KfK 4897 Juli 1991

Dynamische Stabilität der Hochtemperaturverformung

J. H. Choi Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4897

í

DYNAMISCHE STABILITÄT DER HOCHTEMPERATURVERFORMUNG

Jae-Ho Choi

von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

Dissertation

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

.

.

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Dynamic Stability of High Temperature Plasticity

Abstract.

The stability of high temperature plastic flow is examined by means of a dislocation population model. This is described by means of a non linear difference equation and correlates the stationary dislocation density ρ_e with a single system parameter α . The latter contains the loading conditions as well as structural parameters. Below a critical α^* -value the stationary solutions $\rho_e(\alpha)$ are unique, above α^* they are multivalued. Because for same α^* -values there are different densities $\rho_e(bifurcation)$ the states with higher energies are unstable. The transition to lower energetic state is initiated by destabilization of deformation substructure (structural instability) in the course of which the dislocation density is reduced what macroscopically is manifestsed by instability of plastic flow. Paradigmatically this is revealed by the phenomenon of dynamical recrystallization which is a phase transition in plastically deforming materials occuring far from the thermodynamical equilibrium.

The energy ratio $\lambda \equiv W/W_s$ (expended to stored energy) is a measurable quantity which is considered as a measure for the distance from thermodynamical equilibrium. This is linearly correlated with α . According to the model structural instability does occur at a critical model value λ_m^* . The latter depends of stress and structural parameters resp. and is in the range from 20 to 100. In particular λ_m^* should be independent of the loading procedure. Structural instability appears to be a critical phenomenon initiated by the growth of (critical) fluctuations in size d_s of deformation substructure. In accordance with model expectations the observed critical λ^* -values for different materials are within the margins of λ_m^* and, in accordance with the model, these are proportional to the critical stress σ^* and are independent of loading procedure and loading path respectively. Hence λ^* reveals properties of a quantity of state.

The stored energy W_s can be determined from the deformation energy by means of an empirical relationship.Because the energy storage capability χ_s does exhaust during plastic flow, W_s plays a dominant role. At criticality $\chi_s=0.$ Structural instability, because associated with reduction of wall-density ρ_w in substructure, leads to partial recovery of χ_s and therefore the instability may repeat in the course of deformation.

Dynamische Stabilität der Hochtemperaturverformung

Abstrakt

Gegenstand der Arbeit waren Untersuchungen zur Stabilität der Hochtemperaturverformung auf der Grundlage eines zeitdiskontinuierlichen Versetzungs-Populations-Modells. Es korreliert die stationäre Dichte der beweglichen Versetzungen $\rho_{\rm e}$ mit dem Systemparameter α , der abhängig ist von den Belastungsbedingungen sowie strukturellen Parametern. Die stationären Lösungen $\rho_{e}(\alpha)$ der Systemgleichung sind oberhalb eines kritischen Werts α^* mehrwertig. Da gleichen kritischen α^* -Werten unterschiedliche stationäre Dichten entsprechen (Bifurkationen), sind die zugeordneten höherenergetischen Zustände instabil. Der Übergang in den niederenergetischen stationären Zustand wird durch Destabilisierung des ursprünglichen Verformungsgefüges eingeleitet (sogn. strukturelle Instabilität) in dessen Ablauf die Versetzungsdichte reduziert äußert wird. Letztere sich makroskopisch als Fließinstabilität wie sie z.B. beim Phänomen der dynamischen Rekristallisation beobachtet wird.Letzteres ist prototypisch für strukturelle "Phasenübergänge" in verformenden Materialien, die fernab vom thermodynamischen Gleichgewicht erfolgen.

Das Modell liefert einen linearen Zusammenhang zwischen dem Systemparameter α und dem Verhältnis λ =Verformungsenergie(W)/gespeicherte Energie (W_s).Diese meßbare Größe kann als Maß betrachtet werden für den Abstand vom thermodynamischen Gleichgewicht.Dem kritischen Wert $\alpha = \alpha^* = 3$ ist der"kritische Abstand" λ_m^* zugeordnet.Dem Modell zufolge sollte der kritische Abstand abhängen vom Betrag der gespeicherten Energie, jedoch unabhängig sein vom *Mechanismus* der Energiespeicherung und somit z.B.von der Versuchsführung.Ferner besteht ein linearer Zusammenhang zwischen dem Modellwert $\lambda_{\mathbf{m}}^*$ und der kritischen Spannung σ^* .Die Untersuchungen, durchgeführt an einer Reihe von metallischen Materialien haben diese Voraussagen bestätigt. Demzufolge liegen die experimentellen λ^* -Werte etwa im Bereich von 20 bis 100 und sie sind proportional zu σ^* , dem Maximalwert der Fließspannung in Spannungs/ Dehnungsdiagramm. Ferner ist λ^* unabhängig vom Material, von der Versuchsführung sowie vom Verformungsweg und besitzt somit die Eigenschaft einer Zustandsgröße.

Die gespeicherte Energie konnte anhand einer empirischen Beziehung aus der Verformungsenergie berechnet werden. Sie spielt in diesem Zusammenhang eine wichtige Rolle, da strukturelle Instabilität mit der Erschöpfung der Energiespeicherfähigkeit zusammenhängt. Letztere ist ein allgemeines Phänomen der Kristallplastizität und ist unabhängig vom Material und Belastungsbedingungen.Dem Modell zufolge ist die Energiespeicherfähigkeit im kritischen Abstand vom thermodynamischen erschöpft.Strukturelle Instabilität Gleichgewicht führt zur Umwandlung der Verformungsstruktur. Verbunden damit ist eine Reduktion der Wand-Versetzungsdichte ρ_w . Sie bewirkt eine teilweise Erholung der Energiespeicherfähigkeit und dadurch kann, im Zuge der Weiterverformung, erneute Instabilität erfolgen.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung

1.1 Strukturierung und Stabilität

1.2 Verformungsinstabilitäten

2.Das Modell

- 2.1 Der Kontrollparameter und das Systemverhalten
- 2.2 Der Abstand vom thermodynamischen Gleichgewicht
- 2.3 Plastische Verformung
 - $2.3.1 \text{ d}_{s}$ -Fluktuationen
 - 2.3.2 Gespeicherte Energie und Abstand vom TDG
 - 2.3.3 Stabilitätskriterium
 - 2.3.4 Dynamische Rekristallisation

3. Experimenteller Teil

3.1 Die Aufgabenstellung

3.2 Verformungsversuche

3.2.1 Versuchsführung

- 3.2.2 Material und Prüfbedingungen
- 3.2.3 Die Ermittlung von λ

3.3 Ergebnisse

3.3.1 Verifizierung der empirischen $W_s(W)$ Beziehung

3.3.2 STC und LDC Versuche

3.3.2.1 Vielkristalle

3.3.2.2 Einkristalle

3.3.3 Wechselverformungsversuche (LCF)

3.3.4 Änderung der Belastungsbedingungen (CLC)

3.3.4.1 Änderung der Versuchsführung

3.3.4.2 Änderung der Temperatur

3.3.5 Die Fließinstabilität

3.3.6 Die Spannungsrelaxation

3.3.7 Mehrfachinstabilitäten

3.3.8 Instabilität und Härte

3.3.9 Metallographische Beobachtungen

4.Zusammenfassung

Danksagung Literaturverzeichnis Symbolverzeichnis Abbildungen

Tabellen

1.Einleitung

1.1 Strukturierung und Stabilität

Aus der Sicht der Thermodynamik sind plastisch deformierende Festkörper, sowohl vom Makroskopischen wie Mikroskopischen, nicht isolierte und nicht lineare. energiedissipierende dynamische Systeme, fern vom thermodynamischen Gleichgewicht. Vom Mikroskopischen sind Gitterfehler die konstituierenden Komponenten des Systems. Darunter die wichtigsten sind jene, welche die plastische Verformung direkt vermitteln, nämlich die Versetzungen. Dazu gehören aber auch solche, die infolge der Verformung, bzw. durch simultane äußere Einflüße wie z.B. Teilchenstrahlung, entstehen.Zu diesen zählen atomare Fehlstellen, bzw.deren Agglomerate, die bei tiefen Temperaturen im allgemeinen die Verformung behindern, andererseits aber, bei hohen Temperaturen, das plastische Fließen z.T. indirekt vermitteln, wenn nicht gar zustandebringen.

Die Produktion und die Wechselwirkungen von Versetzungen untereinander und mit anderen Gitterdefekten sind überaus komplexe Vorgänge.Sie stören letztlich die Gitterperiodizität in atomaren Bereichen.Andererseits, in mikroskopischen Bereichen führt plastische Deformation zur Bildung von Defekt-Ordnungsstrukturen.Diese, nicht nur für die Hochtemperaturverformung charakteristischen, zellartigen Versetzungsstrukturen [1] resultieren aus der dynamischen Wechselwirkung von Erzeugung, Annihilierung und Immobilisierung von Versetzungen.

Die Skalierungen der Defektstrukturen ist implizit in der-auf Seeger [2] zurückgehenden-Theorie der Kristallplastizität enthalten.Ihrzufolge wird die Versetzungsbewegung von zwei Spannungsanteilen beherrscht.Dem kurzreichweitigen Anteil zur Überwindung lokalisierter Gleithindernisse und dem langreichweitigen Anteil der Versetzungsstruktur.Während der erste die individuellen Merkmale der Wechselwirkung beinhaltet (und in den vergangenen Dezenien zum eigentlichen Gegenstand der atomistischen Plastizitätstheorie aufrückte), beruht das Phänomen der Versetzungsstrukturierung auf dem weithin unverstandenen "Kollektiv-Verhalten" von Versetzungen. Darüberhinaus, wie Gleitlinien untersuchungen zeigen [3], ist auch der Gleitvorgang selbst ein räumlich strukturierter. Die räumliche Inhomogenität der Gleitbandbildung gibt Hinweis auf die Bedeutung von kollektiven und synergetischen Effekten bei der Produktion und Bewegung von Versetzungen.Im Wesentlichen finden diese Erkenntnisse eine Bestätigung durch die (unter bestimmten Versuchsbedingungen) auftretende Selbstähnlichkeit der lateralen Gleitlinienstrukturen [4][5].Sie zeugt vom fraktalen Charakter des Gleitvorgangs, d.h.von einer Strukturierung eines - seiner Natur nach - stochastischen Prozesses.

Die bislang gängige Idee der Versetzungs-Strukturierung beruht auf dem Prinzip der Energieminimierung [7],welches,für Mikrosysteme,Eingang gefunden hat in die thermische Aktivierungsanalyse [6].Allerdings ist die Anwendung dieses Prinzips auf nicht isolierte, makroskopische Systeme im stationären Nicht-Gleichgewicht zweifelhaft, und darum wird in neueren Ansätzen die Stationaritaet des dynamischen Systems nicht durch Energieminimierung erzeugt, sondern durch dynamische Gleichgewichte der Systemelemente [8] bis [18].

Das wesentliche Merkmal äußeren Zwangsbedingungen unterliegenden Nicht-Gleichgewichtsystemen ist deren Fähigkeit zur spontanen Strukturbildung, bzw. zu Umwandlungen von Strukturformen im *stationaeren Nicht-Gleichgewicht*. Sie ist die Ursache der Formenbildung in der belebten und unbelebten Natur. Die Entwicklung solcher sich *selbstorganisierenden Systeme* [19] wird mittels nicht linearen, gekoppelten, partiellen Differentialgleichungen (sogn. Reaktions- Diffusionsgleichungen) der Form

$$\partial \rho_{j} / \partial t - D_{j} \Delta \rho_{j} = g(\rho_{j}, \rho_{k}, \alpha)$$
 (1.1)

beschrieben.Der Index j bezeichnet die Art der Systemkomponente,z.B.die mobile Versetzungsdichte ρ .Der erste Term ist die zeitliche Ableitung der Konzentration der betreffenden Komponente.Der zweite ist der Diffusionsterm (Δ ist der Laplacesche Differentialoperator,D_j ist der effektive Diffusionskoeffizient der Komponente j).g is der nicht lineare Reaktionsterm (ρ_k verweist auf die Kopplung der Komponenten untereinander, z.B.der mobilen Vesetzungsdichte ρ mit der immobilen ρ_{im}). α ist ein Satz sogn. Kontrollparameter; er beschreibt die "Zwangsbedingungen" des Systems, z.B. die Belastungsbedingungen eines deformierenden Kristalls.

Die Anwendung von Gl(1.1) auf den *eindimensionalen* Fall eines Systems bestehend aus *mobilen* und *immobilen* Versetzungen ergibt

$$\partial \rho_{\rm im} / \partial t = D_1 \partial^2 \rho_{\rm im} / \partial x^2 + g_1(\rho, \rho_{\rm im}, \alpha)$$
 (1.2a)

$$\partial \rho / \partial t = D_2 \partial^2 \rho / \partial x^2 + g_2(\rho, \rho_{im}, \alpha)$$
 (1.2b)

Die Reaktionsterme haben die Form (s.z.B.[16])

$$g_1 = \eta(f(\rho_{im}) + \rho \rho_{im}^2) - c\rho_{im}$$
 (1.3a)

$$g_2 = c\rho_{im} - \eta\rho\rho_{im}^2$$
(1.3b)

Bezeichnet man mit $\rho(0)$ und $\rho_{im}(0)$ die homogenen, stationären Lösungen und setzt diese ein in Gl(1.2), so folgt

$$\eta f(\rho_{im}(o)) = 0 \tag{1.4a}$$

$$\eta \rho(\mathbf{o}) \rho_{\mathbf{im}}(\mathbf{o}) = \mathbf{c} \tag{1.4b}$$

 $f(\rho_{im})$ ist ein Quellenterm der die Produktion bzw.Annihilation der immobilen Dichte beschreibt.Der Koeffizient c(1/s) ist die Freisetzungsrate der immobilen Versetzungen.Sie ist abhängig von der angelegten Spannung σ und daher ist c ein Kontrollparameter des Systems. $\eta(m^4s^{-1})$ ist ein Dimensionsfaktor vom Betrag 1. Die Defektstrukturierung ist, vom mathematischen Standpunkt, ein Stabilitätsproblem. Dessen Lösung besteht zunächst in der Ermittlung der kritischen Bedingungen für die Zustandsänderung des ursprünglich stabilen Systems.Zu diesem Zweck untersucht die lineare Stabilitätsanalyse Störungen in einem ursprünglich dynamisch stabilen System, die hervogerufen werden durch infinitesimale Fluktuationen. Angewandt auf die homogenen Lösungen nullter Ordnung (s.oben) erhält man für das gestörte System

$$\rho_{\rm im} = \rho_{\rm im}(o) + \delta \rho_{\rm im} \tag{1.5a}$$

$$\rho = \rho(o) + \delta\rho \tag{1.5b}$$

wo $\delta \rho_{\rm im}$ und $\delta \rho$ die Fluktuationen sind.Ist der ursprüngliche Zustand z.B. durch gleichförmige Versetzungsverteilung entlang x charakterisiert, bedeuten Fluktuationen infinitesimale Versetzungs-Verdichtungen bzw.Vedünnungen entlang dieser Richtung. Die lineare Stabilitätsanalyse betrachtet Fluktuationsterme in 1.Potenz, folglich sind Lösungen von Gl.(1.5) (in Kombination mit Gl.(1.2)) von Interesse in der Form

$$\delta \rho_{\rm im} = \xi a_1 e^{iqx + \omega t} \tag{1.6a}$$

$$\delta \rho = \xi a_2 e^{iqx + \omega t} \tag{1.6b}$$

wo $\xi = \delta \rho_{im}(o) \approx \delta \rho(o)$ und a_1, a_2 komplexe Integrationskostanten sind. ω ist die Rate der Fluktuationen und q ist die ihnen zugeordnete Wellenzahl.Das Vorzeichen von ω entscheidet ob die Fluktuation verstärkt ($\omega > 0$), oder gedämpft ($\omega < 0$) wird. Die Fluktuationen mit $\omega=0$ sind stationär und somit chatakteristisch für den kritischen Zustand. Der Wellenzahl q_k dieses kritischen Zustands entspricht die Wellenlänge $\lambda_k = 2\pi/q_k$ der räumlich periodischen Fluktuation. Ihr entspräche im betrachteten Fall der Abstand Versetzungsdichte-Schwankungen bei von kritischen Belastungsbedingungen $(c=c_k)$. Die Entwicklung von Gl.(1.2) mittels der Gln(1.3) bis (1.6) führt, bei Vernachläßigung aller Terme mit ξ in höherer Ordnung, auf ein System von zwei linearen und homogenenen Gleichungen in den Unbekannten a₁ und a₂,nämlich

$$\mathbf{M}\begin{pmatrix}\mathbf{a}_1\\\mathbf{a}_2\end{pmatrix} = -\omega\begin{pmatrix}\mathbf{a}_1\\\mathbf{a}_2\end{pmatrix} \tag{1.7}$$

wobei

$$M = \begin{pmatrix} a + D_1 q^2 - c & -\eta \rho_{im}(o)^2 \\ c & \eta \rho_{im}(o)^2 + D_2 q^2 \end{pmatrix}$$
(1.8)

$$a = -\eta (\partial f / \delta \rho_{im})_{\rho_{im}(o)} > 0$$

 $\mu(m^6)$ ist ein Dimensionsfaktor vom Betrag 1.Nicht triviale Lösungen von Gl.(1.7) erfordern, daß die Determinante der Koeffizienten gleich Null ist.Dies führt zur Beziehung zwischen ω und q in der Form

$$\omega^{2} + \omega \left[(D_{1} + D_{2})q^{2} + a - c + \eta \rho_{im}(o)^{2} \right] + D_{1}D_{2}q^{4} + \left[D_{1}\eta \rho_{im}(o)^{2} + D_{2}(a - c) \right]q^{2} + a\eta \rho_{im}(o)^{2} = 0$$
(1.9)

Lineare Stabilität ist gleichbedeutend mit der Bedingung, daß alle reelle Wurzeln ω_i von Gl.(1.9) nicht positiv sind.Gemäß Gl.(1.6) erfolgt für $\omega_i < 0$ kein Wachstum der Fluktuationen ,d.h. die Zustände (Moden) für die Re(ω)<0, sind, unabhängig von q, stabil. Die Abb.1 zeigt eine schematische Darstellung von ω (q) für verschiedene Werte des Kontrollparameters c.Für den kritischen Wert des Parameters c = c_k existiert ein Zustand, für den eine der Wurzeln von Gl.(1.9) die Bedingungen erfüllt

$$\omega = 0 \text{ und } d\omega/dq = 0 \tag{1.10}$$

Der kritische Zustand $c=c_k$ ist erreicht, wenn für einen bestimmten q-Wert, $q=q_k$, $\omega=0.$ Diese Mode ist stationär (s.Gl.(1.6)). Für alle anderen Moden, d.h. solche mit $q\neq q_k$, ist die Wachstumsrate $\omega<0$ und folglich werden diese gedämpft (d.h.sterben aus). Das System ist stabil aber kritisch. Eine kleine Änderung des Kontrollparameters, so daß $c\geq c_k$, liefert zwei q-Werte mit $\omega=0$. Folglich ist der Punkt (c_k,q_k) Bifurkationspunkt von q(c). Dies verdeutlicht die Bedeutung des Kontrollparameters für das Systemverhalten. Aus Gl.(1.9) folgen mittels Gl.(1.10) die Beziehungen

$$q_{k}^{4}D_{1}D_{2} + [D_{2}(a - c_{k}) + D_{1}\eta\rho_{im}(o)^{2}]q_{k}^{2} + a\eta\rho_{im}(o)^{2} = 0$$
(1.11a)

$$2q_{k}^{2}D_{1}D_{2} + D_{2}(a - c_{k}) + D_{1}\eta\rho_{im}(o)^{2} = 0$$
(1.11b)

und daraus die kritischen Werte

c= c_k =
$$\left[\sqrt{a} + [\eta \rho_{im}(o)(D_1/D_2)]^{1/2}\right]^2$$
 (1.12a)

$$q_{k} = \left(\frac{a \eta \rho_{im}(o)^{2}}{D_{1}D_{2}}\right)^{1/4}$$
 (1.12b)

Das Vorzeichen der zweiten Wurzel ω' für den kritischen Zustand hängt ab vom Vorzeichen der Differenz $(D_2 - D_1)$.Für $D_2/D_1 >>1$ ist ω' negativ und die ent-sprechende Mode ist stark gedämpft.

Für Kontrollparameter $\alpha > \alpha_k$ werden die zunächst kleinen Fluktuationen im Intervall q_1, q_2 verstärkt, so daß nach einer Zeit $\tau_u \approx 1/\omega_u$ die lineare Näherung (s.Gl.(1.5)) versagt. In der Nähe des kritischen Punkts ist $\omega \approx 0$ und folglich ist die Zeitskala der Änderung τ_u sehr groß. Neben diesen instabilen Moden (u) existieren die *langfristig* stabilen (s), für die Re(ω)<0. Die Zeitskala für deren Änderung ist $1/\omega_s \approx \tau_s <<\tau_u$. Das wesentliche Ergebnis der nicht linearen Stabilitätsanalyse (s.z.B.[20],[21]), welche die Wechselwirkung zwischen diesen Moden untersucht, ist die Feststellung, daß das Verhalten der Vielzahl der s-Moden durch jenes der relativ wenigen u-Moden bestimmt ist (sogn. Versklavungsprinzip [19]), und die ersteren darum aus der Betrachtung eliminiert werden können. Damit reduziert sich die Zahl der Freiheitsgrade des Systems ganz wesentlich, und die Lösung des Problems wird damit entscheidend vereinfacht. Der noch verbleibende Schritt besteht in der Lösung der sogn. Gleichung für die Ordungsparameter (u-Moden) und deren Zuordnung zu den makroskopischen Ordnungsstrukturen. Vom Standpunkt der Theorie dynamischer Systeme bedeutet der

Übergang zur Kritikalität Reduktion der Freiheitsgrade des Systems und strukturelle Umwandlung.

Die Anwendungsmöglichkeit des obigen Verfahrens auf Versetzungssysteme ist allerdings beschränkt.Zum einen führen Reakionen zwischen verschiedenartigen Systemelementen (als solche sind auch Versetzungen mit unterschiedlichen Burgersvektoren zu betrachten) zu Kopplungsgliedern, deren Zahl die Lösbarkeit der Gleichungssysteme (1.1) stark einschränkt. Zum anderen ist, im Hinblick auf den Diffusionsterm, die Anwendung von (1.1) nur unter besonderen Bedingungen möglich, nämlich i. A. dann, wenn eine ausgesprochen strukturierte Versetzungsverteilung bereits vorliegt [10]. In einem solchen Fall, reduziert sich das Problem auf die Stabilitätsuntersuchung geordneter Strukturen, d.h. auf die Ermittlung der Bedingungen für Umwandlungen von einem stationären Nicht-Gleichgewicht-Zustand in einen anderen. Wie oben erwähnt, werden Vorgänge, bei denen einem kritischen Wert des Kontrollparameters (mindestens) zwei stationäre Systemzustände zugeordnet sind, als Bifurkationen bezeichnet. Die Bifurkation bezeichnet einen Prozess, nicht unähnlich Phasenübergängen, bei dem ein ursprünglich stabiles dynamisches System destabilisiert und in einen neuen, stabilen Zustand übergeht. Die Auswirkungen solcher Übergänge in realen Systemen manifestieren sich als Instabilitäten im makroskopischen Verhalten.

1.2 Verformungsinstabilitäten

Estrin und Mecking [22] sowie Estrin und Kubin [23] und Kubin et al. [24] haben erstmals thermo-mechanische Instabilitäten im Fließverhalten von Materialien als ein nicht lineares Phänomen gedeutet und mittels der linearen Stabilitätsanalyse behandelt.Ähnlich sind durch Anantharkrishna und Sahoo [25] sprunghafte Instabilitäten der Fließrate in kriechbeanspruchten Kristallen (s.z.B.[26],[27]) mittels Grenzzyklen (Hopfsche Bifurkationen, s.z. B. [28]), d.h. durch zeitperiodische sogn. Versetzungsdichteschwankungen beschrieben worden. Damit war ein für experimentelle wichtiger Untersuchungen Zusammenhang hergestellt zwischen struktureller (Versetzungsdichteänderung) und makroskopischer Systemstabilität Instabilität (Fließrate).In der Folge wurden diese Vorstellungen wiederholt auch zur Beschreibung des Portevin-Le Chatelier Effekts und thermo-mechanischer Instabilitäten [29],[30], [31],[33] angewandt. In anderer Form hat Boček [34] strukturelle Fließinstabilitäten im Zusammenhang mit dynamischer Rekristallisation behandelt. Abb.2 zeigt einige schematische Beispiele von Verformungsinstabilitäten. Gegenstand dieser Untersuchung sind die Instabilitäten der Arten a),c) und d).Ihnen gemeinsam ist der Umstand ,daß monotone Belastugsbedingungen nicht-monotones Fließverhalten bewirken und letzteres folglich auf "innere Ursachen" zurückzuführen ist.

