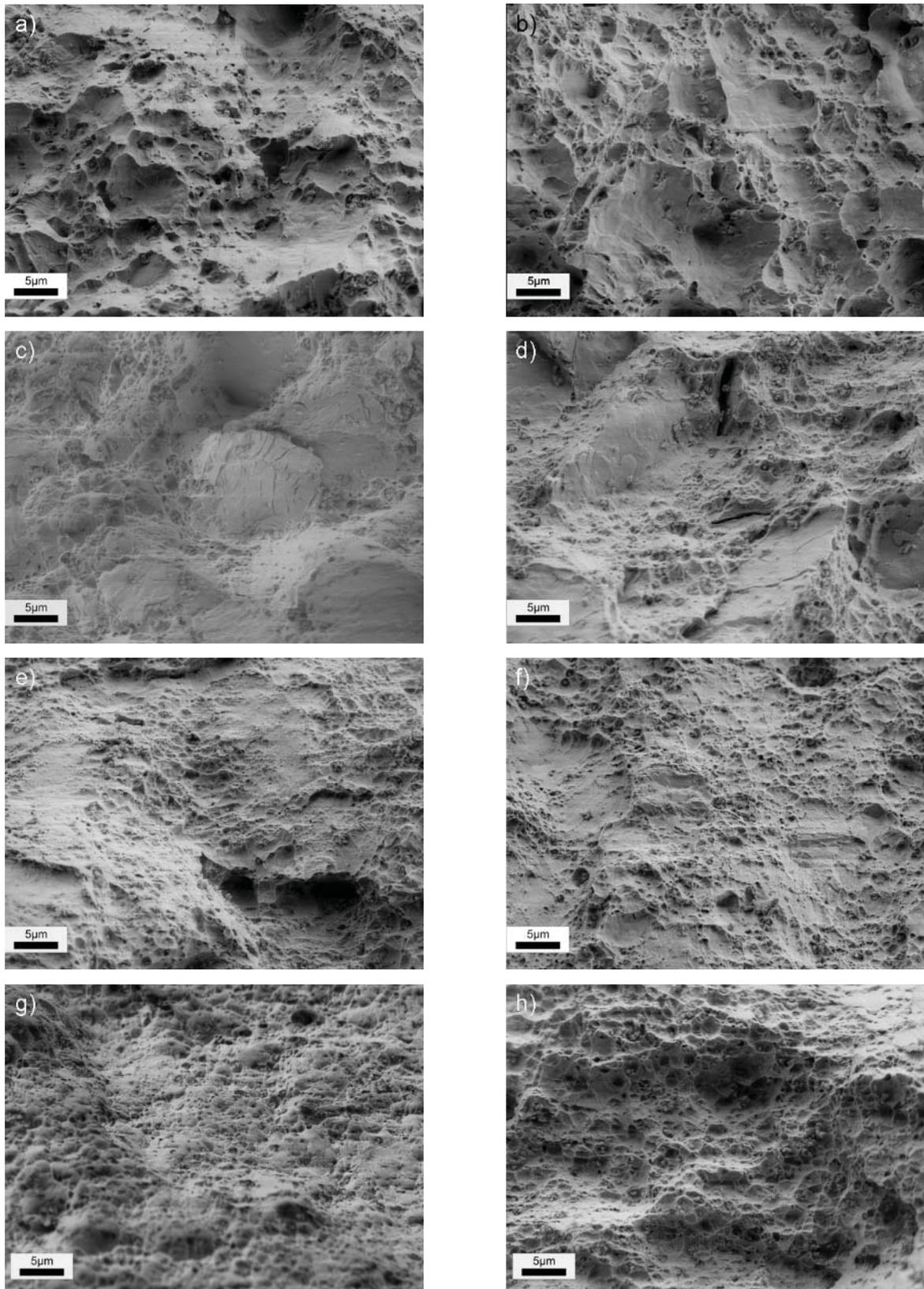


Abbildung 4.31: Bruchflächenbilder von Gadolinium bei ca. 2,5kx, a) unverformter Zustand, Probe 1; b) unverformter Zustand, Probe 2; c) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 1; d) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 2; e) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 1; f) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 2; g) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 1; h) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 2

4.5.3 Titan

Der Ausgangszustand von Titan zeigte eine klassische plastische Verformung, ebenso wie die Probe, die bei einer Umdrehung bei 500°C verformt wurde. Die Proben verformt bei Raumtemperatur, 300°C und 500°C mit anschließender Abkühlung auf Raumtemperatur und fortlaufender Verformung zeigten ein sehr sprödes Verhalten.

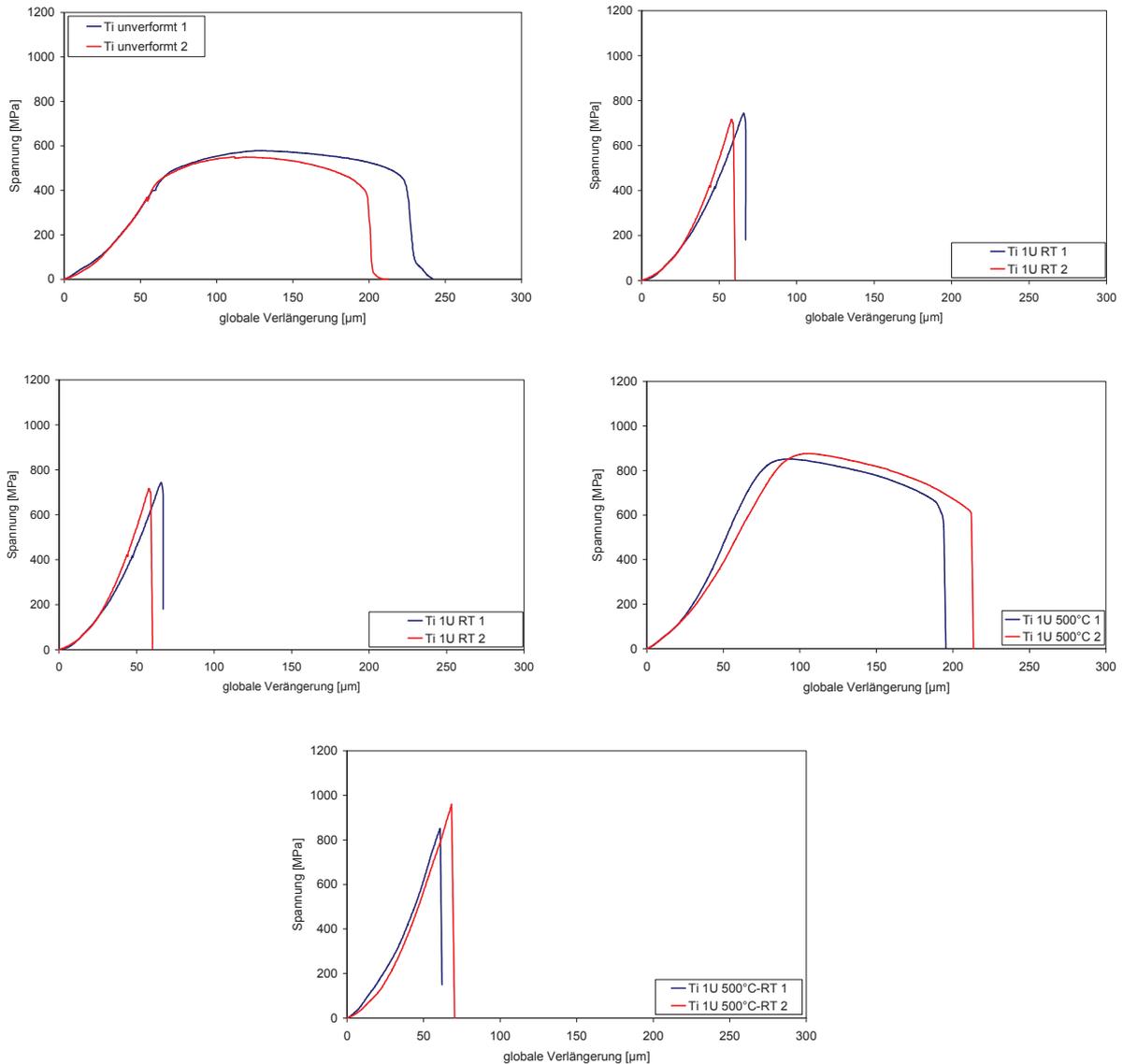


Abbildung 4.32: Die Spannung als Funktion der globalen Verlängerung von den Titan-Proben; die HPT-Bedingungen sind in den Diagrammen angegeben

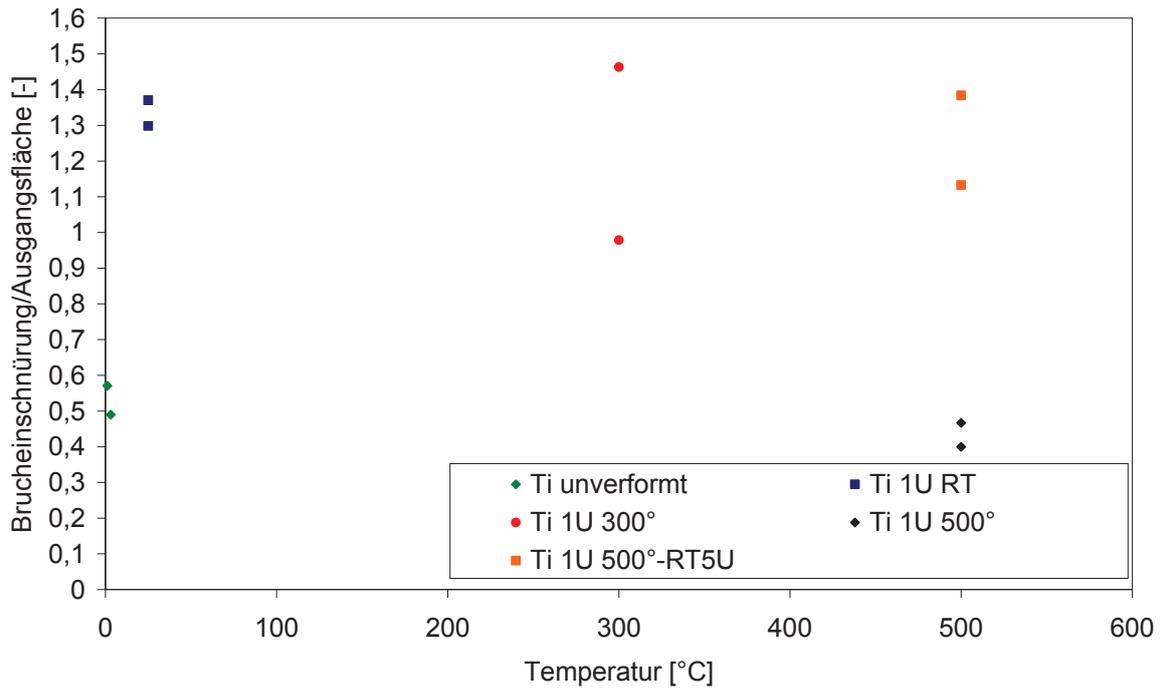


Abbildung 4.33: Das Verhältnis der Bruchdehnung zur Ausgangsfläche aufgetragen als Funktion der Temperatur

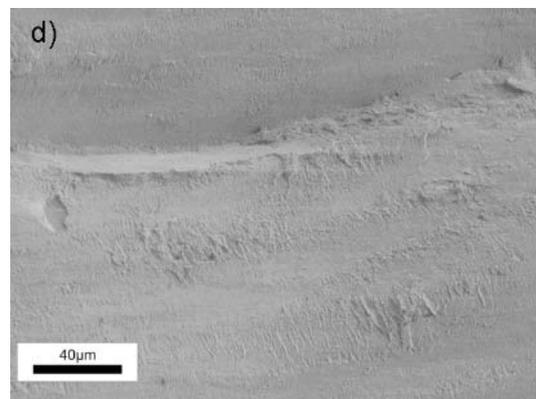
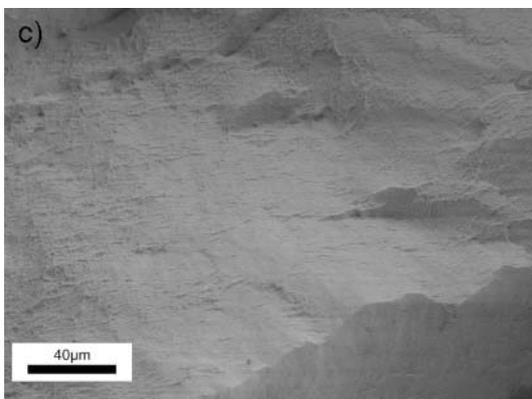
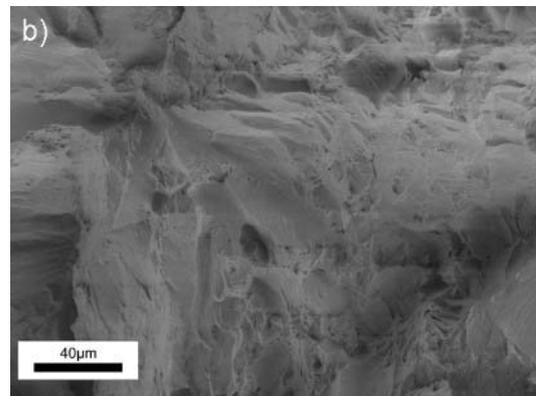
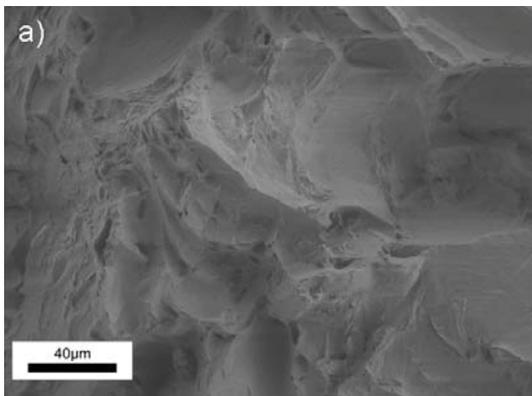
Tabelle 4.10: Zusammenfassung der Zugfestigkeit R_m , des Ausgangsquerschnitts und der Bruchdehnung von Titan

Probe	R_m [MPa]	A_0 [mm ²]	A_t [-]	Bemerkung
Ti unverformt 1	578,58	0,498	0,285	
Ti unverformt 2	550,02	0,542	0,265	
Ti 1U RT 1	743,52	0,482	0,626	Ungültig
Ti 1U RT 2	716,20	0,478	0,655	Ungültig
Ti 1U 300°C 1	814,99	0,481	0,471	Ungültig
Ti 1U 300°C 2	1140,56	0,417	0,611	Ungültig
Ti 1U 500°C 1	851,79	0,560	0,261	
Ti 1U 500°C 2	876,42	0,563	0,225	
Ti 1U 500°C- 300°C 1	850,78	0,478	0,662	Ungültig
Ti 1U 500°C- 300°C 2	959,88	0,518	0,587	Ungültig

Die Proben, verformt bei Raumtemperatur, 300°C, und bei 500°C mit anschließender Abkühlung auf Raumtemperatur und weiterer Verformung sind alle an der Schulter gebrochen und zeigten ein sehr sprödes Verhalten. Die gemessene Brucheinschnürung hatte eine größere Fläche als der Ausgangsquerschnitt, weshalb die Messwerte nicht gültig sind. Im Anhang sind Aufnahmen der Zugproben zu finden, sowie die Übersichtsaufnahmen der Bruchflächen zu sehen.

4.5.3.1 Bruchflächenbilder von Ti

Titan zeigte im unverformten Zustand und nach einer Verformung von einer Umdrehung bei 500°C ein duktilen Verhalten. Vor allem die bei 500°C verformte Probe weist einen typischen duktilen Cup-and-Cone Bruch auf (siehe Abb. 7.27 im Anhang). Die Proben verformt bei Raumtemperatur, 300°C und 500°C mit fortlaufender Verformung und Abkühlen auf Raumtemperatur weisen ein sprödes Verhalten auf. Möglicherweise wurden beim Fräsen Fehler in die Zugproben eingebracht, wodurch es zu einer Rissbildung bei der Schulter kam.



