

Technische Universität Dresden

Gefügeverfeinerung durch mechanische Zwillingsbildung in Kupfer und Kupfermischkristallegierungen

Von der
Fakultät Maschinenwesen
der
Technischen Universität Dresden
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktoringenieur (Dr.-Ing.)
angenommene Dissertation
von
Dipl.-Ing. Alexander Kauffmann
geboren am 29.07.1984 in Schmalkalden

Gutachter:

Prof. Dr. rer. nat. Ludwig Schultz
Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Martin Franz-Xaver Wagner

Vorsitzender der Promotions-
kommission:

Prof. Dr.-Ing. Christoph Leyens

Tag der Einreichung:

20. Februar 2014

Tag der Verteidigung:

26. Mai 2014

Inhaltsverzeichnis

1	Motivation	7
2	Zwillinge	11
2.1	Spiegel- und Rotationszwillinge	11
2.2	Auftreten von Zwillingen	14
2.3	Zwillinge in kubischflächenzentrierten Metallen	16
2.3.1	Energien von Stapelfehlern und Zwillingen	17
2.3.2	Mechanische Zwillingsbildung in Kupfereinkristallen	22
2.3.3	Festlegungen zur Geometrie von Versetzungen	24
2.3.4	Orientierungsabhängigkeit der Dissoziation einer Versetzung	26
2.3.5	Einfacher Polmechanismus	35
2.3.6	Polquellenmechanismus	40
2.3.7	Wechselwirkung von Zwillingen mit Versetzungen	45
2.3.8	Beitrag von Zwillingen zum elektrischen Widerstand	51
3	Ziehtechnologie	54
3.1	Qualifizierung der Schmierung bei Kühlung mit flüssigem Stickstoff	55
3.2	Trockenschmierung mit Druckstein-/Ziehsteinkombinationen	57
4	Reines Kupfer	61
4.1	Definition der Ausgangszustände	61
4.2	Frühstadien der Umformung	63
4.3	Zustände bei hohen Umformgraden	77
4.4	Verfestigung	85
4.5	Erholung und Rekristallisation	90
5	Einphasige Kupferlegierungen	98
5.1	Stapelfehlerenergie einphasiger Kupfermischkristalllegierungen	98
5.2	Mechanische Zwillingsbildung während des Drahtzugs	98
5.3	Gefügeveränderung durch mechanische Zwillingsbildung	101
5.4	Änderungen der mechanischen Eigenschaften	107
5.5	Thermische Stabilität und elektrischer Widerstand	110
5.6	Vergleich der erreichten Ergebnisse mit verfügbaren Legierungsvarianten	115
6	Zusammenfassung und Ausblick	117
	Literatur- und Quellenverzeichnis	120

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	131
Selbstständigkeitserklärung	133
Anhang	134

Verwendete Symbole

<i>Symbol</i>	<i>Einheit</i>	<i>Beschreibung</i>
$[u\ v\ w], \langle u\ v\ w \rangle$	1	kristallogr. Richtung, kristallogr. äquivalente Richtungen
$(h\ k\ l), \{h\ k\ l\}$	1	kristallogr. Ebene, kristallogr. äquivalente Ebenen
a	m	Gitterparameter
U	eV/Atom	potentielle Energie eines Systems von Atomen
T	K	absolute Temperatur
ϑ	°C	Celsius-Temperatur
$\sigma, \underline{\sigma}$	Pa	mechanische Spannung, mechanischer Spannungstensor $\sigma_t \dots$ technische Spannung
τ	Pa	mechanische Scherspannung $\tau^{RSS} \dots$ projizierte Scherspannung
ε	1	mechanische Dehnung $\varepsilon_t \dots$ technische Dehnung
φ	1	logarithmischer Umformgrad
E	Pa	Elastizitätsmodul
G	Pa	Schubmodul
ν	1	Querkontraktionszahl
R	Pa	mechanische Festigkeit $R_m \dots$ Zugfestigkeit $R_{p0.2} \dots$ Dehngrenze
s, \underline{s}	1/Pa	elastische Nachgiebigkeit, elastischer Nachgiebigkeitstensor
s	1	Scherung eines Zwillingssystems
u, \underline{u}	m	Verschiebung, Verschiebungsvektor
F, \underline{F}	N	Kraft, Kraftvektor
f, \underline{f}	N/m	Linienkraft, Linienkraftvektor
b, \underline{b}	m	Länge des Burgersvektors, Burgersvektor
$\underline{\xi}$	1	Linienvektor
$\underline{\Psi}$	1	Richtungsvektor senkrecht zur Versetzungslinie
S	1	Schmidfaktor
R	m	Aufspaltungsweite

Weiterführung auf nächster Seite

Weiterführung von vorheriger Seite

Symbol	Einheit	Beschreibung
		R_0 ... Aufspaltungsweite ohne äußere Last
v	m/s	Geschwindigkeit
B	$\frac{kg}{ms}$	Widerstandskoeffizient
γ	J/m^2	Energie von Flächendefekten
		γ_{ISF} ... Exzessenergie eines intrinsischen Stapelfehlers
		γ_{ESF} ... Exzessenergie eines extrinsischen Stapelfehlers
		γ_{USF} ... Energiebarriere zum Erreichen eines intrinsischen Stapelfehlers
		γ_{UTF} ... Energiebarriere zum Erreichen eines zweilagigen Zwillings
		γ_{TF} ... Exzessenergie einer Zwillingsgrenze
		γ_{UT} ... Energiebarriere zum Vergrößern einer Zwillingslamelle um eine Atomlage
ρ	Ωm	spezifischer, elektrischer Widerstand
ρ_{gb}	Ωm^2	Beitrag von Korngrenzen zum spez., elektr. Widerstand
ρ_{at}	$\Omega m/at\%$	Beitrag von Leerstellen und Fremdatomen zum spez., elektr. Widerstand
ρ_{dis}	Ωm^3	Beitrag von Versetzungen zum spez., elektr. Widerstand
x	at%	Atomgehalt
w	m%	Massengehalt
v	vol%	Volumengehalt
D	m	Korngröße

1 Motivation

Das Ziel moderner Werkstoffentwicklung ist in der Regel keine reine Verbesserung einer einzelnen Kenngröße sondern häufig die Optimierung von Kombinationen von Materialeigenschaften, um neue Anwendungsfelder zu erschließen. Dabei zeigen einzelne Materialkenngrößen oft gegenläufige Tendenz bei der Veränderung struktur- oder gefügebedingter Parameter, die durch die Herstellung und Verarbeitung des Werkstoffs eingestellt werden. Als Kern der Materialentwicklung gilt es also die gegenläufige Tendenz der gesuchten Werkstoffkenngrößen zu überwinden bzw. in Grenzen zu halten.

Ein Beispiel einer solchen schwierigen Eigenschaftskombination ist die Verbindung von hoher mechanischer Festigkeit und hoher elektrischer Leitfähigkeit, da die effektiven Defekte zur Härtung von Werkstoffen bis auf einzelne Ausnahmen auch große elektrische Widerstandserhöhungen zur Folge haben [1]. Werkstoffe mit hoher elektrischer Leitfähigkeit und Festigkeit stehen beispielsweise bei mikroelektromechanischen Bauteilen im Fokus, bei denen durch die Tendenz zur Miniaturisierung eine immer größere mechanische Festigkeit bei gleichbleibender oder besserer elektrischer Leitfähigkeit verlangt wird. Aber auch bei Anwendung in größerem Maßstab, wie Spulendrähten für Pulsfeldmagnete oder Drähten für elektrische Fahrleitungen, bieten Werkstoffe höherer Festigkeit die Möglichkeit bisherige Grenzen zu überwinden.

Ein in dieser Hinsicht äußerst vielversprechender Ansatz ist die Erzeugung von Gefügen in reinem Kupfer, die durch eine hohe Anzahl an Wachstumswillingen charakterisiert sind [2, 3]. Da keine Legierungselemente oder zusätzliche Phasenbestandteile notwendig sind, kann das Potential der hohen Leitfähigkeit von reinem Kupfer (fast) vollständig genutzt werden. Zusätzlich bieten kohärente Zwillingsgrenzen im Vergleich zu beliebigen Großwinkelkorngrenzen einen deutlich geringeren Beitrag zum elektrischen Widerstand [4]. In diversen Untersuchungen konnten Zugfestigkeiten bis knapp oberhalb von 1 GPa in Dünnschichten mit hoher Zwillingdichte beobachtet werden [2, 3, 5], wobei die elektrische Leitfähigkeit im Bereich von reinem, grobkorngeglühten Kupfer bleibt [2]. Vergleichsuntersuchungen mit nanokristallinen Materialien, die auf ähnliche Weise hergestellt wurden, zeigen, dass Gefüge mit vergleichbarer Korngrößenverteilung ohne Zwillinge nicht diese außergewöhnliche Eigenschaftskombination zeigen [2].

In kubischflächenzentrierten Metallen ist die Zwillingbildung nicht alleine auf das Wachstum von Schichten beschränkt, sondern tritt unter verschiedenen Verarbeitungsbedingungen auf. In der vorliegenden Arbeit, die im Rahmen eines durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft geförderten Projekts (FR 1714/5-1) entstand, wird die Zwillingbildung unter mechanischer Last dazu genutzt, das Gefüge gezielt mittels eines industriell verfügbaren und skalierbaren Umformverfahrens einzustellen. Diese Gefüge

1 Motivation

sind wie im Fall gepulst elektrolytisch abgeschiedener Dünnschichten durch eine hohe Dichte an Zwillingsgrenzen charakterisiert. Dabei liegt der Schwerpunkt zum einen auf der Abhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung in Kupfer und Kupferlegierungen von der Stapelfehlerenergie, der Verformungstemperatur und vom Spannungszustand. Zum anderen werden diese Abhängigkeiten genutzt, um eine gezielte Verfeinerung des Gefüges während der Umformung zu einem makroskopischen Halbzeug zu erreichen.

Die Auswirkung dieser Verfeinerung, vor allem durch eine massive, mechanische Zwillingsbildung, auf die elektrischen und mechanischen Eigenschaften der hergestellten Halbzeuge wird dabei im Detail analysiert und diskutiert. Um wie im Falle der Dünnschichten [2, 3] das maximale Potential der elektrischen Leitfähigkeit von Kupfer nutzen zu können, ist die Aktivierung der Zwillingsbildung in reinem Kupfer notwendig. Allerdings spielt dieser Verformungsmechanismus für die Plastizität von reinem Kupfer unter moderaten Ver- und Umformungsbedingungen keine Rolle [6, 7]. Neben einer effektiven Verringerung der Stapelfehlerenergie, wie sie einzig durch Legieren (z. B. für Messing oder Bronze) möglich ist, lässt sich die Zwillingsbildung auch durch eine Erhöhung des Fließspannungsniveaus steuern [8]. Die inneren Spannungen können so die kritische Spannung zur Zwillingsbildung erreichen, die ansonsten deutlich größer ist als die kritische Spannung zur Abgleitung über Versetzungsbewegung. Die Erhöhung des Fließspannungsniveaus kann z. B. durch eine Unterdrückung dynamischer Erholung während des Umformvorganges erfolgen. Da es sich beim Quergleiten von Schraubenversetzungen als Elementarmechanismus zur dynamischen Erholung um einen thermisch aktivierten Prozess handelt [9], lässt sich dies durch eine Absenkung der Umformtemperatur erreichen [8, 10].

Ein weiterer wichtiger Gesichtspunkt, der die Effektivität der Verfeinerung während des Umformvorganges betrifft, ist die starke Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung [8]. Das Umformverfahren und vor allem die Texturentwicklung während der Umformung müssen demzufolge zu dieser Orientierungsabhängigkeit passen, um eine möglichst homogene Verfeinerung des Gefüges während des Umformvorganges zuzulassen. Des Weiteren ergibt sich die Frage, ob die Umformparameter und damit die Umformtextur so verändert werden können, dass der Anteil an verzwillingtem Gefüge vergrößert wird.