In Untersuchungen der "inneren Ursachen" ist die Versetzungsdichte der Vermittler zwischen Mikro- und Makrosystem.Die innere Versuchsvariable ist i.R.auf einfache Weise mit der äußeren Fließspannug σ korreliert und darum sind Vorgänge im verformenden Material,z.B. Veränderungen der Versetzungsstruktur,mittels σ bzw.der ihr zugeordneten Fließrate $\dot{\epsilon}$ (im Prinzip) verfolgbar.Die Verknüpfung der inneren und äußeren Versuchsvariablen erfolgt am zweckmäßigsten mittels sogn.*Stabilitaetsbedingungen* des plastischen Fließens.Neuerdings haben Estrin und Kubin [29],[35], [36],[18] die bekannten Stabilitätskriterien [37]-[40] vom Standpunkt der linearen Stabilitätsanalyse untersucht.Einige wesentlichen Gesichtspunkte dieser Überlegungen sollen im Folgenden erläutert werden.

Ausgangspunkt ist die *lokale* Zustandsgleichung für ein Volumenelement des Materials bei gegebener (absoluter) Temperatur T

$$d\sigma = Hd\epsilon + \Psi dln\dot{\epsilon} \tag{1.13}$$

wo

$$\mathbf{H} \equiv (\partial \sigma / \partial \epsilon)_{\epsilon, \phi, \mathbf{T}}$$
(1.14a)

$$\Psi \equiv \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \ln \epsilon}\right)_{\epsilon, \phi, T} \tag{1.14b}$$

Für den Zugversuch korreliert Gl(1.13) die äußeren Variablen: die Fließspannung σ , die totale Dehnung ϵ und Dehnrate $\dot{\epsilon}$. Die Koeffizienten der Differentialgleichung sind (i.A.von der Verformung abhängige) Materialparameter. H ist der sogn.lokale Verfestigungskoeffizient und Ψ die lokale Geschwindigkeitsempfindlichkeit der Spannung. Sie sind definitionsgemäß ortsabhängig und folglich sind die entsprechenden, aus Messungen bestimmten Koeffizienten h und ψ mit diesen i.A. nicht identisch. Der Index ϕ bezeichnet solche strukturelle Größen, wie z.B. die Korngröße, die als konstante, während der Verformung unveränderliche Strukturparameter gelten.

Für den dehnungsgesteuerten Zugversuch (in der z-Richtung) muß zur experimentellen Analyse der Instabilität die *mikroskopische* Beschreibung durch die *makroskopische* "Maschinengleichung"

$$\dot{\sigma}(t)/M + (1/l) \int_{0}^{l} \dot{\epsilon}_{p}(z,t) dz \equiv I$$
 (1.15)

vervollständigt werden. M ist der kombinierte Elastizitätsmodul von Probe und Maschine; l ist die Probenlänge zum Zeitpunkt t>0 und $\dot{\epsilon}_{\rm p}(z)$ die *lokale* plastische Dehnrate. Da die Maschine allein auf die durch die Probenverlängerung Δz bedingte und von z unabhängige Laständerung reagiert,werden mögliche Inhomogenitäten der Fließspannung $\sigma(z,t)$ von der Maschine "nicht erkannt". Sie kann nicht unterscheiden zwischen der "geometrischen Länge" l(t) und der von $\sigma(z)$ abhängigen "aktiven Länge" l_a der Probe.Ist $\dot{\epsilon}_{\rm p}(t)$ unabhängig von z (sogn.Gleichmaßdehnung), so ist die Gesamtdehnrate $I=v_m/l_0 \equiv \dot{\epsilon}_0$, wo v_m die Querhauptgeschwindigkeit der Maschine und l_0 die Ausgangslänge der Probe ist. Für $l_a < l$ ist die Verformung *lokalisiert* (sogn.Forminstabilität).Da in diesem Fall $I(z,t) > \dot{\epsilon}_0$ (sogn. Fließinstabilität) erfolgt ein Lastabfall an der Probe.Wie in 3.3.5 gezeigt, nicht jede Fließinstabilität ist mit Forminstabilität verbunden¹. Mehr dazu findet der Leser bei Neuhäuser [41].

Kleine zeitliche Fluktuationen $\delta \epsilon$ genügen dem Ansatz der linearen Stabilitätsanalyse [36] (s.auch GL(1.6))²

$$\delta\epsilon(t) = \delta\epsilon_0 \exp(\gamma t)$$

Das Vorzeichen des aus Gl(1.13) abgeleiteten sogn.Ljapunov-Exponenten

$$\gamma \equiv \delta \dot{\epsilon} / \delta \epsilon = [(\sigma_{\rm w} - H) / \Psi] \dot{\epsilon}$$
(1.16)

entscheidet über die Stabilität, d.h. über das Wachstum der kritischen Fluktuationen. Entsprechend folgen daraus die Kriterien

$$\begin{array}{l} > 0 \text{ instabil} \\ \gamma = 0 \text{ kritisch} \\ < 0 \text{ stabil} \end{array}$$
(1.17)

Im Zusammenhang mit dieser Untersuchung sind sogn, H-Instabilitäten von Interesse. Sie können verschiedenen Ursprungs sein; eine Diskussion dazu findet der Leser bei Estrin und Kubin [36]. Die bekannteste Erscheinungsform der H-Instabilität ist die Forminstabilität im Zugversuch (Einschnürung). Die Ursache dafür ist die mit fortschreitender Verformung global abnehmende Verfestigungsfähigkeit des Materials,

¹Im üblichen Sinn wird unter plastischer Instabilität ein lokaler Verformungszustand verstanden,bei dem mit abnehmender Last die Verformungsrate zunimmt,was zu Forminstabilität (Einschnürung im Zugversuch) führt.

²Die Stabilitätsanalyse wird in der Regel bei konstanter Struktur ϕ vorgenommen und darum wird $\delta\epsilon$ formal auf lokale Schwankung des Probenquerschnitts zurückgeführt.Letztere sind, im Rahmen des vorliegenden Modells, bedingt durch lokale Fluktuationen der Substruktur.

die letztlich auf Änderungen der Verformungsstruktur zurückzuführen sind. In diesem Sinne sind H-Instabilitäten strukturelle Instabilitaeten.

Aus Gl(1.16) kann die Dehnung ϵ_N zur Nukleation der H-Instabilität bestimmt werden. Unter Annahme eines parabolischen Verfestigungsverlaufs

$$\sigma = \sigma(0) + \chi \sqrt{\epsilon}$$

wo χ ein temperaturabhängiger Parameter ist, folgt für $\gamma=0$

$$\epsilon_{\rm N} = (1/2) \Big\{ (\sigma({\rm o})/\chi)^2 \Big[1 - \sqrt{1 + 2(\chi/\sigma(0))^2} \Big] + 1 \Big\}.$$

In Abb.3 ist die $\sigma(\epsilon)$ -Kurve des Cu-VK aus der Abb.13a (T=500^OC) zusammen mit dem Verlauf des Verfestigungskoeffizienten h(ϵ) wiedergegeben.Gemäß dem Ergebnis der Stabilitätsanalyse des Zugversuchs (s.Gln.(1.16) und (1.17)) ist innerhalb der schrafierten Dehnungsbereiche die Verformung instabil. Für die Nennspannung σ folgt aus Gl(1.17) für $\gamma=0$ H=0. Demzufolge wird die Kritikalität d.h. $\sigma=\sigma^*$ bereits bei einer Dehnung $\epsilon^*=0.12$ erreicht.Die Einschnürung der Probe erfolgte hingegen erst bei der Dehnung $\epsilon_{\rm E}=0.39$,die gut mit der berechneten kritischen Dehnung $\epsilon_{\rm N}=0.42$ (mit $\sigma(o)=20$ MPa und $\chi=160$ MPa) übereinstimmt. Setzt man $\epsilon_{\rm N}=0.39$ in die obige $\sigma(\epsilon)$ Funktion ein,so ist die zugeordnete Spannung $\sigma_{\rm N}=120$ MPa,was zu vergleichen ist mit der experimentellen kritischen Spannung $\sigma^*=55$ MPa.Folglich kann die Fließinstabilität unterliegt einem anderen Kriterium³.Wie in dieser Arbeit gezeigt wird, kann auf Grund begrenzter Energiespeicherfähigkeit des Materials die Fließspannung σ den Wert $\sigma_{\rm N}=120$ MPa nicht erreichen,und die experimentelle $\sigma(\epsilon)$ -Kurve weicht darum von der erwarteten stark ab (s.Abb.3).

2.Das Modell

³Das Kriterium $\gamma=0$ ist für die Forminstabilität nur eine notwendige Bedingung.

Die experimentelle Umsetzung der Stabilitätsanalyse der Reaktions-Diffusionsgleichungen (1.1) für plastische Fließvorgänge bietet Schwierigkeiten.Diese beruhen zum einen in der Verknüpfung der Kontrollparameter (deren Zahl abhängig ist von der Anzahl der Reaktionsgleichungen) mit den äußeren Belastungsbedingungen.Zum anderen, abgesehen von der Interpretation der Diffusionsterme, besteht die Schwierigkeit den effektiven Diffusionskoeffizienten meßbare Größen zuzuordnen, was i.R. weitere Annahmen erfordert (s.z.B. [16]).

Boček [34],[45],[46] hat ein Modell vorgeschlagen,das diese Schwierigkeiten,allerdings durch starke Vereinfachung,umgeht.In diesem zeidiskontinuierlichen Modell sind die potentiell beweglichen Versetzungen die einzigen Systemelemente.Die Erzeugung von Versetzungen, die zunächst an eingewachsenen Quellen erfolgt,geschieht im Verlauf der Verformung durch einen autokatalytischen Mechanismus,indem jede bewegliche Versetzungen sind die wesentlichen Mechanismen der Versetzungseliminierung.Der erste Mechanismus liefert zwar einen Verformungsbeitrag,ist aber,im Unterschied zur Annihilierung, für den inneren Zustand des Systems bedeutungslos.Im stationären Zustand ist die Versetzungswände) schließen solche ein mit sehr niedrigerer Dichte (Zellstruktur). Alle Versetzungen werden als potentiell beweglich betrachtet und somit ist deren Dichte $\rho \propto \rho_{wr}$.

Bei ausgeprägter Zellstruktur erfolgt die Erzeugung und Annihilierung von Versetzungen in den Versetzungswaenden. Erfahrungsgemäß bleibt die äquiaxiale Form der Substruktur während einsinniger Verformung erhalten. Das ist überraschend, und zeugt von hoher Mobilität von Versetzungskollektiven. Die Formänderungsfähigkeit (Flexibilität) der Substruktur findet Ausdruck in deren Anpassungsfähigkeit an die Belastungsbedingungen (Skalierung der Substruktur). Zum anderen ermöglicht Flexibilität die Existenz von Fluktuationen – die Voraussetzung für strukturelle Änderungen.

Bezeichnet $\dot{\rho}^+$ die Produktions- und $\dot{\rho}^-$ die Annihilationsrate von beweglichen Versetzungen, so lautet die Reaktionsgleichung

$$\dot{\rho} = \dot{\rho}^+ - \dot{\rho}^- \tag{2.1}$$

Nimmt man, in Anlehnung an experimentelle Untersuchungen von Johnston und Gilman [47] an, daß die Entwicklung der Dichte von beweglichen Versetzungen der Kinetik folgt

$$\dot{\rho}^+ = \mathbf{k}_{\rm D} \rho \tag{2.2a}$$

$$\dot{\rho} = k_a \rho^2 \tag{2.2b}$$

wo k_p und k_a die entsprechenden Reaktionskonstanten für Produktion und Annihilation sind, so lautet Gl.(2.1)

$$\dot{\rho} = \mathbf{k}_{\rm p} \rho - \mathbf{k}_{\rm a} \rho^2 \tag{2.3}$$

Dies ist die denkbar einfachste Form des Gleichungssystems (1.1), bestehend aus einer gewöhnlichen, nichtlinearen Differentialgleichung, deren Lösung lautet

$$\rho(t)/\rho_{0} = \exp(k_{p}t)/\{1 + (\rho_{0}k_{a}/k_{p})[\exp(k_{p}t) - 1]\}$$
(2.4)

wo $\rho_0 = \rho(t=0)$.Demnach nimmt ρ monoton mit t zu und erreicht den Sättigungswert $\rho_s = k_p/k_a$.Bestimmt man die Reaktionskonstanten aus dem Modell von Essmann und Mughrabi [48], so ist [44]

$$\mathbf{k}_{\mathrm{p}} = (2/\mathrm{bL}\rho_{\mathrm{o}})\dot{\boldsymbol{\epsilon}} \tag{2.5a}$$

$$\mathbf{k}_{\mathbf{a}} = (2\mathbf{y}\kappa/\mathbf{b}\rho_{\mathbf{O}})\dot{\boldsymbol{\epsilon}}$$
(2.5b)

b ist der Burgersvektor, L ist der Laufweg von (Stufen/Schrauben-) Versetzungen im Verformungsintervall d ϵ ; y ist ein kritischer Abstand von Gleitebenen (der Größenordnug von b) bei dem Versetzungen annihilieren können. $\kappa \approx 1/2$ ist der Dehnungsanteil verbunden mit Stufen- bzw.Schraubenversetzungen.Für $\rho_{\rm g}$ folgt Größenordnug von b) bei dem Versetzungen annihilieren können. $\kappa \approx 1/2$ ist der Dehnungsanteil verbunden mit Stufen- bzw.Schraubenversetzungen.Für ρ_s folgt

$$k_{\rm p}/k_{\rm a} = \rho_{\rm s} = 1/({\rm Ly}\kappa) \approx 1/({\rm Lb})$$
(2.5c)

Aus Gl.(2.4) erhält man mittels der normierten Versetzungsdichte $N = \rho / \rho_s$

$$dN/dt \equiv \dot{N} = k_p N(1 - N)$$
(2.6)

Nur einer der zwei stationären Zustände ($\dot{N}=0$),nämlich für N=1 ($\rho=\rho_s$),ist stabil.Der andere,für N=0,ist instabil.Damit verbunden ist gemäß Gl.(1.16), ein anfänglich negativer H-Wert,der dazu führt,daß $\gamma(\epsilon)$ zwei Nullstellen aufweist (s.1.2) und folglich innerhalb dieses Bereichs die Verformung stabil verläuft [36].Dieser ist bedeutsam für das Fließverhalten von Materialien mit anfänglich geringer Dichte beweglicher Versetzungen. Er ist verantwortlich für das Phänomen der dynamischen Streckgrenzenüberhöhung [47],[49].

Erfahrungsgemäß wird plastisches Fließen von Kristallen durch zeitlich und räumlich diskontinuierliche Versetzungsprozesse bewerkstelligt [3]. Z.B.entstehen aus beweglichen Versetzungen einer Generation innerhalb eines Verformungsintervalls "sprungartig" weitere bewegliche Versetzungen der nächsten Generation.Für diese Fall wird das Verhaltem zweckvollerweise durch die sogn.Verhulst-Dynamik beschrieben (s.dazu [50] [51]).Dazu definieren wir mit $U=\rho_{t+X}/\rho_t$ das relative Wachstum der Versetzungspopulation im Zeitintervall X,und verknüpfen mit U,in Analogie zur Gl.(2.6),die Bedingung endlichen Wachstums durch $U=\alpha(1-N_t)$,wo $\alpha=k_pX$ und N_t die normierte Versetzungsdichte bedeutet.Die Kombination obiger Beziehungen liefert die Differenzengleichung

$$N_{t+X} = \alpha N_t (1 - N_t)$$
(2.7)

die nun,anstatt von Gl.(2.3),die Entwicklungsgleichung darstellt.N_tist die Dichte der vorangehenden, und N_{t+X} die Dichte der dem Zeitintervall X nachfolgenden Generation.Ist τ_b die Versuchszeit und m die Anzahl der Intervalle, so ist X= τ_b/m die Länge

ł

des Zeitintervalls. Dieses ist frei wählbar, muß aber den Zeiteinheiten der Versuchsgrößen entsprechen. Im gegebenen Fall $\epsilon/X = \dot{\epsilon}$ ist $[\dot{\epsilon}] = 1/s$ und so [X] = s.

Vorgänge, die durch diese scheinbar einfache (logistische) Gleichung (2.7) beschrieben werden, haben eine unerwartet komplexe Dynamik (s.dazu [51]). Die Wirkungsweise des zeitdiskontinuierlichen Populationsmodells wird anhand der Abb.5 verdeutlicht. Aus einer anfänglichen Dichte beweglicher Versetzungen ρ_0 , welcher die normierte Dichte N_0 entspricht, erzeugt der Generator die erste Generation der Dichte N_1 . Diese wird rückgeführt in den Generator, der daraus die Dichte N_2 und iterativ $N_3, N_4, ...,$ produziert. Der Algorithmus wird so oft wiederholt, bis für benachbarte Generationen gilt $N_t = N_{t+1}$, d.h. N_t einen stationären Wert N_e erlangt⁴. Dementsprechend allein wesentlich für die Stabilitätsbetrachtung ist der Grenzwert der Differenzen der nachfolgenden Generationen innerhalb eines vorgegebenen Zeitintervalls. Wählt man dafür die Versuchsdauer τ_h , d.h. m=1, so ist aus obigen Beziehungen und aus Gl(2.5a)

$$\alpha \equiv \mathbf{k}_{p} \mathbf{X} = \mathbf{k}_{p} \tau_{b}$$

In differentieller Form ist

$$d\alpha = dk_p X + k_p dX$$

Für stationäre Verhältnisse ist $dk_p = 0$ und da $\dot{\epsilon} = d\epsilon/dX$, so ist mittels Gl(2.5a)

$$d\alpha = k_{D} dX = (2/\rho_{O} bL) d\epsilon$$

Offensichtlich besteht zwischen dem mittleren Laufweg L und der linearen Abmeßung der Substruktur d_s die Beziehung

$$p = L/d_{s} \leq 1 \tag{2.8}$$

wobei bekanntlich d $_{s}$ spannungsabhängig ist[52], nämlich

$$d_{s}/b=Z\{G/\sigma(\epsilon)\}$$
(2.9)

⁴Eine ausführliche Erläuterung findet der Leser in [44].

Die Kombination obiger Gleichungen und Integration liefert schließlich

$$\alpha = 2 \int \sigma(\epsilon) d\epsilon / (b^2 G \rho_w pZ) = (2W/b^2 G \rho_w pZ) = \alpha(W, \phi_s)$$
(2.10)

wo W = $\int \sigma(\epsilon) d\epsilon$ die Verformungsenergie (im Einheitsvolumen) ist.Zufolge von Gl(2.9) hat ρ_0 in Gl(2.5a) nun die Bedeutung der Dichte der Wand-Versetzungen ρ_w (s.dazu Gl(2.12)).Der Kontrollparameter ist demzufolge abhängig von den aüßeren *Belastungsbedingungen* (W) und den *Strukturparametern* ρ_w , p,Z (summarisch mit ϕ_s bezeichnet).

2.1 Der Kontrollparameter und das Systemverhalten

Die charakteristischen Eigenschaften der Modellgleichung (2.7) können dem sogn. Bifurkationsdiagramm in Abb.6 entnommen werden:

i)Das Systemverhalten ist durch den Kontrollparameter $\alpha(W,\phi_s)$ vollkommen beschrieben.Für $1 < \alpha < 3$ liefert die Iteration von N_t einen stationären Wert $N_e^{(1)} = \rho_e^{(1)} / \rho_s$.

ii)Für $\alpha=3$ erreicht das System einen kritischen Zustand, indem eine kleine Zunahme von α zwei Zustände mit unterschiedlichen ρ_e -Werten produziert Für $\alpha=3$ ist $N_e^*=\rho_e^*/\rho_s=1-1/3=0.67$.

iii)Für $3 < \alpha \leq 4$ bifurkieren die Zustände so,daß,abhängig von α , mindestens zwei Zustände für gegebenen α -Wert existieren.D.h.für solche α -Werte sind jedem Belastungszustand mindestens zwei Dichtewerte ρ_e zugeordnet.Oberhalb von α =3.5700 ist das Systemverhalten chaotisch (das System kann innerhalb der aüßersten Äste des Bifurkationsdiagramms beliebige ρ_e -Werte annehmen). Obige Aussagen sind insofern mit dem Ergebnis der liearen Stabilitätsanalyse (s.Abschnitt 1.1) vergleichbar, als für kritische Werte der Kontrollparameter das System empfindlich auf kleine Änderungen der Zwangsbedingungen (d.h.Belastungsbedingungen) "überproportional" reagiert.Dadurch unterscheidet sich das Systemverhalten grundsätzlich vom unterkritischen, wo die Wirkung zur Ursache proportional ist.

Die begrezenden Äste des Diagramms sind durch die maximalen und minimalen $\rho_{\rm e}$ -Werte festgelegt.Dazwischen,abhängig vom α -Wert,befinden sich die Äste der Bifurkations-Kaskaden,also die Moden verschiedener Gleichgewichtszustände. Welche davon das System in der Realität einnimmt,ist aus der Sicht dieses Modells nicht zu beurteilen.

Der Übergang in der Darstellungsweise kontinuierlich/diskontinuierlich lässt das Problem der Stabilitätsanalyse im Grunde unverändert.Der Vorteil der letzteren ist die Grundgleichung (2.7), die, trotz analytischer Einfachheit, die Komplexität nichtlinearer Phänomene der Darstellung erschließt.

2.2 Der Abstand vom thermodynamischen Gleichgewicht

Vom thermodynamischen Standpunkt kennzeichnende Merkmale der Kristallplastizität sind Irreversibilität (Energiedissipation) und Strukturbildung. Strukturierung in *nichtisolierten* Systemen erfolgt nur unter bestimmten Bedingungen.Für offene (oder zumindest nichtisolierte) Systeme zerlegt Prigogine (s.z.B.[54]) die Änderung der Entropie dS (pro Zeiteinheit) in zwei Anteile,nämlich

$$dS = d_eS + d_iS$$

wo d_eS der Entropiefluß durch die Systemgrenze als Folge der Wechselwirkung des

Systems mit der Umgebung ist, und d_iS>0 die Entropieproduktion durch irreversible Prozesse bedeutet.Das Vorzeichen von d_oS wird bestimmt durch die Art der Wechselwirkung System/Umgebung.Unter bestimmten Umständen kann die Gesamtentropieänderung dS negativ sein. Dies ist der Fall, wenn Entropie aus dem $System extrahiert wird, d.h. d_e S < 0, so da \beta |d_e S| > d_i S > 0. All erdings dominiert in$ Gleichgewichtsnaehe d_iS>0 und folglich ist dS>0.Der Zustand dS<0 kann daher nur fernab vom thermodynamischen Gleichgewicht (TDG) realisiert werden, und erfolgt nicht spontan. Quellen von freier Energie (Enthalpie) sind erforderlich, die gleichsam als "Extraktionspumpen" wirken. Plastisch deformierende Materialien gehören zu der Klasse passiver Nicht-Gleichgewicht-Systeme (NGS) (s.dazu z.B.[55]). Diesen muß freie Energie, im gegebene Fall als Verformungsenergie, zum Betrieb der Pumpe zugeführt werden. Zusammen mit der Entropieproduktion T(d;S), muß diese größer sein als T(d_eS). Unter den NGS sind die *stationaeren* NGS, nämlich solche,für die dS=0, von besonderem Interesse. In diesem Fall ist $d_eS = -d_iS < 0$ und folglich, um die Zunahme von d_iS durch d_oS<0 zu kompensieren, muß freie Energie kontinuierlich zugeführt werden. Von diesem Standpunkt gesehen, ist Gleichgewichtsferne die notwendige Voraussetzung der Strukturierung. In diesem Sinne sind Versetzungsstrukturen Nicht-Gleichgewicht-Strukturen.Der Begriff der Gleichgewichtsferne stationäre erfordert die Spezifizierung des Referenzzustands, was für offene Systeme ein grundsätzliches Anliegen ist (s.z.B.[56],[70]).

2.3 Plastische Verformung

2.3.1 d_s-Fluktuationen

Annihilationsrate.Fluktuationen dieser Größen bewirken Fluktuationen in d_s (weiterhin d_s -Fluktuationen).Für unterkritische α -Werte werden, wie im Abschnitt 1.1 erläutert,Fluktuationen unterdrückt,d.h.der ursprüngliche mittlere d_s Wert wird wiederhergestellt und ein synergetisches Übergreifen der Fluktuation auf andere Agglomerate bleibt aus (Wiederherstellung lokaler Gleichgewichte).Anders für kritische α -Werte:die Vielzahl der möglichen Fluktuationen (Moden) wird am kritischen Punkt reduziert,die verbleibende instabile Mode bestimmt das Geschehen (s.1.1,Versklavung). Durch Kopplung der Agglomerate erfolgt die Ausbreitung der Störung im Gesamtvolumen, und somit die "Phasenumwandlung" des Systems.