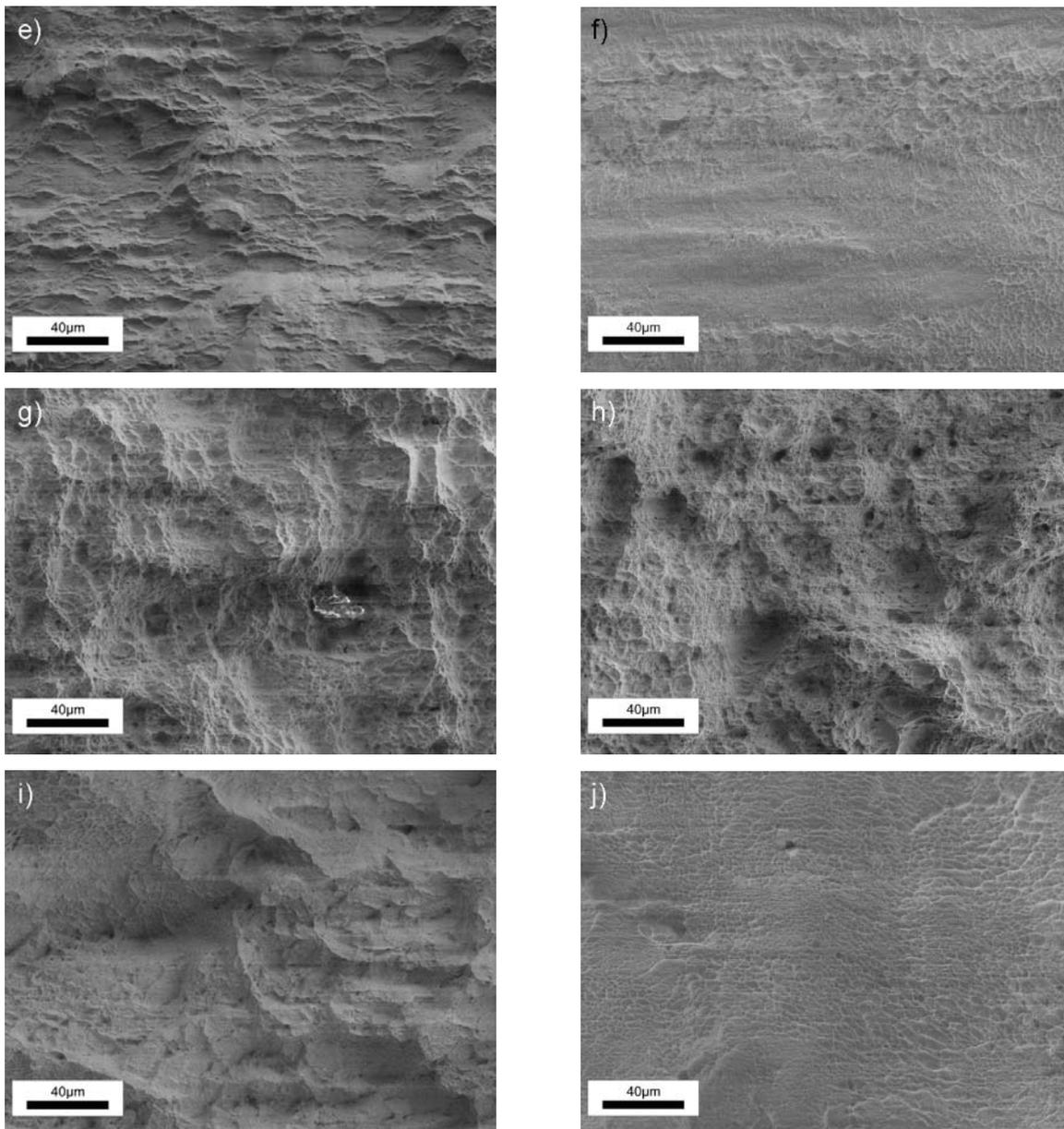


Abbildung 4.34: Bruchflächenbilder von Titan, 500x; a) unverformter Zustand, Probe 1; b) unverformter Zustand, Probe 2; c) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 1; d) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 2; e) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 1; f) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 2; g) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 1; h) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 2; i) eine Umdrehung bei 500°C und Abkühlung auf Raumtemperatur bei weiterer Verformung, Probe 1; j) eine Umdrehung bei 500°C und Abkühlung bei weiterer Verformung, Probe 2

4.6 Röntgenuntersuchungen

Da mittels EBSD keine brauchbaren Strukturgrößenbewertungen gemacht werden konnten, wurde versucht, durch die oben beschriebene Röntgen-Methode genauere Aussagen über die Struktur machen zu können.

Für die Röntgenmessungen wurde ein Seifert PTS 3000 verwendet. Es wurde die Cu K α 1 Strahlung verwendet. Die divergenten Röntgenstrahlen wurden primärseitig mit einer Polykapillare parallelisiert. Der mittlere Strahldurchmesser betrug in etwa 5 mm. Auf der Detektorseite wurden Sollerslits mit einer Divergenz von 2° verwendet. Des Weiteren wurde ein Graphitmonochromator zum Filtern der K β Linie eingesetzt. Bei dem Detektor handelte es sich um einen Szintillationszähler. Alle Messungen wurden bei einer Spannung von 40 kV und einem Strom von 40 mA durchgeführt.

Zur Bestimmung der mittleren Größe der kohärent diffraktierenden Bereiche der polykristallinen Proben wurde eine symmetrische $\theta/2\theta$ Messung über den Bereich 20° bis 140° durchgeführt. Die Schrittweite für 2θ betrug 0,02°, die Messzeit pro Punkt 2 s. Bei der symmetrischen $\theta/2\theta$ Messung steht der Streuvektor q für $\psi=0$ immer normal auf die Probenoberfläche, wobei ψ den Polarwinkel zwischen dem Streuvektor und der Probennormalen darstellt. Daher erhält man mit Hilfe der Debye Scherrer Formel [21] die mittlere Größe der kohärent diffraktierenden Gebiete in Richtung der Probennormalen. Es wurde angenommen, dass es sich hierbei um einen isotropen Wert handelt. Es muss erwähnt werden, dass die Debye Scherrer Formel im Allgemeinen nicht die mittlere Korngröße liefert. Sollten die Kristallite keine Substruktur besitzen und damit selbst die kohärent diffraktierenden Gebiete darstellen, kann die Debye Scherrer Formel mit sehr guter Genauigkeit angewandt werden. Für die röntgenographisch exaktere Bestimmung der Korngröße sollte man ansonst die Rietfeld Methode verwenden [22].

4.6.1 Auswertung

Mit der Röntgenmethode wurden fünf nanokristalline Proben analysiert. Bei der Gadolinium-Probe, die bei einer Umdrehung bei 500°C verformt wurde, erhält man als Strukturgröße ~6 nm, was darauf schließen lässt, dass sehr kleine Substrukturen vorhanden sind.

Tabelle 4.11: Übersicht der Röntgenauswertung, (1) Kobalt nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur, (2) Gadolinium nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur, (3) Gadolinium nach einer Umdrehung bei 500°C, (4) Titan nach einer Umdrehung bei 500°C und Abkühlung auf 300°C bei weiterer Verformung, (5) Titan nach einer Umdrehung bei 500°C und Abkühlung auf Raumtemperatur bei weiterer Verformung

Probe	2θ	θ	θ	Integral area	Intensity	Integral breadth	Integral breadth	FWHM	FWHM	Grain size
	°	°	rad	cps°	cps	°	rad	°	rad	nm
(1)	44,63	22,31	0,39	169,36	44,62	3,79	0,06	0,46	0,00811	25,48
(2)	28,45	14,22	0,24	19,26	25,14	0,76	0,01	0,52	0,00901	21,8
(3)	28,58	14,29	0,24	30,49	11,17	2,73	0,04	1,93	0,03366	5,85
(4)	40,13	20,07	0,35	44,98	31,59	1,42	0,02	0,43	0,01	27,22
(5)	38,94	19,47	0,34	76,49	54,48	1,40	0,02	0,56	0,01	20,80

5. Diskussion

In Kapitel 4 wurden die Ergebnisse der Untersuchungen für Kobalt, Gadolinium und Titan dargestellt. Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse miteinander verglichen und Auffälligkeiten diskutiert.

Wie schon in Kapitel 2 erwähnt, sind hexagonale Metalle im Vergleich zu den kubischen Metallen schwieriger zu verformen. Daraus resultierte bei der Hochverformung eine Abweichung des Torsionsmoments bei Kobalt und Gadolinium, bei Titan war nur eine kleine Abweichung festzustellen. Ebenso gab es Probleme, Kobalt und Titan im verformten Zustand mittels der EBSD-Methode zu analysieren. Um Gadolinium im REM abzubilden, wären aufwendige Präparationsmethoden notwendig, die im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt wurden. Einige Vorversuche wurden zwar unternommen, jedoch ohne großen Erfolg.

5.1 Vergleich der Momentenkurven, der Härte und der Zugversuche

Bei allen drei Materialien wurde bei tiefen Temperaturen (flüssiges Stickstoffbad) die höchste Verfestigung ermittelt, bei hohen Temperaturen (300°C) lag der Wert des Moments deutlich niedriger. Der starke Anstieg des Moments bei tiefen Temperaturen ist möglicherweise auf den Verfestigungsmechanismus der Kaltverfestigung zurückzuführen. Dabei ist die Änderung der Fließspannung proportional zu $\sqrt{\rho}$, wobei ρ die Versetzungsdichte ist. Mit steigender Verformung werden immer mehr Versetzungen gebildet, wodurch die Fließspannung steigt. Bei tiefen Temperaturen sind die Versetzungen an ihre Gleitebene gebunden, bei höheren Temperaturen können sie diese aufgrund thermisch aktivierter Prozesse verlassen.

Kobalt zeigt beim Verlauf des Moments bei den gemessenen Temperaturen einen deutlichen Unterschied zu kubischen Metallen (Anhang, Abb. 7.1). Das Moment steigt stark an und nach dem Erreichen eines Maximalwerts sinkt es rasch und pendelt sich dann auf einen annähernd konstanten Wert ein. Vor allem bei tiefen Temperaturen ist dieser Abfall sehr ausgeprägt. Bei höheren Temperaturen ist dieses Verhalten zwar auch noch zu beobachten, jedoch ist der Kurvenverlauf abgeflachter. Gadolinium zeigt bei hohen Temperaturen einen Abfall des Moments, allerdings ist

dieser nicht so markant wie bei Kobalt. Bei Raumtemperatur sind ebenso ein geringer Abfall und ein anschließender Entsättigungsbereich erkennbar, bei -196°C zeigt Gadolinium einen klassischen Verlauf der Momentenkurve (Anhang, Abb. 7.2). In der Härte spiegeln sich dieser Abfall und der darauf folgende, so genannte Entsättigungsbereich durch ziemlich konstante Härtewerte wider. Deswegen wurde bei Kobalt die Torsion bei zwei Temperaturen (Raumtemperatur und 300°C) kurz nach Erreichen des Maximalwerts ($\alpha \sim 10^{\circ}$) gestoppt um anschließend die Härte über den Radius zu ermitteln (Abb. 5.1). Daraus ist ein deutlicher Anstieg der Härte zu erkennen, wobei die Härte am Rand wieder sinkt. Dieses Verhalten ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, dass es zu der oben genannten Entfestigung kommt.

Für Gadolinium wurde bei Raumtemperatur ebenfalls die Torsion kurz nach dem Abfall des Moments gestoppt, um die Härte zu messen. Es konnte das gleiche Verhalten wie für Kobalt festgestellt werden, da die Härte am Rand wieder abnimmt (Anhang, Abb. 7.11)

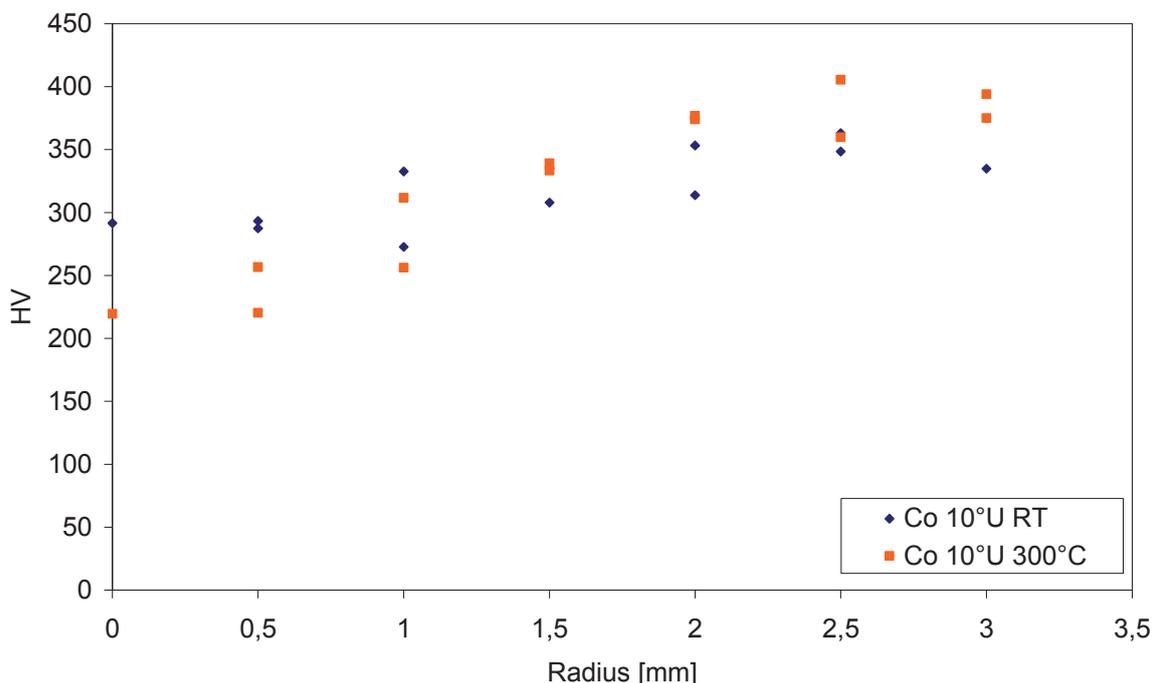


Abbildung 5.1: Mikrohärtemessung von Kobalt entlang des Radius nach einer Verformung von $\sim 10^{\circ}$ bei Raumtemperatur und 300°C

Bei Kobalt wurde ein ausgeprägtes inhomogenes Verformungsverhalten über die Höhe der Probe festgestellt (Kap. 4, Abb. 4.14), welches vermutlich auf die

beobachtete Entfestigung zurückzuführen ist. Diese Inhomogenität wirkte sich ebenfalls auf die Mikrohärtigkeit aus, welche über die Höhe der Probe gemessen wurde, auch die oft großen Streuungen lassen sich daraus erklären. Um diese Annahme zu untermauern wurden von der Probe, die bei 500°C und einer Umdrehung verformt wurde, Eindrücke im Randbereich (nicht sehr stark verformt) und in der Mitte (verformter Bereich) der Probe vermessen (Abb. 5.2). Im hochverformten Bereich lag die Härte bei 3580 MPa, im geringer verformten Randbereich bei 3913 MPa. Dasselbe wurde bei einer Probe, die auf 6 mm Durchmesser abgedreht und mit einem darüberliegenden Reineisenring bei 650°C bis zu einer Umdrehung und weiterer Verformung während des Abkühlens auf Raumtemperatur, durchgeführt. Dabei lag die Härte im Randbereich bei 4256 MPa und in der Mitte der Probe bei 3501 MPa, wodurch angenommen werden kann, dass die Inhomogenität der Verformung durch den Eisenring nicht ganz aufgehoben wurde.

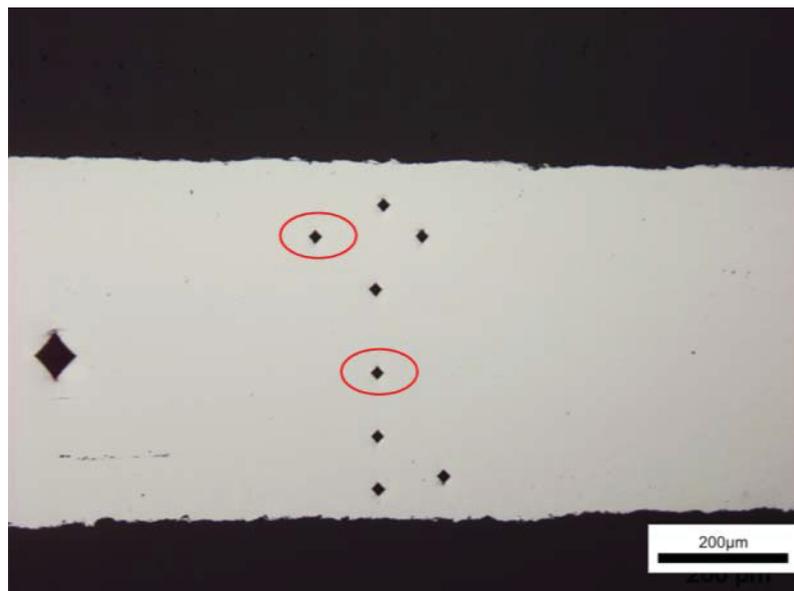


Abbildung 5.2: Übersicht der Härtemessung über die Höhe der Probe; Kobalt, verformt bei 500°C und einer Umdrehung; die rot eingekreisten Härteeindrücke wurden für die Auswertung herangezogen

Für Titan wurde zum Vergleich ebenfalls eine Härtemessung über die Höhe der Probe, verformt bei 300°C und einer Umdrehung, durchgeführt, wobei die Härte konstant blieb bei ca. 4295 MPa. Der Grund dafür liegt einerseits darin, dass sich Titan über die Höhe homogen verformt und andererseits bei allen Temperaturen einen klassischen Kurvenverlauf aufzeigt (Anhang, Abb. 7.3).