In Dünnschichten läuft die Zwillingsbildung während des Schichtwachstums ab und die Wechselwirkung mit Versetzungen erfolgt erst bei der anschließenden plastischen Verformung im Einsatz. Bei dem in dieser Arbeit gewählten Ansatz kommt es bereits vor der mechanischen Zwillingsbildung zu einer Abgleitung von Versetzungen [8] und während der Erzeugung der hochverzwillingten Gefüge zur Wechselwirkung von Zwillingsgrenze und Versetzungen. Eine kohärente Zwillingsgrenze in kubischflächenzentrierten

Metallen ist dabei nicht gänzlich undurchlässig für die Gleitung und die Interaktion der Versetzungen mit der Grenzfläche kann zum Einbau von Defekten in die Grenzfläche führen [11, 12]. Welche Mechanismen im Detail ablaufen, ist dabei stark von den konkreten, energetischen Verhältnissen zwischen verschiedenen Flächendefekten auf $\{111\}$ -Ebenen in kubischflächenzentrierten Metallen abhängig [11]. Es stellt sich daher die Frage, ob die Kohärenz der Zwillingsgrenze als entscheidender Faktor für den geringen Beitrag einer Zwillingsgrenze zum spezifischen, elektrischen Widerstand und möglicher höherer Duktilitätsreserven erhalten bleibt. Eng verknüpft mit dieser Frage ist die thermische Stabilität der erzeugten Gefüge. Kohärente Zwillingsgrenzen sind immanente Bestandteile von rekristallisierten Gefügen in Kupferbasislegierungen und stabil gegenüber thermischer Belastung. Inwieweit das Potential der Zwillingsgrenzen hinsichtlich der thermischen Stabilität genutzt werden kann, ist auch hier von der hohen Versetzungsdichte als Triebkraft zur Erholung und Rekristallisation und der Wechselwirkung der Versetzungen mit der Zwillingsgrenze während der Halbzeugherstellung abhängig.

Ausgehend von der allgemeinen, kristallographischen Beschreibung von Zwillingen wird am Beginn dieser Arbeit das am häufigsten beobachtete Zwillingsystem in kubischflächenzentrierten Metallen charakterisiert. Dies wird anschließend genutzt, um in einem verallgemeinerten Energieschema die notwendigen energetischen Zusammenhänge zwischen verschiedenen Flächendefekten und Zwillingsgrenzen in kubischflächenzentrierten Metallen zu beschreiben. Die wesentlichen Abhängigkeiten der mechanischen Zwillingsbildung von Temperatur, Orientierung und Stapelfehlerenergie werden anschließend unter Nutzung der genannten Energien anhand von verschiedenen defektbasierten Elementarmechanismen näher betrachtet. Um die Orientierungsabhängigkeit der jeweiligen Mechanismen korrekt beschreiben zu können, werden auch die auf die Versetzungslinien der beteiligten Versetzungen wirkenden Kräfte analysiert. Diese Orientierungsabhängigkeit wird vor allem mit Blick auf den Polquellenmechanismus nach Venables unterschiedlich bewertet [8, 13–17].

Die aus diesen Analysen gewonnenen Erkenntnisse dienen der Auswahl eines geeigneten Umformverfahrens – dem Drahtziehen bei kryogener Temperatur. Für dieses Umformverfahren wird sowohl eine technisch umsetzbare Schmierung in flüssigem Stickstoff, als auch eine Möglichkeit vorgestellt, die Stichabnahme auf 40 % zu erhöhen. Das so optimierte Umformverfahren wird genutzt, um das Gefüge von reinem Kupfer während der Umformung deutlich effektiver als beim Drahtzug bei Raumtemperatur zu verfeinern. Zusätzlich wird durch das Legieren von Kupfer mit mehrwertigen Elementen eine effektive Absenkung der Stapelfehlerenergie erreicht, was die mechanische Zwillingsbildung bereits bei Raumtemperatur möglich macht. Die minimal notwendige Absenkung der Stapelfehlerenergie wird experimentell bestimmt und die Auswirkungen des sich

1 Motivation

ändernden Verformungsmechanismus auf mechanische und elektrische Eigenschaften erfasst und diskutiert. Diese Erkenntnisse haben auch über den Bereich der Kupferbasiswerkstoffe hinaus hohe Relevanz. Bei den wohl prominentesten Beispielen für Werkstoffe, deren auszeichnende Eigenschaften durch die zugrundeliegenden Verformungsmechanismen bestimmt werden, sind TWIP- („twinning induced plasticity“) und TRIP-Stähle („transformation induced plasticity“) [18, 19]. Bei diesen Stählen variiert der Beitrag von versetzungsbasierter, zwillingsbasierter oder umwandlungstragender Verformung bei Änderung der chemischen Zusammensetzung, der Temperatur, der Dehnung und Dehnrates [20, 21]. Anhand der in dieser Arbeit gewählten einphasigen Kupferbasiswerkstoffe ist es möglich den Einfluss der Stapelfehlerenergie auf die mechanischen Eigenschaften ohne die Einflüsse einer möglichen Martensitbildung und durch das Drahtziehen auch bei vergleichsweise hohen äquivalenten Dehnungen zu untersuchen.

2 Zwillinge

Zwillinge sind Kristallite derselben Kristallstruktur, die durch eine Symmetrieoperation zur Deckung gebracht werden können [22], wobei das entsprechende Symmetrieelement kein Symmetrieelement der Kristallstruktur der Kristallite ist. Man unterscheidet Spiegel-, Rotations-, Inversions- und Translationszwillinge. Die Korngrenze der Kristallite wird Zwillingsgrenze genannt. Da die meisten metallischen Werkstoffe eine Kristallstruktur mit Symmetriezentrum haben, werden im Folgenden ausschließlich Spiegel-, Rotations- und Translationszwillinge unter Beachtung des Symmetriezentrums diskutiert.

2.1 Spiegel- und Rotationszwillinge

Die kristallographische Beschreibung von Spiegel- oder Rotationszwillingen basiert im Wesentlichen auf der Darstellung anhand einer homogenen Scherung [8, 23–28]. Daher sollen zunächst einige Eigenschaften der homogenen Scherung an der Einheitskugel in Abbildung 1 verdeutlicht werden. Die Scherung verzerrt die Einheitskugel zu einem Ellipsoid, in dem jeder Punkt entlang der Richtung η_1 um eine Distanz verschoben wird, die proportional zum Abstand von der Ebene K_1 ist. Anhand dieser Darstellung ist es möglich, zwei Ebenen zu identifizieren, die keine Verzerrung durch die Transformation erfahren. Dies ist zum einen die Äquatorialebene K_1 , die aufgrund der Definition der Scheroperation überhaupt keiner Änderung unterworfen ist: $K_1 = K_1^s$. Aus diesem Grund wird sie als Aufbauebene („composition plane“) bezeichnet. Zum anderen sind die Ebenen K_2 vor bzw. K_2^s nach der Scherung Kreisschnitte der Einheitskugel und somit ebenfalls nicht verzerrt. K_2 wird daher als zweite unverzerrte Ebene („second undistorted plane“) bezeichnet. Anhand von Abbildung 1(b) können die häufig genutzten Winkel α und β zur Beschreibung der Scherung s wie folgt dargestellt werden:

$$\begin{aligned}\sin \alpha &= \frac{s}{2} \cos \alpha \Leftrightarrow \tan \alpha = \frac{s}{2} \\ \tan \beta &= s \\ s &= 2 \tan \alpha = \tan \beta\end{aligned}\tag{1}$$

Die Scherung s charakterisiert dabei den Proportionalitätsfaktor bei der Verschiebung von Punkten entlang der Scherrichtung η_1 .

Aus der kristallographischen Beschreibung über eine Scherung lassen sich prinzipielle Orientierungsbeziehungen in Kristallstrukturen mit Symmetriezentrum ableiten. Dabei ergeben sich die in Abbildung 2 gezeigten allgemeinen Fälle von Zwillingsgrenzen. Bei

2 Zwillinge

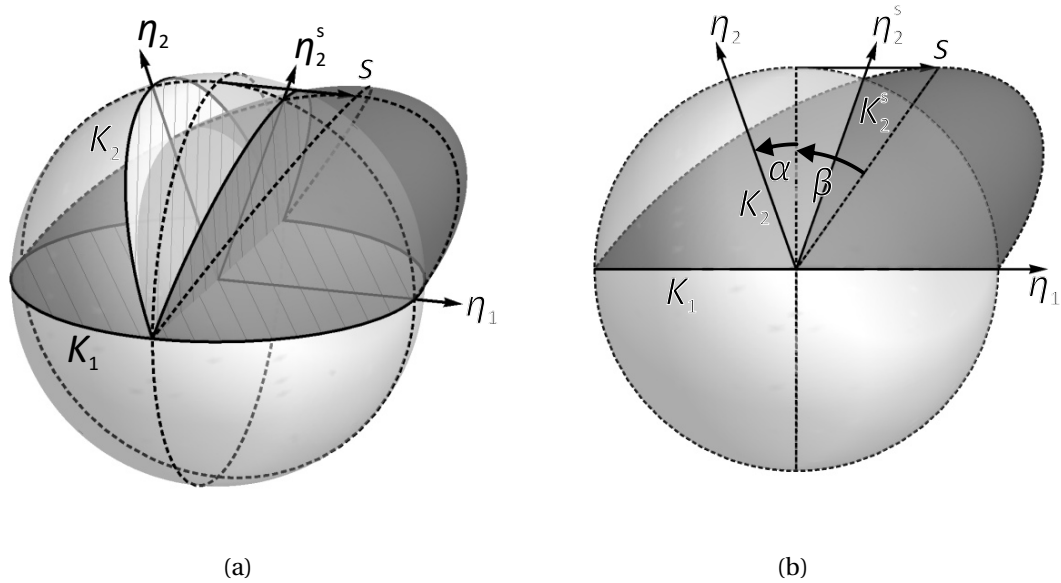


Abbildung 1: Schematische Darstellung einer homogenen Scherung der oberen Hemisphäre der Einheitskugel [8, 23–25, 27]: a) perspektivische Darstellung und b) Projektion in die Scherebene. Mit s sind schertransformierte Elemente gekennzeichnet.

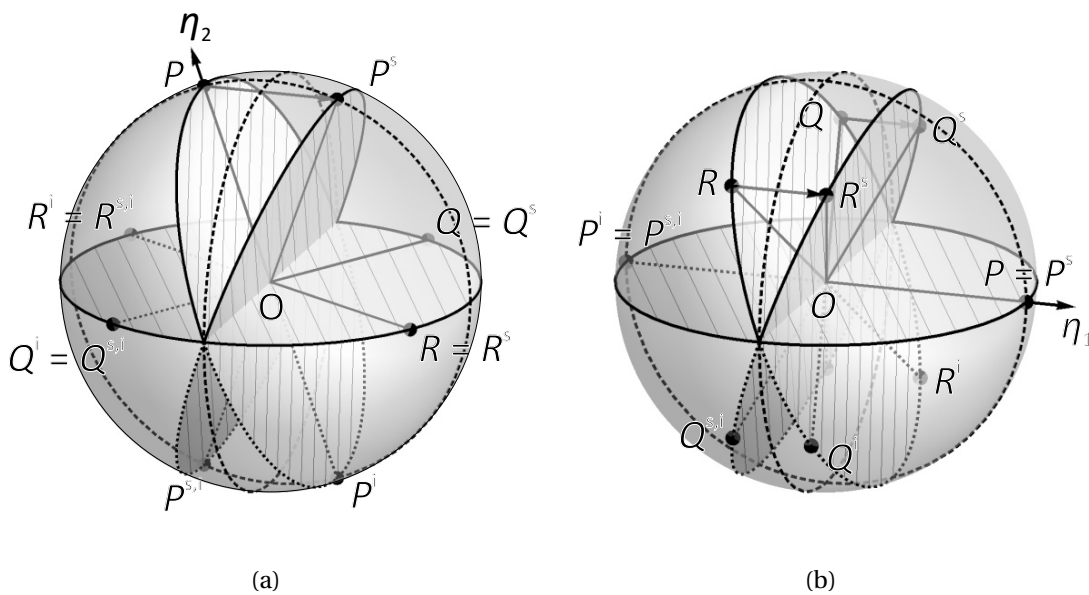


Abbildung 2: Charakterisierung von zwei Typen von Zwillingen in Kristallstrukturen mit Symmetriezentrum anhand einer homogenen Scherung [23, 25]: a) Typ I (Spiegelzwilling) und b) Typ II (Rotationszwilling). Mit i sind invertierte Elemente gekennzeichnet.