Die Ausbreitung kritischer Fluktuationen bedarf der raeumlichen Korrelation der Fluktuationen.Bei fehlender Kopplung zwischen Volumenelementen würde das System die Kritikalität (Bifurkation) nicht wahrnehmen.Ist die Ausbreitungsrate klein, so bleibt die Instabilität lokalisiert und führt zur Forminstabilität.Formstabile Fließinstabilität erfordert demnach eine hinreichende Ausbreitungsrate wachstumsfähiger Fluktuationen.

Bezeichnend für solche Übergangsphänomene ist, daß sie mit Zuständen verknüpft sind, die sich durch Korrelationen *makroskopischer* Reichweite auszeichnen [42]. In Systemen, die durch Gl.(1.1) beschrieben werden, beträgt die sogn. Korrelationslänge

$$L_k = (D/\omega)^{1/2}$$

wo D der Koeffizient des diffusionsartigen Prozesses und ω Änderungsgeschwindikeit der langsamsten Mode ist. Am Bifurkationspunkt ist $\omega \rightarrow 0$ und L_k divergiert. Dies deutet darauf hin, daß das gesamte Volumen des Systems kohärent ist und die strukturelle Unwandlung somit kollektiv erfolgt. Allerdings erfordert eine rigorose Behandlung die Berücksichtigung der nichtlinearen Kopplung der Moden. Dadurch wird obige Beziehung modifiziert und die Divergenz von L_k vermieden [42] ⁵.

Wie aus Beobachtungen von Fließinstabilitäten zu schließen ist (s.3.3.5), besitzen kritische d_s-Fluktuationen hohe Ausbreitungsgeschwindigkeiten. Die "Information" über Zustandsänderungen der Zellenagglomerate kann möglicherweise durch Zellwände (die deformierbaren Membranen ähneln) vermittelt werden. Die Ausbreitung der Wanddichteänderung wird auf mechanischen Weg wesentlich schneller erfolgen als durch Diffusionsprozesse. Letztere sind zwar bei der Annihilation unabdingbar, jedoch bei schnell ablaufenden Prozessen, wie z.B. dem der dynamischen Rekristallisation, sind diffusionsartige Transportprozesse als Informationsträger über makroskopische Entfernungen zu langsam.

2.3.2 Gespeicherte Energie und der Abstand vom TDG

Die Verformungsenergie W_w gespeichert in der Versetzungswand einer regulären Zellstruktur [57] ist

$$W_{w} = (Gb^{2}/4\pi)f(\nu)\ln(L_{w}/b)\rho_{w}$$
(2.11)

Für würfelförmige Zellen besteht zwischen der Kantenlänge d_s , der Wand-Versetzungsdichte ρ_w und dem mittleren Abstand der Wand-Versetzungen L_w die Beziehung

$$\rho_{\mathbf{w}} = 4/(\mathbf{d}_{\mathbf{s}}\mathbf{L}_{\mathbf{w}}) \tag{2.12}$$

Nur ein sehr geringer Teil W_s der Verformungsenergie W wird im Material gespeichert.Der Rest wird als Wärme dissipiert [58].

⁵Eine Abschätzung von ω für Cu bei 773K unter der Annahme,daß: a)die Volumendiffusion der geschwindigkeitsbestimmende Mechanismus ist, und b) $L_k \ge d_s = 1 \times 10^{-6} \text{m}$ führt zu $\omega \le 2.8 \times 10^{-6} \text{/s}.$ Bezeichnend für die stationäre Hochtemperatur-Verformung ist ein Fließzustand, der strukturell charakterisiert ist durch eine verformungsunabhängige (mittlere) Zellgröße d_s .Eine konstante Zellgröße erfordert gemäß Gl.(2.12) $L_w \rho_w = konstant^6$. Messungen an α -Fe [59]und Al [60] zeigen, daß der Kornverdrehungswinkel [57]

$$\Theta \approx \rho_{\rm w} d_{\rm s} b/4 \propto W_{\rm w}$$

für $d_s = konstant, dehnungsabhängig ist, nämlich [46]$

Die damit implizierte Verformungsabhängigkeit von ρ_w lässt auf $W_w(\rho_w)$ schließen. Für die Hochtemperatur-Verformung ist in guter Näherung $W_w \approx W_s$, und die Kombination von Gl.(2.10) und Gl.(2.11) liefert

$$\alpha = (W/W_s)[f(\nu)\ln(L_w/b)/2\pi](1/pZ)$$

Für f(ν)=1.2 [91] und L_w/b=50 ist

$$\alpha = (W/W_s)(0.7/pZ) = \lambda(0.7/pZ)$$
 (2.13)

Dem 1.Hauptsatz der Thermodynamik gemäß ist

$$-Q_{d} = W(1-1/\lambda) > 0$$
 (2.14)

wo \mathbf{Q}_{d} die als Wärme dissipierte Energie ist. Daraus folgt

$$\lambda \equiv W/W_{s} \begin{cases} 1, \text{für } Q_{d} = 0, & \text{elastischer} \\ & \text{Fall} \\ \text{unbegrenzt, für } -Q_{d}/W = 1, \text{ plastischer} \end{cases}$$
(2.15)

Es ist darum naheliegend, λ als ein Maß für den Abstand vom TDG zu betrachten [44][45] [61]. Aus Gl.(2.13) folgt der Modellwert

$$\lambda_{\rm m} = 1.44 \, \alpha {\rm pZ} \tag{2.16a}$$

Ist, in der Beziehung $p=L/d_s$, der mittlere Laufweg $L=L_0=konstant$, unabhängig von

 $^{{}^{6}\}rho_{w}$ wird zumeist aus (mit großen Fehlern behafteten) Messungen von L_w, oder aus (nicht unumstrittenen) Messungen des Kornverdrehungswinkels Θ bestimmt.

$$\lambda_{\rm m} = 1.44 \, \alpha {\rm pZ} \tag{2.16a}$$

Ist, in der Beziehung $p=L/d_s$, der mittlere Laufweg $L=L_0=konstant$, unabhängig von der Spannung⁷, so ist mittels Gl (2.9) und für Z=23 [52]

$$\lambda_{\rm m} = 1.44 \,\alpha({\rm L_o/b})(\sigma/{\rm G}) \tag{2.16b}$$

Dem kritischen Wert des Kontrollparameters $\alpha = \alpha^* \simeq 3$ ist der kritische Abstand

$$\lambda_{\rm m}^* \equiv W^* / W_{\rm s}^* = 4.2 (L_{\rm o}^* / {\rm G})$$
 (2.16c)

zugeordnet. Dem Bifurkationsmodell zufolge kennzeichnet die dem kritischen λ^* -Wert zugeordnete Spannung σ^* jene Situation, in der einem kritischen α -Wert mindestens zwei energetisch unterschiedliche Systemzustände entsprechen. Mit dem Übergang vom destabilisierten zum neuen, stabilen Zustand erfolgt eine Umwandlung der Substruktur, wobei d_s zunehmen und ρ_w abnehmen sollte (s.3.3.5). λ_m^* ist proportional zum kritischen Spannungswert σ . Wie in [44] gezeigt, entspricht bei Hochtemperatur-Maximalspannung im $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm Verformung die (s.Abb.13a)der Einsatzspannung $\sigma_{\rm R}$ für dynamische Rekristallisation, d.h. σ^* ist kennzeichnend für die Umwandlung von Verformungsstrukturen (s.Abschnitt 2.2.1). Im weiteren bezeichnet σ^* den Spannungsmaximalwert im $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm sowie den Modellwert in Gl(2.16c).

Dem Modell entsprechend sollte der kritische Zustand nicht abhängen von der Art und Weise wie Energie gespeichert wird,d.h. $\lambda_{\rm m}^*$ sollte unabhängig sein von der Verformungsweise sowie vom Material. $\lambda_{\rm m}^*$ wird im Wesentlichen durch den spannungsabhängigen p-Wert bestimmt und sollte etwa im Bereich zwischen 20 und 100 liegen.Eine grobe Abschätzung mit p=0.5 ergibt

$$\lambda_{\rm m}^{+} = 50 \tag{2.16d}$$

⁷Ist $L\alpha d_s$, so ist L, über $d_s(\sigma)$ (s.Gl(2.9)), mittelbar spannungsabhängig.

darum ist Gl(2.16c) für die Modellverifizierung grundlegend.

2.3.3 Stabilitätskriterium

Der Maximalwert der gespeicherten Energie W_s^* in Gl(2.16c) kann als Speicherkapazitaet betrachtet werden. Der relative Unterschied zwischen W_s^* und dem aktuellen W_s -Wert

$$\chi_{s} \equiv (W_{s}^{*} - W_{s})/W_{s}^{*} \equiv (1 - \lambda/\lambda^{*})$$
(2.17)

wird als Speicherfaehigkeit bezeichnet. Sie nimmt im Laufe der Verformung linear mit λ ab und ist für $\lambda = \lambda^*$ erschöpft. Definiert man mit

$$\Gamma_{\rm s} \equiv {\rm dW}_{\rm s}/{\rm dW} \tag{2.18}$$

die Energie-Speicherrate, so folgt aus den Beziehungen (3.1) und (3.2a)

$$\Gamma_{\rm s} = 1/(2\lambda) \tag{2.19a}$$

 Γ_{s} nimmt im Laufe der Verformung von einem ursprünglich hohen Wert $\geq 1/2$ ab und erreicht den (minimalen) kritischen Wert

$$\Gamma_{\rm s}^* = 1/(2\lambda^*)$$
 (2.19b)

Die Beziehung

$$\Gamma_{\rm s} > \Gamma_{\rm s}^*$$
 stabil (2.20)

kann als Stabilitätskriterium betrachtet werden [46].Äquivalent mit diesem sind die Kriterien

$$W_s < W_s^*, \lambda < \lambda^* \text{ und } \chi_s > 0$$
 stabil

In der Abb.7 ist die Änderung dieser Größen im Laufe der Verformung schematisch veranschaulicht.

Unter den Annahmen, daß $W_w = W_s$ und $\rho_w = (\sigma/\beta Gb)^2$, wo σ die wahre Spannung bedeutet, liefert die Kombination der Gleichungen (2.18), (2.11), (2.12) und (3.5)

$$dW_{s}/dW = (dW_{s}/d\rho_{w})(d\rho_{w}/d\sigma)(d\sigma/d\epsilon)(d\epsilon/dW)$$

$$= f(\nu)/(2\pi\beta^2) \{1 + \ln(4/\rho_w d_s b)\}h/G$$

= f(\nu)/(2\pi\beta^2) \{1 + \ln(L_w/b)\}h/G

wo h \equiv d σ /d ϵ der Verfestigungskoeffizient ist. Mit f(ν)=1.2; β =0.45 und L_w/b=50 ist für Kritikalität

*

$$\Gamma_{\rm s} \simeq 5 ~{\rm h}^{-1}/{\rm G}$$

Für $\lambda^* = \lambda_{\rm m}^* = 50 ~{\rm (s.Gl(2.16d))}$ ist ${\rm h}^*/{\rm G} = 2 \times 10^{-3} ~{\rm s}$.

Der Größe $\Gamma_{\rm s}$ wäre im Englischen die Bezeichnung work hardening coefficient dem Sachverhalt angemessen. Allerdings ist für h diese Bezeichnung neben der gleichbedeutenden Bezeichnungen strain hardening coefficient im Gebrauch. Der obigen Gleichung zufolge, sind diese Größen einander proportional.

2.3.4 Dynamische Rekristallisation

Erfahrungsgemäß ist das Verformungsverhalten von Materialien trotz stationärer äußerer Belastung u.U. nicht monoton.In solchen Fällen kann die *formstabile* Verformung zwischen ver- und entfestigenden Perioden alternieren.Das Verhalten wird verursacht durch wiederholte Destabilisierung der stationären Verformungsstruktur (strukturelle Instabilität).Typisches Beispiel ist das Phänomen der dynamischen Rekristallisation (DRX).

Obwohl strukturelle Umbildung auch bezeichnend ist für die statische Rekristallisation,

⁸Dieser Wert entspricht dem für Einkristalle beobachteten h_{II}/G -Wert im Bereich II der Verfestigungskurve.Ähnlich wie Γ_s^* ist letzterer wietgehend unabhängig von Versuchsbedingungen und Material.

so unterscheiden sich die entsprechenden *Prozesse* grundsätzlich. Während die DRX ein dynamischer Vorgang ist, der unter Energiezufuhr *fernab* vom TDG abläuft⁹, erfolgt die Auslösung des anderen im entlasteten Zustand. Der Vorgang ist allein bedingt durch den *inneren* Zustands des Materials, getrieben durch Kräfte, die bestrebt sind die Energie des Systems zu minimieren. Die DRX ist ein kritisches Phänomen in dem Sinne, daß, wie von Gottstein und Kocks [53] erstmals erkannt, *Fluktuationen von Groesse und Form der Substruktur* bei der Nukleation der Umwandlung eine entscheidende Rolle zukommt.

Wie Boček [44] zeigte, kann die Einsatzspannug $\sigma_{\rm R}$ für DRX¹⁰ mit der kritischen Versetzungsdichte $\rho_{\rm e}^*$ korreliert werden. Experimenten an Einkristallen (Ag, Cu, Ni) zufolge ist das Verhältnis

$$\sigma_{\rm R}/\sigma_{\rm s}=0.82\tag{2.21a}$$

wo

$$\sigma_{\mathbf{s}} = \lim_{\mathbf{h} \to 0} \sigma \tag{2.21b}$$

die sogn.Sättigungsspannung ist, unabhängig von der Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit [53].Wird die kritische Versetzungsdichte ρ_{e}^{*} der Spannung σ_{R} und ρ_{s} der Spannung σ_{s} mittels der Beziehungen

$$\sigma_{\mathrm{R}} = \mathbf{k}_{\mathrm{R}} (\rho_{\mathrm{e}}^{*})^{1/2}$$
$$\sigma_{\mathrm{s}} = \mathbf{k}_{\mathrm{s}} (\rho_{\mathrm{s}})^{1/2}$$

¹⁰Wie im weiteren gezeigt, ist die DRX mit Abnahme der Fließspannung verbunden, wobei $\sigma_{\rm R}$ dem Maximalwert im $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm zugeordnet wird.

⁹Es sind die *Bedingungen* und nicht die *Mechanismen* der DRX die Gegenstand sind dieser Untersuchung.In der Literatur wurde wiederholt das Korngrenzgleiten als der geschwindigkeitsbestimmende Mechanismus der DRX betrachtet [76]–[78].

zugeordnet, so ist

$$\sigma_{\rm R}/\sigma_{\rm s} = (k_{\rm R}/k_{\rm s})(\rho_{\rm e}^*/\rho_{\rm s})^{1/2} = (k_{\rm R}/k_{\rm s})(N_{\rm e}^*)^{1/2} = (k_{\rm R}/k_{\rm s})0.82 \qquad (2.22)$$

wo,dem Modell zufolge, $N_e^{*1/2}=0.82$ (s.Abschnitt 2.1).Für $(k_R/k_s)\approx 1$ liefert Gl.(2.22) für σ_R/σ_s den Modellwert 0.82,der mit dem experimentellen Wert (2.21a) übereinstimmt¹¹.

3. Experimenteller Teil

3.1 Die Aufgabenstellung

Die Modellbeschreibung wirft eine Reihe von Fragen auf. Mit den nächstliegenden beschäftigt sich diese Arbeit:

i) Erfüllen die experimentellen λ^* -Werte die Modellvorhersagen?

*Ist die Ermittlungsmethode für λ korrekt?

Wie groß sind die λ^ -Werte und wie hängen diese von den Versuchs-

Variablen ab?

Ist λ^ abhängig von der Versuchsführung, vom Belastungsweg bzw. vom Verformungsweg?

Ist λ^ materialabhängig? Wie verhalten sich Viel-und Einkristalle?

 ii) Wie fügen sich quantitative Beobachtungen der Fließinstabilität in dieses Bild?

Nicht alle Fragen konnten im Rahmen dieser Arbeit gleichgewichtig behandelt

¹¹Diese Übereinstimmung war der ursprüngliche Hinweis, daß DRX ein Bifurkationsproblem darstellt [44].
werden.So war z.B.die Materialauswahl beschränkt und mikrostrukturelle Untersuchungen konnten nur im geringen Umfang durchgeführt werden.

3.2 Verformungsversuche

3.2.1 Versuchsführung

Folgende Verfahren wurden angewandt:

*der dehnungsgesteuerte Zugversuch (STC-Versuch)

*der lastgesteuerte Zugversuch (LDC-Versuch)

*der Spannungsrelaxationsversuch (SR-Versuch)

*der niederfrequente, dehnungsgesteuerte Wechselverformungs-

versuch (LCF-Versuch)

*Änderungen der Versuchsführung (CLC-Versuche)¹²

3.2.2 Material und Prüfbedingungen

<u>Blei</u>

<u>Vielkristalle (VK)</u>

inhomogene Kornstruktur;

Probenform:Rundproben;Durchmeßer $D_p=6mm$;Probenlänge $L_p=Me$ ßlänge $L_m=20mm$

 $\frac{\text{Kadmium}(\text{VK})}{\text{d}_{\text{g}}=1.5\text{x}10^{-4}\text{m}; \text{ D}_{\text{p}}=5\text{mm};\text{L}_{\text{p}}=\text{L}_{\text{m}}=25\text{mm}}$

¹²Die Abkürzungen bedeuten: STC(strain controlled), LDC(load controlled), LCF(low cycle fatigue), CLC(change in loading conditions)

Kupfer

Reinheit: C:0.015±0.003, O:0.021±0.001, N:<0.001 im %GW. Wärmebehandlung:700⁰C/1St.,Vakuum.

<u>Vielkristalle</u> (VK) $d_g=1.6x10^{-5}m$. Zylindrische Rundproben mit Messkrägen, $D_p=5mm; L_p=40mm; L_m=25mm$. <u>Einkristalle</u> (EK) Proben mit quadratischem Querschnitt 3x3 mm und Scheibenköpfen

Proben mit quadratischem Querschnitt 3x3 mm und Scheibenköpfen (durch Funkenerrosion aus Rundproben hergestellt), $L_p = L_m = 45$ mm;Orientierung unbekannt.

Nickel

Reinheit: C:0.014, O:0.008, N:<0.005 in %GW.

Wärmebehandlung: 1050°C/30 Min., Vakuum.

<u>Vielkristalle</u>

 $d_p = 2.1 \times 10^{-4} m.$

a) zylindrische Rundproben (für einsinnige Zugversuche); $D_p = 3mm$; $L_p = L_m = 30mm$;

b) für LCF Versuche sanduhr-förmige,zylindrische Rundproben mit Messkrägen,
 L_m=21mm,jüngster Durchmesser 8.8mm (sogn.GRIM-Vollproben, s.[62]).

<u>Einkristalle</u>

Probenform: rund, $D_p = 4.1 \text{mm}; L_m = 49 \text{mm}; \text{Kopf angeschweißt}, \text{Orientierung unbekannt}.$

<u>Austenitischer Stahl (DIN 1.4909)</u> $d_g=1.2x10^{-4}m; D_p=3mm; L_P=L_m=30mm.$

Austenitischer Stahl (DIN 1.4981)

lösungsgeglüht; $d_g = 2x10^{-5}m; D_p = 3mm; L_p = L_m = 30mm$

Ferritischer Stahl (DIN 1.4914)

lösungsgeglüht;

a)d_g=2.3x10⁻⁵m;D_p=3mm;L_p=L_m=30mm b)d_g=3.9x10⁻⁵m;D_p=5mm;L_p=L_m=25mm

Versuchsparameter:

Temperatur:
$$0.17 \leq T_h \leq 0.87$$

Verformungsrate: $1.3 \times 10^{-5} \leq \epsilon \leq 3.7 \times 10^{-1} (1/\text{sek})$
Spannung: $2.7 \times 10^{-4} \leq \sigma^*/\text{G} \leq 8.3 \times 10^{-3}$

 $T_h = T/T_m$ ist die homologe Temperatur.Die Versuche an Cu und Ni wurden im Vakuum, bei einem Druck von 1.3×10^{-3} Pa durchgeführt.Zum Vergleich sind Cu-VK bis zu Temperaturen von 500° C auch in Luftatmosphäre verformt worden.Neben eigenen Messungen sind Daten aus der Literatur ausgewertet worden.Cu-EK:STC [53],[63],[64],[65]; Ni-EK:STC,[53]; Ni-VK:Torsion,[66]; Al-VK:Torsion [67].

3.2.3 Die Ermittlung von λ

 W_s -Daten stammen überwiegend aus dem Bereich der Tieftemperaturverformung (T_h < 0.4) [58]. Die für diese Arbeit notwendige Information über die Temperaturabhängigkeit von W_s wurde Untersuchungen von Williams [68] entnommen, in denen Metallen mit unterschiedlicher Schmelztemperatur, bei Raumtemperatur T jeweils die Verformumgsenergie W(1) bzw.W(2)=4W(1) zugeführt, und die entsprechenden $W_s(1)$ -bzw. $W_s(2)$ -Werte gemessen wurden. Die Ergebnisse, die den Temperaturbereich 0.14≤ T_h ≤0.50 abdecken, sind in Abb.8 wiedergegeben [46]. Ihr Temperaturbereich $0.14 \le T_h \le 0.50$ abdecken, sind in Abb.8 wiedergegeben [46]. Ihr entnimmt man, in Übereinstimmung mit Messungen an zahlreichen polykristallinen Metallen und Legierungen, daß

$$W_{s}(1)/W_{s}(2)\approx[W(1)/W(2)]^{1/2}$$

und

$$W_s \propto T_h^{-2}$$

Somit ist

$$W_{s}/\sqrt{W} = a_{o}T_{h}^{-2} = a_{T}/T^{2} \equiv a_{m}$$
(3.1)

wo

$$a_0 = 5.8 \times 10^{-2} (J/gatom)^{1/2}$$
 (3.2)

eine materialunabhängige Konstante ist. Für λ folgt

$$\lambda \equiv W/W_s = \sqrt{W}/a_m = W_s/a_m^2$$
 (3.3)

bzw.

$$\lambda^* = \sqrt{W^*} / a_m \tag{3.4}$$

wo

$$W^* = \int_0^{\epsilon^*} \sigma(\epsilon) \mathrm{d}\epsilon \qquad (3.5)$$

die kritische Verformungsarbeit (pro Einheitsvolumen) ist. ϵ^* ist die Dehnung zur Instabilität.Die Prüfung der empirischen Beziehung (3.1) war das primäre Anliegen dieser Untersuchung.

3.3 Ergebnisse

3.3.1 Verifizierung der empirischen $W_s(W)$ Beziehung.

Die Bestimmung der λ -Werte beruht auf der empirischen Beziehung (3.3). Deren Prüfung erfolgte zum einen mittels des Verhältnisses ϵ^*/σ^* und zum anderen anhand Das Verhältnis ϵ^*/σ^* kann aus dem Modell berechnet und mit dem (modellunabhängigen) experimentellen Werten verglichen werden. Ausgangspunkt ist die empirische $\lambda^*(\sigma^*)_{T}$ -Beziehung, die aus STC-Versuchen mit unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten ϵ_{0} ermittelt wurde (s. Abb.9)¹³.

Die Kombination von Gl.(3.4) und Gl.(3.5) gibt

$$\lambda^* = a_m^{-1} \left(V_m \int_0^{\epsilon^*} \sigma(\epsilon) d\epsilon \right)^{1/2}$$
(3.6)

 a_m ist duch Gl.(3.1) gegeben und V_m ist das Gramatom-Volumen.Mit dem Ansatz $\sigma = \sigma(o) + \chi \overline{\epsilon}$ (3.7)

und für $2\sigma^*/\sigma_0 >> 1$, wo $\sigma(0)$ die Streckgrenze ist, gilt

$$\int_{0}^{\epsilon^{*}} \sigma(\epsilon) d\epsilon \approx (2/3) \sigma^{*} \epsilon^{*}$$
(3.8a)

Für den STC-Versuch ist dann

$$\lambda^* = \mathbf{a}_{\mathbf{m}}^{-1} \left((2/3) \mathbf{V}_{\mathbf{m}} \sigma^* \epsilon^* \right)^{1/2}$$
(3.8b)

Daraus erhält man

$$\mathrm{d}\epsilon^*/\mathrm{d}\sigma^* + \epsilon^*/\sigma^* - \mathrm{K}\left(\epsilon^*/\sigma^*\right)^{1/2} = 0$$

wo

$$K = 0.14 \left(d\lambda^* / d\sigma^* \right) \left(V_m^{1/2} T_h^2 \right)^{-1}$$
(3.9)

¹³Zu diesem Zweck sind auch LDC Versuche geeignet. Aus der empirischen Beziehung $\lambda^*(\sigma_0)_T$, wo σ_0 die "Kriechspannung" ist, können die ϵ^*/σ_0 -Werte ermittelt werden, die den ϵ^*/σ^* -Werten aus STC Versuchen äquivalent sind.