In der Mitte der Probe sollte, wie schon erwähnt, die Verformung gegen null gehen. Der Härtewert in der Nähe der Mitte ist aber höher als der des rekristallisierten, unverformten Zustands. Das ist darauf zurückzuführen, dass bei der Härtemessung nicht genau die Mitte getroffen wird und man ein Zehntel Millimeter daneben schon eine beachtliche Scherverformung hat. Andererseits wird die Probe bei den HPT-Versuchen gestaucht, wodurch auch in der Mitte eine Stauchverformung auftritt.

Die Zugversuche zeigen, dass Kobalt nach der Hochverformung ein eher sprödes Verhalten aufweist.

Titan bei tiefen Temperaturen hochverformt zeigte meistens ebenfalls ein sprödes Verhalten nach der Hochverformung. Nur die Probe, die bei 500°C verformt wurde, zeigte einen Cup-and-Cone Bruch, der typisch ist für duktilen Werkstoffversagen.

Gadolinium ist trotz Hochverformung das Verhalten sehr duktil und weist einen duktilen Wabenbruch auf.

Warum nun Kobalt und Titan bei niedrigen Temperaturen ein sprödes Bruchverhalten zeigen ist nicht klar. Die Bruchflächen zeigen ein mikroduktilen Verhalten, obwohl das makro-Verhalten spröde ist. Es scheint, dass diese Mikrostrukturen zu einer sehr starken Lokalisierung der Verformung neigen, die dann schließlich zu diesem makroskopisch spröden Verhalten führen.

5.2 Mikrostruktur

Detailliertere Aussagen über die Mikrostruktur können nur bei Kobalt und Titan gemacht werden, da von Gadolinium keine REM-Aufnahmen, die die Mikrostruktur zeigen, gemacht werden konnten.

Bei Kobalt und Titan wurde bei Verformung bei Raumtemperatur im Randbereich eine Korngröße von einigen 10 Nanometern erreicht (Abb. 5.3). Bei höheren Temperaturen war die Struktur etwas gröber (Abb. 5.4). Kobalt hatte bei tiefen Temperaturen einige Verformungszwillinge, bei hohen Temperaturen Rekristallisationszwillinge. Die Zwillingsbildung ist auf die niedrige Stapelfehlerenergie zurückzuführen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde bei Titan keine Zwillingsbildung festgestellt, in der Literatur wird öfters darüber berichtet [23].

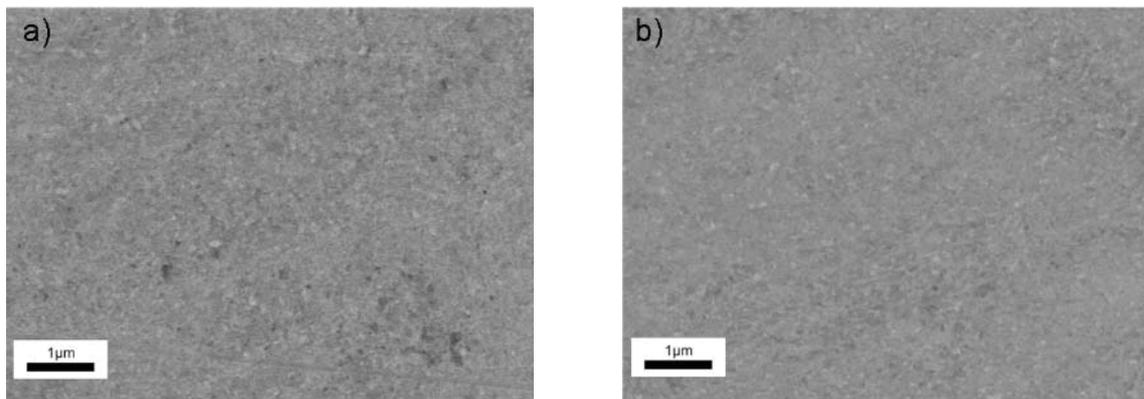


Abbildung 5.3: Vergleich von a) Kobalt und b) Titan im Randbereich nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur

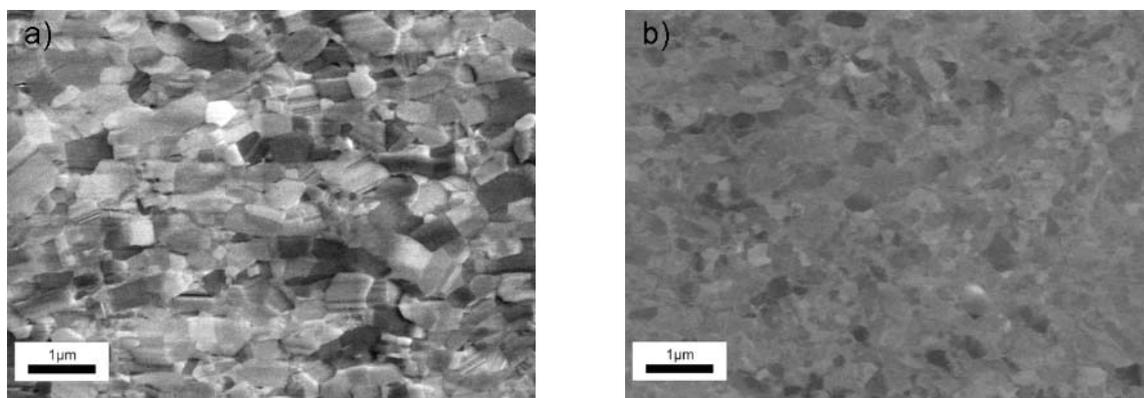


Abbildung 5.4: Vergleich von a) Kobalt und b) Titan im Randbereich nach einer Umdrehung bei 500°C

Ein großes Rätsel ergibt sich beim Vergleich der Festigkeit (Härte oder Bruchspannung) und der Mikrostruktur. Üblicherweise ist die Festigkeit sehr stark von der Korngröße abhängig, besonders ausgeprägt ist dieser Effekt zwischen 1 µm und 10 nm. Wir beobachteten sehr unterschiedliche Korngrößen zwischen den bei 500°C und Raumtemperatur verformten Kobalt- und Titan-Proben, die Festigkeit wird jedoch kaum beeinflusst. In Kobalt sehen wir sogar einen inversen Korngrößeneffekt. Die Ursachen dafür müssen erst in weiterführenden Untersuchungen geklärt werden.

6. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die Entwicklung der Mikrostruktur, der Härte und der Festigkeitseigenschaften von drei hexagonalen Metallen nach Verformung durch HPT bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht. Als Probenmaterial wurden Kobalt, Gadolinium und Titan verwendet. Die Mikrostruktur wurde im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Für die Festigkeitsmessungen wurden Zugproben hergestellt und mittels des Zugmoduls von Kammrath&Weiss die Zugversuche durchgeführt.

Die Verläufe der Momentenkurve von Kobalt und Gadolinium weichen von dem klassischen Verhalten der kfz-Metalle ab, dagegen zeigt Titan einen annähernd klassischen Verlauf. Das inhomogene Verformungsverhalten von Kobalt ist vermutlich auf dieses ungewöhnliche Verhalten zurückzuführen.

Verformung bei Raumtemperatur von Kobalt und Titan führte zu einer Strukturgröße im Nanometerbereich, bei höheren Temperaturen wurde eine gröbere Strukturgröße eingestellt. Für Gadolinium kann keine Aussage über die Mikrostruktur gemacht werden, da es nicht möglich war, dieses Metall für Untersuchungen am REM aufgrund der sich rasch bildenden Oxidschicht metallografisch zu präparieren.

Durch die Verformung konnte eine Steigerung der Härte erzielt werden, jedoch nahm bei den meisten Proben die Duktilität ab.

Kobalt zeigte bei den Zugversuchen der verformten Proben ein sehr sprödes Verhalten, hingegen zeigte Gadolinium in jedem Zustand ein sehr duktileres Verhalten. Titan zeigte bei hoher Verformungstemperatur ebenfalls eine ausgeprägte makroplastische Verformung, bei tieferen Verformungstemperaturen sind die Proben spröde und nicht in der Mitte der Probe gebrochen.

Bei den hexagonalen Metallen sind in Bezug auf die Verformung noch sehr viele Fragen offen. Der Verlauf der Momentenkurve von Kobalt mit dem markanten Abfall muss noch genauer untersucht werden, um zu verstehen, welche Vorgänge dabei ablaufen.

7. Anhang

7.1 Momentenkurven

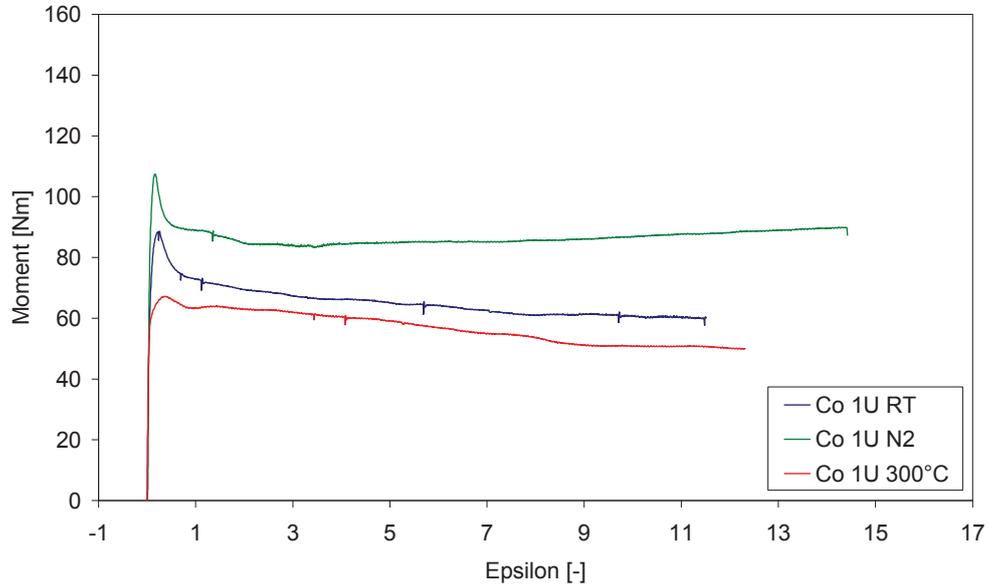


Abbildung 7.1: Zusammenfassung der Torsionsmomente von Kobalt bei unterschiedlichen Temperaturen; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm

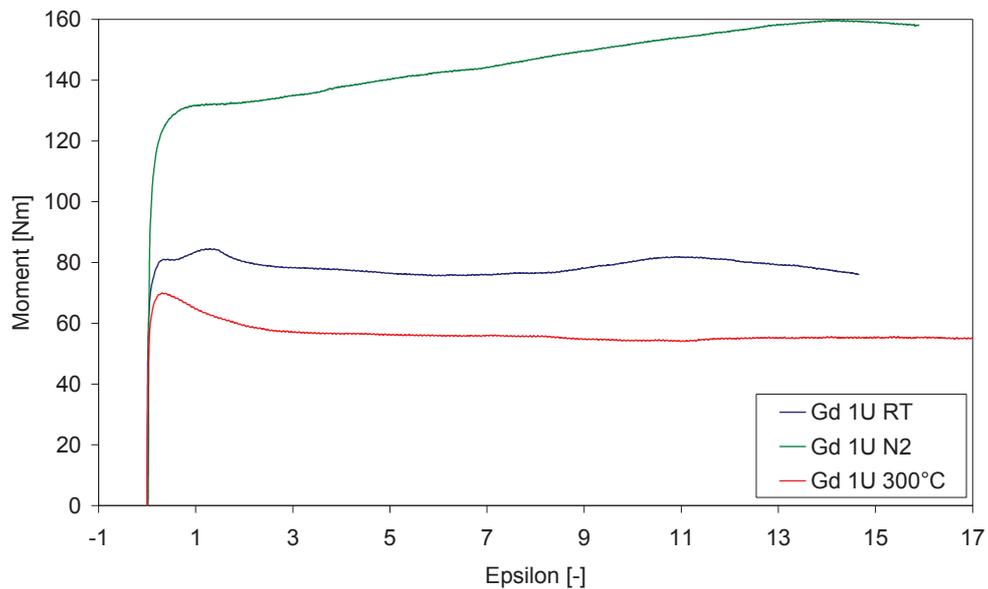


Abbildung 7.2: Zusammenfassung der Torsionsmomente von Gadolinium bei unterschiedlichen Temperaturen; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 4 mm

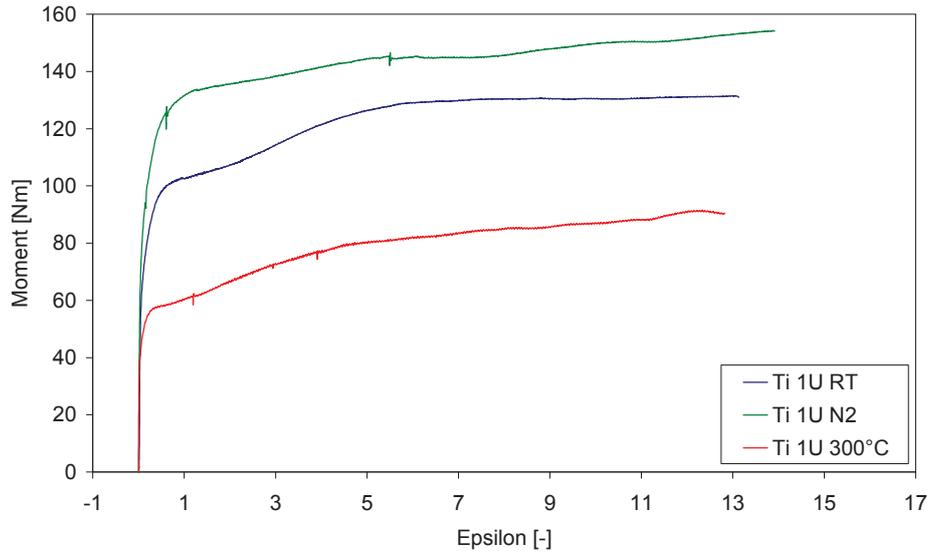


Abbildung 7.3: Zusammenfassung der Torsionsmomente von Titan bei unterschiedlichen Temperaturen; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm

7.2 Härteverläufe

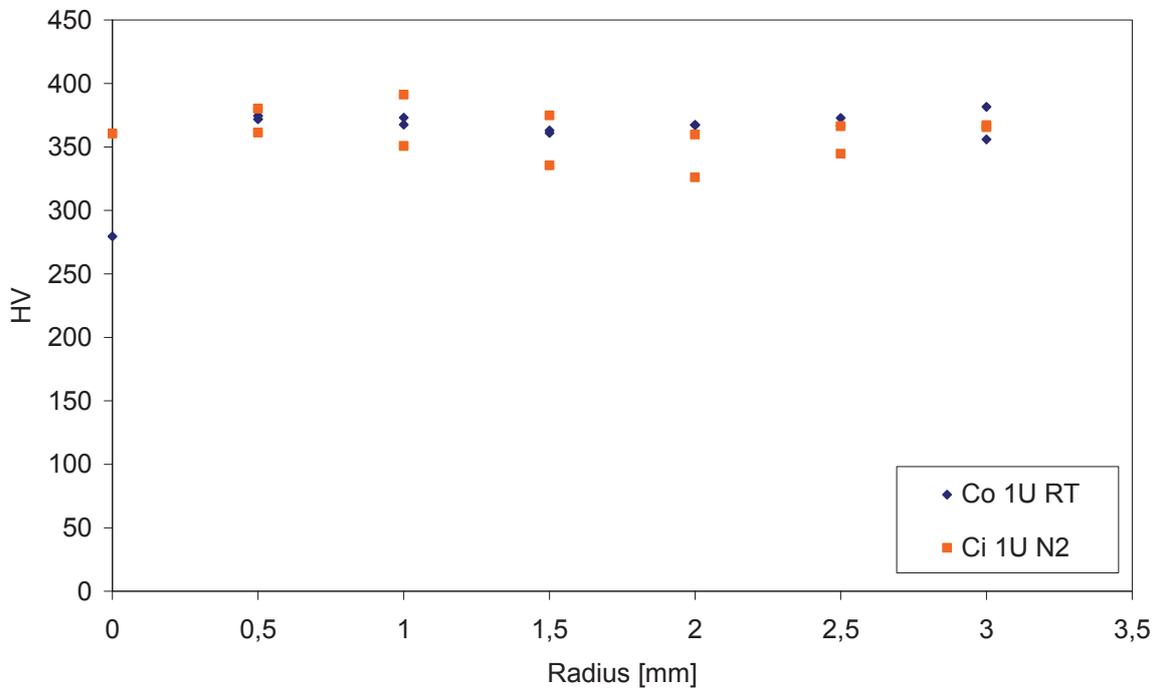


Abbildung 7.4: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Kobalt nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur und unter flüssigem Stickstoffbad