Zwillingen vom Typ I (Spiegelzwilling) ist die konjugierte Scherrichtung η_2 ein rationaler Vektor, der in Abbildung 2(a) durch \overline{OP} dargestellt ist. Als rationaler Vektor wird ein Vektor verstanden, auf dessen Verlängerung mehr als ein Gitterpunkt liegt. Er ist demnach parallel zu einem Gittervektor. Zwei weitere rationale Vektoren \overline{OQ} und \overline{OR} liegen innerhalb von K_1 . Eine solche Ebene, die mehr als einen Gitterpunkt enthält, wird als rationale Ebene bezeichnet. Sie lässt sich mit ganzen Zahlen indizieren. Da die drei rationalen Vektoren \overline{OP} , \overline{OQ} und \overline{OR} parallel zu Gittervektoren liegen, bleibt die Kristallstruktur auf beiden Seiten der Zwillingsgrenze erhalten, wenn die Winkel zwischen diesen Vektoren invariant gegenüber der Scherung sind. Diese Aussage ist für den Winkel in der Ebene K_1 ohne Weiteres erfüllt:

$$\angle(QOR) = \angle(Q^s OR^s) \quad (2)$$

Für die beiden anderen Winkel muss das Symmetriezentrum beachtet werden:

$$\angle(POQ) = \angle(P^{s,i} OQ^s) \quad \angle(POR) = \angle(P^{s,i} OR^s) \quad (3)$$

Daraus folgt, dass bei einem Zwilling vom Typ I die Ebene K_1 und die Richtung η_2 rational sind. Die anderen beiden charakteristischen Zwillingselemente K_2 und η_1 sind irrational. Für einen solchen Zwilling ergibt sich aus Abbildung 2(a) direkt, dass die Orientierungsbeziehung von Matrix und Zwilling entweder über eine Spiegelung an K_1 oder eine 180° -Drehung um die Ebenennormale von K_1 beschrieben wird:

$$\left(\overline{OP^i}, \overline{OQ}, \overline{OR}\right) \xrightarrow{\text{Spiegelung}} \left(\overline{OP^s}, \overline{OQ^s}, \overline{OR^s}\right) \quad (4)$$

$$\left(\overline{OP}, \overline{OQ^i}, \overline{OR^i}\right) \xrightarrow{\text{Drehung}} \left(\overline{OP^s}, \overline{OQ^s}, \overline{OR^s}\right) \quad (5)$$

Bei einem Zwilling vom Typ II ist dagegen die Scherrichtung η_1 rational. Diese ist wiederum mit \overline{OP} in Abbildung 2(b) gekennzeichnet. Die beiden anderen beliebigen, rationalen Vektoren liegen in K_2 . Damit wird K_2 zu einer rationalen Ebene. Bei der gezeigten Schertransformation bleiben die Winkel zwischen den Gittervektoren unter Beachtung des Symmetriezentrums mit:

$$\angle(QOR) = \angle(Q^s OR^s) \quad (6)$$

und

$$\angle(POQ) = \angle(P^s OQ^{i,s}) \quad \angle(POR) = \angle(P^s OR^{s,i}) \quad (7)$$

erhalten. Ein Zwilling vom Typ II ist also durch rationale K_2 und η_1 charakterisiert. K_1 und η_2 sind irrational. Die Orientierungsbeziehung ist durch eine 180° -Drehung um η_1

oder eine Spiegelung an der Ebene senkrecht zu η_1 charakterisiert:

$$\left(\overline{OP}, \overline{OQ^i}, \overline{OR^i}\right) \xrightarrow{\text{Drehung}} \left(\overline{OP^s}, \overline{OQ^s}, \overline{OR^s}\right) \quad (8)$$

$$\left(\overline{OP^i}, \overline{OQ}, \overline{OR}\right) \xrightarrow{\text{Spiegelung}} \left(\overline{OP^s}, \overline{OQ^s}, \overline{OR^s}\right) \quad (9)$$

2.2 Auftreten von Zwillingen

Zwillinge und Zwillingsgrenzen werden in metallischen Werkstoffen häufig beobachtet und spielen für eine Reihe von werkstoffwissenschaftlichen Effekten eine wichtige Rolle. Abbildung 3 zeigt eine Auswahl von Zwillingsgrenzen in Metallen, die sich anhand ihrer Entstehungsprozesse unterscheiden lassen.

Für kubischflächenzentrierte Metalle sind Glühzwillinge ein bestimmendes Merkmal rekristallisierter und grobkorngeglühter Gefüge [29]. Die charakteristisch gerade verlaufenden Zwillingsgrenzen von Glühzwillingen sind in Abbildung 3(a) zu sehen und durch Pfeile gekennzeichnet. Ihre Entstehung ist dabei nicht allein auf Rekristallisation beschränkt, sondern erfolgt auch während der Kristallerholung und während des Kornwachstums [29, 30]. Die genauen Mechanismen zur Entstehung dieser Zwillinge sind trotz intensiver Untersuchungen noch immer nicht vollständig geklärt [30].

Bei niedriger Stapelfehlerenergie [31, 32], wie z. B. in Messing, Bronze und manganhaltigen, austenitischen Stählen, oder bei tiefen Temperaturen [10, 33–36] neigen kubischflächenzentrierte Metalle zur Bildung von Zwillingen bei mechanischer Beanspruchung. In Abbildung 3(b) sind Verformungszwillinge in einem TWIP-Stahl gezeigt. Die Orientierungsänderung über die Grenzfläche hinweg entspricht derjenigen der Rekristallisationszwillinge aus Abbildung 3(a). Sie treten allerdings deutlich feiner in den entsprechenden Gefügen auf. Sie sind häufig aufgrund der parallel ablaufenden Gleitung gebogen und aufgrund der versetzungsasierten Entstehungsprozesse von ungleichmäßiger Form. Es wurde eine Vielzahl von möglichen defektunterstützten Bildungs- und Wachstumsmechanismen zur mechanischen Verzwillingung von kubischflächenzentrierten Metallen entwickelt, wobei nicht im Detail geklärt ist, welche davon in welchen Werkstoffen dominant sind [28].

Während der Abscheidung von Dünnschichten aus Kupfer entstehen unter bestimmten Bedingungen ebenfalls Zwillinge [2, 5, 37]. Als Beispiel zeigt Abbildung 3(c) Wachstumszwillinge in einer gepulst elektrolytisch abgeschiedenen Kupferdünnschicht [2]. Es sind allerdings auch andere Verfahrensweisen in der Schichtherstellung bekannt, die zu einer massiven Ausbildung von Wachstumszwillingen führen [5, 37]. Von der Morphologie her ähneln sie Rekristallisationszwillingen – auch hier sind die Entstehungsprozesse der Zwillinge nicht im Detail geklärt.

Eine für diese Arbeit weniger relevante Art von Zwillingen tritt in niedersymmetrischen Materialien auf. Als Beispiel zeigt Abbildung 3(d) Korngrenzen zwischen verschiedenen orientierten Martensitvarianten in NiMnGa.

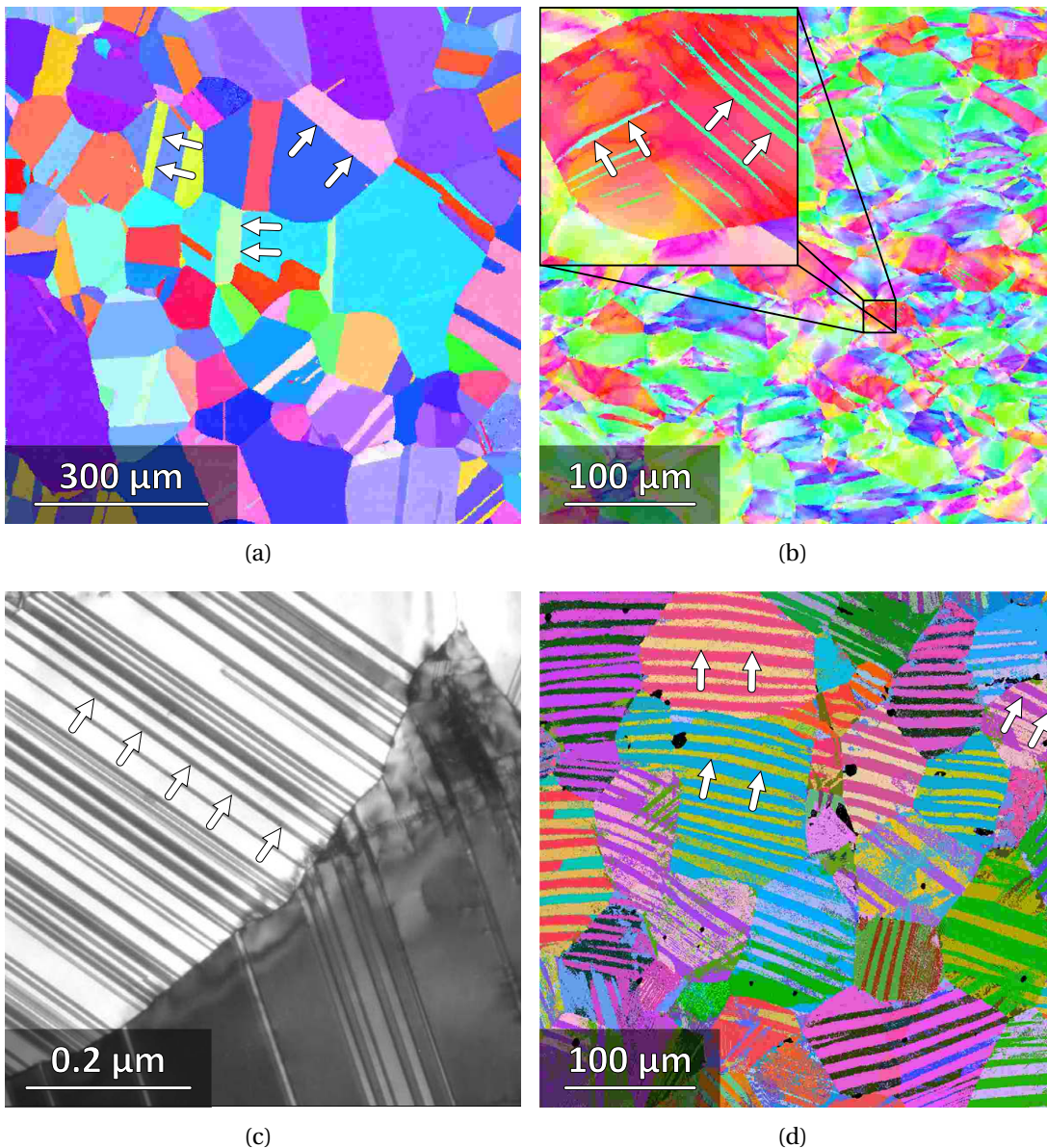


Abbildung 3: Verschiedene Arten von Zwillingsgrenzen: a) Glühzwillinge in reinem Kupfer, b) Verformungszwillinge in einem austenitischen Stahl, c) Wachstumswillinge in einer elektrolytisch abgeschiedenen Kupferdünnschicht [2]¹ und d) Grenzen zwischen Martensitvarianten in der magnetischen Formgedächtnislegierung NiMnGa².

¹mit freundlicher Genehmigung von R. Chulist, Institut für Strukturphysik, Professur für Metallphysik, Technische Universität Dresden (2011)

²mit freundlicher Genehmigung von AAAS

2.3 Zwillinge in kubischflächentrierten Metallen

Bei den meisten Metallen fallen durch die hohe Symmetrie ihrer Kristallstruktur Zwillinge vom Typ I und Typ II zusammen und alle vier charakteristischen Elemente sind rational. Man spricht von einem Mischzwilling („compound twin“). In kubischflächentrierten Metallen ist das wohl am häufigsten beobachtete Zwillingsystem $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ – also ein Mischzwilling der Art $K_1 = \{111\}$, $\eta_1 = \langle 11\bar{2} \rangle$, $K_2 = \{11\bar{1}\}$ und $\eta_2 = \langle \bar{1}\bar{1}\bar{2} \rangle$ [27, 38]. Die in den Abbildungen 3(a), 3(b) und 3(c) vorgestellten Zwillinge sind trotz ihrer völlig verschiedenen Entstehungsarten vom System $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$. Damit ergibt sich nach:

$$s = 2 \tan \alpha = 2 \tan \left(\frac{1}{2} \angle ([\bar{1}\bar{1}\bar{2}], [\bar{5}\bar{5}\bar{2}]) \right) \quad (10)$$

eine Scherung von $s = 1/\sqrt{2}$ in einer Scherebene vom Typ $\{1\bar{1}0\}$, wobei $\eta_2^s = [\bar{5}\bar{5}\bar{2}]$ und $\eta_2 = [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ auf das Kristallsystem des nicht transformierten Kristalls bezogen sind. Zur Ableitung des Korngrenzencharakters können die in Abschnitt 2.1 dargestellten Operationen genutzt werden. Die 180° -Drehung um die Ebenennormale von $K_1 = \{111\}$ kann durch die dreizählige Inversionssymmetrie auf dieser Achse auf eine 60° -Drehung reduziert werden. Die Zwillinge sind demnach durch eine 60° -Drehkorngrenze getrennt. Gleichzeitig ergibt sich dieselbe Atomkonfiguration bei der Betrachtung als $70,53^\circ$ -Kippkorngrenze (entspricht $2\alpha = \arctan(1/\sqrt{2})$) für die Normale der Scherebene $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Dieser Korngrenzencharakter wird innerhalb dieser Arbeit für die Identifikation dieses Zwillingsystems genutzt.