Die Lösung der obigen Gleichung für K=konstant, unabhängig von σ^* , d.h. $\lambda^* \alpha \sigma^*$ (s.Abb.20) ist

$$\epsilon^* / \sigma^* \equiv \mathbf{k}_{\epsilon^*} = (\mathbf{K}/2)^2 \tag{3.10}$$

Das Verhältnis ist, in Übereinstimmung mit dem Experiment (Abb.10), unabhänigig von σ^* . In der Abb.11 und in der Tabelle 1 sind für verschiedene Materialien, Temperaturen und Versuchsführungen die gemessenem und berechneten k_{ϵ^*} -Werte (Gl(3.10)) gegenübergestellt. Sie erstrecken sich über einen Bereich von 4 Größenordnungen. Die Übereinstimmung ist über Erwartung gut. Wir betrachten damit die Beziehung (3.3) im Rahmen dieser Untersuchung als bestätigt und anwendbar bis zu $T_h \approx 0.9$.

Der andere Weg zur Verifizierung von W_s(W) beruht im Vergleich der mittels von (3.1) ermittelten W_s-Werte mit den aus Gl(2.11) berechneten.Diese Beziehung korreliert die Wandenergie W_w mit der Wand-Versetzungsdichte ρ_w . Unter der (für hohe Tempearturen zutreffenden) Annahme $W_w \simeq W_s$, nimmt W_s mit $\rho_w(\sigma(\epsilon))$ zu, was durch TEM Untersuchungen an gekrochenen AlZn- und AlMg-Legierungen bestätigt wird [89]. Sie zeigen nämlich, daß der Abstand L_w der Wandversetzungen mit der Verformung weiter abnimmt, auch wenn d_s einen stationären Wert erreicht hat. Dies α -Fe[59],Al[60] auch Meßungen Cu[90], denenzufolge, für bestätigen an und $d_s = konstant, der Verdrehungswinkel \theta_{\alpha} d_s \rho_{w^{\alpha}} W_s$ mit der Verformung zunimmt. Dies ist zweifellos der Grund, warum W_s im stationären Zustand, d.h für d_s =konstant, zunimmt.

Unter der Annahme, daß die Fließspannung die Beziehung $\sigma = \beta \text{Gb} \rho_{\text{W}}^{1/2}$ erfüllt, ist in Kombination mit Gl(2.11) für den kritischen Zustand

$$W_{w,c} \simeq W_s^* = \sigma^{*2} f(\nu) \ln(L_w/b) / (4\pi G \beta^2)$$

Wird $\ln(L_w/b)$ als Konstante betrachtet, so ergeben sich mit: $f(\nu)=1.2$; $L_w/b=50$ und $\beta=0.45$ für Cu-VK $W_{s,c}$ -Werte, die, in Abb.12, den (mittels (3.1) bestimmten)

 W_s^* -Werten gegenübergestellt sind. Die Übereinstimmung ist-im Hinblick auf inherente Vereinfachungen und Annahmen-sehr gut¹⁴. Im Unterschied zum ersten Verfahren setzt das zweite die Kenntnis von $\rho_w(\sigma)$, d.h. des geschwindigkeitsbestimmenden Prozesses voraus. Folglich ist das zweite Verfahren weniger geignet als das erste (mit der leicht zu überprüfenden Annahme über $\sigma(\epsilon)$). Zusammenfassend folgt aus obigen Vergleichen, daß für die gegebenen Versuchsbedingungen die empirische Beziehung (3.1) erfüllt, und auch für höhere Temperaturen anwendbar ist.

3.3.2 STC- und LDC Versuche

3.3.2.1 Vielkristalle

STC Versuche

Abb.13a zeigt typische $\sigma(\epsilon)$ -Kurven von Cu-VK.Der Verfestigungsverlauf ist nicht monoton.Die Fließinstabilität im STC Versuch äußert sich durch Spannungsextreme deren Zahl und Form von den Belastungsbedingungen, d.h.von $\dot{\epsilon}$ und T sowie vom Korngefüge abhängt (s.Abschnitt 3.3.9).Die Zahl der Spannungsmaxima (im weiteren mit σ^{i*} nummeriert,i=1,2,...) nimmt für Cu-VK mit der Temperatur zu und mit $\dot{\epsilon}$ ab.Mit zunehmender Temperatur wird der Spannugsabfall steiler.Bei sehr hohen Temperaturen (T_h> 0.8) ist der Fließverlauf u.U. "sägezahnförmig" (s.Kurve für 900^oC).Allerdings,wie in 3.3.2.2 berichtet,wird der Fließverlauf auch durch das

¹⁴Eine strickte Proportionalität zwischen kalorimetrisch gemessenen W_s-Werten und dem Quadrat der Fließspannung τ wurde im Bereich II und III der Verfestigungskurve von Cu-EK in einem breiten Temperaturbereich (T_h<0.4) beobachtet [91].Dies bestätigt offensichtlich daß $\rho_{\alpha}\sigma^2$.Allerdings zeigen Cu-EK mit Einfachgleitung auch W_s $\alpha \tau^3$ [92].

Verhältnis von Probendurchmesser ϕ_P zum mittleren Korndurchmesser d_g beeinflußt.

In der Abb.14a sind $\sigma(\epsilon)$ -Kurven für verschiedene vielkristalline Materialien wiedergegeben, die bei unterschiedlichen homologen Temperatuern T_hverformt wurden.Die Kurven zeigen Spannungsextreme, deren Zahl, wie in 3.3.9 erläutert, für gegebene Belastungsbedingungen vom Ausgangskorngefuege abhängt. Feinkörnige Materialien neigen zu wiederholten Instabilitäten (MP,engl.:multi peak behaviour), grobkörnige zu einmaliger Instabilität (SP, single peak behaviour). Trotz sehr unterschiedlicher Belastungsbedingungen (beachte, daß Aluminium in Torsion verformt wurde) liegen die experimentellen λ^* -Werte im Bereich der Modellwerte λ_m^* .Die Reproduzierbarkeit der λ^* -Werte aus STC Versuchen ist vergleichbar mit der der anderen Kenngrößen der Verfestigungskurve. Die Standartabweichung $\Delta \lambda^*$ für λ^* beträgt bei 500[°]C etwa ±4%.

Die Abb.14a zeigt $\sigma(\epsilon)$ -Kurven verschiedener Materialien (Cd,Cu,Ni,Al, Stahl DIN 1.4909) für unterschiedliche Temperaturen. Alle zeigen Spannungsmaxima. In Abb.14b sind die entsprechenden $\sigma(\lambda)$ -Kurven wiedergegeben¹⁵. Sie demonstriert, in Übereinstimmung mit dem Modell, daß *unterschiedliche Materialien* im breiten Temperaturbereich experimentelle λ^* -Werte aufweisen, die im Bereich des Modellwerts λ_m^* liegen (s.Gl.(2.16d)). Auch der λ^* -Wert des in Torsion verformten Al VK [67] (mit schwach ausgeprägtem Spannungsmaximum) liegt im erwarteten Bereich. Demzufolge wird die Kritikalität weder durch σ^* noch durch ϵ^* bestimmt. Maßgebend dafür ist das kritische Energieverhältnis λ^* .

¹⁵Wie im weiteren gezeigt, ändert sich der λ^* -Wert während der Instabilität. Die Darstellung in Abb. 14b bezieht sich deshalb nur auf die Werte $\lambda \leq \lambda^*$.

Das Erscheinungsbild der Fließinstabilität, wie in Abschnitt 3.3.9 erläutert, wird neben den Belastungsbedingungen durch das Ausgangskorngefüge mitbestimmt. Als Folge der strukturellen Instabilität entsteht durch Umwandlung des Korngefüges ein neues, sogn.rekristallisiertes Gefüge. Dazu zeigt Abb.15, neben der schematisierten $\sigma(\epsilon)$ -Kurve eines Cu-VK (a), die Mikrographie der Probe nach (b) und vor der Verformung (c).Die letzteren sind zu vergleichen. In Abb.15b sind, außer in unmittelbarer Nähe der Bruchstelle, keine Korngrenzen zu erkennen.Die wiederholten Umwandlungen haben das ursprüngliche Korngefüge (c) (d_g= 1.6×10^{-5} m) aufgelöst.Diesbezüglich ähnelt die verformte Probe eher einem EK.Die Mikrographie der verformten Probe (b) zeigt ein, im Vergleich zur unverformten Probe, sehr grobkörniges Gefüge.

Der Vergleich von Abb.15a mit Abb.16a zeigt, daß bei gleichen Belastungsbedingungen $(T_h = 0.87 \text{ und } \dot{\epsilon}_0 = 3 \times 10^{-4}/\text{s})$ das Fließverhalten von Cu–VK und Ni–VK unterschiedlich ist. Während der Cu–VK (mit einer Korngröße von etwa einem 1/10 der von Ni) unter diesen Bedingungen sägezahnähnliches Fließen zeigt (Abb.15a), erfolgt die Verformung des Ni–VK, über ein Maximum hinweg zunächst stetig (Abb.16a). Im abfallenden Ast des $\sigma(\epsilon)$ Diagramms, d.h. im eingeschnürten Teil der Probe, verläuft sie jedoch z.T. sprunghaft (s.eingekreiste Bereiche der $\sigma(\epsilon)$ –Kurve). Die Mikrographie der verformten Probe zeigt in der Einschnürung Kornvergröberung durch DRX. Diese Gefügestruktur entspricht dem Verformungszustand während der Forminstabilität. Um zu überprüfen, ob im Zusammenhang besteht zwischen dem unstetigen Fließverhalten und der Gefügestruktur der Einschnürung, ist aus der ursprünglichen Ni–Probe ein verjüngter Prüfling hergestellt worden (Abb.17), in dem das Verhältnis des verjüngten Probendurchmessers ϕ_p zum mittleren Korndurchmesser d_g der unverformten Probe etwa dem Wert der eingeschnürten Probe in Abb.16b entsprach.Die Abb.18a zeigt den Verformungsverlauf dieser verjüngten Ni–Probe.Er ist

sägezahnförmig und vergleichbar mit dem der Cu Probe in Abb.15.Das Korngefüge der verformten Probe (Abb.18c) lässt deutliche Kornvergröberung erkennen.Dieses Ergebnis ist ein Hinweis darauf, daß eventuell auch die *Probengroesse* Erscheinungsform der strukturellen Instabilität beeinflußen kann.

W_s(W) zufolge ist

$$dW_{s}/d\epsilon = (dW_{s}/dW)(dW/d\epsilon) \equiv \Pi_{s}$$

Daraus, in Kombination mit den Glchn. (2.18), (2.19a) und (3.1), erhält man

$$\Pi_{\rm s}{=}{\rm V_m}\sigma/(2\lambda)$$

bzw.den kritischen Wert

$$\Pi_{s}^{*}=V_{m}\sigma^{*}/(2\lambda^{*})$$

Aus der Modellgleichung (2.16c) folgt

$$\Pi_{\rm m} = V_{\rm m} \sigma / (2\lambda_{\rm m}) = (V_{\rm m} G) / (2.9\alpha) (b/L_{\rm o})$$

bzw.der kritische Wert

$$\Pi_{\rm m}^{*} = V_{\rm m} \sigma^{*} / (2\lambda_{\rm m}^{*}) = (V_{\rm m}G) / (2.9\alpha^{*})(b/L_{\rm o}^{*})$$

Unter der Annahme, daß das Modell das Experiment wiedergibt, d.h. $\Pi_{m}^{*} = \Pi_{s}^{*}$, folgt

$$L_0^*/b=0.35V_mG/(\alpha^*\Pi_s^*)$$

Die experimentellen Π_s^* -Werte können den Diagrammen in Abb.19 entnommen werden. Diese sind zusammen mit den Anfangswerten $\Pi_{s,o}$ (s.Abb.19) und den mit $\alpha^*=3$ aus obiger Beziehung berechneten (L_0^*/b) -Werten in Tabelle 2 aufgelistet.Diese stimmen gut überein mit den (L_0^*/b) -Werten,die aus Gl(2.16c) mittels der *experimentellen* $(d\lambda^*/d\sigma^*)$ -Werte (d.h. unter der Annahme daß $\lambda_m^*=\lambda^*$) berechnet wurden (s.Tabelle 1);ein Umstand der die Konsistenz des Modells bestätigt.

Ein grundlegendes Merkmal des Modells ist, daß der Systemparameter α im Laufe der Verformung vom Anfangswert $\alpha \approx 1$ auf den kritischen Wert $\alpha \geq 3$ zunimmt. Da $\Pi_{m} \alpha 1/\alpha$ (s.oben), ist $\Pi_{m}^{*} \simeq \Pi_{m,0}/3$ (der Index o bezeichnet den entsprechenden

Anfangswert). Falls $\Pi_s^* = \Pi_m^*$, dann ist $\Pi_{s,o}/\Pi_s^* \simeq 3$, was, wie Tabelle 2 zu entnehmen, im guten Einklang ist mit dem Experiment, und dieser Befund somit eine wesentliche Erhärtung des Modells bedeutet.

Für fast alle hier untersuchten Materialien sind in der Abb.20 die experimentellen λ^* -Werte aus STC- und LDC Versuchen gegenüber σ^* bzw. der "Kriechspannung" σ_0 aufgetragen. In Übereinstimmung mit dem Modell ist $\lambda^* \alpha \sigma^*$. Die $(d\lambda^*/d\sigma^*)$ -Werte sind temperatur-, und wie ein Vergleich von Ergebnissen an Pb- und Cd VK zeigt, auch materialabhängig (s.dazu auch Tabelle 1). Dem Modell zufolge (Gl(2.16c)) ist $d\lambda_m^*/d\sigma^* \alpha L_0^*$ und somit könnte ein Teil der Temperaturabhängigkeit auf $L_0^*(T)$, ein anderer, auf $\sigma^*(T)$ zurückzuführen sein. Letztere wird, wie in Abb.21 gezeigt, für alle untersuchten Materialien im Bereich $T_h \ge 0.4$ sehr gut durch $\sigma^*/G\alpha T_h^{-2}$ beschrieben. Setzt man $d\lambda^*/d\sigma^* = d\lambda_m^*/d\sigma^*$, so können aus der Modellgleichung (2.16c) die entsprechenden (L_0^*/b) -Werte berechnet werden. Diese sind in Tabelle 1 aufgeführt. Offensichtlich widerspiegeln sie die Temperatur- und Materialabhängigkeit von $d\lambda^*/d\sigma^*$.

Die Korngröße d_g der untersuchten Materialien erstreckt sich über einen Bereich von zwei Größenordnungen.Der Materialeinfluß auf $d\lambda^*/d\sigma^*$ kann,wie aus Tabelle 1 ersichtlich,weitgehend reduziert werden indem L_o^* auf d_g bezogen wird.Gemäß den Glchn(2.16a)und (2.16c) ist

$$(L_0^*/d_g)/p = Gb(d\lambda^*/d\sigma^*)/(4.2pd_g) = d_s^*/d_g$$
 (3.11)

Demzufolge könnte d_s^* mit d_g korreliert sein. Um den Temperatureinfluß auf L_0^* mittels $\sigma^*(T)$ zu eliminieren, sind für verschiedene Materialien, die mit p=1 berechneten (d_s^*/d_g) -Werte mit T_h^{-2} multipliziert und in Abb.22 gegenüber T_h aufgetragen. In einem sehr breiten Temperaturintervall, nämlich $0.17 \leq T_h \leq 0.99$ sind diese Werte temperaturunabhängig und folglich ist $L_0^*(T)_{\alpha}T_h^2$. Das gleiche Ergebnis folgt aus

Abb.23,demzufolge $\ln(\lambda^* G/\sigma^*)$ proportional ist zu T_h .Setzt man $\lambda^* = \lambda_m^*$ so ist $\lambda^* G/\sigma^* = 4.2 L_0^*/b \propto \exp T_h \simeq 1 + T_h + T_h^2/2$

Da $\sigma^*_{\alpha} 1/T_h^2$, folgt aus obiger Beziehung

$$\lambda^* \alpha 1/T_h + 1/T_h^2$$

In Abb.22 zeichnen sich zwei Materialgruppen ab.Für feinkörnige Materialien ist $(d_s^*/d_g)T_h^{-2}$ etwa 5 mal größer als für grobkörnige.Für feinkörnige Ni-VK [93] und grobkörnige Al-VK [88] sind auch die *experimentellen* $(d_s^*/d_g)T_h^{-2}$ -Werte eingetragen. Sie ordnen sich in die entsprechenden Gruppen der *berechneten* Werte ein.Aus dem Vergleich der berechneten und gemessenen Werte für Al kann der zugehörige p-Wert in Gl(3.11) bestimmt werden.Für p=1 ist der-mittels $d\lambda^*/d\sigma^*$ -berechnete Wert

$$(d_{s}^{*}/d_{g})_{ber} = Gb(d\lambda^{*}/d\sigma^{*})/(4.2d_{g}) = 0.011$$

Der entsprechende experimentelle Wert ist

$$(d_s^*/d_g)_{exp} = 0.060 = (1/p)(d_s^*/d_g)_{ber}$$

daraus ist p $\simeq 0.2$.

Demzufolge wäre für *feinkoernige* Materialien $p\simeq 1, d.h.d_s^*\simeq L_o^*$ und für *grobkoernige* p<1;z.B.ist für Al (s.Tabelle 1) mit p=0.2 $d_s^*=5L_o^*$.Berechnet man dementsprechend die $(d_s^*/d_g)T_h^{-2}$ -Werte für grobkörnige Cd- und Ni-VK auch mit p=0.2, so fallen diese Werte, wie in Abb.22 gezeigt, in die Gruppe der feinkörnigen Materialien¹⁶.

Neuerdings haben Sakai und Ohashi [93] anhand von TEM Untersuchungen gezeigt, daß d_s^* von Ni-VK korreliert ist mit der Größe d_R des *rekristallisierten* Korngefüges. Falls, wie eigene Untersuchungen andeuten, $d_s^* \alpha d_g$, dann, obigem zufolge wäre zu erwarten, daß d_R mit d_g korreliert ist.

¹⁶Diese Umstand ist unverstanden. Ihmzufolge wäre zu erwarten, daß in grobkörnigen Materialien *innerhalb* der (großen) Subkörner eine zusätzliche Strukturierung erfolgt. Der Vergleich gemessener und berechneter Größen wie z.B. $d\lambda^*/d\sigma^*, d\epsilon^*/d\sigma^*$ und $(d_s^*/d_g)T_h^{-2}$ bei tieferen Temperaturen scheint darauf hinzudeuten, daß gewisse Modellaussagen auch für Temperaturen $T_h < 0.4$ zutreffen. Die Begründung wäre, daß strukturelle Instabilität ein, im Prinzip, von der Temperatur und von Einzelheiten der Mikromechanismen weitgehend unabhängiges und allgemeines Phänomen der Kristallplastizität darstellt.

LDC Versuche

Fließinstabilitäten im Kriech-(LDC-) Versuch äußern sich im Anstieg der Kriechrate (s.Abb.13b).Im Falle, daß $\sigma(\epsilon)$ -Kurven mehrere Maxima aufweisen, haben die entsprechenden Kriechkurven ein ausgeprägtes $\dot{\epsilon}(\epsilon)$ -Maximum. Bei nur einem Spannugsmaximum resultiert in der entsprechenden Kriechkurve nur ein Anstieg von $\dot{\epsilon}^{17}$.

Wie in 3.3.4 und 3.3.5 erläutert, wird durch strukturelle Instabilität die effektive Spannung σ_e beeinflußt, die im LDC Versuch die Fließrate $\dot{\epsilon}$ steuert. Die schematische Abb.24 verdeutlicht die Änderung von σ_e während STC- bzw.LDC Versuche. Als Folge der Abnahme von ρ_w während struktureller Instabilität nimmt σ_e während des Spannungsabfalls im STC Versuch zu und erreicht im Spannungsminimum den höchsten Wert. Im Fall von Mehrfachinstabilität nimmt σ_e im Zuge der Verfestigung wieder ab und erreicht im nächsten Spannungsmaximum den Minimalwert. Im LDC Versuch wird die Kriechrate durch σ_e bestimmt. Folglich, wie Abb.25 zeigt, äußert sich Mehrfachinstabilitäet im LDC Versuch durch ein ausgeprägtes Maximum der Kriechrate $\dot{\epsilon}$. (Beachte, wie Abb.25 zeigt, daß für $\sigma_0 \leq \sigma^*$, die Instabilität im LDC Versuch bei etwa gleichem Dehnbetrag ϵ^* wie im STC Versuch einsetzt, und, daß das Maximum

¹⁷S.dazu neuerdings Kriechversuche an Al von Straub und Blum [88].

der Kriechrate dehnungsmäßig mit dem Spannungsminimum σ_{\min} korrespondiert).Da σ_{e} im Fall von Einzelinstabilität nach erfolgter Zunahme nicht wieder abfällt,erfolgt im entsprechenden LDC Versuch keine Abnahme der Fließrate,d.h. $\dot{\epsilon}(\epsilon)$ nimmt,auf Grund hoher Spannungsempfindlichkeit,nach struktureller Instabilität stetig zu.Die Folge davon ist,daß die Fließinstabilität mit dem Tertiärbereich der Kriechkurve zusammenfällt (manchmanl trennt beide ein sehr kurzer Bereich konstanter Fließrate) und die *Einzelinstabilitaet* sich somit im LDC Versuch i.R.der Beobachtung entzieht.Entgegen den Beobachtungen von Richardson et al.[69] wurden in eigenen LDC Versuchen an Cu-VK keine wiederholten Fließraten-Maxima beobachtet.

3.3.2.2 Einkristalle

Die Abb.26 zeigt $\sigma(\epsilon)$ -Kurven von Cu-EK unbekannter Orientierung, die unter identischen Bedingungen- im STC Versuch- verformt wurden. Diese können etwa 3 Gruppen unterschiedlicher Orientierung zugeordnet werden, denen auch unterschiedliche λ^* -Werte entsprechen. Die Kennwerte der Kurven sind in der Tabelle 3 aufgelistet.

In der Abb.27 sind zwei $\sigma(\epsilon)$ -Kurven für Cu-EK wiedergegeben, die bei unterschiedlichen Temperaturen verformt wurden. Bei unbekannter Orientierung kann der Temperatureinfluß von dem der Orientierung nicht getrennt werden. Aber ähnlich wie bei Vielkristallen, treten bei höheren Temperaturen Mehrfachinstabilitäten auf; der Fließverlauf ist typischerweise sägezahnförmig. In Übereinstimmung mit Beobachtungen anderer Autoren [65], [72] sind, unter sonst gleichen Bedingungen, die Dehnbeträge ϵ^* zur 1. Instabilität für EK wesentlich größer als für VK, was offensichtlich auf eine Korrelation zwischen Kritikalität und Substruktur hindeutet. Wie aus TEM Untersuchungen von Karduck [81] an Kupferkristallen zu schließen ist,erfodert strukturelle Instabilität die Bildung eines kompletten Netzwerks von Versetzungswänden.In letzteren,wie bereits erörtert,erfolgt Energiespeicherung. Vermutlich bilden sich diese in Vielkristallen vergleichsweise schneller als in Einkristallen,was neuerdings durch TEM Beobachtungen von Sample et al. [65] an Kupfer bestätigt wurde.