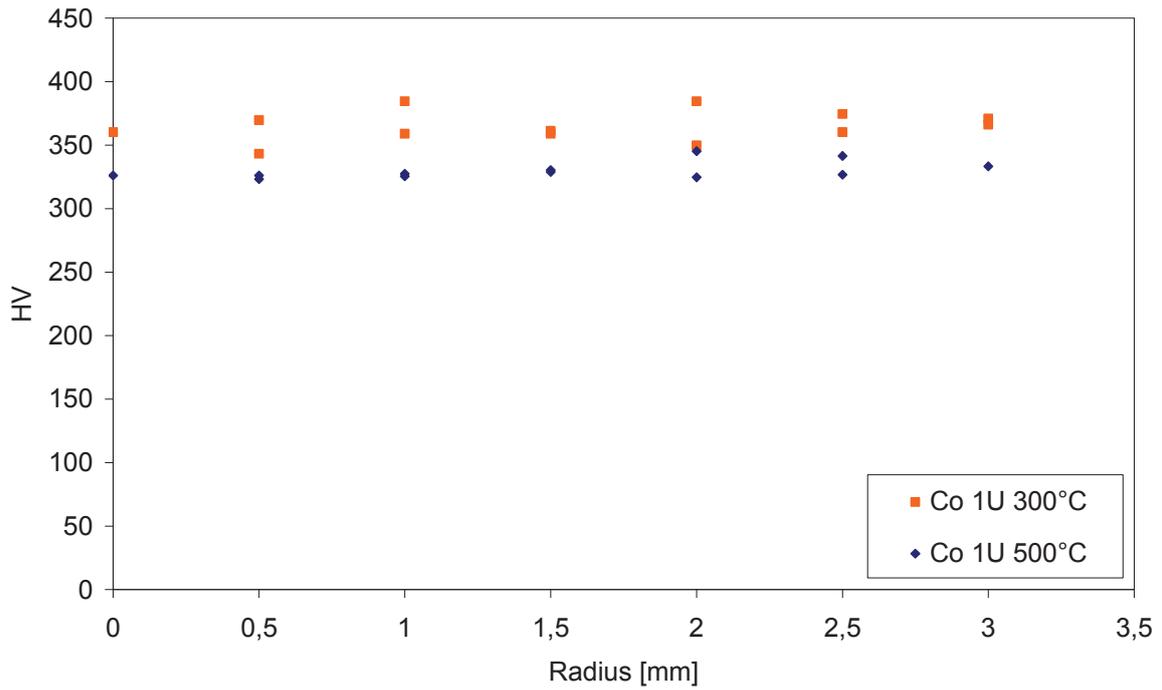


Abbildung 7.5: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Kobalt nach einer Umdrehung bei 300°C und 500°C

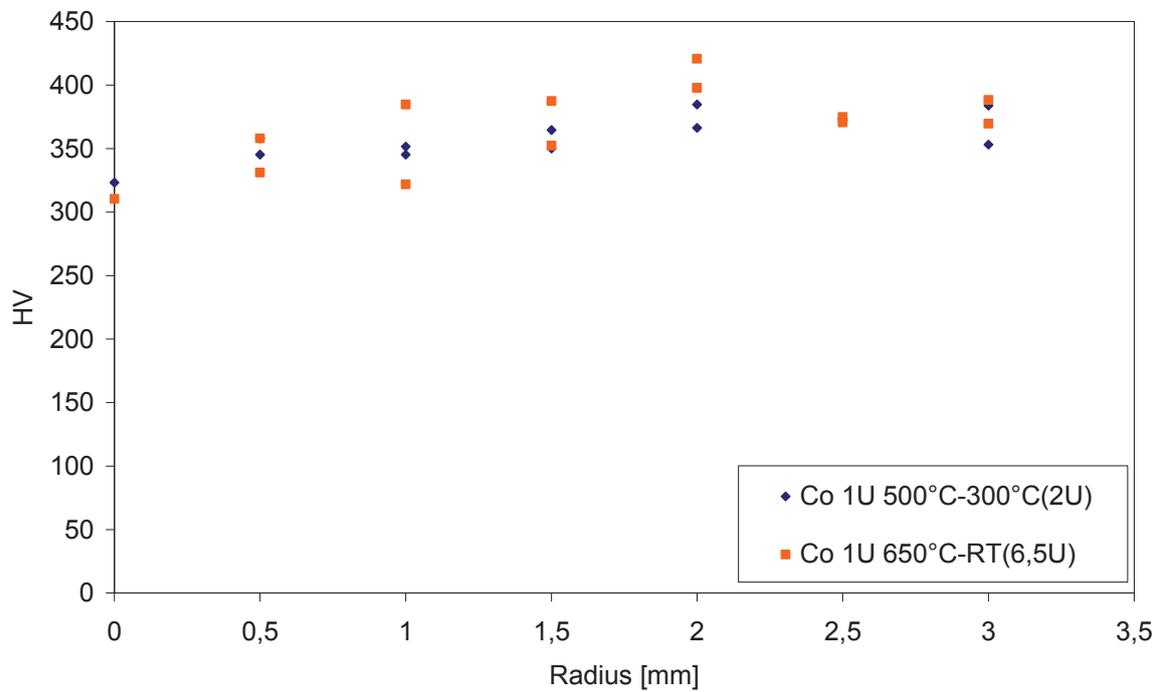


Abbildung 7.6: Vergleich der Mikrohärtigkeit bei Hoher Verformungstemperatur, langsamer Abkühlung und weiterlaufender Verformung

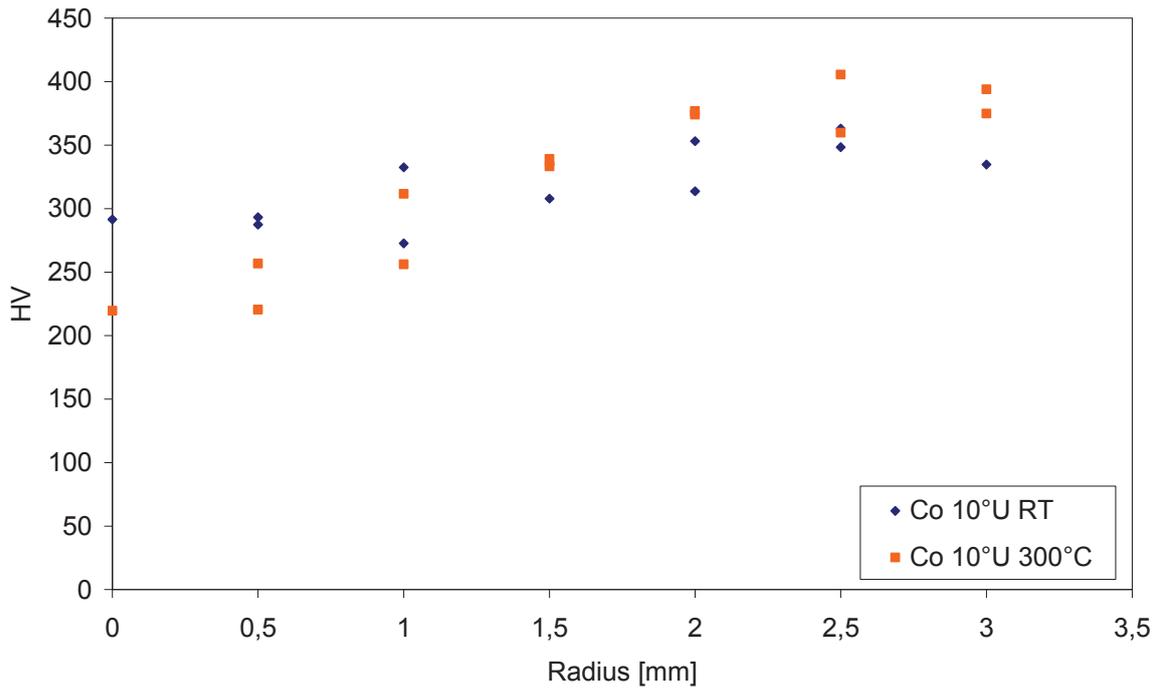


Abbildung 7.7: Verlauf der Mikrohärtigkeit bei einem Umdrehungswinkel von $\sim 10^\circ$ bei Raumtemperatur und 300°C

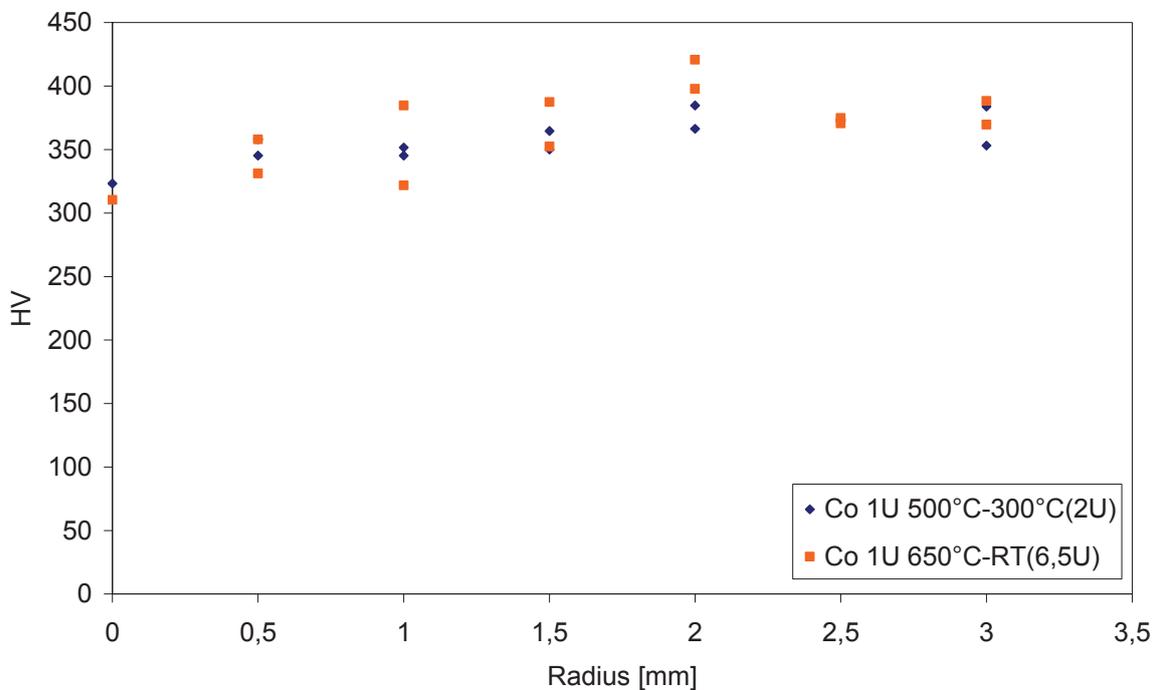


Abbildung 7.8: Verlauf der Mikrohärtigkeit von Kobalt mit einem Durchmesser von 6mm und mit einem Eisenring verformt, nach einer Umdrehung bei 500°C und einer Umdrehung bei 650°C und anschließender Abkühlung und weiterer Verformung auf Raumtemperatur

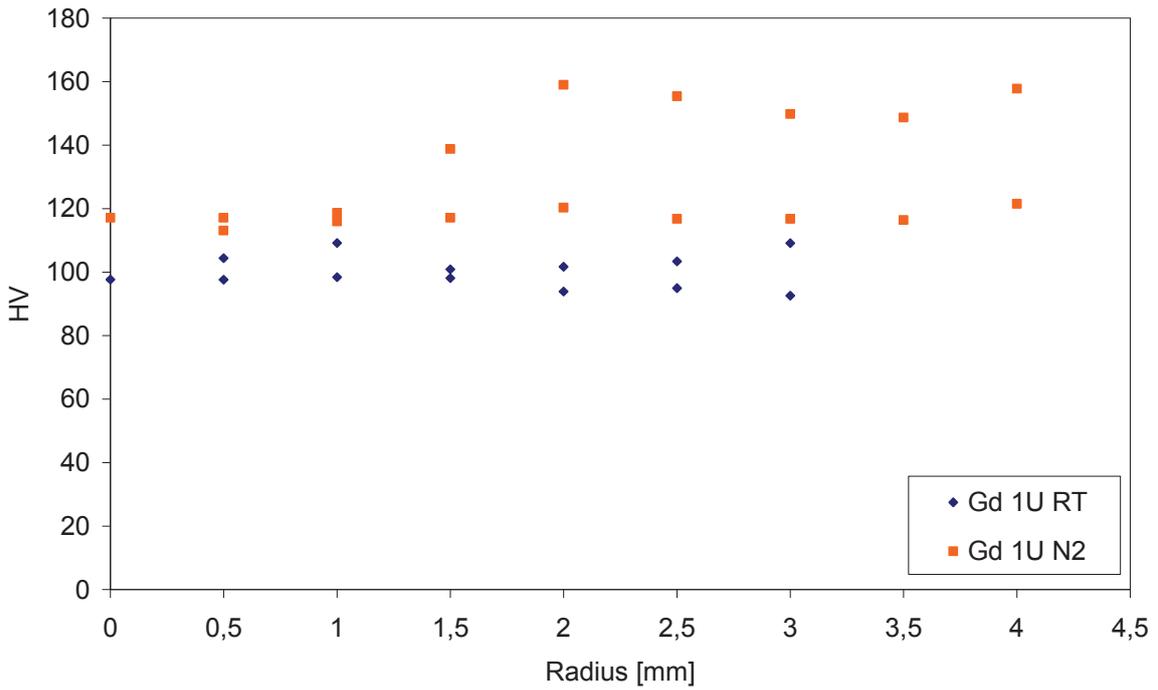


Abbildung 7.9: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Gadolinium nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur und unter flüssigem Stickstoffbad

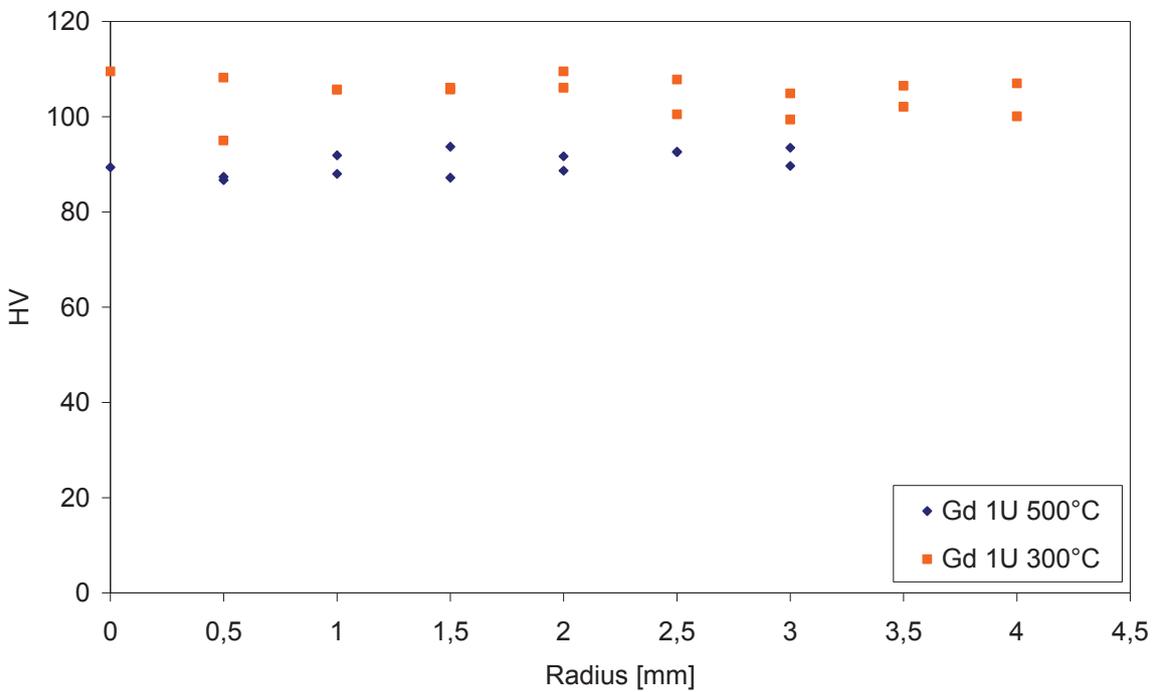


Abbildung 7.10: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 300°C und 500°C