Wenn die Stapelfolge von $\{111\}$ -Ebenen in kubischflächentrierten Metallen mit ... *ABCABCABCABC* ... betrachtet wird, erkennt man, dass durch den Einbau einer kohärenten Zwillingsgrenze vom Typ $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ die Konfiguration in ... *ABCAB \check{C} BACBAC* ... geändert wird. Eine solche Grenzfläche kann durch den sukzessiven Einbau von Translationszwillingen mit einer unvollständigen Translation von $\frac{1}{6}\langle 11\bar{2} \rangle$ auf den $\{111\}$ -Ebenen aufgebaut werden. Solche Translationszwillinge werden in der Regel als intrinsische Stapelfehler bezeichnet [39] und stören die Stapelfolge in folgender Weise: ... *ABCABC|BCABCA* ...

Um ein ganzheitliches Bild zur Zwillingsbildung in kubischflächentrierten Metallen unter verschiedensten Bedingungen zu erhalten, ist sowohl eine energetische Betrachtung der wichtigsten Defekte, als auch eine mechanistische Diskussion der zugrundeliegenden Vorgänge zur Zwillingsbildung notwendig.

2.3.1 Energien von Stapelfehlern und Zwillingen

In der Regel werden in der Metallphysik Prozesse, die mit der Aufspaltung von Versetzungen oder der Zwillingsbildung zusammenhängen, auf eine einzelne Kenngröße heruntergebrochen – die intrinsische Stapelfehlerenergie γ_{ISF} . Für kompliziertere Prozesse, bei denen zum Beispiel auch die Nukleation von Partialversetzungen entscheidend ist, hat sich in den letzten Jahren gezeigt, dass dies alleine nicht ausreichend ist, um die Prozesse adäquat zu beschreiben [11, 12, 40–42]. Im Folgenden werden daher die energetischen Verhältnisse in kubischflächenzentrierten Metallen auf ein einheitliches und verallgemeinertes Energieschaubild („generalised stacking fault energy“) zurückgeführt. Diese Vorgehensweise geht auf Vitek zurück [43] und wurde anschließend durch eine Reihe von Autoren im Zusammenhang mit verschiedenen Effekten wiederverwendet [11, 12, 40–42]. Abbildung 4 zeigt ein solches verallgemeinertes Energieschaubild für Kupfer.

Es wurde mithilfe von Relaxationsberechnungen mit dem Programm *Relaxat*³ und Molekulardynamiksimulationen mit dem Programm *Parcas*⁴ unter Nutzung eines Potentials von Cleri und Rosato berechnet, das über allgemeine Paarpotentiale hinausgehend auch quantenmechanische Effekte der Übergangsmetalle berücksichtigt („second moment of approximation of a tight-binding Hamiltonian“) [48, 49]. Die Darstellung der Strukturen erfolgte mit dem Programm *Ovito* [50, 51]. *Relaxat* minimiert mit dem Verfahren der konjugierten Gradienten die potentielle Energie eines Systems von Atomen mit variablen Atompositionen, die über ein interatomares Potential wechselwirken. Ausgewählte Ergebnisse von *Relaxat* wurden anschließend mit *Parcas* durch eine Molekulardynamiksimulation überprüft. Dabei werden die Newtonschen Bewegungsgleichungen der Atome im System, die sich mithilfe der interatomaren Potentiale ergeben, numerisch gelöst. Um aus der Eingangskonfiguration, die sich aus einer hypothetischen Packung starrer Kugeln ergibt, in die stabile oder in metastabile Atomkonfigurationen zu gelangen, wird das System über ein Berendsen-Thermostat [52] von 50 K auf 0 K abgekühlt und somit eine Relaxation der Struktur erreicht. Sowohl die Relaxation als auch die Simulation erfolgte anhand einer Schicht mit 25 nm Dicke, 11760 Atomen und periodischen Randbedingungen innerhalb der Schichtebene. Eine Vergrößerung des Systems bringt keine signifikanten Veränderungen der berechneten Energien der Flächendefekte, die mittig in die Schichtebene eingebaut wurden. Dies und die Auswirkung der Relaxation der angewendeten Prozeduren auf die potentielle Gesamtenergie sind in Abbildung A.70 in Anhang A gezeigt. Bei Nutzung gleicher Freiheitsgrade und Systemgrößen ergeben *Parcas* und *Relaxat* nahezu identische Ergebnisse. Für die Berechnung der Energiebarrieren

³Die wesentlichen Algorithmen von *relaxat* sind in [44] dargestellt.

⁴Die wesentlichen Algorithmen von *parcas* sind in [45, 46] dargestellt. Die Zeitschrittadaption und Algorithmen zum elektronischen Bremsvermögen werden in [47] vorgestellt.

2 Zwillinge

zwischen den stabilen und metastabilen Konfigurationen wurde die Relaxation auf die Achse senkrecht zur Schichtebene begrenzt.

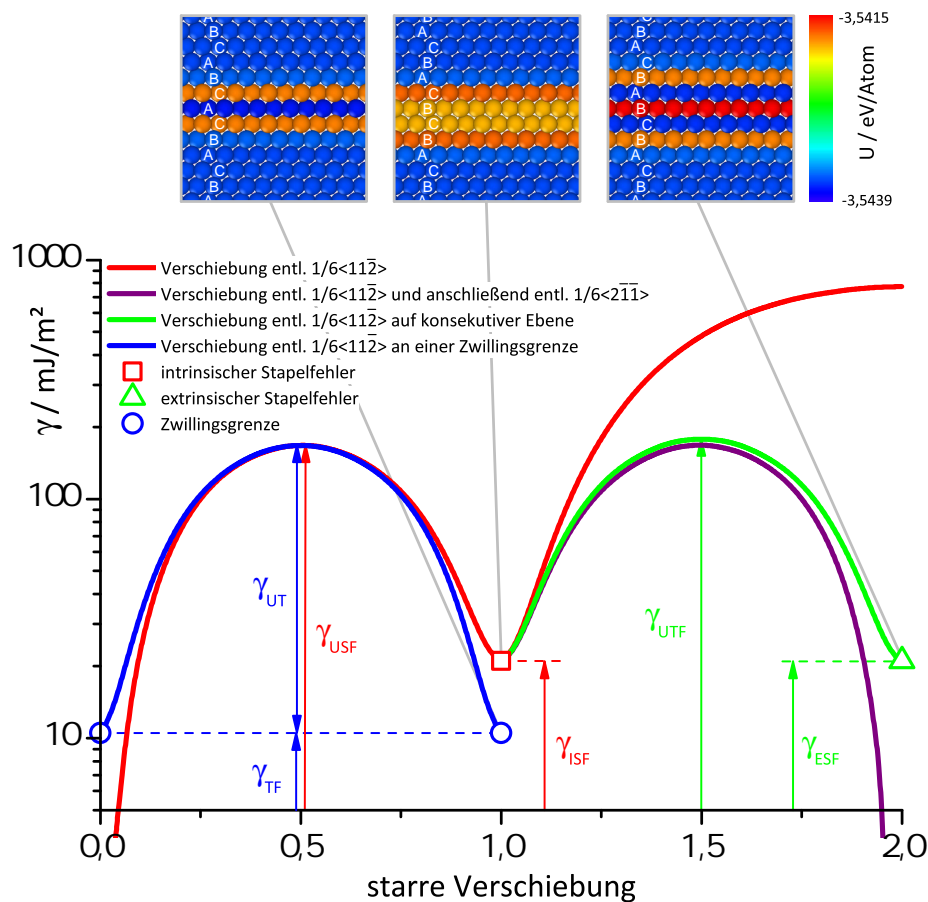


Abbildung 4: Darstellung der spezifischen Energien flächenhafter Defekte auf $\{111\}$ -Ebenen in Kupfer. Für die metastabilen Konfigurationen (v.l.n.r. Zwillingsgrenze, intrinsischer & extrinsischer Stapelfehler) sind die potentiellen Energien der Atome in der Umgebung der Flächendefekte mit Blickrichtung $\langle 110 \rangle$ farbkodiert gezeigt.

Ausgehend vom ungestörten Kristall werden die spezifischen Energien einer Atomkonfiguration mit beliebiger starrer Verschiebung einer Kristallhälfte auf einer $\{111\}$ -Ebene berechnet (vgl. rote Kurve in Abb. 4). Die entstehenden Konfigurationen entsprechen Translationszwillingen. Für kubischflächenzentrierte Metalle ist eine Verschiebung der oberen Kristallhälfte entlang einer $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtung entscheidend, um den intrinsischen Stapelfehler zu erreichen. Dabei muss zunächst eine im Vergleich zur Exzessenergie des intrinsischen Stapelfehlers $\gamma_{\text{ISF}} \approx 21 \text{ mJ/m}^2$ viel höhere Energiebarriere überwunden werden. Diese ist als instabile Stapelfehlerenergie $\gamma_{\text{USF}} \approx 168 \text{ mJ/m}^2$ („unstable stacking fault energy“) bekannt. Eine weitere Verschiebung in $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtung erzeugt

eine hochenergetische Fehlstepelung ... $ABCABC|CABCAB...$ ($\approx 1 \text{ J/m}^2$), die bei der Festlegung der Versetzungsaufspaltung in Abschnitt 2.3.3 von Relevanz ist. Um den kleinsten, möglichen Zwilling des Systems $\{111\}\langle 11\bar{2}\rangle$ zu erhalten, kann ausgehend vom intrinsischen Stapelfehler eine Verschiebung der Kristallhälfte oberhalb des intrinsischen Stapelfehlers erfolgen (vgl. **grüne Kurve** in Abb. 4). Die entsprechende Konfiguration entspricht einem extrinsischen Stapelfehler ... $ABCABC\check{B}ABCAB...$ mit einer Energie $\gamma_{\text{ESF}} \approx 21 \text{ mJ/m}^2$. Zum Erreichen dieser Atomkonfiguration ist wiederum eine Energiebarriere zu überwinden, die in der Regel als Energie des instabilen Zwillingskeims $\gamma_{\text{UTF}} \approx 179 \text{ mJ/m}^2$ („unstable twin fault energy“) bezeichnet wird. Eine weitere Energiebarriere, die für die Beschreibung der Wechselwirkung von Versetzungen mit Zwillingsgrenzen von Bedeutung ist, erhält man durch eine Verschiebung entlang der $\langle 11\bar{2}\rangle$ -Richtung an einer bereits vorhandenen Zwillingsgrenze (vgl. **blaue Kurve** in Abb. 4). Bei einer Verschiebung von $\frac{1}{6}\langle 11\bar{2}\rangle$ wird der Zwilling um eine $\{111\}$ -Netzebene vergrößert oder verkleinert. Um dies zu erreichen, muss eine Energiebarriere von $\gamma_{\text{UT}} \approx 168 \text{ mJ/m}^2$ überwunden werden.

Tabelle 2 fasst die verschiedenen Energien zusammen und ergänzt die Analyse durch entsprechende Ergebnisse für Kupfer und Aluminium aus verschiedenen Arbeiten [11, 40, 53–55]. Aluminium ist als weiteres Modellsystem neben Kupfer bei der folgenden Diskussion als Vergleich interessant, da es nicht nur eine deutlich höhere Stapelfehlerenergie als Kupfer sondern auch interessante Unterschiede hinsichtlich der Energiebarrieren zum Erreichen der metastabilen Atomkonfigurationen aufweist. Die Ergebnisse zeigen, dass der Großteil der verwendeten Potentiale die experimentell gefundenen Stapelfehlerenergien nicht reproduzieren kann. Dennoch lassen sich die qualitativen Unterschiede in den Energieflächen der Metalle herausarbeiten.