3.3.3 Wechselverformungsversuche (LCF)

In Abb.28 sind zwei zyklische Verfestigungskurven $\sigma_{\max}(N)^{18}$ von Ni-VK für verschiedene totale Dehnungsamplituden $\Delta \epsilon_t$ wiedergegeben. Die Kurven zeigen Maxima, die vergleichsweise viel schwächer ausgeprägt sind als jene im einsinnigen Zugversuch; die dem σ_{\max}^* -Wert zugeordnete Lastspielzahl N^{*} ist abhängig von $\Delta \epsilon_t$. Gemäß Gl.(3.1) ist die im LCF Versuch gespeicherte Energie

$$W_{s,LCF} = a_m \sqrt{W_{LCF}}$$

und

$$\mathbf{W}_{\mathrm{LCF}}^{*} = \sum_{i=1}^{N} \mathbf{W}_{\mathrm{c},i}$$

wo N^{*} die kritische Lastspielzahl und W_{c,i} die Verformungsenergie des i-ten Zyklus ist. Der experimentelle λ -Wert wurde durch Vermessen der Flächen der Hysteresisschleifen bestimmt und gemäß Gl.(3.3) ist

¹⁸Die Hysteresisschleifen für Ni--VK sind unter den gegebenen Versuchsbedingungen spannungssymmetrisch, d.h. die Zug- und Druckspannungsamplituden sind dem Be-trag nach gleich.

$$\lambda_{\rm LCF}^* = a_{\rm m}^{-1} \left(W_{\rm LCF}^* \right)^{1/2}$$
(3.12)

Für Ni–VK und T=1023K ist näherungsweise $W_{c,i} = W_c = konstant, unabhängig von N,$ und demzufolge

$$W_{LCF}^* \approx N^* W_c$$

Für einsinnige Verformung mit parabolischem Verfestigungsverlauf ist

$$\lambda_{\text{STC}}^* \approx a_{\text{m}}^{-1} \left((2/3) V_{\text{m}} \sigma_{\text{STC}}^* \epsilon_{\text{STC}}^* \right)_{\perp}^{1/2}$$
(3.8b)

Nimmt man im Einklang mit dem Modell an, daß die λ^* -Werte von der Verformungsweise unabhängig sind und ersetzt dementsprechend die STC- durch LCF-Größen, nämlich

$$\sigma_{\text{STC}}^* = \sigma_{\text{LCF}}^*$$
$$\epsilon_{\text{STC}}^* = \epsilon_{\text{LCF}}^* = 2N^* \Delta \epsilon_{\text{t}}$$

so ist

$$\lambda_{\text{STC}}^* \approx a_{\text{m}}^{-1} \left((4/3) V_{\text{m}} \sigma_{\text{LCF}}^* N^* \Delta \epsilon_{\text{t}} \right)^{1/2} \equiv \tilde{\lambda}_{\text{LCF}}^*$$
(3.13)

In der Tabelle 4 sind Kennwerte von LCF Versuchen an Ni-VK wiedergegeben. Die experimentellen λ_{LCF}^* -Werte stimmen sehr gut überein mit den aus Gl(3.13) berechneten $\tilde{\lambda}_{\text{LCF}}^*$ -Werten und diese sind praktisch unabhängig von $\Delta \epsilon_t$, was die obige Annahme bestätigt. Darüberhinaus zeigt die Übereinstimmung der λ_{LCF}^* - und λ_{STC}^* -Werte (s. Tabelle 4), daß λ^* unabhaengig ist vom Verformungsweg; d.h. unabhängig vom Mikromechanismus der Energiespeicherung ist.

In LCF Versuchen an Ni–VK bei T=600^OC und $\Delta \epsilon_t$ =0.01 erhielten Chen und Gottstein [73] Verfestigungskurven mit Maxima deren N^{*}-Werte mindestens 10x größer waren als die eigenen Werte. Unter sonst gleichen Versuchsbedingungen nimmt W_c mit abnehmender Temperatur zu. Folglich, auf Grund obiger Ergebnisse, sollten die N^{*}-Werte dieser Autoren kleiner sein als die in Tabelle 4 angeführten Werte für $\Delta \epsilon_t = 0.012$. Vermutlich sind die berichteten Maxima (für diese Versuchsart nicht untypische) Fluktuationen der Spannungsamplitude σ_{max} .Ob diese eventuell Mehrfachinstabilitäten zuzuordnen sind, bleibt dahingestellt.

3.3.4 Änderung der Belastungsbedingungen (CLC)

Die Unabhängigkeit des λ^* -Werts vom Belastungsweg ist eine Testhypothese des Modells. Die Prüfung erfolgte durch

- a)Änderung der Versuchsführung bei konstanter Temperatur, und
- b) durch Temperaturänderung bei gegebener Versuchsführung

3.3.4.1 Änderung der Versuchsführung

In der Abb.29 ist das Ergebnis eines Versuchs wiedergegeben, in dem ein Cu-VK zunächst bis zur Instabilität gekrochen und dann im STC Versuch weiterverformt wurde. Die entsprechenden abhängigen Variablen σ und $\dot{\epsilon}$ sind als Funktionen von λ dargestellt. Zum Vergleich ist die $\sigma(\lambda)$ -Referenzkurve für den nicht unterbrochenen STC Versuch mit abgebildet. Dem bis zur Instabilität geführten LDC Versuch schließt sich der STC Versuch an. Dessen weiterer Verlauf gleicht dem des STC- Referenzversuchs. Für STC Versuche ist (s.Gl.(3.8a))

$$W^*_{\mathrm{STC}} \approx (2/3) \sigma^* \epsilon^*_{\mathrm{STC}}$$

und für LDC Versuche

 $W_{LDC}^{*} = \sigma_{0} \epsilon_{LDC}^{*}$ Wie Ergebnisse zeigen, ist $W_{STC}^{*} \approx W_{LDC}^{*}$, und, da $\epsilon_{STC} \approx \epsilon_{LDC}^{*}$, so folgt $\sigma_{0} < \sigma^{*}$. Was im Einklang ist mit dem empirischen Befund (s. Abb. 25), wonach $\lambda_{STC}^{*} = \lambda_{LDC}^{*}$ bei sonst gleichen Verhältnissen die Bedingung $\sigma_{0} \le \sigma^{*}$ erfordert. Die Tabelle 5 enthält Daten aus CLC Versuchen an Cu-VK bei T=400^OC der Art wie in Abb.29 dagestellt.Die oberen zwei Zeilen beziehen sich auf die STC- bzw.LDC Referenzversuche. $W_0 < W^*$ ist die (vorgegebene) Veformungsenergie des ersten Belastungsschrittes. W_1 ist die zur Instabilität erforderliche (und von W_0 abhängige) Verformungsenergie des nachfolgenden Belastungsschrittes.Die resultierenden λ_{CLC}^* -Werte folgen aus Gl.(3.3),nämlich

$$\lambda_{\text{CLC}}^* = (W_0 a_{m,0}^{-2} + W_1 a_{m,1}^{-2})^{1/2}$$
(3.14a)

für gleiche Temperaturen $T_0 = T_1$ ist

$$\lambda_{\text{CLC}}^* = a_{\text{m}}^{-1} (W_0 + W_1)^{1/2}$$
 (3.14b)

Diese Werte,wie der Tabelle 5 zu entnehmen,sind unabhängig von der Abfolge der Belastungsschritte und stimmen mit den Referenzwerten $\lambda_{\rm R}^*$ überein.Obige Ergebnisse,zusammen mit denen aus STC-,LDC- und LCF Versuchen,zeigen,daß die λ^* -Werte unabhaengig sind von der Versuchsfuehrung und somit die experimentellen λ^* -Werte die Eigenschaft einer Zustandsgroesse aufweisen.

3.3.4.2 Änderung der Temperatur

Cu-VK wurden im STC Versuch bei einer niedrigen Temperatur vorverformt, so daß $W_0 < W^*$. Der Temperaturwechsel zur höheren Temperatur T_1 (sowie tieferen) erfolgte im entlasteten Zustand. Bestimmt wurde die zur Instabilität erforderliche Verformungsenergie W_1 des nachfolgenden Belastugsschrittes. Die resultierenden λ_{CLC}^* Werte folgen aus Gl.(3.14a) und diese sind mit den Referenzwerten λ_{B}^* ¹⁹ zu vergleichen.

Zur Beurteilung der Signifikanz der Abweichung des experimentellen λ_{CLC}^* - Wertes vom Referenzwert diente die relative Differenz

¹⁹Aus dem nicht unterbrochenen STC Versuch bei $T=T_1$.

$$\Delta \lambda_{\text{CLC}}^* = |\lambda_{\text{CLC}}^* - \lambda_{\text{R}}^*| / \lambda_{\text{R}}^*$$

Sie ist in Vergleich zusetzen mit der Standartabweichung $\Delta \lambda^* \approx 4 \times 10^{-2}$ für λ^* -Werte bei 500^oC (s.Abschnitt 3.3.2.1). Abweichungen $\Delta \lambda^*_{CLC} \ge 5 \times 10^{-2}$ wurden als signifikant betrachtet.

Der Tabelle 6 entnimmt man, daß der λ_{CLC}^{*} -Wert offensichtlich abhängig ist von Richtung und Größe des Temperaturwechsels, sowie vom λ_{0} -Wert der Vorverformung. Bei Temperaturerniedrigung-sowie Erhöhung um $\Delta T = T_{1} - T_{0} \leq 40^{\circ}$ C ist λ_{CLC}^{*} etwa gleich dem Referenzwert λ_{R}^{*} . Für Differenzen $\Delta T > 40^{\circ}$ C, und vorausgesetzt, daß λ_{0} deutlich kleiner ist als λ^{*} , ist $\lambda_{CLC}^{*} < \lambda_{R}^{*}$. Hingegen zeigt der Wechselversuch mit *umgekehrtem Vorzeichen* (vergleiche Versuch für 260°C \rightarrow 400°C mit dem für 400°C \rightarrow 260°C) keinerlei Einfluß, d.h. $\lambda_{CLC}^{*} \approx \lambda_{R}^{*}$. Der Unterschied ist, wie auch aus umfangreichen Erholungsversuchen an Kupfer [94] entnommen werden kann, durch statische Erholungseffekte bedingt. Letztere erfolgen bereits *waehrend* der Aufheizphase im entlasteten Zustand (statische Erholung) und führen u.a. offensichtlich zur Abnahme von ρ_{W} . Im Einzelnen wird die Abweichung vom Referenzwert abhängen von: ΔT ; der Dauer der Versuchsunterbrechung, sowie W₀ und T₀.

Von besonderer Art sind Temperaturwechsel nahe der Instabilität (s.Versuch mit $\lambda_0 = 36 \ge \lambda_R^*$). Wie metallographische Beobachtungen zeigen, sind Änderungen des Korngefüges bereits vor dem Spannungsmaximum erkennbar [65][71]. Der zweiten Verformungsstufe dürfte in diesem Fall somit eine (zum Referenzversuch) unterschiedliche Ausgangs-Kornstruktur zugrunde liegen. Wie im Abschnitt 3.3.2.2 demonstriert, beeinflußen Unterschiede im Korngefüge das Stabilitätsverhalten und darum ist im obigen Fall ein Vergleich mit der Referenzproben nicht angebracht.

3.3.5 Die Fließinstabilität

Wie in Abschnitt 3.3.2.1 erläutert,führt die strukturelle Umwandlung (DRX) zur Zunahme der Fließrate.Sie bewirkt im STC Versuch eine Abnahme der Fließspannung und diese Fließinstabilität markiert den Übergang zwischen dem ursprünglichen und dem neuen,nun wiederum stabilen, dynamischen Verformungszustand.Eine der Aufgaben der Arbeit war,die Formänderung der Probe während der Fließinstabilität zu untersuchen.

Dies erfolgte mittels einer Video-Kamera. An Cu-VK wurden im STC Versuch bei 300, 320 und 340°C in Luftatmosphäre²⁰mit $\epsilon_0 = 3.3 \times 10^{-4}$ /s gedehnt. Unter diesen Versuchsbedingungen (Versuchszeiten von etwa 20 bis 30 Minuten) lag die Dicke der Oxidschicht [77] unterhalb des Auflösungsvermögens der Aufzeichnung (s. weiter). Bei einer 24 fachen linearen Vergrößerung (Bild/Probe) erfasste die Optik etwa 1/3 der Probe, den Einschnürungsbereich eingeschlossen. Die Bestimmung des Probendurchmessers 2R erfolgte durch Bildvermessung mit einer Genauigkeit von ±1mm. Ihr entsprach ein Auflösungsvermögen von $\Delta(2R)\approx\pm8\times10^{-3}$ mm und die daraus resultierende radiale Dehnungsauflösung betrug $\Delta \epsilon_R = \pm \Delta(R/R_0)\approx\pm1.6\times10^{-3}$.

Die Bestimmung des Durchmessers erfolgte an 6 (im Abstand von 1.5 mm liegenden) Stellen des etwa 8mm langen Mittelteils der Probe.Ist $\Delta t=t_i-t_{i+1}$ das Zeitintervall zwischen zwei Messungen, so ist

$${\hat{R}} = 2(R_1 - R_2)/\Delta t$$

die mittlere Änderungsgeschwindigkeit {R} des Durchmessers im Zeitintervall $\Delta t.In$ den Abb.30a-Abb.30c ist der Durchmesser als Funktion der Zeit t_i aufgetragen; daraus wurde {R}(t_i) ermittelt.Für Gleichmaßdehnung ist {R} gleich für alle Meßstellen,

²⁰Aus technischen Gründen konnten Messungen im Vakuumofen nicht durchgeführt werden.

d.h.die Parallelitaet der R(t)-Kurven zeugt von Gleichfoermigkeit der Dehnung.

Wie der Abb.30 zu entnehmen, sind die Kurvenverläufe "abgesehen vom Verformungsende, weitgehend parallel. Folglich ist die Dehnung (innerhalb des Auflösungsvermögens) während der Fließinstabilität makroskopisch gleichfoermig. Die divergierenden Kurvenverläufe gegen Ende der Verformung sind Zeichen der Forminstabilitaet. Zu gleichen Schlüßen führen Beobachtungen in LDC Versuchen²¹.

Aus Gl.(1.5) folgt für Gleichmaßdehnung, d.h. für $\dot{\epsilon}$ =konstant, unaghängig von z,

$$\dot{\sigma}(t)/M + \dot{\epsilon}_{p}(t) = \dot{\epsilon}_{0} = konstant$$

und daraus

$$-(1/M)d\dot{\sigma}/dt = d\dot{\epsilon}_{\rm p}/dt \qquad (3.15)$$

Die Analyse der Fließinstabilität mittels Gl.(3.15) ist in Abb.31 wiedergegeben. Zunächst erfolgt für $\sigma = \sigma^*$ eine Zunahme von $\dot{\epsilon}$.Während des Spannungsabfalls ändert die Beschleunigung d $\dot{\epsilon}$ /dt das Vorzeichen und erreicht für $\sigma = \sigma_{\min}$ den kleinsten Wert.Dies entspricht, wie der Abb.13b zu entnehmen, dem im LDC Versuch ansteigenden Ast des $\dot{\epsilon}(\epsilon)$ Verlaufs.

Unter Annahme der Volumenkonstanz folgt für die Beziehung zwischen $\hat{R}=dR/dt$ und der Dehnung ϵ

$$\dot{\epsilon}_{\rm R} \equiv -2\dot{\rm R}/{\rm R}_{\rm o} = \dot{\epsilon}_{\rm o}(1+\epsilon)^{-3/2} \tag{3.16}$$

wo R_0 der Ausgangsradius der Probe und $\dot{\epsilon}_0$ die Anfangsverformungsrate ist. Durch die Beziehung (3.16) wird jeder Dehnung ϵ eine radiale Rate R zugeordnet, die aufgeprägt

²¹Die Dauer von LDC Versuchen ist, unter vergleichbaren Bedingungen, größer als die der STC Versuche. Wegen der damit verbundenen starken Oxidschichtbildung, ist auf Formänderungsmeßungen in Kriechversuchen verzichtet worden.

wird durch die im STC Versuch konstante, zeitunabhängige Anfangsdehnrate $\dot{\epsilon}_0$. Gl(3.16) beschreibt somit ein kinetisches Gleichgewicht zwischen der axialen und radialen Dehnrate. Für hinreichend kleine Intervalle Δt ist {R} \approx R. Ist Gl.(3.16) erfüllt, so gilt

$$-2\{\dot{R}\}(1+\epsilon)^{3/2}/(\dot{R}_{0}\dot{\epsilon}_{0})\equiv J(\dot{R}) = 1$$
(3.17)

Die J($\hat{\mathbf{R}}$)(t) Kurven sind in den Abb.32(b),Abb.33(b) und Abb.34(b) wiedergegeben. Sie sind zu vergleichen mit dem $\sigma(t)$ Verlauf,sowie mit dem Zeitverlauf von $|d\sigma/dt|$ (in den Abb.32(a),Abb.33(a) und Abb.34(a) wiedergegeben).Die Beziehung (3.17) ist in den verfestigenden Bereichen der $\sigma(\epsilon)$ Diagramme erfüllt.Allerdings,bei genauerer Betrachtung ist offensichtlich,daß zu Beginn der Verformumg die Dehnung nicht gleichförmig ist,was ebenfalls zutrifft für den unterbrochenen Versuch in Abb.33. Ähnlich wie für die jungfräuliche Probe,ist nach Wiederbelastung bei der höheren Temperatur die Verformung nicht homogen.Im Laufe der Verformung wird die Dehnungsverteilung gleichförmig,und bleibt gleichförmig auch in den Spannungsabfällen.Allerdings ist während des Spannugsabfalls J($\hat{\mathbf{R}}$)>1,d.h. die radiale Fließrate der Probe ist groesser als die dem kinetischen Gleichgewicht entsprechende.

Der "gemittelte" Verlauf der Fließinstabilität in den J(R)(t) Diagrammen ist in Abb.35 dargestellt.Daraus folgt für die Beschleunigung

$$\Delta \dot{\epsilon}_{a} / \Delta t_{a} \equiv (\Delta J(\dot{R}) / \Delta t_{a}) \dot{\epsilon}_{0} (1 + \epsilon_{a})^{-3/2} > 0$$

~ 10

und für die Verzögerung

$$-\Delta \dot{\epsilon}_{d} / \Delta t_{d} \equiv (\Delta J(\dot{R}) / \Delta t_{d}) \dot{\epsilon}_{0} (1 + \epsilon_{d})^{-3/2} < 0$$

Die Kennwerte aus der Analyse der J(\hat{R})(t) Diagramme sind in der Tabelle 7 zusammengestellt.Ihr ist zu entnehmen: a)die mittlere Beschleunigung ist der Größenordnung 10⁻⁶/s² und ist 5 bis 10 mal größer als die Verzögerung; b)daß die Dauer der Beschleunigungsphase Δt_a etwa 15% der Dauer der Fließinstabilität beträgt. Die Beschleunigungsraten aus STC Versuchen können verglichen werden mit denen in LDC Versuchen bei 500° C.Aus der Kriechkurve in Abb.13b folgt eine mittlere Beschleunigung von $4x10^{-6}/s^2$, die sehr gut übereinstimmt mit den in Tabelle 7 angeführten Werten. Allerdings ist, im Unterschied zum STC Versuch, der Betrag der Verzögerung gleich dem der Beschleunigung. Der Grund dafür ist offensichtlich der Umstand, daß beide Vorgänge in gleicher Weise spannungsabhängig sind. Während im LDC Versuch beide bei konstanter angelegter Spannung ablaufen, erfolgt im STC Versuch, durch den Spannugsabfall, die Beschleunigung bei höherer Spannung als die Verzögerung.

Die Abnahme von ρ_{W} ist die Folge des überproportionalen Anstiegs der Annihilationsrate $\dot{\rho}_{\alpha}^{-\alpha}\rho^{2}(\alpha \rho_{W}^{2})$ und entsprechend der Relaxationsgleichung(2.1) nimmt die mobile Dichte ρ zu Beginn der Fließistabilität ab,d.h. $\dot{\rho}$ <0.Unabhängig von der Versuchsführung ist bei einsetzender Fließinstabilität zunächst d $\dot{\epsilon}/dt$ >0 und gleichzeitig ist ρ <0. Die Orowan-Gleichung (Geometriefaktor=1) liefert

$$d\dot{\epsilon}/dt = b(\dot{\rho}v + \rho\dot{v}) \tag{3.19}$$

Wir nehmen an, daß die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit

$$\mathbf{v}(\sigma_{\mathrm{ef}}) = \mathbf{v}_{\mathrm{o}}\sigma_{\mathrm{ef}}^{\mathrm{n}}$$

eine Funktion der effektiven Spannung σ_{ef} ist (s.Gl.(3.18e)). Die Gültigkeit der empirischen Skalierungsgleichung (2.9) für d_s ist für stationaeres Fließen vieler Materialien nachgewiesen. Allerdings zweifelhaft ist deren Gültigkeit waehrend der Fliessinstabilitaet. Aus Obigem erhält man für p < 0

$$-\rho \dot{\mathbf{v}}/\rho \mathbf{v} = \mathbf{n}/(\sigma/\sigma_{i}-1)$$

Die Bedingung für $d\epsilon/dt>0$ lautet dann

 $-\rho \dot{\mathbf{v}}/\rho \mathbf{v} > 1$, für d $\dot{\epsilon}/dt > 0$ und $\dot{\rho} < 0$

Mit n≈5 hat man

 $\sigma_i > (1/6)\sigma$

was offensichtlich in der meisten Fällen zutrifft.Die obige Bedingung gilt ebenfalls für die Verzögerung, d.h. für d ϵ /dt<0 und ρ >0.

3.3.6 Die Spannugsrelaxation (SR)

Aus der Spannungsrelaxation kann auf einfache und vorteilhafte Weise der empirische Zusammenhang $\epsilon(\sigma)$ an einem Prüfling erstellt werden.Die SR ist somit ein verhältnismäßig einfaches Verfahren zur Analyse des Verformungsverhaltens bei allerdings kleinen Leistungen L_R der äußeren Kräfte.Die Gesamtdehnung $\epsilon_{\rm p}$ der Probe während der Relaxation besteht aus dem elastischen- $\epsilon_{\rm el}$ und plastischen Anteil $\epsilon_{\rm pl}$.Diese muß gleich sein der Stauchung $-\epsilon_{\rm c}>0$ der "Maschine",wobei

$$-\epsilon_{\rm c} = \Delta z/L(o)$$

 Δz ist die Verlängerung der Probe und L(o) die Länge der Probe zu Beginn der Relaxation (t_R=0).Bezeichnet k_m die "elastische Konstante" der Maschine, so ist die Kraft an der Probe

$$F = k_m \Delta z > 0$$

und somit ist

$$\epsilon_{\rm el} + \epsilon_{\rm pl} = -\epsilon_{\rm c} = \Delta z/L(o) = F/(k_{\rm m}L(o))$$

wo

 $\epsilon_{\rm el} = \sigma/{\rm E}$

 σ ist die Relaxationsspannung für t_R>0. Bezeichne
t $\sigma_{\rm R}({\rm o})$ die Spannung für t_R=0, dann

$$\sigma_{\rm el} = \sigma_{\rm R}({\rm o}) f_{\rm R}({\rm t}_{\rm R})/{\rm E}$$

wo $f_R(t_R) \equiv \sigma / \sigma_R(o)$ und E der Dehnungsmodul der Probe ist. Die Kombination obiger Gleichungen liefert

$$\epsilon_{\rm pl} = -\sigma M$$

und daraus folgt für die Dehnrate

$$\dot{\epsilon}_{\rm pl} = -\dot{\sigma}M$$

wo $M = \{A(o)/(k_mL(o))+1/E\}$. A(o) ist der Querschnitt der Probe für $t_R = 0.Aus$ Obigem folgt

$$-\epsilon_{c} = F/(k_{m}L(o)) = F_{R}(o)f_{R}/(k_{m}L(o))$$

Typische Werte aus Meßungen an Cu VK bei 500^oC: $f_R = 0.4(t_R \approx 100s); \sigma_R(o) = 50$ MPa; A(o)=2x10⁻⁵m²;L(o)=2.5x10⁻²m;k_m=1.3x10⁷N/m;E=1x10⁴MPa ergeben $-\epsilon_c \approx 1x10^{-3}$

Die Verformungsenergie der Relaxation ist

$$W_{R} = V_{m} E \epsilon_{c}^{2}/2$$

Mit $V_m = 7.1 \times 10^{-6} m^3$ und obigen Werten ist

$$W_R = 3.5 \times 10^{-2} J/gatom$$

Vergleicht man diesen Betrag mit der Energie $W^*=114$ J/gatom (Cu VK,500^oC, $\dot{\epsilon}_0=3x10^{-4}/s, \sigma^*\approx 50$ MPa) im STC Versuch, so ist

$$W_{R} = 3 \times 10^{-4} W^{*}$$

Für die Leistungen $L_R = W_R/t_R$ und $L^* = W^*/t^*$ ($t_R = 100s$; $t^* = 1.6x10^3s$) erhält man $L_R = 5x10^{-3}L^*$

Der Vergleich verdeutlicht den grundlegenden Unterschied zwischen diesen Versuchsarten.Obwohl in *beiden* Fällen das System *unter Last* steht, sorgt jener mit ausreichender *Leistung* für den Entropieexport und damit für wachsenden Abstand vom TDG und Strukturbildung (s.dazu Abschnitt 2.2).