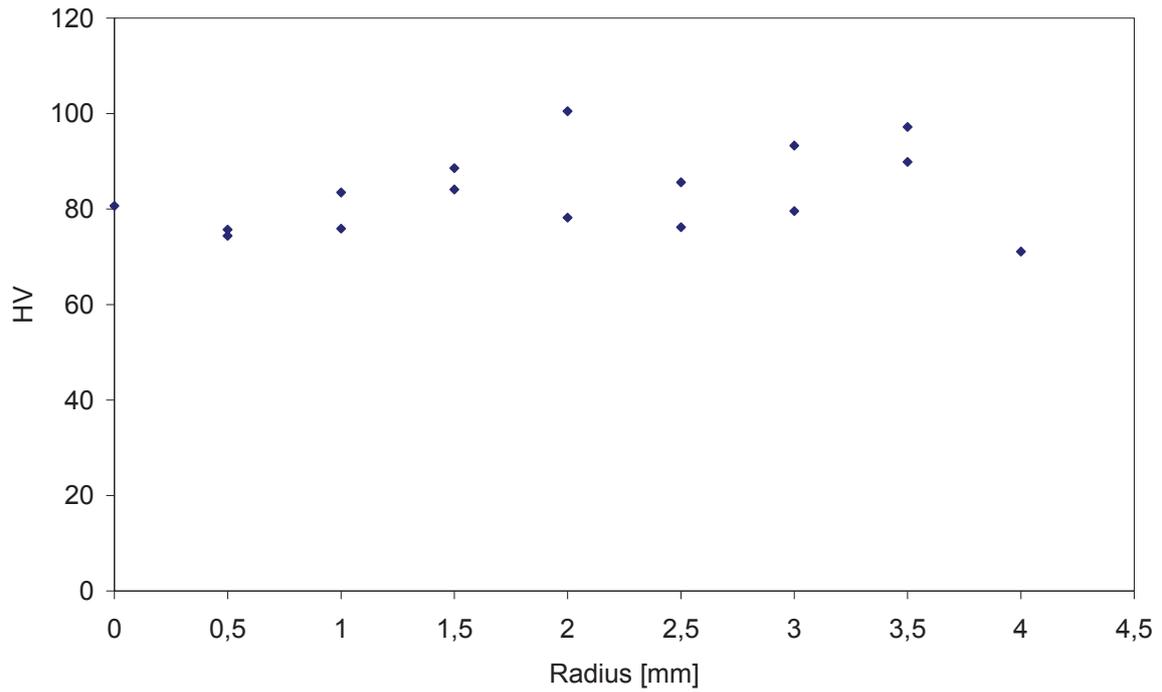


Abbildung 7.11: Härteverlauf von Gadolinium nach $\sim 10^\circ$ Verdrehung bei Raumtemperatur

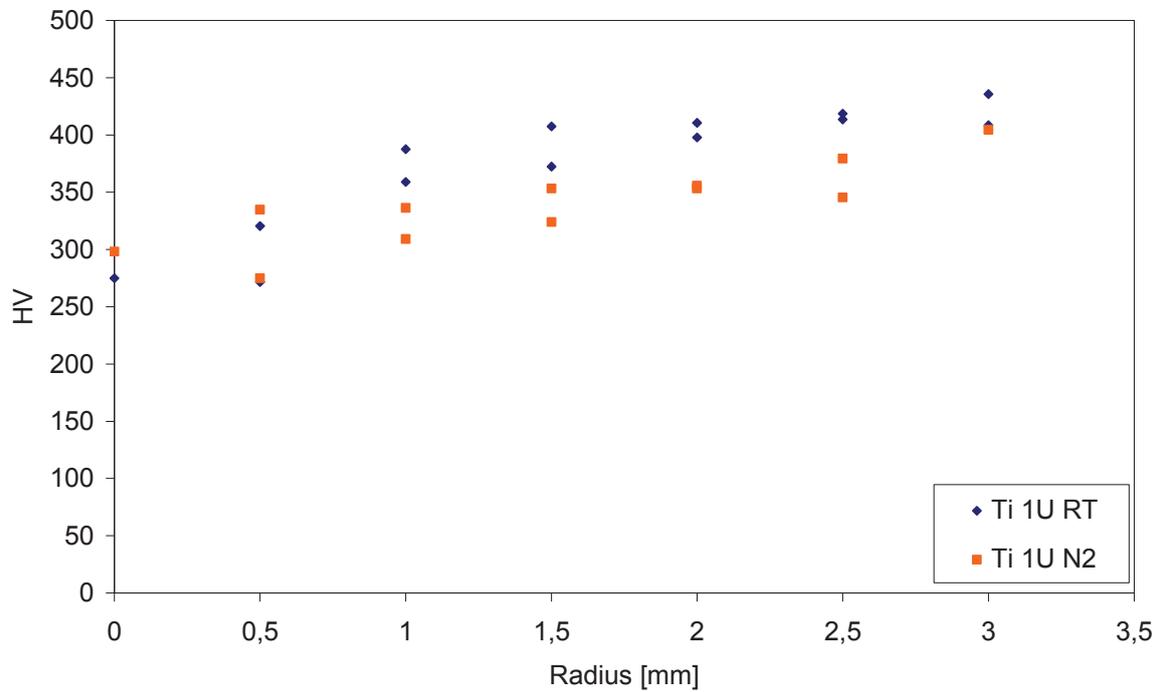


Abbildung 7.12: Härteverlauf von Titan nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur und unter flüssigem Stickstoffbad

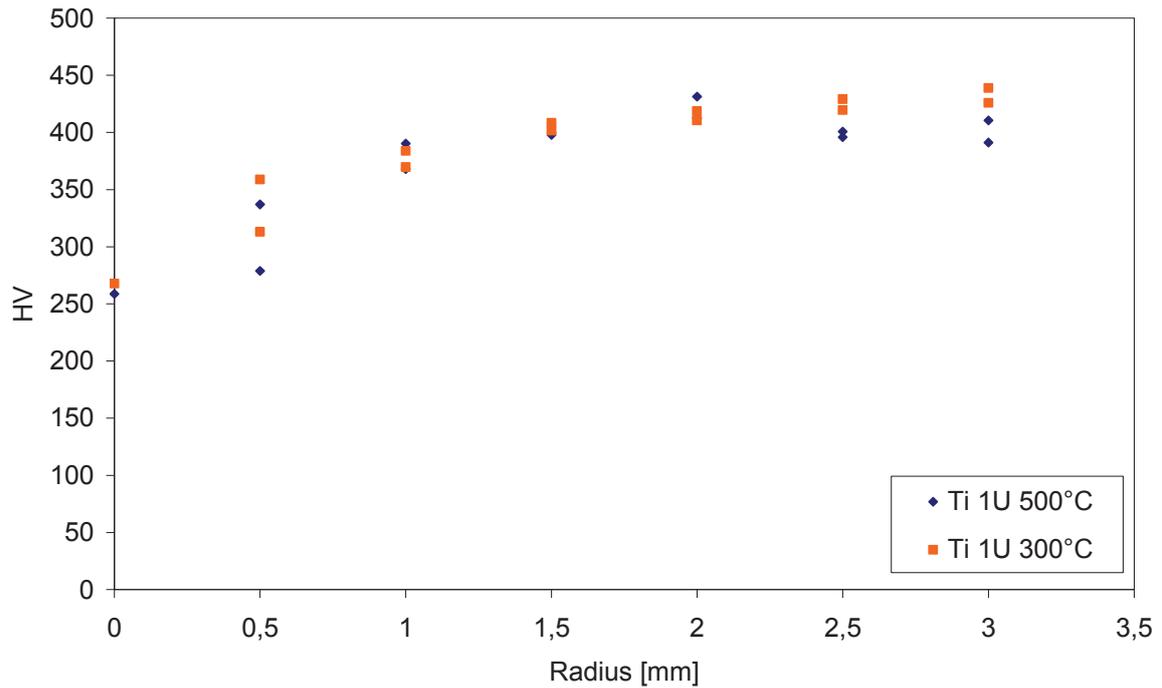


Abbildung 7.13: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Titan nach einer Umdrehung bei 300°C und 500°C

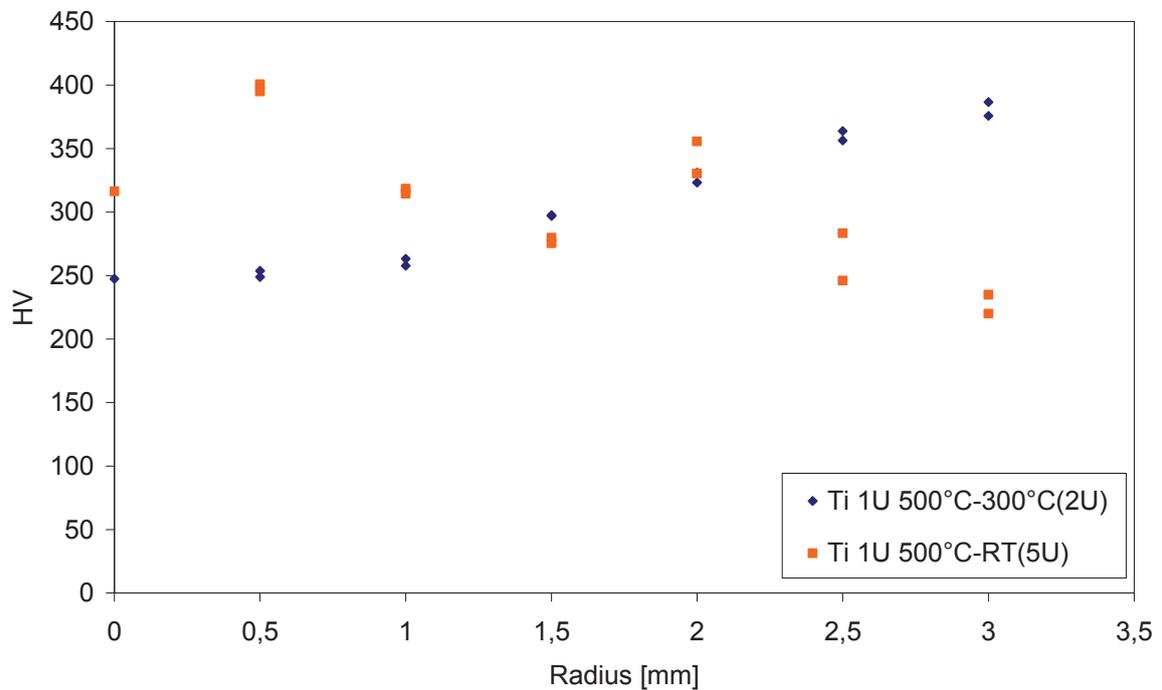


Abbildung 7.14: Vergleich der Härteverläufe von Titan, eine Umdrehung bei 500°C und anschließender Abkühlung auf 300°C bei weiterem Umformen und eine Umdrehung bei 500°C mit anschließender Abkühlung auf Raumtemperatur bei weiterer Verformung

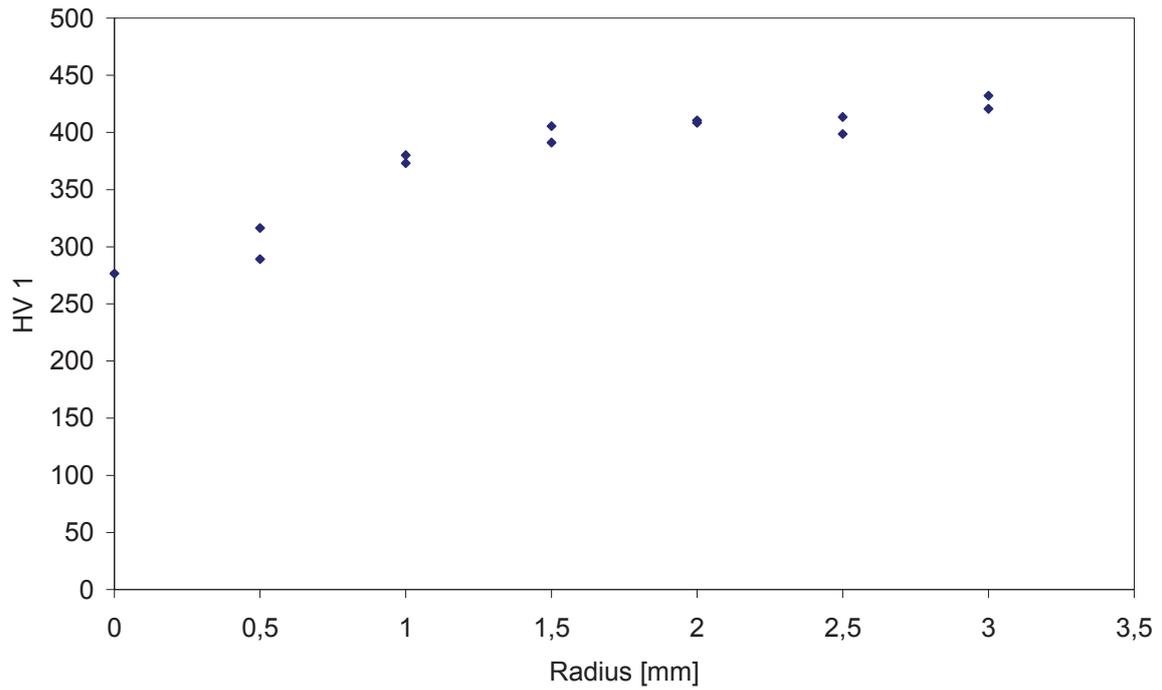


Abbildung 7.15: Härteverlauf von Titan nach drei Umdrehungen bei Raumtemperatur

7.3 Bruchflächenbilder

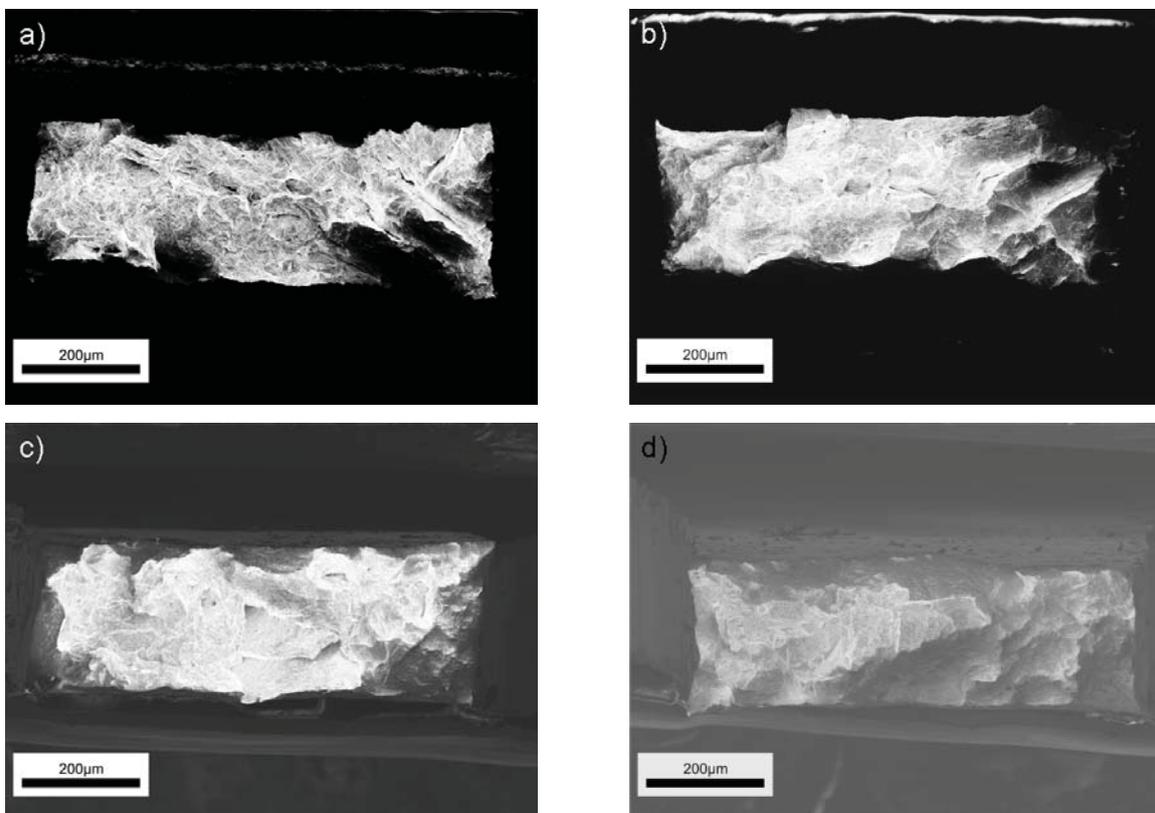


Abbildung 7.16: Bruchflächen von unverformten Kobalt; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