Die Stapelfehlerenergie γ_{ISF} von Aluminium ist deutlich größer als die von Kupfer. Die Energie einer kohärenten Zwillingsgrenze ist im Vergleich zu beliebigen Großwinkelkorngrenzen ($\gtrsim 500 \text{ mJ/m}^2$ [56]) klein und direkt mit der intrinsischen Stapelfehlerenergie verbunden: $\gamma_{\text{TF}} \approx \frac{1}{2}\gamma_{\text{ISF}}$. Dies erklärt sowohl das vergleichsweise häufige Auftreten von Wachstums- und Rekristallisationszwillingen in Kupfer- und Kupferlegierungen, die eine mittlere bis niedrige Stapelfehlerenergie im Bereich von 5 mJ/m^2 bis 55 mJ/m^2 aufweisen [57], als auch deren thermische Stabilität im Gegensatz zu beliebigen anderen Großwinkelkorngrenzen. Eine einfache Erklärung für den Zusammenhang $\gamma_{\text{TF}} \approx \frac{1}{2}\gamma_{\text{ISF}}$ gibt die Stapelfolge in der Nähe der Flächendefekte. Während im kubischflächenzentrierten Idealkristall eine $\{111\}$ -Ebene jeweils von zwei $\{111\}$ -Ebenen der anderen beiden Stapelmöglichkeiten umgeben ist (... $ABCABCABCABC...$), kommt es bei der Bildung von Stapelfehlern und Zwillingsgrenzen zur Ausbildung einer hexagonalen Umgebung (... $ABABABAB...$). Es finden sich insgesamt zwei $\{111\}$ -Ebenen ... $ABCABC|BCABCA...$

2 Zwillinge

beim intrinsischen Stapelfehler und eine $\{111\}$ -Ebene ... $ABCAB\check{C}BACBAC...$ bei der kohärenten Zwillingsgrenze mit hexagonaler Umgebung [58]. Der Energiebeitrag der lokal hexagonalen Struktur beim intrinsischen Stapelfehler ist somit durch die Dominanz der Nächste-Nachbar-Wechselwirkung ungefähr doppelt so groß wie bei der kohärenten Zwillingsgrenze. Dies kann auch anhand der potentiellen Energie der Atome in der Nähe der Flächendefekte in Abbildung 4 nachvollzogen werden. Die Exzessenergie eines extrinsischen Stapelfehlers entspricht in guter Näherung der Energie von zwei Zwillingsgrenzen: $\gamma_{\text{ESF}} \approx 2\gamma_{\text{TF}}$. Im Gegensatz zum intrinsischen Stapelfehler lässt sich die Spiegelsymmetrie zur Matrix für alle beteiligten Ebenen ausmachen – man spricht auch vom kleinsten, möglichen Zwillingskeim. Für die Nukleation eines solchen Keims unter Wirkung einer Spannungsüberhöhung muss die Energiebarriere γ_{UTF} überwunden werden [41]. Gleichmaßen ist der Widerstand eines Werkstoffs gegen die Nukleation von Partialversetzungen bei Spannungsüberhöhung auf Gleitebenen oder innerhalb einer Zwillingsgrenze in der Größenordnung von γ_{USF} bzw. γ_{UT} [11, 42, 59]. Neben der Energie einer Zwillingsgrenze, die im wesentlichen durch die intrinsische Stapelfehlerenergie eines Werkstoffs bestimmt wird, ist die Tendenz zur Zwillingsbildung durch das Verhältnis aus γ_{USF} und γ_{UTF} charakterisiert. Es gibt in Kupfer nur einen geringen energetischen Unterschied zwischen der Nukleation von Partialversetzungen auf der Gleitebene oder eines Zwillingskeims ($\gamma_{\text{USF}} \approx \gamma_{\text{UTF}}$), während in Aluminium die Nukleation des Zwillingskeims energetisch ungünstiger ist als die Nukleation von Partialversetzungen ($\gamma_{\text{USF}} < \gamma_{\text{UTF}}$). Im Gegensatz dazu ist γ_{UT} , also die Barriere zur Nukleation von Partialversetzungen an einer bereits vorhandenen Zwillingsgrenze, in Aluminium deutlich kleiner als γ_{USF} , während in Kupfer beide Größen nahezu identisch sind. Dies ist für die Prozesse bei der Interaktion von Versetzungen mit der Zwillingsgrenze, wie sie in Abschnitt 2.3.7 diskutiert werden, von entscheidender Bedeutung.

Tabelle 2: Zusammenfassung von Ergebnissen und Literaturvergleich zu den Energieverhältnissen in Kupfer und Aluminium. Die Einheit der Energien ist mJ/m^2 und die angegebenen Werte sind auf ganze Zahlen gerundet.

<i>Material</i>	<i>Potential</i>	γ_{ISF}	γ_{ESF}	γ_{USF}	γ_{UTF}	γ_{TF}	γ_{UT}
Cu	Cleri/Rosatto	21	21	168	179	11	168
Cu [40]	Cleri/Rosatto	21	–	154	163	–	–
Cu [40]	Schiotz/Jacobson	34	–	173	190	–	–
Cu [58]	Mishin/Farkas	45	–	162	–	22	139
Cu [58]	Mendeleev	38	–	266	–	19	245
Cu [58]	Ackland	36	–	313	–	20	293
Cu [58]	Foiles	15	–	152	–	7	145
Cu [53]	Häkkinen/Manninen	78	79	–	–	39	–
Cu [54]	Oh/Johnson	27	–	158	–	–	–
Cu [54]	Voter/Chen	37	–	175	–	–	–
Cu [55]	Foiles	39	–	133	–	–	–
Cu [11]	Mishin/Farkas	30	–	185	–	14	170
Al [58]	Mishin/Farkas	150	–	168	–	77	68
Al [58]	Ercolessi/Adams	106	–	128	–	58	54
Al [40]	Mishin/Farkas	146	–	152	200	–	–
Al [40]	Ercolessi/Adams	95	–	124	150	–	–
Al [54]	Oh/Johnson	6	–	71	–	–	–
Al [54]	Voter/Chen	81	–	96	–	–	–
Al [11]	Mishin/Farkas	146	–	168	–	75	70

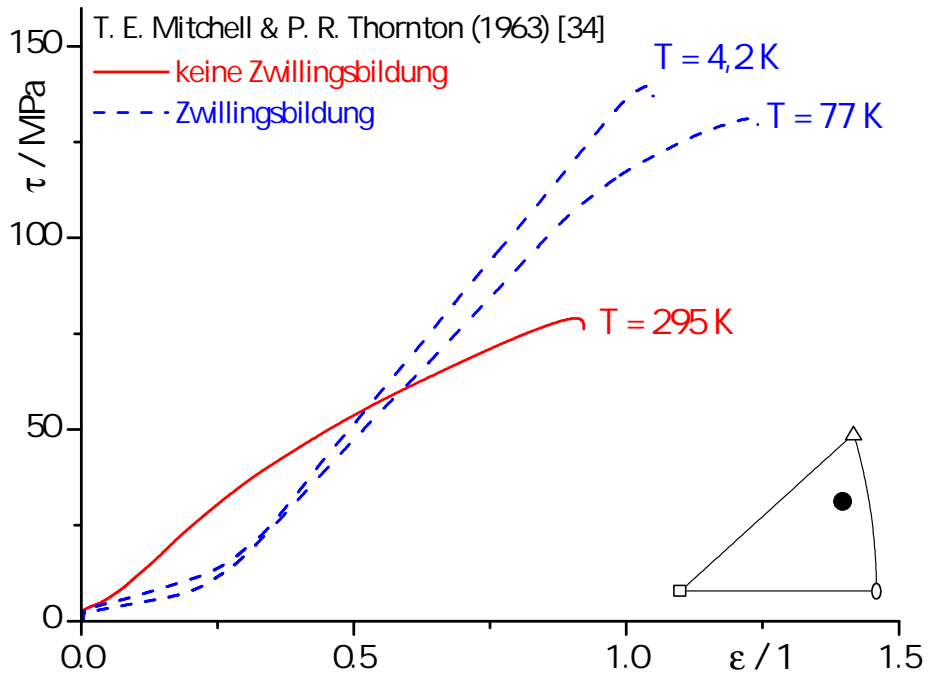
2.3.2 Mechanische Zwillingsbildung in Kupfereinkristallen

Die mechanische Zwillingsbildung in kubischflächenzentrierten Metallen ist im Wesentlichen abhängig von der Temperatur, der Stapelfehlerenergie und der Kristallorientierung [27]. Bei reinem Kupfer wird bei Raumtemperatur und bei moderater Verformungs- und Umformgeschwindigkeit keine mechanische Zwillingsbildung beobachtet. Erst eine Absenkung der Temperatur auf Temperaturen deutlich unter Raumtemperatur, z. B. 77 K durch Stickstoffkühlung, führt unter bestimmten Umständen zu einer Verzwilligung. In Abbildung 5(a) sind Spannungs-Dehnungs-Kurven von Einkristallen gezeigt, die während der Verformung bei 4,2 K und 77 K eine Zwillingsbildung zeigen [34]. Es ist zu erkennen, dass das Spannungsniveau gegenüber einem bei 295 K verformten Einkristall deutlich angehoben ist. Das ist im Wesentlichen auf eine Unterdrückung des für die dynamische Erholung entscheidenden thermisch aktivierten Quergleitens von Schraubenversetzungen zurückzuführen. Die Spannungen, die nötig sind den Einkristall zu verformen, können dadurch soweit vergrößert werden, dass die Zwillingsspannung erreicht und die mechanische Zwillingsbildung initiiert wird.

Abbildung 5(b) zeigt die Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung bei 77 K. Dazu sind die Ausgangszugachsen von Einkristallen gezeigt, die bei 77 K verformt wurden [10, 34, 36]. Die **geschlossenen** Symbole zeigen an, dass sich diese Einkristalle unter Zwillingsbildung verformt haben – die **offenen**, dass keine Verzwilligung stattgefunden hat. Die mechanische Zwillingsbildung beschränkt sich dabei auf einen Orientierungsbereich um $\langle 111 \rangle$ -Richtungen parallel zur Zugachse. Bei Zugverformung entlang von $\langle 100 \rangle$ -Richtungen erfolgt keine Zwillingsbildung. Wenn die Belastungsrichtung umgekehrt wird, kehrt sich auch diese Orientierungsabhängigkeit um. Unter Druckbelastung kommt es zu einer Zwillingsbildung nahe $\langle 100 \rangle$ -Richtungen parallel zur Belastungsrichtung. Es zeigt sich auch, dass ein gewisser Übergangsbereich beobachtet wird, in dem teilweise keine Zwillingsbildung nach dem Bruch beobachtet werden kann. Dies liegt zum einen daran, dass in Abbildung 5(b) ausschließlich die Ausgangszugachsen der Einkristalle gezeigt sind. Bis die Zwillingsbildung auftritt, erfolgt im Allgemeinen also eine deutliche Änderung der Zugachsen hin zur Symmetralen. Zum anderen tritt die Zwillingsbildung in diesem Übergangsbereich häufig erst nach der Einschnürung des Kristalls auf, was die Detektion mit röntgenografischen Mitteln erschwert.

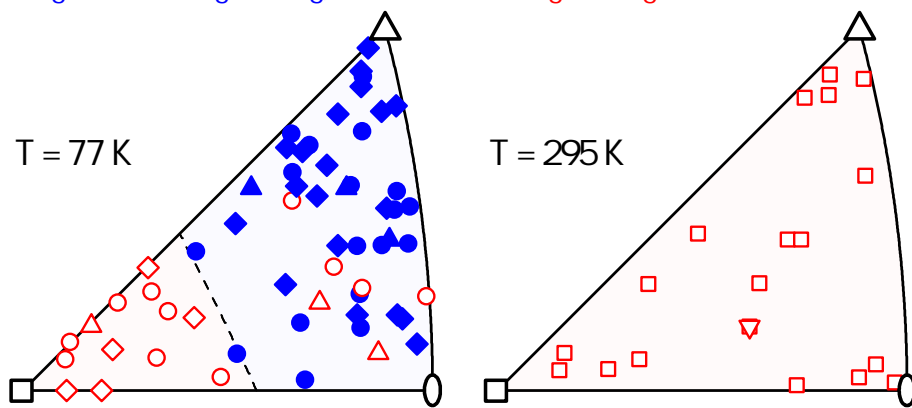
Da die im Vergleich zum Versetzungsgleiten strenge Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung entscheidend ist bei der Auswahl eines geeigneten Umformverfahrens zur möglichst effektiven Verzwilligung des Gefüges, werden im Folgenden detailliert die Grundlagen dieser Orientierungsabhängigkeit anhand ausgewählter Elementarmechanismen erläutert. Im Vergleich zu anderen Arbeiten, die sich mit un-

2.3 Zwillinge in kubischflächenzentrierten Metallen



(a)

- J. Diehl (1956) [6,7], □ T. H. Blewitt u. a. (1957) [10],
 △ T. E. Mitchell & P. R. Thornton (1963) [34], ▽ H. Mughrabi (1970) [35],
 ◇ D. Weiner (1972) [36], ◁ S. Miura u. a. (1977) [60]
 geschl.: Zwillingsbildung, offen: keine Zwillingsbildung



(b)

Abbildung 5: Einkristallplastizität: a) Zugversuche von Kupfereinkristallen bei verschiedenen Temperaturen und b) Zugachsen von Kupfereinkristallen bei 77 K und 295 K. Daten zusammengefasst aus den Quellen [6, 7, 10, 34–36, 60].

terschiedlichen Teilaspekten der nachfolgenden Diskussion befasst haben [16, 32, 61], wird dabei nicht ausschließlich eine Untersuchung der Orientierungsabhängigkeit anhand von Schmidfaktoren erfolgen. Vielmehr werden alle drei Elementarprozesse durch die auf die Versetzungslinien der beteiligten Versetzungen wirkenden Kräfte in ihrer vektoriellen Form beschrieben. Das ist zunächst komplizierter, birgt aber die Möglichkeit die hergeleiteten Formeln auf beliebige Spannungszustände, wie sie zum Beispiel bei technischen Umformverfahren auftreten, zu erweitern. Des Weiteren ist die detaillierte Beschreibung des Polquellenmechanismus nach Venables [13] in Abschnitt 2.3.6 alleine anhand des Schmidfaktors nur schwierig umzusetzen, da die konkrete Abfolge der Versetzungsaufspaltung für die möglichen Polquellen berücksichtigt werden muss.