Der Vergleich der Fließraten vor und waehrend der Instabilität bei gleicher Spannung σ gibt offensichtlich Aufschluß über Änderungen der Verformungsstruktur während der Fließinstabilität. Wie Abb.36 zu entnehmen, ist der Verlauf von Spannungsdehnungskurven von Cu-VK, verformt bei gleichen Bedingungen, annäherend gleich. Dies ermöglichte Relaxationsversuche an unterschiedlich stark verformten Proben durchzuführen und daraus Rückschlüße ziehen über den Einfluß des zu

Verformungszustands auf die Fließgeschwindigkeit. Zu diesem Zweck wurden,wie in Abb.37a gezeigt,verschiedene Proben derart verformt,daß die anschließende SR vor bzw.waehrend der Instabilität bei gleicher Anfangsspannung $\sigma_{\rm R}(0)$,sowie bei der Maximalspannung σ^* erfolgte.In der Abb 37a sind,auf ($\sigma_{\rm R}(0)$ nor-mierte) $\sigma(t)$ Kurven von drei Cu-VK Proben wiedergegeben,die bei 500°C mit $\dot{\epsilon}_0$ =3.3x10⁻⁴/s auf diese Weise verformt und dann relaxiert wurden.Die Spannungs- abhängigkeit der Fließraten kann der Abb.37b entnommen werden.Bei gleichen Anfangsspannungen,ist die Fließrate deutlich höher waehrend als vor der Instabilität,was gleichermaßen,wie Abb.38 zeigt, auch für die 2.Instabilität zutrifft.

Der Befund wird bestätigt durch Ergebnisse von SR Versuchen an einer Probe, die in Abb.39 wiedergegeben sind. Dieser ist ferner zu entnehmen, daß die entsprechenden Fließraten in der zweiten Instabilität kleiner sind als in der ersten. Die Zunahme der Fließrate während der Instabilität kann als eine Erhärtung der Annahme (s. Abschnitt 3.3.5) betrachtet werden, daß diese durch Abnahme der inneren Spannung bewirkt wird, die ihrerseits auf eine Abnahme von ρ_w schließen lässt.

3.3.7 Mehrfachinstabilitäten.

Wiederholte Fließinstabilität erfordert zumindest eine teilweise Erholung der Energiespeicherfähigkeit $\chi_{\rm s}$. Der Verformungspfad im Bifurkationsdiagramm (s.Abb.6) verläuft zunächst entlang des "unterkritischen" Astes und folgt dann dem oberen der "kritischen" Äste.Bei Erreichen des λ^* -Werts erfolgt die Umwandlung der bis dahin stabilen Verformungs- struktur.Der zugeordnete $\rho_{\rm e,max}$ -Wert fällt dabei ab auf einen neuen,kleineren und wiederum stationären $\rho_{\rm e,min}$ -Wert.Diesen Versetzungsdichten sind die entsprechenden Spannugswerte $\sigma_{\rm MAX}$ und $\sigma_{\rm MIN}$ zugeordnet.Dem Modell zufolge ist $\rho_{\rm e} \alpha \rho_{\rm w}$ und $\rho_{\rm w}^* \alpha \sigma^{*2}$ Gl.(2.21a).Unter der Annahme,daß $\sigma_{\rm MAX}$ und $\sigma_{\rm MIN}$ identisch sind mit den entsprechenden experimentellen σ^* und σ_{\min} -Werten,erhält man mittels des Bifurkationsdiagramms den in Abb.40 dargestellten Zusammenhang zwischen $(\sigma^*/\sigma_{\min})^2$ und dem Systemparameter α .Der Beziehung (3.21) zufolge,erfolgt während des Spannungsabfalls eine Abnahme von λ^* auf den Wert λ_{\min} ,wodurch $\chi_{\rm s}$ z.T regeneriert (s.Gl(3.24)).Bei fortschreitender Verformung kann sich dieser Vorgang wiederholen.

Das soll am Beispiel eines bei 400[°]C im STC Versuch verformten Cu–VK demonstriert werden. Die Meßungen ergaben $\lambda^*=33$ und $\Omega=1.34$, entsprechend erhält man aus Abb.40

 $\alpha = 3.40$

und aus der Beziehung (3.21)

$$\lambda_{\min} = \lambda^* / \Omega = 25.$$

Dementsprechend erholt sich χ_s um 24%. Durch die Beziehung (2.16a) ist dem λ_{\min} -Wert ein neuer Wert des Systemparameters

$$\alpha_{\min} = \lambda_{\min}(0.7/pZ)$$

zugeordnet.Für p=1/2 und Z=23 (s.Abschnitt 2.2.2) ist

$$\alpha_{\min} = 1.5.$$

Der Zustand ist unterkritisch und folglich ist der weitere Fließverlauf zunächst stabil.Dabei nimmt W_s zu und χ_s ab, bis u.U. eine weitere Fließinstabilität einsetzt. Dies ist schematisch in der Abb.41 dargestellt.

Zur Berechnung einer Folge von λ_i^* -Werten (der Index i =1,2,..., nummeriert die Spannungsmaxima,s.dazu Abb.42) muß die dem Minimum entsprechende Verformungsenergie $W_{i,min}$ bekannt sein.Aus Konsistenzgründen hat $W_{i,min}$ die Beziehung zu erfüllen

$$W_{s,i,\min} = a_m (W_{i,\min})^{1/2}$$

Die W_{s,i,min}-Werte liefert die Beziehung (3.21),und so ist dann

$$W_{i,min} = W_i^* / \Omega_i^2$$

Mittels Gl.(3.3) ist schließlich

$$\lambda_{i+1}^{*} = a_{m}^{-1} (W_{i}^{*} / \Omega_{i}^{2} + W_{i+1}^{*})^{1/2}$$
(3.22)

und

$$\lambda_{i,\min} = \lambda_i^* / \Omega_i \tag{3.23}$$

wo $\Omega_i = \sigma_i^* / \sigma_{i,\min}$. In der Tabelle 8 sind Kennwerte für wiederholte Fließinstabilität aufgelistet.

3.3.8 Instabilität und Härte

Die Abb.43 zeigt das Ergebnis einer solchen Untersuchung für die Verformungstemperatur 320^oC.Die Mittelwerte der Vickershärte HV im Maximum und Minimum unterscheiden sich für Meßungen entlang der Probe (s.Abb.43a) um 8% und um 15% für Meßungen quer zur Probe (s.Abb.43b).Die Streubereiche der Daten überlappen sich nicht.Ein ähnliches Ergebnis liefert die Untersuchung an Proben,die bei 400^oC verformt wurden (s.Abb.44).Die Unterschiede der Härtewerte für die zweite Instabilität (s.Abb.45)sind etwa vergleichbar mit denen der ersten Instabilität.Allerdings überlappen sich die Streubänder für Meßungen entlang der Probe.Die Härtedifferenz für die dritte Instabilität (s.Abb.46) ist deutlich niedriger als für die vorangehenden Instabilitäten,und darüberhinaus überlappen sich die Streubänder.Soweit ein Zusammenhang besteht zwischen Mikrohärte und innerer Spannung,sind diese Ergebnisse im Einklang mit dem Schluß aus Relaxationsversuchen, demzufolge die Fließinstabilität eine Reduktion der inneren Spannung bewirkt.

3.3.9 Metallographische Untersuchungen

Bekanntlich erfolgt während der Fließinstabilität eine Änderung des Korngefüges²² (s.dazu [79]).Beobachtungen an Cu [80] zeigen, daß die Zahl der Instabilitäten von der Korngröße d_g des Ausgangsgefüges abhängt. Bei vorgebener Korngröße d_g, wird die Erscheinungsform der Instabilität durch die temperaturkompensierte Fließrate $\hat{Z} \equiv \hat{\epsilon}/\exp(-Q_L/RT)$ beeinflußt (Q_L ist der Volumendiffusionskoeffizient).In der Tabelle 9 sind Ergebnisse aus eigenen Versuchen sowie aus der Literatur zusammengestellt.Aus deren graphischen Darstellung in der Abb.47 wird der- erstmals von Sakai und Jonas [79] betonte- Umstand deutlich, daß, unter sonst gleichen Bedingungen (mit Ausnahme des ferritischen Stahls DIN 1.4914), Mehrfachinstabilitäten (mp) vorzugsweise in feinkörnigen und Einzelinstabilitäten (sp) in grobkörnigen Materialien auftreten.Bei vorgegebenem Gefüge bewirken demnach große Z-Werte *Einzel*- und kleine Z-Werte *Mehrfachinstabilitateten*.Zum Vergleich sind in Abb.47 auch Ergebnisse an Cu-EK (rechter Bildrand) angeführt.Sie zeigen, daß Z das Erscheinungsbild der Instabilitäten in EK in gleicher Weise beeinflußt wie das der VK.

Dieser empirische Befund kann in Verbindung gebracht werden mit der *Erholung der* Energiespeicherfachigkeit χ_s .Diese ist die Folge der durch Instabilität bewirkten strukturellen Änderungen.Gemäß Gl(2.17) ist

²²Die morphologische Ähnlichkeit der Kornstruktur mit der des statisch rekristallisierten Gefüges zum einen, sowie der dynamische Charakter des Phänomens zum anderen, finden Ausdruck in der Namensgebung DRX.

$$\chi_{\rm s} = (1 - \lambda / \lambda^*) \tag{2.17}$$

und für Kritikalität ist $\chi_s = \chi_s^* = 0.$ Definiert man mit

$$\Delta \chi_{s} \equiv \chi_{s,r} - \chi_{s}^{*} = \chi_{s,r}$$

die Erholung von χ_{s} , so bezeicnet $\chi_{s,r}$ den $\chi_{s,min}$ -Wert im Spannungsminimum der $\sigma(\epsilon)$ -Kurve.Gl(2.17) zufolge ist

$$\chi_{s,\min} = 1 - \lambda_{\min} / \lambda^*$$

was in Kombination mit Gl(3.23) ergibt

$$\Delta \chi_{\rm s} = \chi_{\rm s,min} = 1 - \sigma_{\rm min} / \sigma^*$$
(3.24)

In der Abb.48 sind für Cu VK die aus Gl(3.24) ermittelten $\chi_{s,min}$ -Werte als Funktion des entsprechenden α_{min} -Werts (s.Gl(3.21)) aufgetragen.Letztere sind,wie vom Modell gefordert,unterkritisch.Das Ergebnis in Abb.48,als Kriterium ausgedrückt,besagt

$$\chi_{s,min}^{>0.18}$$
 sp-Instabilität
 $\chi_{s,min}^{<0.18}$ mp-Instabilität

Da $\sigma_{\alpha} 1/d_s$ können obige Kriterien auch ausgdrückt werden durch

Aus zahlreichen Beoabachtungen folgt, daß umgewandeltes Korngefüge bei Einzelinstabilität feinkörnig, bei Mehrfachinstabilitäten hingegen grobkörnig ist. Wie im Weiteren gezeigt, sind eigene metallographische Untersuchungen mit diesen Befunden im Einklang; allerdings mit der Einschränkung, daß Einzelinstabilitäten auch im feinkörnigen Cu (das hier ausschließlich verwendet wurde, d_g=16 μ m) zur Kornvergröberung führten.

Dies kann den Abb.49 und Abb.52 entnommen werden.Die Änderung des Korngefüges während der Instabilität ist den Abb.49b und Abb.49c zu entnehmen.Die Bilder links

zeigen das unverformte Gefüge (Probenkopf); die mittleren Bilder zeigen den verformten Probenteil in der Längsachse.die Bilder rechts zeigen den Probenrand.Die obere Bildreihe ist dem Spannungsmaximum zugeordnet, die untere dem Spannungsplateau. Die Bildreihen sind miteinander zu vergleichen. Zunächst ist festzustellen, daß für die Versuchstemperatur 300°C das Gefüge in der Probenachse und im Probenrand stark unterschiedlich ist. Der Vergleich der Bilder 2,3 mit 5,6 zeigt, daß dieser Unterschied offensichtlich mit der Versuchsdauer, und, wie Abb.51 zu entnehmen, mit wachsender Temperatur abnimmt. Vergleicht man in Abb.49 die Bilder 2 und 5 sowie 4 und 5 wird eine Vergröberung der Kornstruktur durch Fließinstabilität deutlich. Ein schwach ausgeprägtes 2.Spannugsmaximum zeigt Abb.50a bei etwas höherer Temperatur (320⁰C). Wie der Vergleich der Bilder 1,3 und 5 zeigt,wird die Kornvergröberung bei wiederholter Instabilität sehr deutlich. Der Vergleich von Bild 5 und 6 zeigt den mit der Versuchsdauer zwischen schwindenden Gefügeunterschied Probenmitte- und Rand.Dieser Unterschied, wie Abb.51 zu entnehmen ist, schwindet mit steigender Temperatur. Kornvergröberung ist deutlich ausgeprägt in der 1.Instabilität.Das Gefüge im 2.Maximum unterscheidet sich gegenüber dem im 1.Minimum dadurch, daß kleine Körner eingebettet in der Matrix erscheinen. Ein Zustand welcher offensichtlich auf Kornwachstum schließen lässt, und bei 900°C, nach Mehrfachinstabilitäten (s. Abb. 15), zur Bildung großer Kristallite führt (s.Abb.52).

Die Abb.53 zeigt das Gefüge von gekrochenen Cu-VK.In der Abb.53a ist die bei 400^oC und der Kriechspannung $\sigma_0 = 70.3$ MPa registrierte Kriechkurve wiedergegeben.Die Fließinstabilität erstreckt sich im Dehnbereich von $\epsilon=0.1$ (Fließminimum ϵ_{MIN}) bis $\epsilon=0.2$ (Fließmaximum ϵ_{MAX}).Diesen Extremwerten entsprechen im STC Versuch die entsprechenden Spannungswerte σ^* und σ_{min} (s.Abschnitt 3.3.2.1).Die Kriechkurven von Proben,die zu ϵ_{MIN} bzw. ϵ_{MAX} verformt wurden, sind in der Abb.53a wiedergegeben; deren Verformungsgefüge zeigen die Abb.53b und Abb.53c.Die im Vergleich zum Verformungszustand $\dot{\epsilon}_{\rm MIN}$ deutlich gröbere Kornstruktur bei $\dot{\epsilon}_{\rm MAX}$ bestätigt, daß die strukturellen Zustände σ^* und $\dot{\epsilon}_{\rm MIN}$ sowie $\sigma_{\rm min}$ und $\dot{\epsilon}_{\rm MAX}$ offensichtlich einander entsprechen. Das Gefüge im 1. Maximum (s. Bild 1 der Abb.51b) ist im Vergleich zu dem des Kriechversuchs im Zustand $\dot{\epsilon}_{\rm MIN}$ (s. Bild 3 der Abb.53b) feinkörniger; die Gefüge in den entsprechenden Zuständen $\sigma_{\rm min}$ und $\dot{\epsilon}_{\rm MAX}$ sind jedoch sehr ähnlich (vergleiche Abb.51c mit Abb.53c).

Die Bildung eines Korngefüges in einem deformierten Einkristall,zeigt Abb.54. Ein bei hoher Temperatur zugverformter Ni-EK zeigt nach wiederholter Instabilität eine Grobkornstruktur.Sie ist offensichtlich,wie in Abschnitt 3.3.2.2 berichtet,die Folge von Substrukturbildung in EK [53][81][65].

4. Zusammenfassung.

Gegenstand der Arbeit waren Untersuchungen zur Stabilität der Hochtemperaturverformung auf der Grundlage eines zeitdiskontinuierlichen Versetzungs-Populations-Modells. die Dichte der beweglichen Versetzungen ρ mit Darin ist dem Systemparameter α korreliert, der abhängig ist von den Belastungsbedingungen sowie strukturellen Parametern des Materials. Die Gleichgewichtslösungen $\rho_{\alpha}(\alpha)$ der Systemgleichung sind oberhalb eines kritischen Werts α^* mehrwertig. Da gleichen kritischen α –Werten unterschiedliche Gleichgewichtsdichten entsprechen (Bifurkationen), sind die zugeordneten höherenergetischen Zustände instabil. Der Übergang niederenergetischen Gleichgewichtszustand wird in den durch Destabilisierung des ursprünglichen Verformungsgefüges eingeleitet (sogn. strukturelle Instabilität) in dessen Ablauf die Versetzungsdichte reduziert wird. Letztere äußert sich makroskopisch als Fließinstabilität wie sie z.B. beim Phänomen der dynamischen Rekristallisation beobachtet für strukturelle wird, das prototypisch ist

"Phasenübergänge" in verformenden Materialien.

Dem Modell entsprechend ist strukturelle Instabilität ein kritisches Phänomen, als dessen Ursache Fluktuationen in Größe und Form der Substruktur betrachtet werden. Diesen Vorstellungen zufolge, sind für unterkritische Werte des Systemparameters $(1 \le \alpha < 3)$ Fluktuationen, nicht wachstumsfähig. Für krititische Werte jedoch $(3 \le \alpha < 4)$ können Fluktuationen sich verstärken, das ganze System erfassen, und somit die Umwandlung der Verformungsstruktur bewirken. Solche strukturellen "Phasenübergänge" sind charakteristisch für das Verhalten nicht isolierter Systeme fernab vom thermodynamischen Gleichgewicht.

Das Modell liefert einen linearen Zusammenhang zwischen dem Systemparameter α und dem Verhältnis λ =Verformungsenergie(W)/gespeicherte Energie (W_s),das,für plastisch deformierender Materialien,als ein Maß betrachtet werden kann für den Abstand vom thermodynamischen Gleichgewicht. Die gespeicherte Energie konnte anhand einer empirischen Beziehung aus der Verformungsenergie berechnet werden.

Dem kritischen Wert $\alpha = \alpha^* = 3$ ist der "kritische Abstand" λ_m^* zugeordnet. Dem Modell zufolge sollte der kritische Abstand abhängen vom Betrag der gespeicherten Energie, jedoch unabhängig sein vom Mechanismus der Energiespeicherung und somit z.B.von der Versuchsführung.Ferner besteht ein linearer Zusammenhang zwischen dem Modellwert λ_m^* und der kritischen Spannung σ^* . Die Untersuchungen, durchgeführt an einer Reihe von metallischen Materialien haben diese Voraussagen bestätigt. Demzufolge liegen die experimentellen λ^* -Werte etwa im Bereich von 20 bis 100 und sie sind proportional zu σ^* , dem Maximalwert der Fließspannung in Spannungs/ Dehnungsdiagramm. Ferner sind unabhängig sie vom Material, von der Versuchsführung sowie vom Verformungsweg und besitzen somit die Eigenschaft einer

Zustandsgröße.

Die Spannung σ^* ist proportional zu $1/T_h^2$;die gleiche Temperaturabhängigkeit zeigt $\lambda^*(T)$. λ^* ist offensichtlich abhängig von der Ausgangskorngröße d_g. Da $\lambda^*_{\alpha} \sigma^*$ und $\sigma^*_{\alpha} 1/d_s^*$, wäre zu vermuten, daß d^{*}_s mit d_g korreliert ist.

Aus der Sicht des Modells, ist strukturelle Instabilität die Folge der Erschöpfung der Energiespeicherfähigkeit χ_s . Letztere ist ein allgemeines Phänomen der Kristallplastizität und erfolgt unabhängig vom Material und Belastungsbedingungen. Im kritischen Abstand vom thermodynamischen Gleichgewicht ist $\chi_s=0.$ Strukturelle Instabilität führt zur Umwandlung der Verformungsstruktur. Verbunden damit ist eine Reduktion der Wand-Versetzungsdichte ρ_w . Sie bewirkt eine teilweise Erholung von χ_s und dadurch kann, im Zuge der Weiterverformung, erneute Instabilität auftreten.

Die durch strukturelle Instabilität hervorgerufenen Fließinstabilitäten sind mit einen transienten Anstieg der Fließgeschwindigkeit verbunden.Letztere kann,wie auch aus Spannungsrelaxationsversuchen und Härtemessungen zu schließen ist, am ehesten, auf einen Anstieg der effektiven Spannung $\sigma_{\rm e}$, die ihrerseits von $\rho_{\rm w}$ abhängt, zurückgeführt werden. Wie Messungen der radialen Fließgeschwindigkeit an Cu-Proben ergaben, ist die Dehnungsverteilung entlang der Probe während der Fließinstabilität makroskopisch homogen.

Im Übereinstimmung mit Beobachtungen aus der Literatur zeigen eigene Versuche, daß die Zahl der Instabilitäten zum einen von der Korngöße d_g und zum anderen von der temperatur-kompensierten Fließrate Z abhängt. Unter sonst gleichen Bedingungen erfolgten Mehrfachinstabilitäten in feinkörnigen, und Einzelinstabilitäten in grobkörnigen Materialien. Bei vorgegebenem Gefüge bewirken große Z-Werte

(d.h.niedrige Temperaturen und hohe Fließraten) Einzel- und kleine Ż-Werte Mehrfachinstabilitäten.Gleiches Verhalten bezüglich des Einflußes von Ż auf das Fließverhalten wurde an Einkristallen beobachtet.Darüberhinaus wird die Erscheinungsform der Fließinstabilität möglicherweise auch durch das Verhältnis Korngröße/Probendurchmeßer beeinflußt.

Wie zahlreiche Beobachtungen zeigen, ist umgewandeltes Korngefüge bei Einzelinstabilität feinkörnig, bei Mehrfachinstabilitäten hingegen grobkörnig. Eigene metallographische Untersuchungen sind mit diesen Befunden im Einklang; allerdings mit der Einschränkung, daß Einzelinstabilitäten auch im feinkörnigen Cu (das hier ausschließlich verwendet wurde, d_g = 16 μ m) zur Kornvergröberung führten.

Danksagung.

Mein Dank gilt vor allem dem DAAD sowie dem Kernforschungszentrum Karlsruhe dafür, daß sie diese Arbeit ermöglicht haben.

Herrn Professor Dr.M.Boček danke ich für dauerhafte Unterstützung der Arbeit. Mein Dank gilt ferner den Kollegen am IMF II, besonders den Herrn Dipl.Ing. H.Schneider, D.Rodrian und Dipl.Ing.C.Petersen für allseitige technische Unterstützung, Einweisung und Beschaffung des Versuchsmaterials. Herrn W.Schweiger danke ich für die Untestützung bei Verformungsversuchen. Besonders zu Dank verpflichtet bin ich den Herrn Dr.W.Scheibe und Dipl.Ing.R.Schmitt für die Durchführung von LCF Versuchen, sowie den Herrn H.Zimmermann und P.Graf für die metallographischen Untersuchungen.

Nicht zuletzt herzlichen Dank meiner Frau Jee-Eung für liebesvolles Verständnis und Unterstützung.