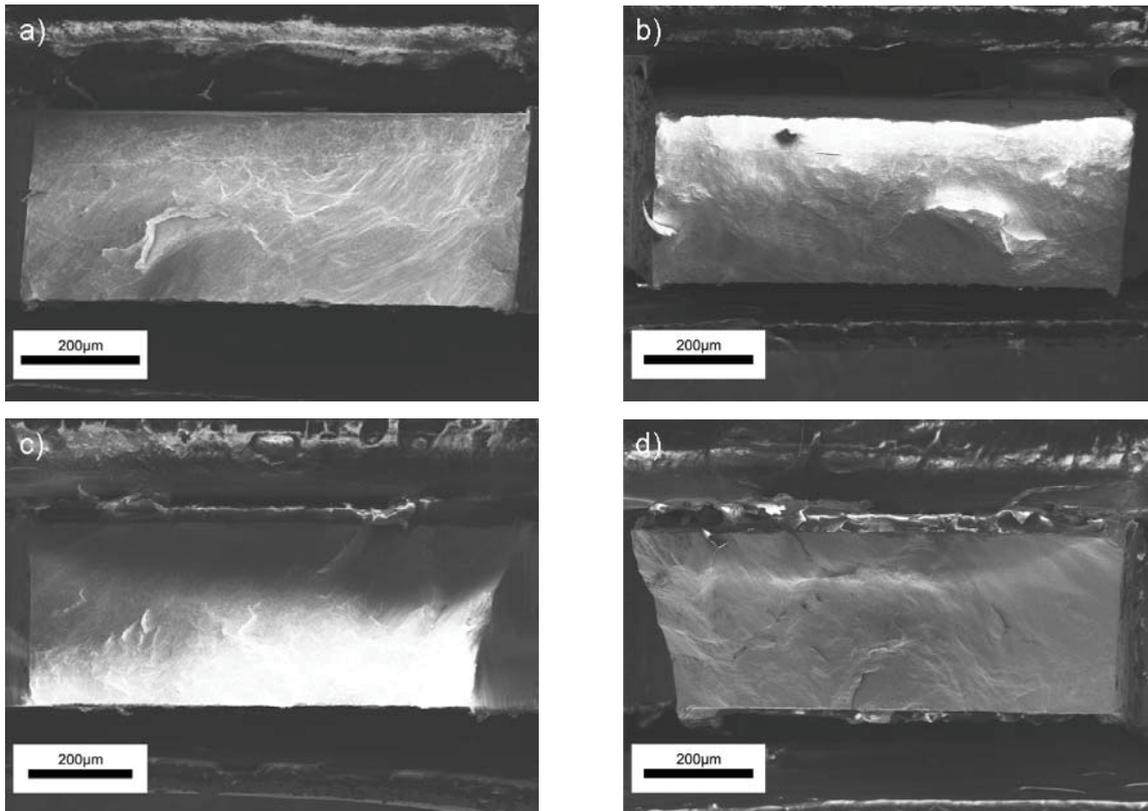


Abbildung 7.17: Bruchflächen von Kobalt nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

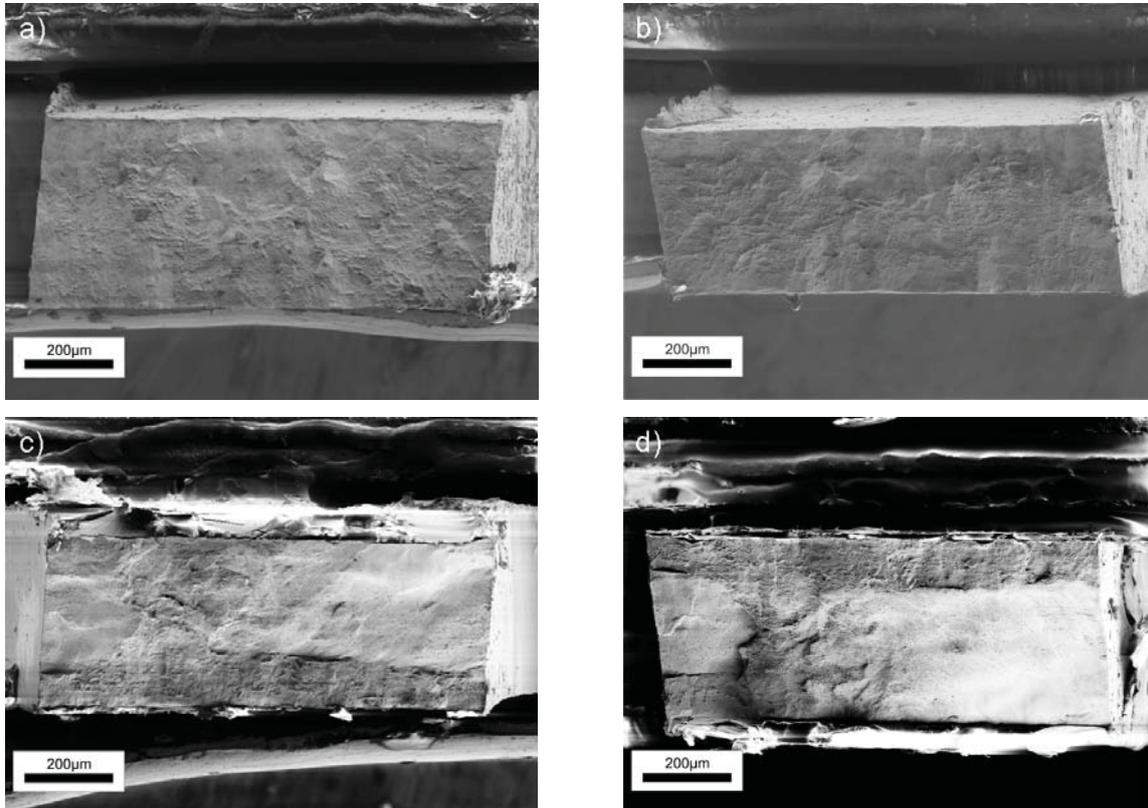


Abbildung 7.18: Bruchflächen von Kobalt nach einer Umdrehung bei 300°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

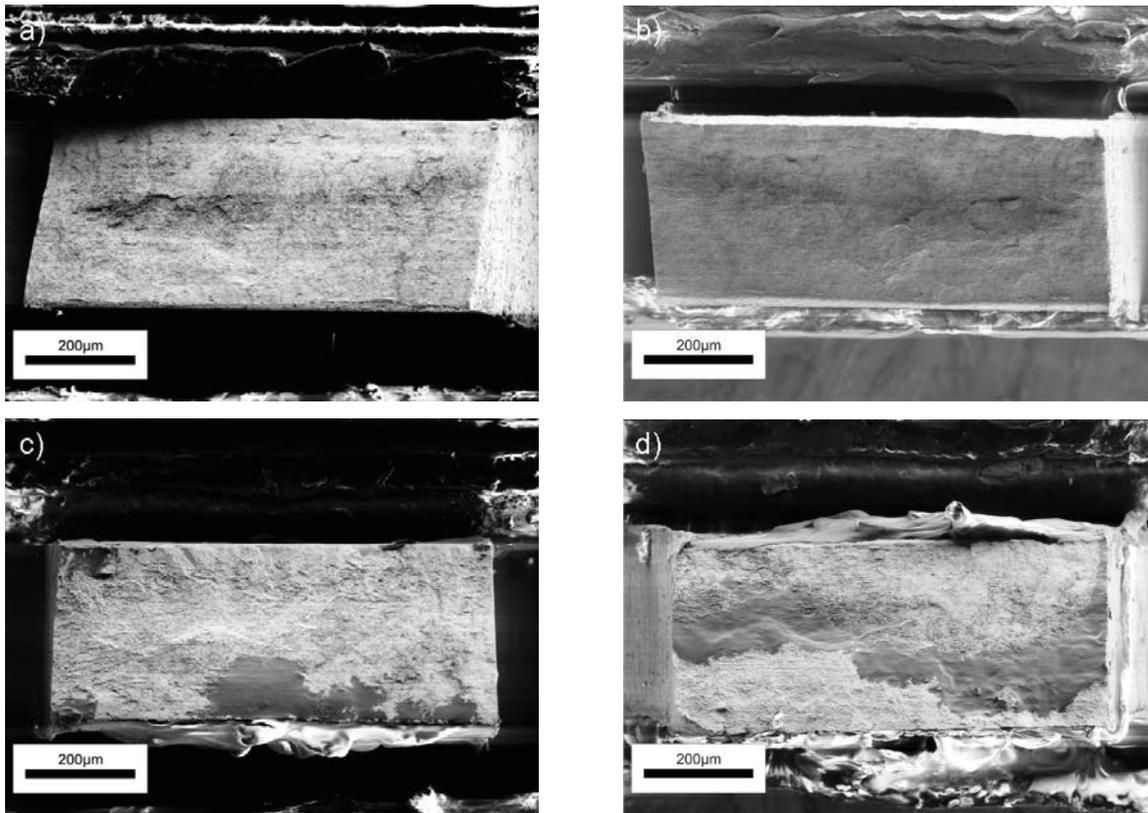


Abbildung 7.19: Bruchflächen von Kobalt nach einer Umdrehung bei 500°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

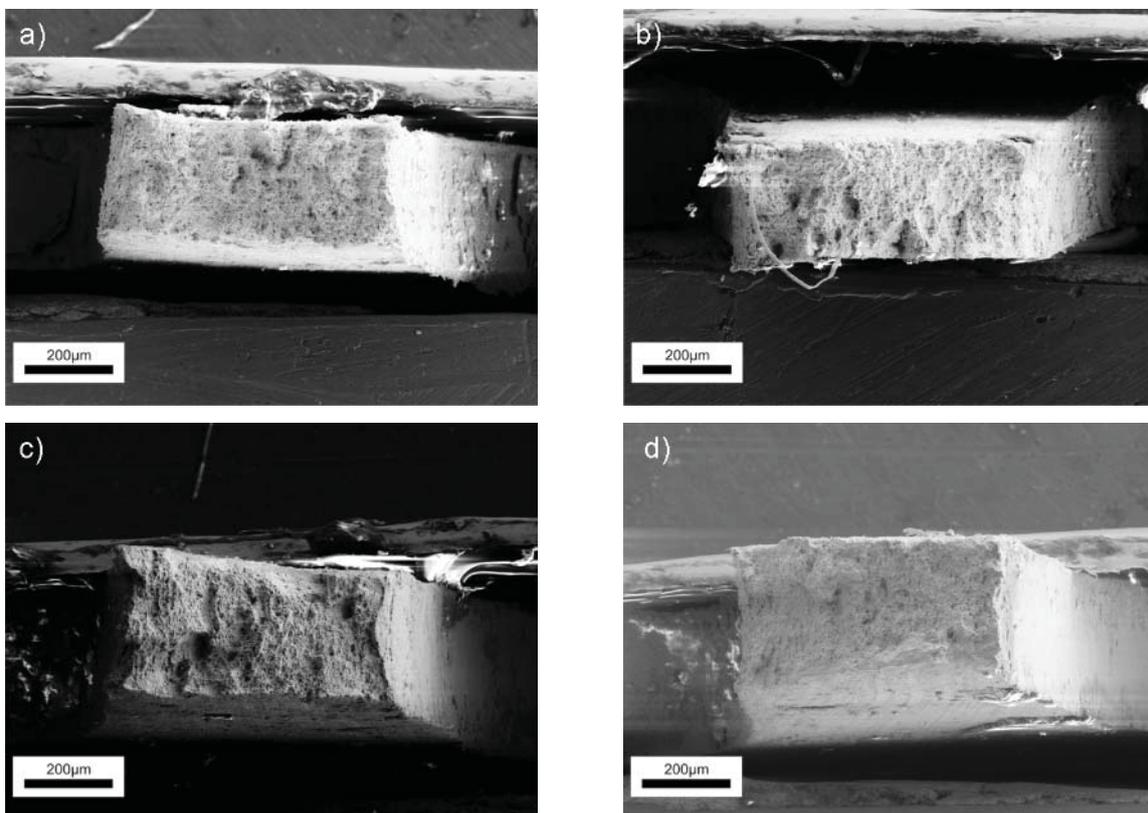


Abbildung 7.20: Bruchflächen von unverformten Gadolinium; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

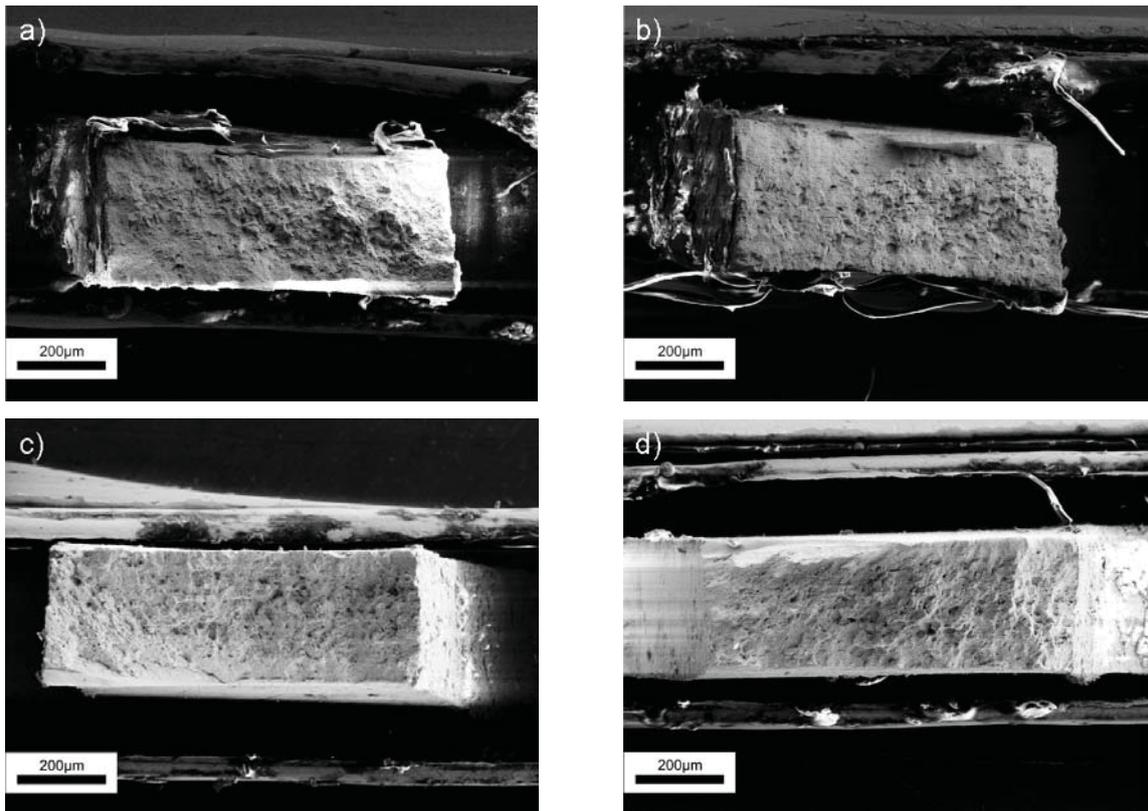


Abbildung 7.21: Bruchflächen von Gadolinium nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

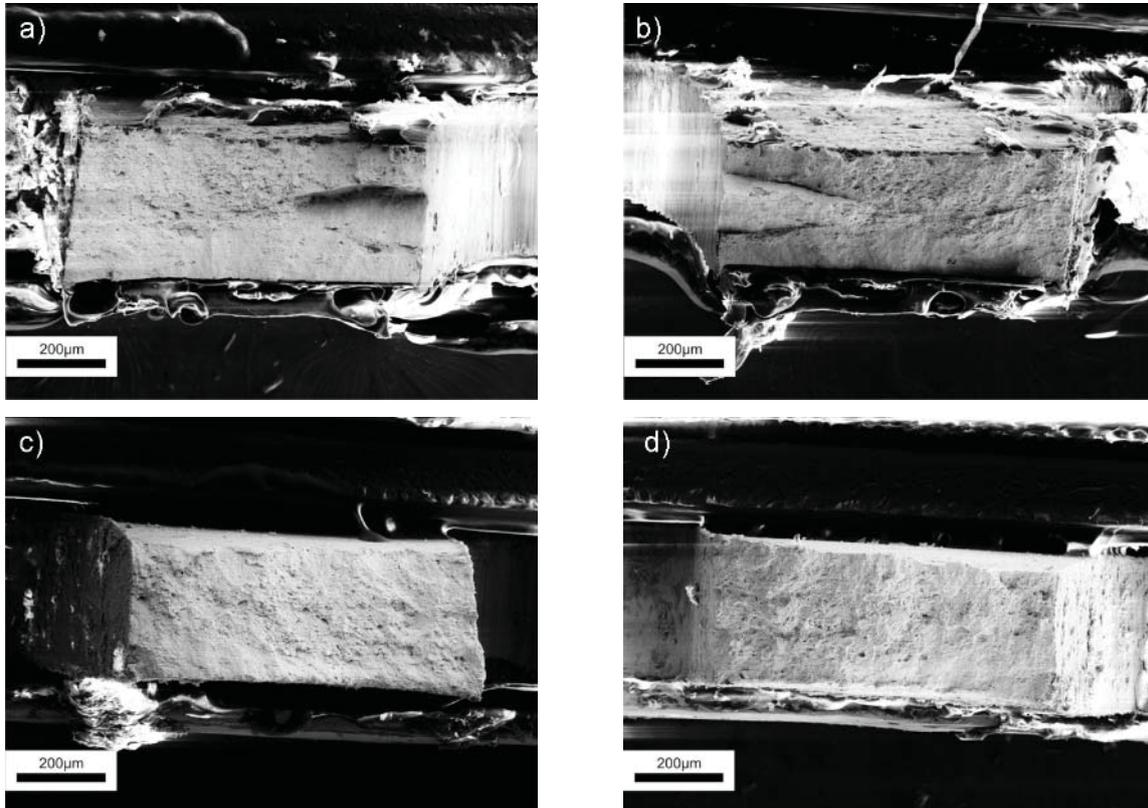


Abbildung 7.22: Bruchflächen von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 300°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