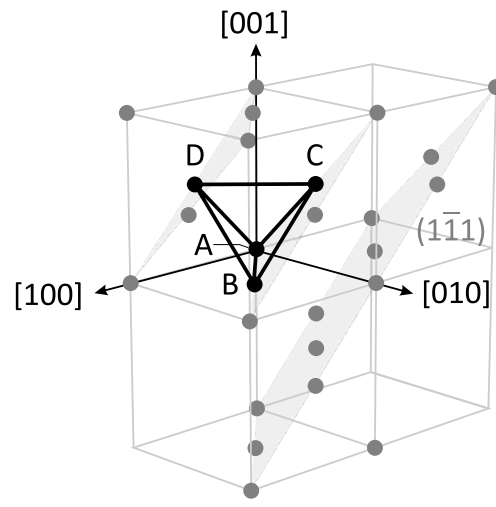
2.3.3 Festlegungen zur Geometrie von Versetzungen

Da in den nachfolgenden Abschnitten detailliert auf die versetzungsbasierten Entstehungsprozesse von Zwillingen und die Reaktionen von Versetzungen mit Zwillingsgrenzen eingegangen wird, müssen zunächst die grundlegenden Definitionen im Zusammenhang mit Versetzungen dargestellt werden, die in dieser Arbeit Anwendung finden. Für die Arbeit gelten folgende Konventionen zur Definition von Burgersvektoren: (i) Der Burgersumlauf erfolgt rechtshändig zum Richtungsvektor der Versetzung und (ii) der Burgersvektor ist im ungestörten Gitter definiert und ergänzt den Burgersumlauf vom Ende zum Anfang. Kristallographische Ebenen und Richtungen werden auf verschiedene, komplementäre Weisen dargestellt. Für den Thompson-Tetraeder gilt die in Abbildung 6 gezeigte Festlegung [62]. Aus dieser Festlegung heraus, erfolgt die Aufspaltung einer Versetzung in kubischflächenzentrierten Metallen zu einem intrinsischen Stapelfehler begrenzt von zwei Partialversetzungen, wie z. B. mit:

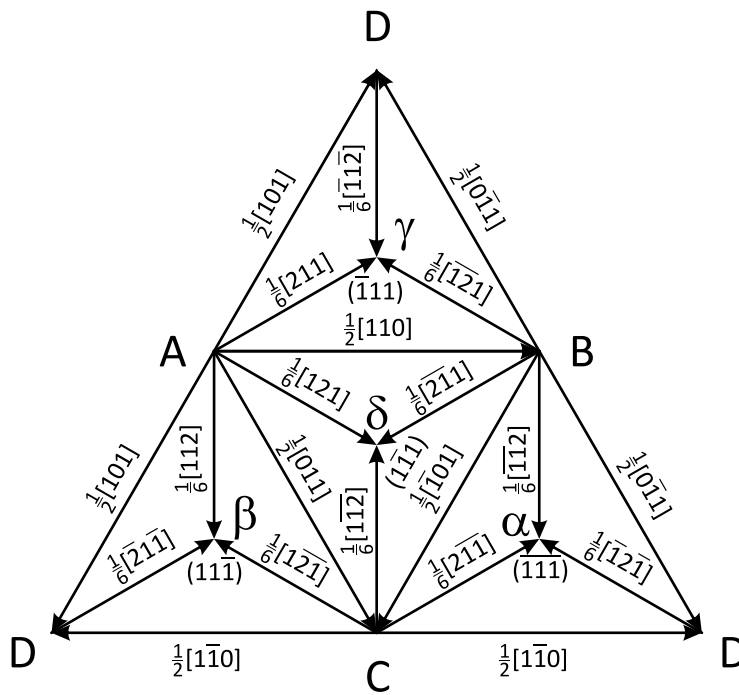
$$AC = A\delta + \delta C$$

$$\frac{1}{2} [011] = \frac{1}{6} [121] + \frac{1}{6} [\bar{1}12] \quad (11)$$

Eine reguläre Stufenversetzung in kubischflächenzentrierten Metallen besteht aus zwei eingeschobenen $\{\bar{1}01\}$ -Ebenen. Durch die Dissoziation wird die normale Stapelung eines kubischflächenzentrierten Metalls auf den $(1\bar{1}1)$ -Ebenen in Form eines intrinsischen Stapelfehlers gestört. Die Veränderung der Stapelfolge ist in Abbildung 7 schematisch dargestellt. Der Stapelfehler ist durch zwei Partialversetzungen begrenzt, die jeweils lediglich aus einer einzelnen eingeschobenen $\{\bar{1}01\}$ -Ebene bestehen. Das Gleichgewicht aus den sich abstoßenden Partialversetzungen und der Tendenz, einen möglichst kleinen Stapelfehler auszubilden, bestimmt die Gleichgewichtsaufspaltungsweite der Versetzung R_0 .



(a)



(b)

Abbildung 6: Festlegungen zum Thompson-Tetraeder: a) Orientierung des Tetraeders innerhalb der Elementarzelle des Kupferstrukturtyps und b) Abwicklung des Thompson-Tetraeders [62].

Um Reaktionen solcher aufgespaltener Versetzungen richtig nachvollziehen zu können, ist es wichtig festzustellen, wie die Partialversetzungen in Bezug auf die Versetzungslinie der nicht dissoziierten Versetzung liegen. Als Beispiele sind in Abbildung 8 die Konfigurationen für positive Stufen- und rechtshändige Schraubenversetzung gegeben. Vom Inneren des Thompson-Tetraeders aus in Richtung der Versetzungslinie betrachtet, liegt die Lateinisch-Griechisch bezeichnete ($A\delta$) Partialversetzung links und die Griechisch-Lateinisch bezeichnete (δC) rechts [63]. Dabei steht der Betrachter *auf* der entsprechenden Gleitebene. Eine Missachtung dieser Regel führt zu einer energetisch ungünstigen Konfiguration ... $ABCABC|CABCAB$... (vgl. Abschnitt 2.3.1), die in der Folge durch die Nukleation von zwei Paaren antiparalleler Partialversetzungen in einen extrinsischen Stapelfehler überführt wird [64]. Die entsprechende Reaktion ist in Abbildung 7 schematisch dargestellt.

Eine Linienkraft $\underline{f} = \underline{F}/L$, die auf eine Versetzung mit einer Linienrichtung $\underline{\xi}$ und einem Burgersvektor \underline{b} in einem Spannungsfeld $\underline{\sigma}$ wirkt, ergibt sich zu [65, 66]:

$$\underline{f} = (\underline{b} \cdot \underline{\sigma}) \times \underline{\xi} \quad (12)$$

Die Richtung dieser Linienkraft legt bei einer Aufspaltung die führende und die nachfolgende Partialversetzung fest. Die entsprechenden Kräfte sind für eine einfache Scherspannung in Abbildung 8 ergänzt.

2.3.4 Orientierungsabhängigkeit der Dissoziation einer Versetzung

Um die in Abschnitt 2.3.2 beschriebene Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung verstehen zu können, müssen die grundlegenden Mechanismen diskutiert werden, die zur Entstehung von Zwillingen unter mechanischer Belastung führen. Dabei haben die Modelle zu defektunterstützter Keimbildung und Keimwachstum die größte Bedeutung [28]. Den meisten gemeinsam ist das Vorhandensein eines flächigen Defekts begrenzt durch Partialversetzungen des Matrixkristalls [16, 28, 67]. Diese Partialversetzungen dienen dann häufig als Zwillingsversetzungen. Durch die äußere Last können sich die ebenen Flächendefekte durch die Bewegung der Partialversetzung schnell innerhalb ihrer Ebene – zumeist die Aufbauebene K_1 des Zwillings – ausbreiten. Das Wachstum des Zwillingskeims erfolgt entweder durch die Koagulation verschiedener unabhängiger Flächendefekte oder durch die sukzessive Expansion solcher Flächendefekte senkrecht zur Aufbauebene des Zwillings. Für eine beliebige Kristallstruktur heißt das, dass eine reguläre, gleitfähige Versetzung in eine passende Partialversetzung auf der Aufbauebene des Zwillings umgewandelt werden muss. Das ist häufig mit Quergleiten verbunden, da Gleitebene und Aufbauebene nicht gleich sein müssen. In der Regel bleibt eine Partialversetzung zurück, die unbeweglich ist.

2.3 Zwillinge in kubischflächenzentrierten Metallen

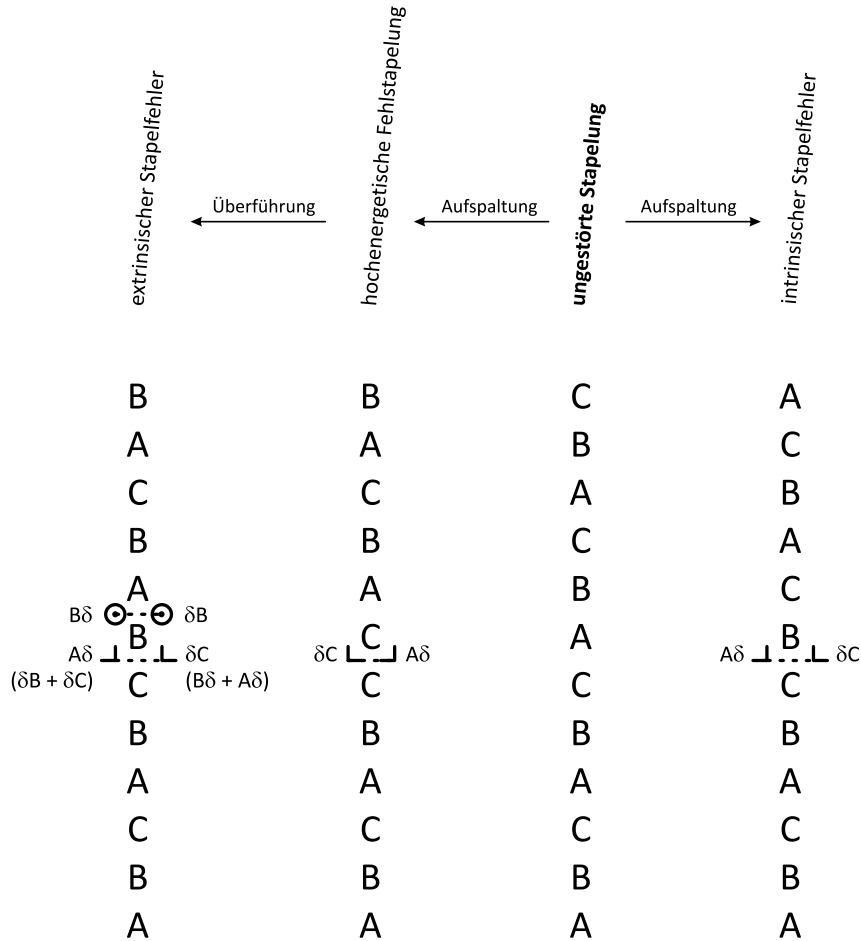


Abbildung 7: Veränderung der Stapelfolge der Ebenen $ABC = (1\bar{1}1)$ eines kubischflächenzentrierten Metalls bei der Aufspaltung einer Versetzung mit $AC = A\delta + \delta C$. Die hochenergetische Fehlstapelung bei Vertauschung der Partialversetzungen kann durch Nukleation zweier Paare antiparalleler Versetzungen in einen extrinsischen Stapelfehler überführt werden [64].