61

Literaturvezeichnis

- [1] Amodeo, R.L. and Ghoniem N.M., Res Mech.23(1988)137
- [2] Seeger, A., Z. Naturforsch. 9a(1954)758
- [3] Neuhäuser, H., "Non Linear Phenomena in Materials Science", (Edts.: L.P.Kubin and G.Martin), Trans. Tech. Publikations Ltd., Switzerland, 1988, p.407
- [4] Sprušil, B. und Hnilica, F., Czech. J. Phys. B35(1985)897
- [5] Kleiser, T., und Boček M., Z. Metallk. 77(1986) 582
- [6] Kocks, U.F., Argon, A.S., und Ashby M.F., Progress in Materials Science 19(1975)1
- [7] Holt, D.L., J.Appl. Phys. 41(1970) 3197
- [8] Walgraef, D., und Aifantis E.C., Mechanics of Microstructures, MM Report No.7, Michigan Technol. University, Houghton, Michigan, Sept. 1984
- [9] Walgraef, D., "Mechanical Properties Behaviour of Solids", (Edts.: V.Balakrishnan and C.E.Bottani), Singapore: World Scientific, 1986, p.354
- [10] Walgraef, D., and Aifantis E.C., J. Appl. Phys. 58(1985)688
- [11] Aifantis, E.C., Mat.Sci.Eng.81(1986)563
- [12] Walgraef, D., Schiller, C. and Aifantis E.C., "Patterns, Defects and Microstructures in Nonequilibrium Systems", (Edt.: D.Walgraef), NATO ASI Series, Serie E: Appllied Science, No.121 Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht, 1987, p.257
- [13] Walgraef, D., "Interfaces under Laser Irradiation.Proceedings.", (Edts.:L.D.Laude, M.Wautelet and D.Bäuerle), Dordrecht: Martinus Nijhoff Publishers, Netherlands, 1987, p.81
- [14] Walgraef, D., "Instabilities in Non-Equilibrium Structures" (Edts.: F.Tirapequi and D.Villarroel), D.Riedel Publishing Company, 1987, p.197
- [15] Lepinoux, J., Solid State Phenomena 3/4(1988)389;
- [16] Aifantis E.C., Solid State Phenomena 3/4(1988)397
- [17] Kratochvil, J., Revue Phys. Appl. 23(1988)419
- [18] Kubin, N.L., Estrin, Y. and Canova G., NATO Meeting on "Patterns, Defects and Materials Instabilities", Cargese, France, Sept., 1989 (Edts.: D.Walgraef and N.M.Ghoniem), Kluver Acad.Publ.
- [19] Haken, H., Advanced Synergetics, Springer, Berlin, 1984
- [20] Misbah, C., Solid State Phenomena 3/4(1988)29
- [21] Wunderlin, A., "Laser and Synergetics", (Edts.: R.Graham and A.Wunderlin), Springer, Berlin, 1988, p.140
- [22] Estrin, Y. and Mecking H., "Continuum Models of Discret Systems", University of Waterloo Press, 1980, p.217
- [23] Estrin, Y. and Kubin L.P., "Continuum Models of Discrete Systems", (Edts.:O.Brulin and R.K.T.Hsieh), North-Holland Publishing Company, 1981, p.13
- [24] Kubin, L.P., Spiesser, Ph. and Estrin Y., Acta metall. 30(1982)385
- [25] Anantharkrishna, G. and Sahoo d., J. Phys. D: Appl. Phys. 14(1981)2081
- [26] Richardson, R.O., Schnabel. E. and Stüwe H.-P., Metall 23(1969)1139
- [27] Zagorukuyko, L.N., Osetskiy, A.I. and Soldatov V.P., Phys. Met. Metallgr. 43(1977)156
- [28] Schuster, H.G., "Deterministic Chaos", Physik Verlag, Weinheim, 1984, p.112
- [29] Kubin, L.P. and Estrin Y., Acta metall.33(1985)397
- [30] Estrin, Y. and Kubin L.P., "Phase Transformations", (Edts.: E.C. Aifantis and J.Gittus), Elsevier Applied Science Publishers, London, 1986, p.185
- [31] Kubin, L.P. and Estrin Y., J. Physique 47(1986)497
- [32] Kubin,L.P., Chihab,K. and Estrin Y., "Patterns, Defects and Microstructures in Nonequilibrium Systems", (Edt.: D.Walgraef), Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht, 1987, p.220
- [33] Kubin, L.P. and Estrin Y., Acta metall. 38(1990) 697
- [34] Boček, M., "Continuum Models of Discrete Systems", (Edt.: A.J.M. Spencer),

A.A.Balkema, Rotterdam/Boston, 1987, p.67

- [35] Estrin, Y. and Kubin L.P., Acta metall.34(1986)2455
- [36] Estrin, Y. and Kubin L.P., Res Mechanica 23(1988)197
- [37] Hart, E.W., Acta metall. 15(1967) 351
- [38] Argon, A.S., "The Inhomogeneity of Plastic Deformation", ASM, Metals Park, Ohio, 1973, p.161
- [39] Jonas, J.J., Holt, R.A. and Coleman C.E., Acta metall. 24(1976) 911
- [40] Lin, I.-H., Hirth, J.P. and Hart E.W., Acta metall. 29(1981)819
- [41] Neuhäuser, H., "Physical Manifestation of Instabilities in Plastic Flow", SMR/154-8, IAEA Working Party on: Mechanical Properties and Behaviour of Solid-Plastic Instabilities, Trieste, 12-20 Aug. 1985
- [42] Ma,S., "Modern Theory of Critical Phenomena", Benjamin, Reading (Mass.)1976
- [43] Malek-Mansour, M., Van den Broeck, C., Nicolis, G. and Turner J.W.,

Ann.Phys.,131(1981)183

- [44] Boček, M., Z. Metallk. 79(1988) 132
- [45] Boček, M., Solid State Phenomena 3/4(1988)369
- [46] Boček, M., Physica Scripta T29(1989)213
- [47] Johnston, W.G. and Gilman J.J., J.Appl. Phys. 30(1959)129
- [48] Essmann, U. and Mughrabi H., Phil.Mag.40(1979)731
- [49] Boček, M. and Vacek K., phys.stat.sol.1(1961)125
- [50] Goldberg,S., "Introduction to Difference Equations", John Wiley & Sons, New York, 1985
- [51] May, R.M., Nature 261(1976)459
- [52] Raj,S.V. and Pharr G.M., Mat.Sci.Eng.81(1986)217
- [53] Gottstein, G. and Kocks U.F., Acta metall.31(1983)175
- [54] Prigogine, I., "Introduction to Thermodynamics of Irreversible Processes", 3rd.ed., Wiley-Interscience, New York, 1967.

- [55] Ebeling, E. and Feistel, R., "Physik der Selbstorganisation und Evolution", Akademie Verlag, Berlin, 1982
- [56] Kestin, J. and Rice, J.R., "A Critical Review of Thermodynamics", (Edts.:
 E.B.Stuart, A.J.Brainard and B.Gal-Or), Mono Book Corp., Baltimore, 1970, p.275.
- [57] Kuhlmann-Wilsdorf, D. and van der Merve, J.H., Mat.Sci.Eng 55(1982)79
- [58] Bever, M.B., Holt, D.L. and Tichener, A.L., "The Stored Energy of Cold Work", Pergamon Press, Oxford, 1973
- [59] Orlová, A., Pahutová, M. and Čadek, J., Phil. Mag. 25(1972)865
- [60] Orlová, A., Tobolová, Z. and Čadek, J., Phil. Mag. 26(1972)1263
- [61] Seeger, A. and Frank, W., Solid State Phenomena 3/4(1988)125
- [62] Boček M. and Schmitt, R., "Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe" (Hrsgb.:D.Munz), DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1984, S.459
- [63] Gottstein, G., Zabardjadi, D. and Mecking, H., Metal Sci. 13(1979)223
- [64] Karduck, P., Gottstein G. and Mecking, H., Acta metall. 31(1983)1525
- [65] Sample, V.M., Fitzimons, G.L. and DeArdo, A.J., Acta metall. 35(1987) 367
- [66] Luton, M.J. and Sellars, C.M, Acta metall. 17(1969)1033
- [67] Stüwe, H.-P., Z. Metallk. 56(1965)633
- [68] Williams, R.O., Trans. Met. Soc. AIME 224(1962)719
- [69] Richardson, R.O., Schnabel, E. and Stüwe, H.-P., Metall 23(1969)1139
- [70] Kestin, J., "Irreversible Thermodynamics", in: Wissenschaftskolleg-Jahrbuch 1984/85, S.131 (Edt.: P.Wapnewski) Siedler--Verlag
- [71] Ueki, M., Horie, S. and Nakamuro, T., Mat. Sci. Technol. 3(1987) 329
- [72] Sakai, T. and Jonas, J.J., Acta metall. 32(1984) 189
- [73] Chen,S. and Gottstein G., Acta metall.36(1988)3093
- [74] Vogler, S. and Blum W., to be published in the Proceedings of the 4th International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures,

Œ

to be held in Swansea, April 1990

- [75] Drudy, M.R., Humpfreys, F.J. and White S.H., J.Mat.Sci.24(1989)154
- [76] Raman, V. and Railey T.C., Scripta Met. 20(1986)1343
- [77] Walensi, G., Rev. Metall. 45(1948)10
- [78] Bird, J.E., Mukherjee, A.K. and Dorn, J.E., "Quantitative Relation Between Properties and Microstructure", (Edts.: D.G.Brandon and A.Rosen), Israel Universities Press 1969, p.225
- [79] Sakai, T. and Jonas, J.J., "A Grain Refining/Grain Coarsening Model for Dynamic Recrystallization" in Annealing Processes- Recovery, Recrystallization and Grain Growth (Edts.: N.Hansen, D.Juul Jensen, T.Leffers and B.Ralph) Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark, 1986, p.143)
- [80] Blaz, L., Sakai, T. and Jonas, J.J., Metals Sci. 17(1983)609
- [81] Karduck, P., "Untersuchungen zu Keimbildung und Kornwachstum bei dynamischer Rekristallisation von Kupferkristallen." Dissertation, RWTH Aachen, 1980)
- [82] Frost,H.J. and Ashby,M.F., "Deformation-Mechanism Mapps", Pergamon Press, Oxford, 1982
- [83] Korbel, A. and Blaz, L., Scripta Met. 14(1980) 829
- [84] Sample, V.M., PhD-Thesis, University of Pittsburg, 1984
- [85] Sah, J.P., Richardson, G.J. and Sellars, C.M., Indian J. Tech. 11(1973)445
- [86] Sakui, S., Sakai, T. and Takeishi, K., Trans ISIJ 17(1977)718
- [87] Jonas, J.J. and Sakai, T., "Les Traitments Thérmomechaniques", 24 éme Colloque de Métallurgie, (INST, Saclay), 1981, p.35
- [88] Straub, S. and Blum, W., Scripta metall.mat.24(1990)1837
- [89] Blum,W., "Creep of Aluminium and Aluminium Alloys", in:Langdon,T.G.,et al.(eds.) Proc. of TMS Symposium on Hot Deformation of Aluminium Alloys, held at the TMS Fall Meetings, Detroit, 9th to 11th October 1990.
- [90] Hasegawa, T., Sato, H. and Karashima, S., Trans. Jap. Inst. Met. 11(1970)94

- [91] Gottstein,G., Gespeicherte Energie zugverformter Kupfereinkristalle verschiedener Orientierung im Bereich II und III der Verfestigungskurve, Jül-1068, Mai 1974.
- [92] Rönnpagel, D. and Schwink, Ch., Acta Metall. 26(1978) 319
- [93] Sakai, T. and Ohashi, M., Mat. Sci. Technol. 6(1990) 1251
- [94] Petkovic R.A., Luton M.J. and Jonas J.J., Acta metall. 27(1979)1633

Symbolverzeichnis

alphabetisch

^a m	a_T/T^2
$^{a}\mathrm{T}$	a _o T _m ²
ao	materialunabhängige Konstante für die gespeicherte Energie
^a 1, ^a 2	komplexe Integrationskonstanten
b c ^c k	Burgersvektor Freisetzungsrate der immobilen Versetzungen kritische Freisetzungsrate
D d _g	Diffusionskoeffizient mittlere Korngröße
D _j	effektive Diffusionskoeffezient der Komponente j
D _p	Probendurchmesser
^d _R	die Größe des rekristallisierten Korngefüges
d _s	lineare Abmeßung der Substruktur
$f(\rho_{im})$	Quellenterm
g G	nichtlinearer Reaktionsterm Schubmodul
Н	lokaler Verfestigungskoeffizient
h k _a	aus dem Experiment bestimmter Verfestigungskoeffizient Reaktionskonstante für Versetzungsannihilation
^k m	elastische Konstante der Maschine
^k p ^k e*	Reaktionskonstante für Versetzungsproduktion ϵ^*/σ^*
K	Konstante
L	mittlere Laufweg der Versetzungen
1	Probenlänge zum Zeitpunkt t>0
la	aktive Probenlänge

.

$\mathbf{L}_{\mathbf{k}}$	Korrelationslänge
L _m	Probenmeßlänge
L _P	Probenlänge
$L_{\mathbf{R}}$	Leistung der äußeren Kräfte im SR Versuch
Lw	mittlerer Abstand der Wand–Versetzungen
L _o	spannungsunabhängiger Laufweg von Versetzungen
1 _o	Ausgangsprobenlänge
$L(0) \\ L^* \\ m \\ M \\ N = \rho/\rho_s$	Länge der Probe zu Beginn der Relaxation kritische Leistung äußerer Kräfte Zahl der Zeitintervalle kombinierte Elastizitätsmodul von Probe und Mascine nomierte Versetzungsdichte
N^* $N_e = \rho_e / \rho_s$	kritische Lastspielzahl im LCF Versuch nomierte stationäre Versetzungsdichte
$p=L/d_s$	mittlerer Laufweg von Versetzungen bezogen auf die lineare
q ^q k Qd	Abmeßung der Substruktur Wellenzahl der Fluktuation kritische Wellenzahl die als Wärme dissipierte Energie
R	Ausgangsradius der Probe
{Ř} R _e	mittlere Änderungsgeschwindigkeit des Durchmessers reeler Anteil
S T T _h	Entropie absolute Temperatur
	nomologe Temperatur
т _m	Schmelztemperatur
T _m U V V _m	nomologe Temperatur Schmelztemperatur Wachstumsrate der Versetzungspopulation mittlere Versetzungsgeschwindigkeit Gramatom-Volumen

W	Verformungsenergie
W	kritische Verformungsenergie
W _{c,i}	Verformungsenergie des i-ten Zyklus im LCF Versuch
W _{LCF}	Verformungsenergie im LCF Versuch
w_{LCF}^{*}	kritische Verformungsenergie im LCF Versuch
W _{LDC}	Verformungsenergie im LDC Versuch
W _R	Verformungsenergie der Relaxation
Ws	gespeicherte Energie
w [*] _s	kritischer Wert der gespeicherten Energie, sogn. Speicherkapazität
W _{s,LCF}	die im LCF Versuch gespeicherte Energie
W _{STC}	Verformungsenergie im STC Versuch
W _w	gespeicherte Energie in der Versetzungswand
w _o	vorgegebene Verformungsenergie des ersten Belastungsschrittes
	im CLC Versuch
w ₁	die zur Instabilität erforderliche Verformungsenergie
	des nachfolgenden Belastungsschrittes im CLC Versuch
x	Koordinate
Х	Länge des Zeitintervalls
у	kritischer Abstand von Gleitebenen für die Versetzungsannihilation
Z	Konstante
Z	Koordinate
Δz	Verlängerung der Probe bei der Relaxation
Ż	temperaturkompensierte Fließrate

griechisch

α	Kontrollparameter
α	kritischer Wert des Kontrollparameters
β	geometrische Konstante
Δ	Laplasche Differentialoperator
ε	Gesamtdehnung
* E	Gesamtdehnung zur Instabilität

εc	Stauchung der Maschine
$\epsilon_{ m E}$	Dehnung bei der Einschnürung
$\epsilon_{\rm el}$	elastischer Anteil der Gesamtdehnung
$\epsilon_{ m N}$	Gesamtdehnung zur Nukleation der H–Instabilität
۴P	Gesamtdehnung der Probe während der Relaxation
$\epsilon_{\rm pl}$	plastischer Anteil der Gesamtdehnung
$\Delta \epsilon_{t}$	totale Dehnungsamplitude
ε _w	wahre Dehnung
ε	totale Verformungsgeschwindigkeit
⁶ MAX	maximale Fließrate im Kriechversuch
$\dot{\epsilon}_{MIN}$	minimale Fließrate im Kriechversuch
[¢] pl	plastische Dehnrate
⁶ R	radiale Dehnrate
eo	totale Anfangsdehnrate
Г _s	Energiespeicherrate
Γ_{s}^{*}	kritische Energiespeicherrate
η	Dimensions faktor $(m^4 s^{-1})$ vom Betrag 1
θ	Subkorn–Verdrehungswinkel
ĸ	Dehnungsanteil verbunden mit Stufen- bzw. Schraubenversetzungen
$\lambda = W/W_s$	ein Maß für den Abstand vom thermodynamischen Gleichgewicht
λ^{\star}	kritischer experimenteller λ –Wert
$\lambda_{\mathbf{k}}$	Wellenlänge der Fluktuation
$\lambda_{ m LCF}^*$	experimenteller λ^* Wert im LCF Versuch
$\tilde{\lambda}^*_{LCF}$	berechneter λ^* -Wert im LCF Versuch
$\lambda_{\mathbf{m}}$	Modellwert von λ
λ_{m}^{*}	kritischer Modellwert
λ_{\min}	λ –Wert beim Spannungsminimum
$\lambda_{\mathbf{R}}^{*}$	Referenzwert von λ^* -Wert

λ _o	λ –Wert der Vorverformung
μ	Dimensionsfaktor (m ⁶) vom Betrag 1
П _s	$dW_{s}/d\epsilon$
П _{s,o}	Anfangswert von Π_s
П _m	Modellwert von Π_s
п _{т,0}	Anfangswert von Π_{m}
ρ	mobile Versetzungsdichte
ρ_{e}	stationäre mobile Versetzungsdichte
$ ho_{im}$	immobile Versetzungsdichte
$^{ ho}{}_{ m j}$	Dichte der j-ten Versetzungsart
$\rho_{\mathbf{k}}$	Versetzungsdichte-Kopplungsterm
ρ_{s}	Sättigungsdichte von Versetzungen
$\rho_{\mathbf{w}}$	Wand-Versetzungsdichte
ρ_{0}	anfängliche Dichte beweglicher Versetzungen
$\dot{\rho}^+$	Produktionsrate von mobilen Versetzungen
$\dot{\rho}^{-}$	Annihilationsrate von mobilen Versetzungen
$\delta ho, \delta ho_{ m im}$	Fluktuationen der Versetzungsdichte
σ	angelegte (Nenn-)Spannung
σ^*	kritische Modell–Spannung
σ_{c}	Spannung bei Instabilität (für $\gamma=0$)
σ _e	effektive Spannung
σ_{i}	innere Spannung
$\sigma_{ m max}$	Spannungsamplitude im LCF Versuch
σ_{\min}	Spannungsminimum im STC Versuch
$\sigma_{ m N}$	die Spannung zur Nukleation der H-Instabilität
$\sigma_{ m R}$	Einsatzspannung für dynamische Rekristallisation
σ_{s}	Sättigungsspannung
σ_{w}	wahre Spannung

$ au_{\mathrm{b}}$	Beobachtungszeit
$ au_{ m s}$	die Zeitskala der Änderung für stabilen Moden
τ_{u}	die Zeitskala der Änderung für instabilen Moden
ϕ	strukturelle Größen
ϕ_{s}	Strukturparametern
x	temperaturabhängiger Parameter in der empirischen $\sigma(\epsilon)$ Beziehung
x _s	Energiespeicherfähigkeit
x_{s}^{*}	kritische Energiespeicherfähigkeit
$x_{s,r}$	Erholung der Energiespeicherfähigkeit
Ψ	lokale Geschwindigkeitsempfindlichkeit der Spannung
ψ	aus dem Experiment bestimmte Geschwindigkeitsempfindlichkeit
	der Spannung
Ω	$\sigma'/\sigma_{\rm min}$
ω	Wachstumsrate der Fluktuation

Abkürzungen

CLC	Änderungen der Versuchsführung
DRX	dynamische Rekristallisation
EK	Einkristall
ESK	Energiespeicherkapazität
LCF	niederfrequente, dehnungsgesteuerte Wechselverformungsversuch
LDC	lastgesteuerter Zugversuch
mp	Mehrfachinstabilitäten
NGS	Nicht-Gleichgewicht-System
sp	Einzelinstabilität
SR	Spannungsrelaxationsversuch
STC	dehnungsgesteuerter Zugversuch
TDG	thermodynamisches Gleigewicht
VK	Vielkristall
	i





Wellenzahl q für verschiedene Kontrollparameter c (schematisch).



Abb.2 Beispiele für Verformungsinstabilitäten.

- a) Fließinstabilität an der Streckgrenze und am Spannungsmaximum.
- b) Portevin-Le Chatelier Effekt im STC Versuch.
- c) Wiederholte Spannungsmaxima im STC Versuch (Hochtemperatur-Verformung).
- d) Fließraten-Maximum und beschleunigtes Kriechen im LDC Versuch.



Abb.3 $\sigma(\epsilon)$ - und h(ϵ)-Kurve eines Cu-VK für 500°C (Pfeil nach unten bedeutet dh/d ϵ < 0; Pfeil nach oben bedeutet dh/d ϵ > 0; h-Instabilität im schrafierten Bereich; bei N Beginn der Forminstabilität; s.Text).



Abb.4 Differentiale und Differenzen.

- 78 -



Abb.5 Schema zur zeitdiskontinuierlichen Evolution der stationären

Versetzungsdichte $\rho_e / \rho_{ss} \equiv N_e$.



80



1.0

0.9

Kontrollparameter $\alpha = c \cdot \lambda$

Abb.6 Die Abhängigkeit der stationären Versetzungsdichte N_e vom Kontrollparameter α (Bifurkationsdiagramm).



Abb.7 Zur Verformungsabhängigkeit von W_s , Γ_s und χ_s (schematisch, s. Text).



Abb.8 Die Abhängigkeit der gespeicherten Energie \boldsymbol{W}_{s} von der homologen

Temperatur T_h.



Abb.9 σ^* vers. ln $\dot{\epsilon}_0$ für verschiedene Temperaturen ; Cu–VK ; eigene Meßungen.

[MPa]

* о

-- 83 --





Abb.10 ϵ^* vers. σ^* bzw. σ_0

a) Cu-VK (STC und LDC Versuche), Ni-VK (STC Versuche)

b) DIN 1.4981, Cd-VK und Pb-VK (STC Versuche).



Abb.11 Vergleich zwischen berechneten und gemessenen (ϵ^* / σ^*) -Werten.

- 85 -



Abb.12 Vergleich von berechneten $W_{s,c}$ - und experimentellen W_{s}^{*} -Werten (s.Text).



Abb.13 a) Spannungs/Dehnungskurven ($\sigma(\epsilon)$ -Kurven) von Cu-VK

für verschiedene Temperaturen.

- b) Kriechkurve ($\dot{\epsilon}(\epsilon)$ -Kurve) eines Cu-VK (σ_0 =49.5MPa;T=500°C),
- s. dazu entsprechende $\sigma(\epsilon)$ -Kurve in Abb.13a.



Abb.14 a) $\sigma(\epsilon)$ -Kurven für verschiedene Materialien und homologe Temperaturen (Kurven für Al s. [67]).

b) $\sigma(\lambda)$ -Kurven für verschiedene Materialien und homologe Temperaturen (Kurven für Al s. [67]).



Abb.15 Gefügeänderung. Cu–VK, $T_h=0.87$; $\dot{\epsilon}=3.3 \times 10^{-4}/s$

- a) $\sigma(\epsilon)$ -Kurve.
- b) Mikrographie der verformten Probe mit Bruchstelle.
- c) Korngefüge der unverformten Probe.





Abb.16 Gefügeänderung. Ni–VK, $T_h=0.87$; $\epsilon=2.8 \times 10^{-4}/s$

- a) $\sigma(\epsilon)$ -Kurve (beachte Fließinstabilitäten im Einschnürungsbereich).
- b) Mikrographie der verformten Probe.
- c) Korngefüge der unverformten Probe.



Abb.17 Fotographie der verjüngten Ni-Probe.



Abb.18 Verformungsverhalten der verjüngten Ni-Probe bei $T_h = 0.87$

- a) $\sigma(\epsilon)$ -Kurve. b) Probe nach Verformung.
- c) Mikrographie der verformten Probe.



Abb.19 Die Verformungsabhängigkeit von $\Pi_s \equiv dW_s/d\epsilon$.



Abb.20 λ^{*} vers. σ^{*} bzw. σ₀ für verschiedene Temperaturen
a) Cu-VK (STC und LDC Versuche), Ni-VK (STC Versuche).
b) DIN 1.4981, Cd-VK und Pb-VK (STC Versuche).

- 94 -



Abb.21 σ^*/G vers. $1/T_h^2$ für verschiedene Materialien und Versuchsführungen.

(*a**/G).10⁴

- 95 -



Abb.22 Berechnete $(d_s^*/d_g)/T_h^2$ -Werte (p=1) vers. T_h für verschiedene Materialien. Für grobkörnige Proben ist der mit p=0.2 berechnete Mittelwert durch die strichpunktierte Linie wiedergegeben. - 96



ln(λ^{*}·G/σ^{*})

Abb.23 $\ln(\lambda^* \cdot G/\sigma^*)$ vers. T_h für verschiedene Materialien ; eigene Meßungen.

- 97 -



Abb.24 Änderungen der effektiven Spannung während Fließinstabilität im STCund LDC-Versuch (schematisch, s.Text).






100

Dehnung ϵ

Abb.26 $\sigma(\epsilon)$ -Kurven für verschiedene Orientierungen ; Cu-EK ; T=400°C.



Abb.27 Vergleich von $\sigma(\epsilon)$ -Kurven von Viel- und Einkristallen. Einfluß der Temperatur.

- 101 -





- 102



Abb.29 Änderung der Versuchsführung von LDC nach STC ; Cu–VK, T=400°C (s.Text).

- 103 -









105

Abb.31 Zur Fließinstabilität ; Cu-VK, T=340°C ; a) σ vers. t b) $d\dot{\sigma}/dt$ vers. t

(s.Text).



106



Abb.32 Fließinstabilitäten, Cu–VK ; T=340°C ; a) σ vers. t und $d\dot{\sigma}/dt$ vers. t. b) J(Å) vers. t.



Abb.33 Fließinstabilitäten, Cu-VK ; $T=260 \rightarrow 320^{\circ}C$; a) σ vers. t und $d\sigma/dt$ vers. t. b) J(R) vers. t.

--- 107



Zeit t [Sek.]

Abb.34 Fließinstabilitäten, Cu-VK ; T=300°C ; a) σ vers. t und $d\dot{\sigma}/dt$ vers. t. b) J(R) vers. t.

- 108



Abb.35 Zur Auswertung von J(R) vers. t Diagrammen (s.Text).



Abb.36 $\sigma(\epsilon)$ -Kurven für 6 Cu-VK verformt bei gleichen Bedingungen (s. Text).

- 110 -





- a) Normierte $\sigma(t)$ -Kurven.
- b) $\log(-\dot{\sigma}/\sigma_{\rm R}(0))$ vers. $\log(\sigma/\sigma_{\rm R})$.