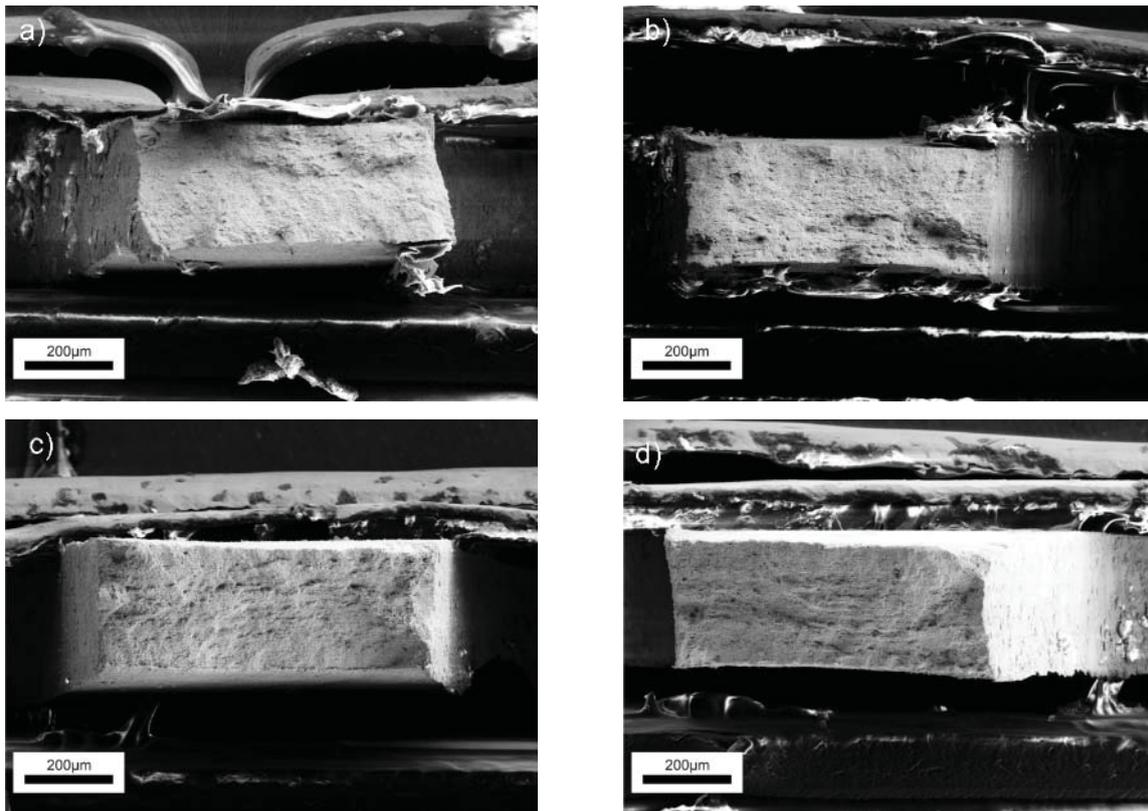


Abbildung 7.23: Bruchflächen von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 500°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

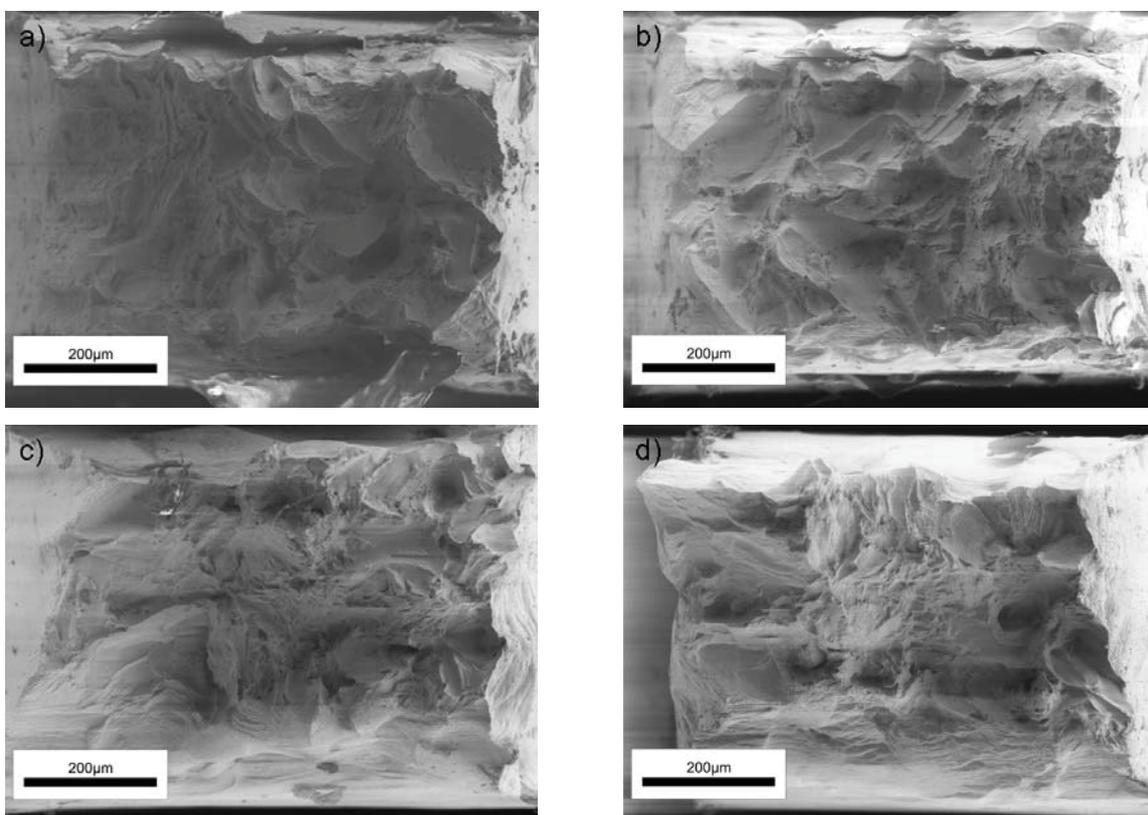


Abbildung 7.24: Bruchflächen von unverformten Titan; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

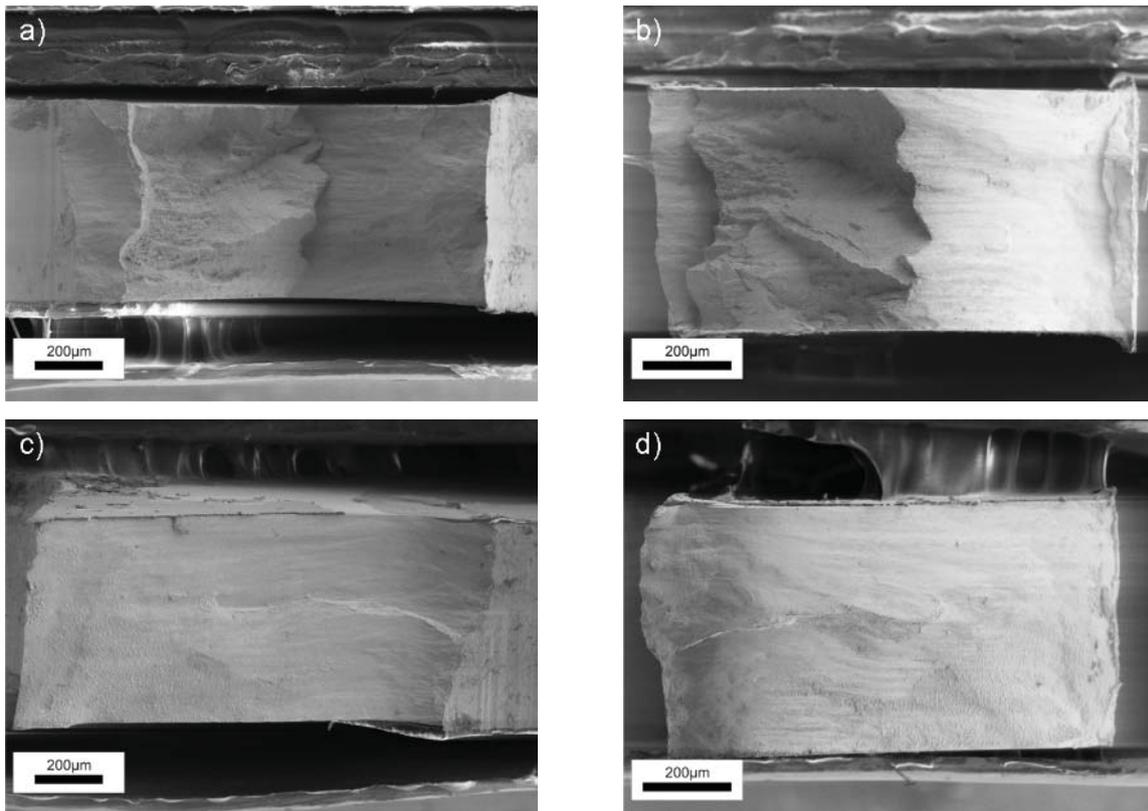


Abbildung 7.25: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

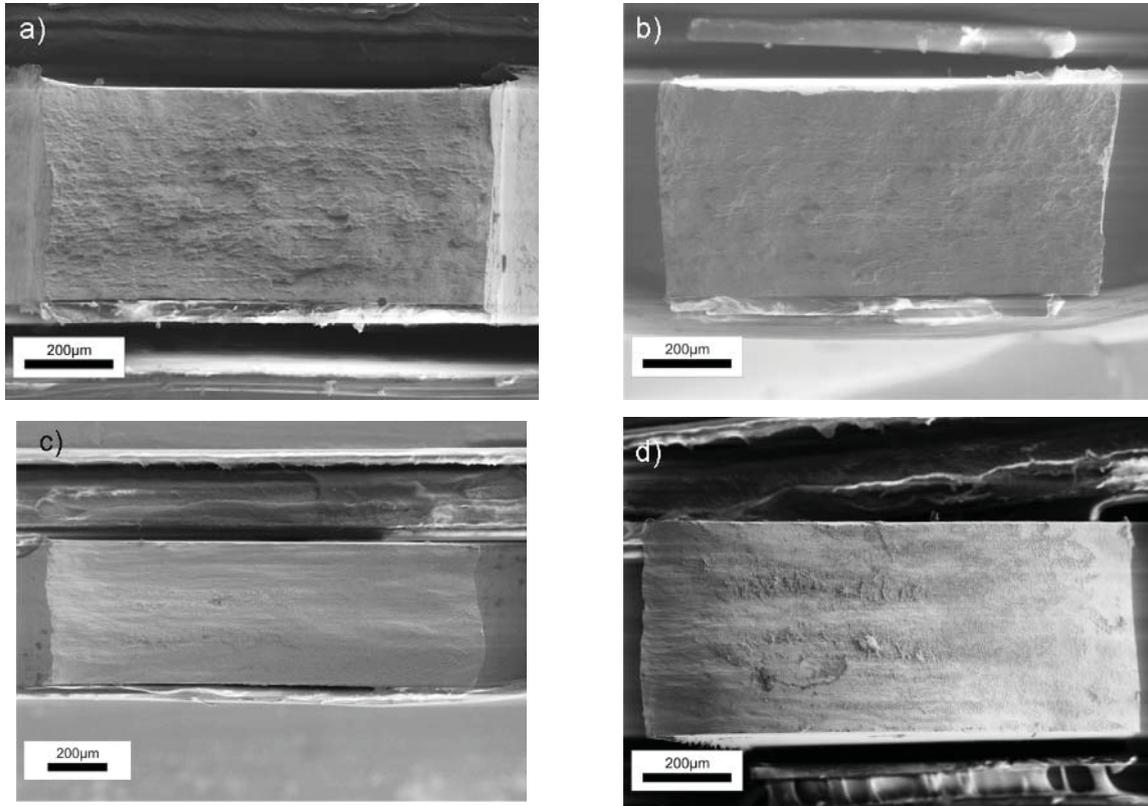


Abbildung 7.26: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei 300°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

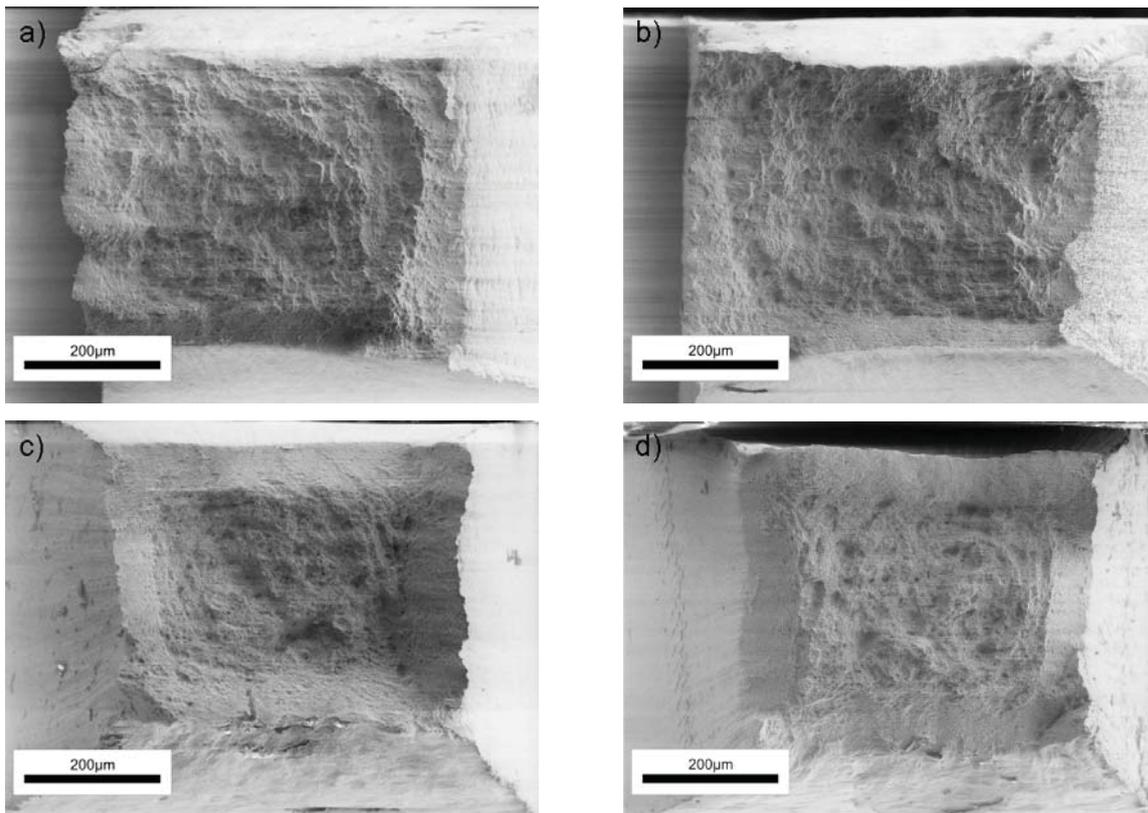


Abbildung 7.27: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei 500°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2

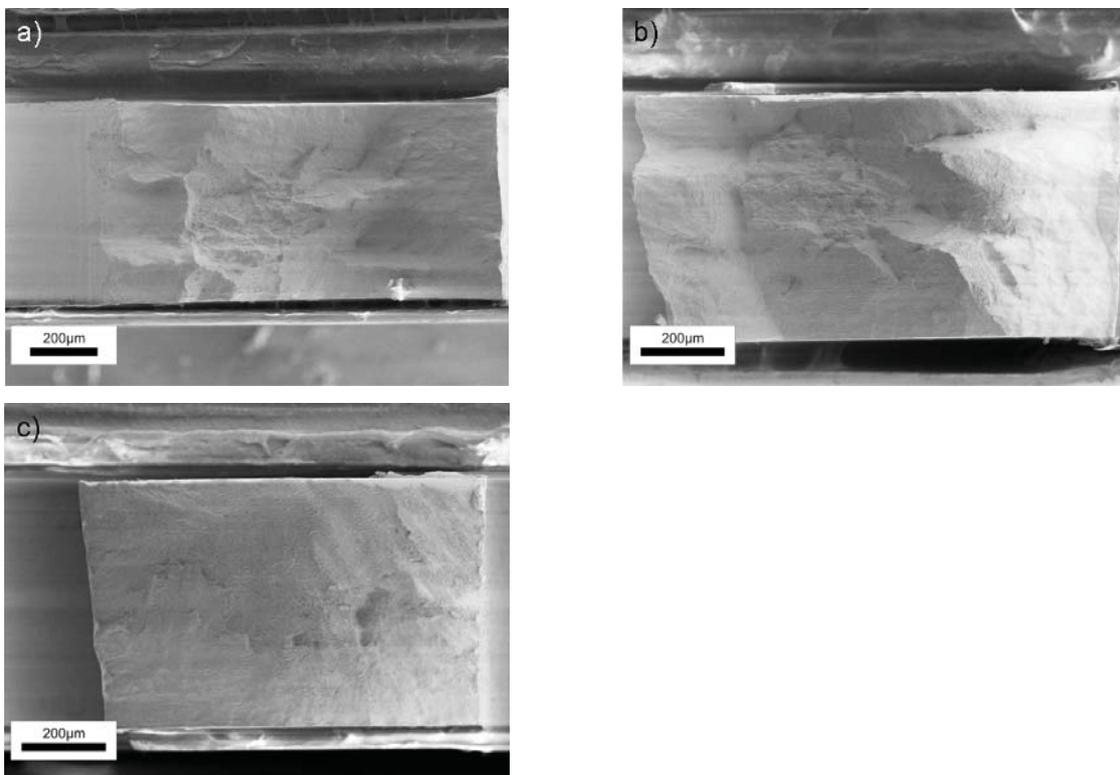


Abbildung 7.28: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei 500°C und anschließendem Abkühlen auf Raumtemperatur bei fortlaufender Verformung (5 Umdrehungen); a) und b) Probe 1; c) Probe 2, die zweite Hälfte ging verloren