2 Zwillinge

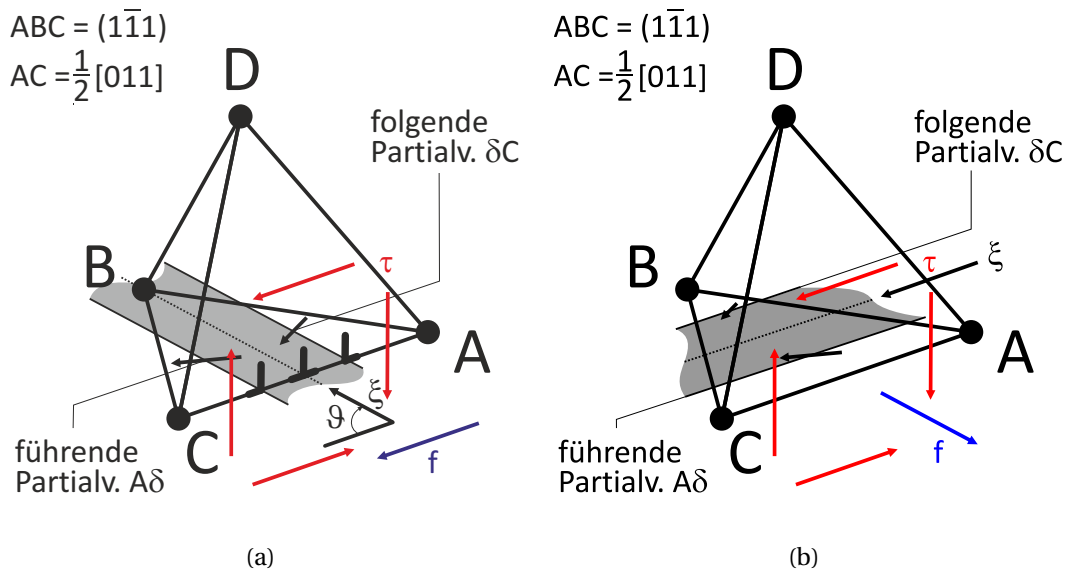


Abbildung 8: Versetzungsaufspaltung mit $AC = A\delta + \delta C$ auf $ABC = (1\bar{1}1)$: a) positive Stufenversetzung und b) rechtshändige Schraubenversetzung. f zeigt die Richtung der Peach-Köhler-Kraft infolge der Schubspannung τ an.

Aufgrund der speziellen Tatsache, dass die Aufbauebene K_1 des Zwillingssystems $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ gerade mit den Gleitebenen $\{111\}$ von kubischflächenzentrierten Metallen zusammenfällt, ist kein Quergleiten erforderlich, um die Zwillingsversetzung zu erzeugen. Zudem wird eine notwendige Zwillingsversetzung gerade bei der am häufigsten beobachteten Aufspaltung vom Typ $AC = A\delta + \delta C$ erzeugt. Ein Zwilling in kubischflächenzentrierten Metallen kann also im Prinzip durch die Dissoziation einer Versetzung auf aufeinanderfolgenden Gleitebenen entstehen. Um nachvollziehen zu können, ob es unter bestimmten Lastbedingungen tatsächlich zu einer Vergrößerung eines intrinsischen Stapelfehlers kommt, wird im Folgenden eine kurze Rechnung basierend auf der Argumentation von Copley und Kear [61] und Geißler u. a. [32] gezeigt. Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt dabei nicht alleine mithilfe der Diskussion von Schmidfaktoren, sondern anhand der Kräfte, die auf die Versetzungslinien wirken. Dadurch ist es möglich die notwendige Anordnung der Partialversetzung bei der Bildung des intrinsischen Stapelfehlers *explizit* in die Tensorformeln einzubauen. Diese Vorgehensweise bringt vor allem für die Berechnung und die Diskussion der Orientierungsabhängigkeit des Polquellenmechanismus nach Venables [13] in Abschnitt 2.3.6 Vorteile. Die nachfolgenden Rechnungen sind unter Zuhilfenahme des Computeralgebrasystems *Mathematica 8* entstanden.

Die Gleichgewichtsaufspaltungsweite wird durch ein Kräftegleichgewicht auf die Partialversetzungen bestimmt. Die Linienkraft $\underline{f}^{\text{rep}}$ aus der Wechselwirkung der beiden Par-

tialversetzungen ist abstoßend und bewirkt eine Vergrößerung des Stapelfehlers. Der intrinsische Stapelfehler hat dabei eine Energie $\gamma_{\text{ISF}} \cdot R$, wobei R die Ausdehnung des Stapelfehlers und somit den Abstand der Partialversetzungen darstellt. Die notwendige Linienkraft, die zu einer Vergrößerung des Stapelfehlers aufgebracht werden muss, ist demnach $\underline{f}^\gamma = \gamma_{\text{ISF}}$. Unter Last wirken auf beide Partialversetzungen Peach-Köhler-Kräfte $\underline{f}^{\text{PK}}$ in Abhängigkeit des Burgersvektors \underline{b} , der Versetzungslinie $\underline{\xi}$ und des Spannungstensors $\underline{\sigma}$. Die Aufspaltungsweite unter Last ergibt sich, wenn beide Partialversetzungen dieselbe Geschwindigkeit erreichen.

Die Belastung erfolgt durch eine einachsige Zuglast σ entlang einer kristallographischen Achse $[r_1 r_2 r_3]$. Diese wird durch folgenden Spannungstensor dargestellt:

$$\underline{\sigma} = \begin{pmatrix} r_1^2 & r_1 \cdot r_2 & r_1 \cdot r_3 \\ r_1 \cdot r_2 & r_2^2 & r_2 \cdot r_3 \\ r_1 \cdot r_3 & r_2 \cdot r_3 & r_3^2 \end{pmatrix} \sigma \quad (13)$$

Für eine Aufspaltung $AC = A\delta + \delta C$ ergeben sich die Burgersvektoren $\underline{b}_1 = \frac{1}{6} [121]$ und $\underline{b}_2 = \frac{1}{6} [\bar{1}12]$. Die Versetzungen sind parallel zueinander. Die Versetzungslinien der Versetzungen können durch einen innerhalb der Gleitebene ACD variablen Einheitsvektor beschrieben werden:

$$\underline{\xi} = \left[\sqrt{\frac{2}{3}} \sin(\vartheta), \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{6}} + \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{2}}, \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{2}} - \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (14)$$

Dabei beschreibt ϑ den Charakter der vollständigen Versetzung mit dem Burgersvektor $\underline{b} = AC = \frac{1}{2} [011]$. Für einen Charakter $\vartheta = 0^\circ$ ergibt sich die Aufspaltung der reinen Schraubenversetzung aus Abbildung 8(b) und für $\vartheta = 90^\circ$ die Aufspaltung einer reinen Stufenversetzung aus Abbildung 8(a). Die Ausbreitung des Stapelfehlers innerhalb der Gleitebene erfolgt senkrecht zur Versetzungslinie. Die Ausbreitungsrichtung wird durch den Richtungsvektor $\underline{\Psi}$ beschrieben:

$$\underline{\Psi} = \left[-\sqrt{\frac{2}{3}} \cos(\vartheta), \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{2}} - \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{6}}, \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{2}} + \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (15)$$

Eine Projektion der beschriebenen Kräfte ($\underline{f}^{\text{rep}}$, \underline{f}^γ und $\underline{f}^{\text{PK}}$) auf die Richtung $\underline{\Psi}$ entspricht der Gleitkomponente⁵ der jeweiligen Linienkraft [65].

Die Wechselwirkungskraft zweier paralleler Versetzungen mit dem Abstand R in Ab-

⁵Die Quergleitkomponenten für den Fall einer Partialversetzung mit reinem Schraubencharakter werden im Folgenden nicht weiter betrachtet.

2 Zwillinge

standsrichtung ist [68, 69]:

$$\begin{aligned} \underline{f}_1^{\text{rep}} \cdot \underline{\Psi} &= \frac{G}{2\pi R} \left((\underline{b}_1 \cdot \underline{\xi}) (\underline{b}_2 \cdot \underline{\xi}) + \frac{1}{1-\nu} (\underline{b}_1 \times \underline{\xi}) \cdot (\underline{b}_2 \times \underline{\xi}) \right) \cdot \underline{\Psi} \\ &= \frac{G}{48\pi R (1-\nu)} (\nu - 2 + 2\nu \cos 2\vartheta) \end{aligned} \quad (16)$$

$$\underline{f}_2^{\text{rep}} \cdot \underline{\Psi} = -\underline{f}_1^{\text{rep}} \cdot \underline{\Psi} \quad (17)$$

Die vom Stapelfehler ausgehende Gleitkraftkomponente zum Zusammenziehen des Stapelfehlers beträgt:

$$\underline{f}_1^\gamma \cdot \underline{\Psi} = -\gamma_{\text{ISF}} \quad (18)$$

$$\underline{f}_2^\gamma \cdot \underline{\Psi} = -\underline{f}_1^\gamma \cdot \underline{\Psi} \quad (19)$$

Die Gleitkomponenten der Peach-Köhler-Kräfte auf die Partialversetzungen sind:

$$\underline{f}_1^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi} = ((\underline{b}_1 \cdot \underline{\sigma}) \times \underline{\xi}) \cdot \underline{\Psi} = -\frac{a}{6\sqrt{3}} (r_1 - r_2 + r_3) (r_1 + 2r_2 + r_3) \sigma \quad (20)$$

$$\underline{f}_2^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi} = -\underline{f}_1^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi} \quad (21)$$

Letztere sind im Spezialfall von uniaxialem Zug direkt proportional zu den Schmidfaktoren S_i der Partialversetzungen. Der Schmidfaktor S ergibt sich aus dem Quotienten der projizierten Scherspannung τ^{RSS} für das Gleitsystem und der äußeren uniaxialen Last σ . Die projizierte Scherspannung lässt sich durch die Projektion $\underline{d} \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{p}$ berechnen, wobei \underline{d} und \underline{p} die Scherrichtung und die Normale der Scherebene darstellen. Für Versetzungen entspricht die Scherrichtung dem (normierten) Burgersvektor und die Scherebene der Gleitebene. Es folgt für die Partialversetzungen:

$$S_1 = \frac{\tau_1^{\text{RSS}}}{\sigma} = -\frac{1}{3\sqrt{2}} (r_1 - r_2 + r_3) (r_1 + 2r_2 + r_3) = \frac{\sqrt{6}}{\sigma a} (\underline{f}_1^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi}) \quad (22)$$

$$S_2 = \frac{\tau_2^{\text{RSS}}}{\sigma} = \frac{1}{3\sqrt{2}} (r_1 - r_2 - 2r_3) (r_1 - r_2 + r_3) = \frac{\sqrt{6}}{\sigma a} (\underline{f}_2^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi}) \quad (23)$$

Die Orientierungsabhängigkeit der Schmidfaktoren im Standarddreieck ([001]-[101]-[111]) und somit auch die Orientierungsabhängigkeit der Gleitkomponenten der Peach-Köhler-Kraft ist in den Abbildungen 9(a) & 9(b) gezeigt. Abbildung 10 zeigt als Ergänzung den Schmidfaktor der vollständigen Versetzung mit dem Burgersvektor AC – innerhalb

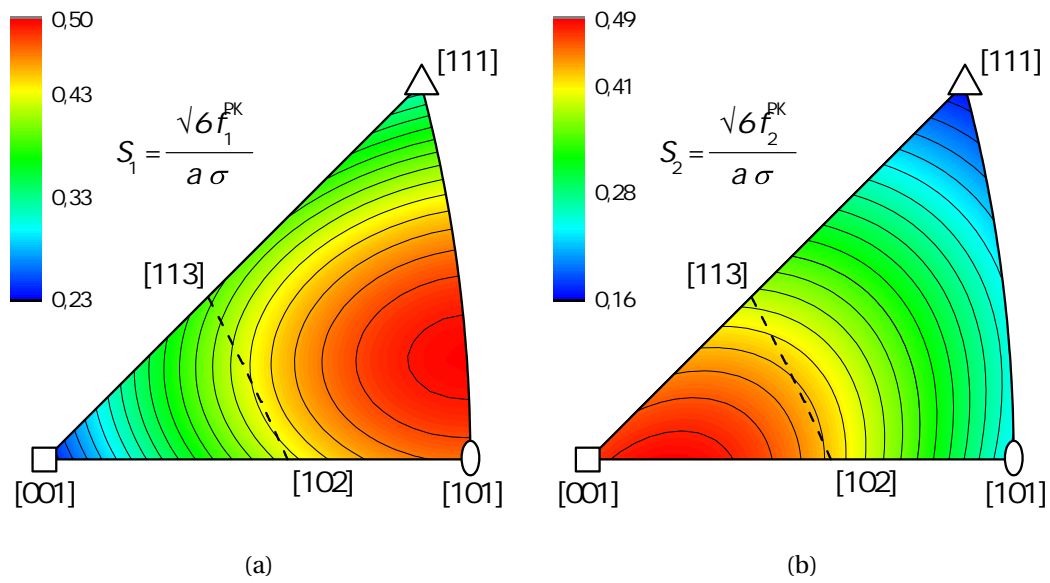


Abbildung 9: Schmidfaktoren unter uniaxialer Zuglast entlang der dargestellten kristallographischen Richtungen der Partialversetzungen mit den Burgersvektoren: a) $A\delta = \frac{1}{6}[121]$ und b) $\delta C = \frac{1}{6}[\bar{1}12]$.