- 111 -





- a) Normierte $\sigma(t)$ -Kurven.
- b) $\log(-\dot{\sigma}/\sigma_{\rm R}(0))$ vers. $\log(\sigma/\sigma_{\rm R})$.

— 112 —







114 -



Abb.41 Verformungspfad für Mehrfachinstabilität im Bifurkationsdiagramm (s.Text).

- 115 -



Abb.42 $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm zur Bestimmung von $W_{i,\min}$ (s.Text).

σ

- 116 —







(a)





a) Entlang der Längsachse z (Koordinate in Einheiten der Probenlänge L).

b) Senkrecht zur Längsachse (Koordinate in Einheiten des Durchmessers 2R).





MIKROHÄRTE

- 118 ---



Abb.45 Mikrohärtemeßungen (HV) an Cu-VK, verformt bei 400°C; 2.Instabilität
a) Entlang der Längsachse z (Koordinate in Einheiten der Probenlänge L).
b) Senkrecht zur Längsachse (Koordinate in Einheiten des Durchmessers 2R).

- 119 -







Abb.47 Zum Erscheinungsbild der Fließinstabilität im STC Versuch ;

temperaturkompensierte Fließrate Ż vers. Korngröße $d_{K}(\mu m)$ für verschiedene Materialien in doppeltlogarithmischer Auftragung (s.Text; sp...Einzelinstabilität, mp...Mehrfachinstabilitäten; zur Berechnung von Ż wurden Q_{L} -Werte aus [82] verwendet, nämlich Cu:1.97x10⁵J/mol;Ni:2.84x10⁵J/mol; Cd:7.62x10⁴J/mol;Aust.:2.80x10⁵J/mol;DIN 1.4914:2.51x10⁵J/mol) 121 -



Abb.48 Erholung der Energiespeicherfähigkeit durch Fließinstabilität (s. Text).

- 122 -



Abb.49 Gefügeuntersuchungen ; a) $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm eines Cu-VK verformt bei 300°C mit $\dot{\epsilon}_0 = 3.3 \times 10^{-4}$ /s. b) Gefüge bei $\sigma = \sigma^*$; v.l.:Probenkopf, Mitte der Längsachse, Probenrand. c) Gefüge im Spannungsplateau ; v.l.:Probenkopf, Mitteder Längsachse, Probenrand.

— 123 —



Abb.50 Gefügeuntersuchungen ; a) $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm eines Cu--VK verformt bei 320°C mit $\dot{\epsilon}_0$ =3.3x10⁻⁴/s. b) Gefüge im 1.Spannungsmaximum ; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand. c) Gefüge im 1.Spannungsminimum ; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand. d) Gefüge im 2.Spannungsmaximum ; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand.



Abb.51 Gefügeuntersuchungen. a) $\sigma(\epsilon)$ Diagramme von Cu--VK verformt bei 400^oC mit $\epsilon_0 = 3.3 \times 10^{-4}/s$; b) Gefüge im 1.Spannungsmaximum; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand; c) Gefüge im 1.Spannungsminimum; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand; d) Gefüge im 2.Spannungsmaximum; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand; e) Gefüge im 2.Spannungsminimum; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand; e) Gefüge im 2.Spannungsminimum; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand; d) Gefüge im 2.Spannungsminimum; v.l.:Mitte der Längsachse, Probenrand; e) Gefüge im 2.Spannungsminimum; v.l.:Mitte der Längsachse,



Abb.52 Gefügeuntersuchungen an Cu-VK

a) Ausgangsgefüge.

b) Gefüge nach Bruchverformung bei 900°C (s.Abb.14).





— 127 —



(a)





(c)

(b)

Abb.54 Korngefüge in einem Ni-EK nach Mehrfachinstabilität. a) $\sigma(\epsilon)$ -Kurve, Zugverformung bei 1220°C mit $\dot{\epsilon}_0$ =1.7x10⁻⁴/s.

b) Längsschnitt. c) Querschnitt.

— 128 —

Tabelle 1

Einige Kennwerte aus STC- und LDC Versuchen

für verschiedene Materialien und Temperaturen

			[r	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	r	T
Material	т _h	G ¹⁾	dλ*/dσ*΄	$(\mathrm{d}\epsilon^*/\mathrm{d}\sigma^*)_{\mathrm{ex}}$	$(\mathrm{d}\epsilon^*/\mathrm{d}\sigma^*)_{\mathrm{cal}}$	г ⁰ */р	(L ⁰ */d ^d)/b	$({\rm L_0}^*/{\rm d_g})/{\rm T_h}^2$	d _g
		in UNITS					$(=d_{s}^{*}/d_{q})^{9}$	$=(d_{s}^{*}/d_{\alpha})/T_{b}^{2}$	
		[10 ¹⁰ Pa]	[10 ⁻⁷ Pa ⁻¹]	$[10^{-9} Pa^{-1}]$	[10 ⁻⁹ Pa ⁻¹]	[10 ³]	[10 ⁻²]	for p=1	[µm]
Cu	0.22	4.21	0.81 ³⁾	1.84)	1.9	0.81	0.013	0.27	16
	0.41	3.78	3.2	2.6	2.5	2.9	4.6	0.27	16
:	0.50	3.58	3.6	2.0	1.4	3.1	5.0	0.20	16
	0.61	3.33	5.7	1.8	1.6	4.5	7.2	0.19	16
	0.87	2.73	19.0	4.0	4.3	12.3	19.7	0.26	16
Ni	.0.17	7.9	0.41 ³⁾	1.34)	1.5	0.77	0.091	0.032	210
	0.70	5.2	11.0	3.3	3.7	13.6	1.6	0.033	210
	0.74	5.0	13.0 ³⁾	3.9 ⁴⁾	4.2	15.5	1.8	0.033	210
	0.80	4.7	17.0 ³⁾	5.04)	5.2	19.0	2.2	0.034	210
	0.87	4.4	28.0	9.3	10.0	29.3	3.5	0.046	210
	0.59	5.8	5.8 ⁸⁾	2.2 ⁸⁾	2.1	8.0			
Cd	0.50	2.78	7.0	2.5	3.0	4.6	0.9	0.036	150
Pb	0.50	0.73	20.1	14.3	17.3	3.5			
							r	•	r

(Fort.)

129 -

Tabelle 1, Fortsetzung

Material	т _h	61)	dλ*/dσ*	$(\mathrm{d}\epsilon^*/\mathrm{d}\sigma^*)_{\mathrm{ex}}$	$(\mathrm{d}\epsilon^*/\mathrm{d}\sigma^*)_{\mathrm{Cal}}$	ե ₀ */Ե	(L0 [*] /q ^d)/b	(L0 [*] /d _g)/Th ²	ց ^ն
		in UNITS					(=d _s */d _g) ⁹⁾	$= (d_s^*/d_g)/T_h^2$	
	·	[10 ¹⁰ Pa]	[10 ⁻⁷ Pa ⁻¹]	[10 ⁻⁹ Pa ⁻¹]	[10 ⁻⁹ Pa ⁻¹]	[103]	[10 ⁻²]	for p=1	[
۸1 ²⁾	0.57	2.2	8.6 ³⁾	2.8 ⁴⁾	3.4	4.5			
	0.62	2.2	9.6 ³⁾	2.3 ⁴⁾	3.1	5.0			
	0.72	2.0	23.7 ³⁾	7.3 ⁴⁾	10.2	11.3			
	0.75	2.0	19.0	15.0	5.6	9.0		•	
	0.83	1.9	35.2 ³⁾	1.0.5 ⁴⁾	12.8	15.9			
	0.94	1.8	74.8 ³⁾	30.2 ⁴⁾	35.1	32.1			
	0.99	1.7	107 ³⁾	45.04)	58.4	43.3			
אז ₂)	0.99	1.7	350 ⁶⁾	41.0 ⁷)	620	140	1.1	0.011	3500
DIN 1.4981	0.17	8.2	0.24 ³⁾	0.37 ⁴⁾	0.46	0.47	0.6	0.21	20
	0.38	7.3	1.1 ³⁾	0.31 ⁴⁾	0.40	1.9	2.4	0.17	20
	0.44	6.2	1.3 ³⁾	0.294)	0.30	1.9	2.4	0.12	20
	0.52	5.7	2.4	0.38	0.53	3.1	4.0	0.15	20
	0.61	5.1	3.5	0.44	0.59	4.3	5.5	0.15	20
	0.66	4.7	1.4	0.54	0.68	4.6	5.9	0.13	20
DIN 1.4909	0.70	4.2	12.4 ³⁾	3.34)	4.3	12.4	2.7	0.055	1,20

(Fort.)

- 130 --

Tabelle 1, Fortsetzung

Material	т _h	G ¹⁾ in UNITS	dλ [*] /dσ [*]	(de*/do*) _{ex}	(de*/do*) _{cal}	L _{0.} */b	$(L_0^*/d_g)/p$	$(L_0^*/d_g)/T_h^2$	d _g
		[10 ¹⁰ Pa]	[10 ⁻⁷ Pa ⁻¹]	[10 ⁻⁹ Pa ⁻¹]	[10 ⁻⁹ pa ⁻¹]	[10 ³]	[10 ⁻²]	for p=1	[µm]
DIN 1.4914	0.17	6.4	0.11 ³⁾	0.084 ⁴⁾	0.097	0.17	0.11	0.037	39
	0.38	5.3	0.53 ³⁾	0.076 ⁴⁾	0.089	0.67	0.43	0.030	39
	0.44	5.0	0.58 ³⁾	0.056 ⁴⁾	0.059	0.69	0.44	0.023	39
	0.50	4.7	0.79 ³⁾	0.0684)	0.067	0.88	0.56	0.022	39
	0.55	4.4	1.64 ³⁾	0.17 ⁴⁾	0.20	1.7	1.1	0.036	39
	0.50	4.7	0.90 ³⁾	0.087 ⁴⁾	0.087	1.0	1.1	0.043	23
	0.55	4.4	2.06 ³⁾	0.26 ⁴⁾	0.31	2.2	2.4	0.078	23
	0.58	4.3	2.87 ³⁾	0.39 ⁴⁾	0.49	2.9	3.1	0.093	23
	0.61	4.1	3.69 ³⁾	0.554)	0.66	3.6	3.9	0.10	23
	0.64	4.0	5.35 ³⁾	0.88 ⁴⁾	1.15	5.1	5.5	0.13	23
	0.67	3.8	3.71 ³⁾	0.38 ⁴⁾	0.46	3.4	3.7	0.082	23
	0.69	3.7	3.66 ³⁾	0.32 ⁴⁾	0.40	3.2	3.5	0.072	23
	0.72	3.5	9.39 ³⁾	1.654)	2.20	7.8	8.4	0.16	23

(Fort.)

- 131 --

Tabelle 1, Fortsetzung

1) alle Konstante aus H.J.FROST und M.F.ASHBY,

Deformation mechanism maps, Pergamon Press, Oxford 1982

132

- 2) H.P.STÜWE, Z.Metall. 56(1965)633
- 3) λ^*/σ^*
- 4) ε^{*}/σ^{*}
- 5) aus LDC Versuch S.STRAUB und W.BLUM, Scripta Metall. Materialia 24(1990)1837
- 6) λ^* / σ_0 (σ_0 angelegte Spannung)
- 7) ϵ^*/σ_0
- 8) aus LCF Versuch, Mittelwerte aus Tabelle 2
- 9) für p=1

Tabelle	2
---------	---

			*		
Einige	$\Pi_{s,0}$	und	Π_{s} -Werte	für	Cu-VK

T _h	П [*] (J/gatom)	Π _{s,0} (J/gatom)	$\Pi_{s,0}/\Pi_{s}^{*}$	L ₀ [*] /b in 10 ³
0.41	10.3	34.6	3.4	3.0
0.50	8.3	18.6	2.2	3.6
0.57	5.7	16.2	2.8	5.0
0.87	1.5	4.1	2.7	15.2

Tabelle 3

Einige Kennwerte für Cu-EK verformt bei 400°C (unterschiedliche Orientierungen)

Nr.	ε*	σ* [MPa]	λ^{*}	Π _{s,0} [J/gatom]	Π [*] [J/gatom]	п _{s,0} /п [*]	L ₀ /b in 10 ³
1	0.37	69.2	50	20.0	4.9	4.1	5.7
5	0.31	67.9	44	16.1	5.5	2.9	5.1
7	0.20	64.8	35	16.6	6.6	2.5	4.3
10	0.21	64.1	36	14.6	6.4	2.3	4.5
2	0.70	72.6	72	10.8	3.6	3.0	7.8
9	0.51	53.4	49	12.7	3.9	3.3	7.3
3	0.26	149.6	62	23.2	8.7	2.7	3.3
4	0.27	148.7	62	18.6	8.5	2.2	3.3

 $(T=400^{\circ}C=0.50T_{m}, \dot{\epsilon}_{0}=2.8\times10^{-4}/s)$

-- 134 ---
Verformungs-Kennwerte aus LCF Versuchen an Ni-Vielkristall

۵¢t	σ [*] LCF [MPa]	N*	ϵ^{*} LCF	(ε*/σ*) _{LCF} [10 ⁻⁹ Pa ⁻¹]	W _C [J/gatom]	W [*] LCF [J/gatom]	λ^{*}_{LCF}	$\tilde{\lambda}^{*}_{LCF}$
0.006	75.5	20	0.24	3.2	3.3	66.0	50	55
0.012	90.0	8	0.19	2.1	9.2	74.0	52	54
0.012	105	8	0.19	1.7	9.2	74.0	52	59
0.016	96.0	5	0.16	1.7	14.2	71.0	52	51
0.020	99.0	6	0.24	2.4	20.4	122.4	62	64

(T=750°C \doteq 0.59T_m ; s.Text)

(Zum Vergleich für T=750°C sind $(\epsilon^*/\sigma^*)_{\rm STC}$ =1.9 und $\lambda^*_{\rm STC}$ =48.)

- 135

CLC Versuche an Cu-Vielkristallen (T=400°C, $\dot{\epsilon}_0$ =3.3x10⁻⁴/s ; s.Text)

		w _o	Wl	λ^*_{CLC}
REFERENCE	LDC (σ ₀ =71.2MPa)			λ* _R =33
	STC			λ* _R =33
Cu 116	LDC ($\sigma_0 = 71.4$ MPa)	37		
	STC		26	34
Cu 123	LDC (σ ₀ =71.4MPa)	42		
	STC		20	34
Cu 124	STC	13		
	LDC (σ ₀ =76.4MPa)		42	32
Cu 146	STC	13		
	LDC (σ ₀ =71.3MPa)		40	31

Temperaturwechsel-Versuche an Cu-Vielkristallen

$(\Delta \lambda^*_{CL})$	$c = \lambda_{CLC}^*$	$-\lambda_R^* / \lambda_1^*$, ;	s.Text)
---------------------------	------------------------	--------------------------------	-----	---------

T(°C)	t(sec)	W ₀ /a _{m,0} ²	W1/am,1 ²	λ^{*}_{CLC}	λ ₀	λ_R^*	Δλ [*] clc
260 » 280	450	431	1482	44	21	42	0.05
260 » 300	490	380	1466	43	20	41	0.05
260 » 320	480	345	913	35	19	41	0.15
260 » 400	1200	1266	973	47	36	34	0.38
260 » 400	1200	330	494	29	18	34	0.15
400 » 260	5400	654	1429	46	26	45	0.02
360 » 380	300	739	423	34	27	35	0.03
360 » 400	480	723	233	31	27	34	0.09
360 » 420	510	604	188	28	25	32	0.13
380 » 400	300	827	258	33	29	34	0.03

Daten aus der Analyse von Fließinstabilitäten an Cu-Vielkristallen (s.Text)

т	т [°С]		320	34	10	500
t _a	[s]	739	808	490	969	
t _d	[s]	800	844	526	1008	
∆t _a	[s]	61	40	36	39	
∆t _d	[s]	555	210	196	258	
∆t _{in} =∆t _a +4	∆t _d [s]	616	250	232	297	
∆J(R)/∆t _a	[1/s]	1.6x10 ⁻²	4.0×10^{-2}	2.8x10 ⁻²	3.2x10 ⁻²	
$-\Delta J(\dot{R})/\Delta t_d$	[1/s]	0.18x10 ⁻²	0.77×10^{-2}	0.51x10 ⁻²	0.49×10^{-2}	
$\epsilon_a = \dot{\epsilon}_0 t_a$		0.244	0.267	0.162	0.320	
€d=€0td		0.264	0.278	0.174	0.333	
Δε _{in} =έ ₀ Δt	in	0.203	0.082	0.076	0.098	
ë _R ,a	[1/s ²]	2.3x10 ⁻⁶	5.6x10 ⁻⁶	4.2×10^{-6}	4.4x10 ⁻⁶	
-ë _{R,d}	[1/s ²]	2.5x10 ⁻⁷	1.1×10^{-7}	7.6×10^{-7}	6.7x10 ⁻⁷	
$\ddot{\epsilon}_{\rm R,a}/ \ddot{\epsilon}_{\rm R} $,al	9.2	5.1	5.5	6.6	
∆t _a /∆t _{in}	n	0.10	0.16	0.15	0.13	
^ë a,LDC	[1/s ²]					4x10 ⁻⁶
∆J(Ř)		1.0	1.61	1.0	1.26	
Remark				1.INST.	2.INST.	LDC

— 138 —

Kennwerte für Mehrfachinstabilitäten an Cu-Viel- und Einkristallen^{*)} (s.Text)

Т(°С)	Ω	ε*	α*	λ^{*}	λ_{min}	a _{min}	Ω ₂	ε [*] 2	α [*] 2	λ [*] 2	λ_{2min}	α _{2min}
400	1.34	0.139	3.40	33	25	1.52	1.31	0.079	3.38	36	27	1.64
900	1.54	0.073	3.56	26	17	1.03	2.04	0.146	3.73	38	19	1.16
750 *)	1.64	0.376	3.59	52	32	1.95	2.86	0.137	3.91	47	16	1.00

Erscheinungsformen der Fließinstabilität in STC Versuchen für verschiedene Materialien

(sp...Einzelinstabilität, mp...Mehrfachinstabilität ; s.Text)

Mat.	d _g [µm]	ln(d _g)	Т [К]	ε [1/s]	Ż [1/s]	ln(Ż)	sp/mp	Ref.
Cu	16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 1	2.77 2.77 2.77 2.77 2.77 2.77 2.77 2.77	543 553 573 673 673 673 673 673 823 673 823 773 823 773 823 1173 1173 973 1173	3.3x10-4 3.3x10-4 3.3x10-4 3.3x10-4 3.3x10-2 3.3x10-3 1.3x10-3 1.3x10-3 6.6x10-4 3.3x10-1 3.3x10-2 3.3x10-2 3.3x10-4 6.6x10-4 3.3x10-4 6.6x10-4 3.3x10-2 3.3x10-2 3.3x10-4 3.3x	2.4x1015 $1.1x1015$ $2.5x1014$ $6.3x1013$ $5.5x1012$ $2.2x1012$ $1.1x1012$ $9.3x1011$ $3.4x1011$ $9.3x1010$ $5.9x109$ $2.8x108$ $1.8x108$ $1.8x107$ $1.1x107$ $1.8x106$	35.4 34.6 33.2 31.8 31.6 29.3 28.4 27.7 27.6 27.0 26.6 25.3 22.5 19.5 19.0 16.7 16.2 14.4	spoppppppppppppppppppppppppppppppppppp	eig.
	16 78 15 11 78 78 78 78	2.77 4.36 4.36 2.71 2.40 4.36 4.36 4.36	1173 725 775 775 775 875 975 1075	$\begin{array}{c} 3.3 \times 10^{-3} \\ 2.0 \times 10^{-3} \end{array}$	$\begin{array}{c} 1.8 \times 10^{\circ} \\ 2.7 \times 10^{11} \\ 3.3 \times 10^{10} \\ 3.3 \times 10^{10} \\ 3.3 \times 10^{10} \\ 1.0 \times 10^{9} \\ 6.5 \times 10^{7} \\ 6.8 \times 10^{6} \end{array}$	12.1 26.3 24.2 24.2 24.2 20.7 18.0 15.7	mp sp mp mp mp mp	[80]
	1500 1500 1500 1500 1500	7.31 7.31 7.31 7.31 7.31 7.31	952 952 952 952 952	$\begin{array}{r} 4.1 \times 10^{0} \\ 6.6 \times 10^{-1} \\ 6.8 \times 10^{-2} \\ 9.6 \times 10^{-3} \\ 1.4 \times 10^{-3} \end{array}$	2.4x10 ¹¹ 3.8x10 ¹⁰ 3.9x10 ⁹ 5.5x10 ⁸ 8.1x10 ⁷	26.2 24.4 22.1 20.1 18.2	sp sp mp mp	[71]
	15 15 15 15	2.71 2.71 2.71 2.71	820 770 870 970	$3.3x10^{-2}8.4x10^{-4}8.4x10^{-4}8.4x10^{-4}8.4x10^{-4}$	1.0x10 ¹¹ 1.7x10 ¹⁰ 5.0x10 ⁸ 3.1x10 ⁷	25.4 23.6 20.0 17.2	mp mp mp	[83] (Fort.)

Mat.	dg [µm]	ln(d _g)	Т [K]	ε [1/s]	[1/s]	ln(Ż)	sp/mp	Ref.
Cu	500	6.21	873	2.0×10^{-1}	1.1×10^{11}	25.4	sp	[65]
	500	6.21	1072	$2.0 \times 10^{\circ}$	1.1X10 7 1.109	23.1	sp	
	500	6.21	10/3	2.0×10^{-1}	7.1X10 6.9.109	22.1	sp	
	500	6.21	3/3	2.0×10^{0}	1 1.109	22.0	sp	
	500	0.21	1072	2.0×10^{-1}	1.1X10 ⁻	20.8	mp	
	500	6.21	T013	2.0×10^{-2}	7.1X10 ⁻	20.4	mp	
	500	6.21	9/3	2.0×10^{-1}	0.8X10-	20.3	sp	
	500	6.21	11/3	2.0×10^{-2}	1.1×10^{-7}	18.5	mp	
	500	6.21	1073	2.0X10 ⁻²	7.1X10 ⁷	18.1	mp	
	500	6.21	1173	2.0x10 ²	1.1x10'	16.2	mp	
Cd	154	5.04	300	3.3×10^{-4}	5.4x10 ⁹	22.4	sp	eig.
Ni	210	5.35	1208	2.8×10^{-3}	4.7×10^{9}	22.3	sp	eia.
	210	5.35	1208	2.8×10^{-4}	4.7×10^8	20.0	sp	- j ·
	210	5.35	1273	2.8×10^{-4}	1.1×10^8	18.5	ຫກ	
	210	5.35	1373	2.8×10^{-4}	1.6×10^7	16.6	mp	
	210	5.35	1493	2.8×10^{-4}	2.2×10^{6}	14.6	mp	
	350	5.86	1208	9.2x10 ⁻²	1.6x10 ¹¹	25.8	sp	[71]
	200	5.30	1207	4.0×10^{0}	6.8×10^{12}	29.6	sp	[66]
	200	5.30	1207	5.0×10^{-1}	8.6×10^{11}	27.5	sp	
	200	5.30	1207	6.6×10^{-2}	1.1×10^{11}	25.5	sp	
	200	5.30	1207	1.6×10^{-2}	2.8×10^{10}	24.1	ອງ	
	200	5.30	1207	2.1×10^{-3}	3.6×10^{9}	22.0	mp	
	490	6 19	1273	3.8×10^{-4}	1 5×10 ⁸	18.8	SD	[85]
	350	5 86	1273	3.8×10^{-4}	1.5×10^8	18 8	sp	[00]
	140	4.94	1273	3.8×10^{-4}	1.5×10^{8}	18.8	mp	
N	2.0	2 64	1010	1 5	2 2.1011	26 F		[0 C]
Aust.	38	3.64	1213	1.5×10^{-2}	$3.3 \times 10^{}$	26.5	sp	[80]
	38	3.64	1163	2.0×10^{-2}	$1.5 \times 10^{}$	25.7	sp	
	38	3.64	1213	2.0×10^{-2}	4.5×10^{-0}	24.5	mp	
	38	3.64	1263	2.0×10^{-2}	1.4×10^{-0}	23.4	mp	
	38	3.64	1213	2.0×10^{-4}	4.5×10^{-8}	22.2	mp	
	38	3.64	1213	2.6x10 *	5.8x10°	20.2	mp	
	375	5.93	1173	1.4×10^{-3}	3.6×10^{9}	22.0	sp	[87]
	270	5.60	1173	1.4×10^{-3}	3.6×10^{9}	22.0	mp	
	150	5.01	1173	1.4×10^{-3}	3.6×10^9	22.0	am	
	90	4.50	1173	1.4×10^{-3}	3.6×10^9	22.0	am	
	60	4.09	1173	1.4×10^{-3}	3.6x10 ⁹	22.0	mp	
<u></u>	·····	· ·					#	