7.4 Zugproben Seitenansicht



Abbildung 7.29: Seitenansicht der Zugproben von Kobalt



Abbildung 7.30: Seitenansicht der Zugproben von Gadolinium



Abbildung 7.31: Seitenansicht der Zugproben von Titan

8. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: a) Die dick gezeichneten Linien stellen die Einheitszelle dar	3
Abbildung 2.2: Unterschied der Stapelfolge im kubisch flächenzentrierten und im hexagonalen Gitter	4
Abbildung 2.3: Winkelbeziehungen zwischen Zugrichtung, Gleitrichtung und Gleitebenennormale	7
Abbildung 2.4: a) idealisierter Versuchsaufbau, b) realer Versuchsaufbau	8
Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Verformung bei hohen (links) und tiefen (rechts) Temperaturen	9
Abbildung 2.6: Klassischer Verlauf des Torsionsmoments von Nickel	10
Abbildung 2.7: a) ohne Streckgrenze (Reinmetalle, Cu, Ni, Al, Ag), b) mit ausgeprägter Streckgrenze (C-Stähle)	11
Abbildung 3.1: Entstehung der Kikuchibänder bei der EBSD-Technik	14
Abbildung 4.1: EBSD-Scans von a) unverformten Kobalt, b) unverformten Titan. Beide Bilder zeigen eine polygonale Struktur der Körner, die für rekristallisierte Mikrostrukturen typisch ist. Bei der Aufnahme von Kobalt sind deutlich Rekristallisationszwillinge zu erkennen.	20
Abbildung 4.2: Sandgestrahlte Stempel und Probe	21
Abbildung 4.3: Darstellung der Momentenkurve von Kobalt bei Raumtemperatur und einer Umdrehung; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm	22
Abbildung 4.4: Vergleich des Verformungsverhaltens von Kobalt mit 8mm Durchmesser und Kobalt mit 6 mm Durchmesser + Eisenring; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm	23
Abbildung 4.5: Der Verlauf des Verformungsmoments von Gadolinium bei RT und einer Umdrehung; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 4 mm	24
Abbildung 4.6: Verformungskurve von Titan bei Raumtemperatur und einer Umdrehung; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm	25
Abbildung 4.7: Vergleich des Verlaufs des Verformungsmoments von Titan und Nickel; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm	26
Abbildung 4.8: Darstellung einer halbierten Probe mit Mikrohärteeindrücken	27
Abbildung 4.9: Härte im Sättigungszustand als Funktion der Hochverformungstemperatur von Kobalt	28

Abbildung 4.10: Härte im Sättigungszustand als Funktion der Hochverformungstemperatur von Gadolinium	29
Abbildung 4.11: Härte als Funktion des Radius von Titan nach drei Umdrehungen bei Raumtemperatur.....	31
Abbildung 4.12: Härte im Sättigungszustand als Funktion der Hochverformungstemperatur von Titan	31
Abbildung 4.13: Mikrostruktur im Randbereich einer bei a) 20°C; im Ausschnitt sind die mechanischen Zwillinge abgebildet; b) 500°C verformten Kobalt-Probe nach einer Umdrehung.....	33
Abbildung 4.14: LiMi-Aufnahme von Kobalt, 1 Umdrehung bei 500°C; (a) Randbereich; (b) in der Nähe der Mitte der Probe findet man am Rand nahe des Stempels einen Bereich, der nicht so stark verformt	34
Abbildung 4.15: REM-Aufnahmen von Kobalt verformt bei 650°C und während des Abkühlens weiter verformt; a) Co DM 6 mm r=0, b) Co DM 8 mm r=0, c) Co DM 6 mm r=1, d) Co DM 8 mm r=1, e) Co DM 6 mm r=2, f) Co DM 8 mm r=3.....	35
Abbildung 4.16: REM-Aufnahmen von Kobalt verformt bei 650°C und während dem Abkühlen weiterverformt; a) Co mit Eisenring bei r=0, b) Co mit Eisenring bei r=2, c) Co ohne Eisenring bei r=0, d) Co ohne Eisenring bei r=3	36
Abbildung 4.17: Kobalt nach einer Umdrehung bei 500°C, Radialrichtung; a) EBSD Scan in der Mitte, b) EBSD Scan am Rand	37
Abbildung 4.18: EBSD von Kobalt am Rand nach einer Umdrehung bei 500°C; a) ohne clean-up, b) mit clean-up	38
Abbildung 4.19: Gadolinium, 1 Umdrehung bei 500°C; a) 250fache Vergrößerung; b) 15000fache Vergrößerung.....	39
Abbildung 4.20: REM-Bilder nach der FIB-Präparation von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 300°C; a) 5000fache Vergrößerung; b) 10000fache Vergrößerung	40
Abbildung 4.21: Mikrostruktur von hochverformten Titan Proben nach einer Umdrehung; a) 20°C; b) 500°C.....	40
Abbildung 4.22: EBSD an hochverformten Titan nach einer Umdrehung bei 500°C, a) Mitte, b) Rand	41
Abbildung 4.23: Hellfeld-Aufnahme und SAED-Pattern von Titan, verformt bei Raumtemperatur und einer Umdrehung	42
Abbildung 4.24: Die zugehörigen Dunkelfeld-Aufnahmen des SAED-Pattern der Titan-Probe (eine Umdrehung bei Raumtemperatur)	42

Abbildung 4.25: Geometrie der Zugproben, die aus den HPT-Scheibchen gefertigt wurden.....	43
Abbildung 4.26: Zugversuchsergebnisse der unterschiedlichen Kobalt-Proben, die Spannung aufgetragen als Funktion der globalen Verlängerung; die HPT-Parameter sind in den Diagrammen angegeben.....	44
Abbildung 4.27: Das Verhältnis der Brucheinschnürung zur Ausgangsfläche aufgetragen als Funktion der Temperatur	45
Abbildung 4.28: Bruchflächenbilder von Kobalt bei ca. 2,5 kx; a) unverformter Zustand, Probe 1; b) unverformter Zustand, Probe 2; c) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 1; d) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 2; e) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 1; f) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 2; g) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 1; h) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 2.....	47
Abbildung 4.29: Die Spannung als Funktion der globalen Verlängerung von den Gadolinium-Proben; die HPT-Bedingungen sind in den Diagrammen angegeben ...	48
Abbildung 4.30: Das Verhältnis der Brucheinschnürung zur Ausgangsfläche aufgetragen als Funktion der Temperatur	49
Abbildung 4.31: Bruchflächenbilder von Gadolinium bei ca. 2,5kx, a) unverformter Zustand, Probe 1; b) unverformter Zustand, Probe 2; c) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 1; d) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 2; e) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 1; f) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 2; g) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 1; h) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 2.....	51
Abbildung 4.32: Die Spannung als Funktion der globalen Verlängerung von den Titan-Proben; die HPT-Bedingungen sind in den Diagrammen angegeben	52
Abbildung 4.33: Das Verhältnis der Brucheinschnürung zur Ausgangsfläche aufgetragen als Funktion der Temperatur	53
Abbildung 4.34: Bruchflächenbilder von Titan, 500x; a) unverformter Zustand, Probe 1; b) unverformter Zustand, Probe 2; c) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 1; d) eine Umdrehung bei Raumtemperatur, Probe 2; e) eine Umdrehung bei 300°C, Probe 1; f) eine Umdrehung bei 300°C. Probe 2; g) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 1; h) eine Umdrehung bei 500°C, Probe 2; i) eine Umdrehung bei 500°C und Abkühlung auf Raumtemperatur bei weiterer Verformung, Probe 1; j) eine Umdrehung bei 500°C und Abkühlung bei weiterer Verformung, Probe 2.....	55
Abbildung 5.1: Mikrohärtemessung von Kobalt entlang des Radius nach einer Verformung von ~10° bei Raumtemperatur und 300 °C	59

Abbildung 5.2: Übersicht der Härtemessung über die Höhe der Probe; Kobalt, verformt bei 500°C und einer Umdrehung; die rot eingekreisten Härteeindrücke wurden für die Auswertung herangezogen	60
Abbildung 5.3: Vergleich von a) Kobalt und b) Titan im Randbereich nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur	62
Abbildung 5.4: Vergleich von a) Kobalt und b) Titan im Randbereich nach einer Umdrehung bei 500°C	62
Abbildung 7.1: Zusammenfassung der Torsionsmomente von Kobalt bei unterschiedlichen Temperaturen; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm.....	64
Abbildung 7.2: Zusammenfassung der Torsionsmomente von Gadolinium bei unterschiedlichen Temperaturen; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 4 mm.....	64
Abbildung 7.3: Zusammenfassung der Torsionsmomente von Titan bei unterschiedlichen Temperaturen; die Dehnung Epsilon bezieht sich auf den Radius von 3 mm.....	65
Abbildung 7.4: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Kobalt nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur und unter flüssigem Stickstoffbad	65
Abbildung 7.5: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Kobalt nach einer Umdrehung bei 300°C und 500°C.....	66
Abbildung 7.6: Vergleich der Mikrohärtigkeit bei Hoher Verformungstemperatur, langsamer Abkühlung und weiterlaufender Verformung.....	66
Abbildung 7.7: Verlauf der Mikrohärtigkeit bei einem Umdrehungswinkel von ~10° bei Raumtemperatur und 300°C.....	67
Abbildung 7.8: Verlauf der Mikrohärtigkeit von Kobalt mit einem Durchmesser von 6mm und mit einem Eisenring verformt, nach einer Umdrehung bei 500°C und einer Umdrehung bei 650°C und anschließender Abkühlung und weiterer Verformung auf Raumtemperatur.....	67
Abbildung 7.9: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Gadolinium nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur und unter flüssigem Stickstoffbad	68
Abbildung 7.10: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 300°C und 500°C.....	68
Abbildung 7.11: Härteverlauf von Gadolinium nach ~10° Verdrehung bei Raumtemperatur.....	69

Abbildung 7.12: Härteverlauf von Titan nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur und unter flüssigem Stickstoffbad	69
Abbildung 7.13: Vergleich der Mikrohärtigkeit von Titan nach einer Umdrehung bei 300°C und 500°C.....	70
Abbildung 7.14: Vergleich der Härteverläufe von Titan, eine Umdrehung bei 500°C und anschließender Abkühlung auf 300°C bei weiterem Umformen und eine Umdrehung bei 500°C mit anschließender Abkühlung auf Raumtemperatur bei weiterer Verformung	70
Abbildung 7.15: Härteverlauf von Titan nach drei Umdrehungen bei Raumtemperatur	71
Abbildung 7.16: Bruchflächen von unverformten Kobalt; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2.....	71
Abbildung 7.17: Bruchflächen von Kobalt nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	72
Abbildung 7.18: Bruchflächen von Kobalt nach einer Umdrehung bei 300°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	72
Abbildung 7.19: Bruchflächen von Kobalt nach einer Umdrehung bei 500°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	73
Abbildung 7.20: Bruchflächen von unverformten Gadolinium; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2.....	73
Abbildung 7.21: Bruchflächen von Gadolinium nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	74
Abbildung 7.22: Bruchflächen von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 300°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	74
Abbildung 7.23: Bruchflächen von Gadolinium nach einer Umdrehung bei 500°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	75
Abbildung 7.24: Bruchflächen von unverformten Titan; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2.....	75
Abbildung 7.25: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei Raumtemperatur; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	76
Abbildung 7.26: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei 300°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	76
Abbildung 7.27: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei 500°C; a) und b) Probe 1; c) und d) Probe 2	77

Abbildung 7.28: Bruchflächen von Titan nach einer Umdrehung bei 500°C und anschließendem Abkühlen auf Raumtemperatur bei fortlaufender Verformung (5 Umdrehungen); a) und b) Probe 1; c) Probe 2, die zweite Hälfte ging verloren.....	77
Abbildung 7.29: Seitenansicht der Zugproben von Kobalt.....	78
Abbildung 7.30: Seitenansicht der Zugproben von Gadolinium.....	79
Abbildung 7.31: Seitenansicht der Zugproben von Titan	80

9. Literaturverzeichnis

- [1] A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, B.-K. Kim, M.D. Baro, J.A. Szpunar, T.G. Langdon, *“Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion”*, Acta Materialia 51 (2003), pp. 753-765
- [2] Ming Wen, Gang Liu, Jian-feng Gu, Wie-ming Guan, Jian Lu, *„The tensile properties of titanium processed by surface mechanical attrition treatment“*, Surface and Coatings Technology 202 (2008), pp. 4728-4733
- [3] Cheng Xu, Zenji Horita, Terence G. Langdon, *“The evolution of homogeneity in processing by high-pressure torsion”*, Acta Materialia 55 (2007), pp. 203-212
- [4] P. Lukac, *“Plastic Deformation of hexagonal metals”*, Czech. J. Phys. Vol B 31, 2 (1981), pp. 135-141
- [5] Ortrun E. M. Pohler, *“Unalloyed titanium for implants in bone surgery”*, Int. J. Care Injured 31 (2000), S-D7-13
- [6] Manfred Peters, Christoph Leyens, *„Titan und Titanlegierungen“*, Wiley-VCH-Verlag, 1. Auflage
- [7] Horst Briehl, *„Chemie der Werkstoffe“*, Teubner-Verlag, 2. Auflage
- [8] <http://www.mineralienatlas.de/lexikon/index.php/Kobalt>
- [9] Gottstein, *„Physikalische Grundlagen der Materialkunde“*, Springer-Verlag, 2. Auflage
- [10] Bargel, Schulze, *„Werkstoffkunde“*, Springer-Verlag, 9. Auflage
- [11] X. Wu, N. Tao, Y. Hong, G. Liu, B. Xu, J. Lu, K. Lu, *„Strain induced grain refinement of cobalt during surface mechanical attrition treatment”*, Acta Materialia 53 (2005), pp. 681-691
- [12] R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer, I. Sabirov, *„The limits of refinement by severe plastic deformation“*, Advanced Engineering Materials, Vol. 8, 11 (2006)
- [13] Dissertation Thomas Hebesberger *„Entwicklung der Mikrostruktur bei Hochverformung kubisch flächenzentrierter Metalle“*, Montanuniversität Leoben 2002
- [14] M. Hafok, R. Pippan, *„High-pressure torsion applied to nickel single crystals“*, Philosophical Magazine Vol. 88, 12 (2008), pp. 1857-1877
- [15] Übung zu Metallphysik, SS 2005

- [16] "Handbook of Chemistry and Physics", 80th Edition 1999-2000
- [17] L.B. Freund, S. Suresh, "*Thin Film Materials*", Cambridge-Verlag, 2. Auflage
- [18] A.A. Karimpoor, U. Erb, "*Mechanical properties of nanocrystalline cobalt*", Phys. Stat. sol. 203, 6 (2006), pp. 1265-1270
- [19] N. Lu, X. Song, J. Zhang, "*Microstructure and fundamental properties of nanostructured gadolinium*", Material Letters 63 (2009), pp. 1089-1092
- [20] A. Vorhauer, R. Pippan, „*On the homogeneity by high pressure torsion*“, Scripta Materialia 51 (2004), pp. 921-925
- [21] J. Bouman, P.M. De Wolff, "*A new formula for the Breadth of Debye Scherrer lines*", Physica IX, No. 8 (1942)
- [22] L.B. McCusker, R.B. Dreele, D.E. Cox, D. Louer, P. Scardi, "*Rietveld refinement guidelines*", J. Appl. Cryst. (1999), pp. 32, 36-50
- [23] S. Nemat-Nasser, W.G. Guo, J.Y. Cheng, „*Mechanical Properties and deformation mechanisms of a commercially pure titanium*“, Acta Materialia 47, 13 (1999), pp. 3705-3720