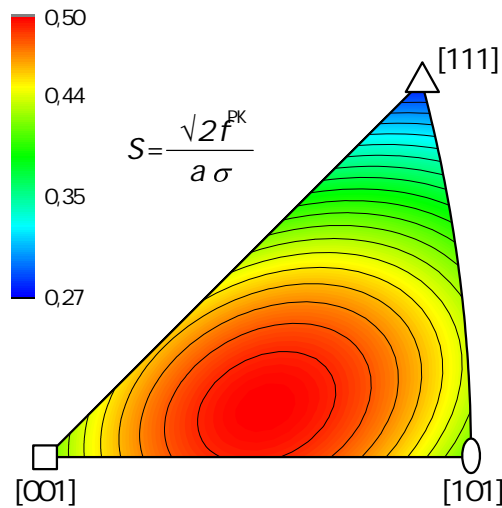


Abbildung 10: Schmidfaktor des Gleitsystems mit maximalem Schmidfaktor $AC = \frac{1}{2}[011]$ auf $ABC = (1\bar{1}1)$ unter uniaxialer Zuglast entlang der dargestellten kristallographischen Richtungen.

2 Zwillinge

des gewählten Standarddreiecks handelt es sich um das maximal belastete System mit:

$$S = \frac{\tau^{\text{RSS}}}{\sigma} = \frac{1}{\sqrt{6}} (r_1 - r_2 + r_3) (r_2 + r_3) \quad (24)$$

In der Summe wirken also auf die Partialversetzungen folgende Gleitkräfte:

$$\begin{aligned} \underline{f}_{-1} \cdot \underline{\Psi} &= \underline{f}_{-1}^{\text{rep}} \cdot \underline{\Psi} + \underline{f}_{-1}^{\gamma} \cdot \underline{\Psi} + \underline{f}_{-1}^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi} \\ &= -\frac{G a^2}{48 \pi R (1 - \nu)} (\nu - 2 + 2\nu \cos 2\vartheta) - \gamma_{\text{ISF}} + \frac{1}{\sqrt{6}} S_1 \sigma a \end{aligned} \quad (25)$$

$$\begin{aligned} \underline{f}_{-2} \cdot \underline{\Psi} &= \underline{f}_{-2}^{\text{rep}} \cdot \underline{\Psi} + \underline{f}_{-2}^{\gamma} \cdot \underline{\Psi} + \underline{f}_{-2}^{\text{PK}} \cdot \underline{\Psi} \\ &= \frac{G a^2}{48 \pi R (1 - \nu)} (\nu - 2 + 2\nu \cos 2\vartheta) + \gamma_{\text{ISF}} + \frac{1}{\sqrt{6}} S_2 \sigma a \end{aligned} \quad (26)$$

Ohne äußere Last ($\sigma = 0$) ergibt sich für das Verschwinden von resultierenden Kräften auf die Partialversetzungen eine Gleichgewichtsaufspaltungsweite R_0 von:

$$R_0 = \frac{G a^2}{48 \pi \gamma_{\text{ISF}} (1 - \nu)} (2 - \nu - 2\nu \cos 2\vartheta) \quad (27)$$

Die Gleitkräfte können wie folgt vereinfacht werden:

$$\underline{f}_{-1} \cdot \underline{\Psi} = \frac{R_0 \gamma_{\text{ISF}}}{R} - \gamma_{\text{ISF}} + \frac{1}{\sqrt{6}} S_1 \sigma a \quad (28)$$

$$\underline{f}_{-2} \cdot \underline{\Psi} = \gamma_{\text{ISF}} - \frac{R_0 \gamma_{\text{ISF}}}{R} + \frac{1}{\sqrt{6}} S_2 \sigma a \quad (29)$$

Unter Last wird ein dynamisches Gleichgewicht erreicht, wenn beide Partialversetzungen dieselbe Geschwindigkeit erreichen. In einem eingegrenzten Parameterbereich ($\nu < c_t/2$ für Schraubenversetzungen, $\nu < c_t/3$ für Stufenversetzungen) kann die Massenträgheit einer Versetzung m als konstant angenommen werden. Die Bewegungsgleichung einer geraden Versetzungslinie kann damit bei konstantem Widerstandskoeffizienten B gelöst werden mit [70]:

$$\begin{aligned} m \frac{\partial v}{\partial t} + B v &= \sum_i f_i \\ v(t) &= \frac{\sum_i f_i}{B} \left(1 - e^{-\frac{Bt}{m}}\right) \end{aligned} \quad (30)$$

Die Versetzung erreicht nach kurzer Zeit eine stationäre Geschwindigkeit von:

$$v_{\text{stat}} = \frac{\sum_i f_i}{B}$$

Unter der stark vereinfachenden Annahme, dass die stationäre Geschwindigkeit der Versetzung direkt proportional zur Gleitkraft ist, ergibt sich unter Last folgende Aufspaltungsweite R' :

$$R' = R_0 \frac{\gamma_{\text{ISF}}}{\gamma_{\text{ISF}} - \frac{(S_1 - S_2)\sigma a}{2\sqrt{6}}} \quad (31)$$

wobei sich der von den Partialversetzungen begrenzte Stapelfehler mit einer Geschwindigkeit v'_{stat} von:

$$v'_{\text{stat}} = \frac{a\sigma}{2\sqrt{6}B} (S_1 + S_2) \quad (32)$$

bewegt.

Die Aufspaltungsweite unter Last ist demnach von der Orientierung abhängig. Die Orientierungsabhängigkeit wird durch die Differenz der Schmidfaktoren der Partialversetzungen $S_1 - S_2$ beschrieben. Die Abhängigkeiten von $S_1 - S_2$ und $(S_1 + S_2)/2$ von der Orientierung der aufgebrachten Zuglast sind in Abbildung 11 gezeigt. $S_1 - S_2$ ist im Bereich $[113]-[102]-[101]-[111]$ des Standarddreiecks positiv und im Bereich $[113]-[001]-[102]$ negativ. Im ersten Bereich vergrößert sich der Stapelfehler unter Zuglast, wohingegen er im zweiten Bereich verkleinert wird. Wenn man von einer sukzessiven Dissoziation von Versetzungen auf benachbarten Gleitebenen zum Aufbau eines Zwillings unter Last ausgeht, dann können mechanische Zwillinge unter Zuglast nur im Bereich zwischen $[113]-[102]-[011]-[111]$ entstehen. Für einachsige Drucklast erfolgt die lastabhängige Dissoziation genau umgekehrt. Dies entspricht formal den Ergebnissen der Einkristallzugversuche. Im Vergleich zu der Arbeit von Copley und Kear [61] wird von einem erneuten Einsetzen der Gleitkraftkomponenten in eine empirisch gefundene Abhängigkeit von Geschwindigkeit der Versetzung und Schubspannung abgesehen. Diese Abhängigkeit ist bereits analytisch in Form der Vereinfachung der Bewegungsgleichung in Gleichung 30 in den Berechnungen verarbeitet.

Wenn der angegebene Bereich der Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung überschritten wird, wird die Analyse der auftretenden Effekte deutlich schwieriger. Aufgrund der Bewegung der Versetzung durch ihr eigenes Verzerrungsfeld wird der Zusammenhang von Geschwindigkeit und projizierter Scherspannung stark nichtlinear [71]. Zudem wird das Spannungsfeld der Versetzungen und somit auch der Wechselwirkungsterm zwischen zwei parallelen Versetzungen geschwindigkeitsabhängig [71]. Beide Abhängigkeiten sind wiederum mit dem Charakter der Versetzung verknüpft [71]. Unter einfacher Scherspannung wird bei hohen Geschwindigkeiten für Stufenversetzungen beim Erreichen der Grenzgeschwindigkeit eine Kontraktion zur vollständigen Versetzung und für

2 Zwillinge

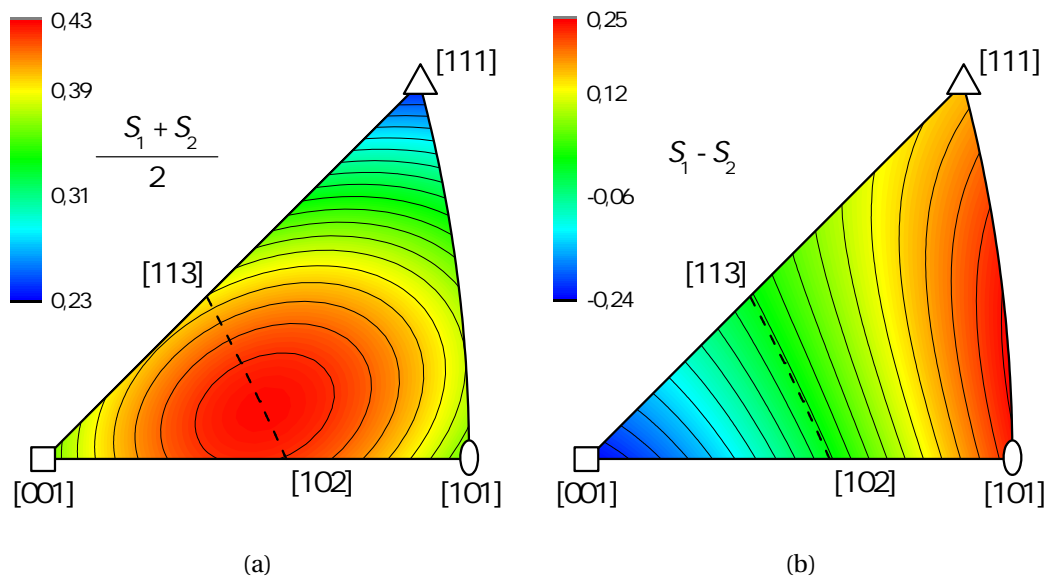


Abbildung 11: Darstellung der Orientierungsabhängigkeiten von: a) $\frac{S_1+S_2}{2}$ und b) $S_1 - S_2$.

eine Schraubenversetzung eine vollständige Dissoziation gefunden [70, 71]. Eine numerische Analyse mittels Molekulardynamiksimulationen könnte hier weiteren Aufschluss über das mögliche Verhalten aufgespaltener Versetzungen in kubischflächenzentrierten Metallen und vor allem deren Orientierungsabhängigkeit bei hohen Bewegungsgeschwindigkeiten unter einachsiger Last geben.

Obwohl die vorangegangene Diskussion eine gute Reproduktion der experimentell gefundenen Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung gezeigt hat, bleibt die Frage offen, warum auf jeder $\{111\}$ -Ebene konsekutiv eine Dissoziation von Versetzungen stattfinden soll, um eine Zwillingslamelle zu bilden. Ein solcher Zwilling muss eine vergleichbar große Anzahl an Flächendefekten enthalten. Es werden allerdings auch Verformungszwillinge ohne ausgedehnte Stapelfehler gefunden [72]. Der im nächsten Abschnitt diskutierte Polmechanismus reduziert die Bildung eines Verformungszwillings auf die spiralförmige Bewegung einer *einzelnen* Partialversetzung. Dieser Mechanismus erfordert demzufolge keine konsekutive Abgleitung.

2.3.5 Einfacher Polmechanismus

Der Ausgangspunkt der folgenden Diskussion ist eine Waldversetzung mit dem Burgersvektor $AD = \frac{1}{2}[101]$. Die Versetzungslinie dieser Waldversetzung liegt zunächst senkrecht zur Primärgleitebene $ABC = (1\bar{1}1)$. Eine solche Versetzung hat einen Stufenanteil mit einem Burgersvektor von $A\delta = \frac{1}{6}[121]$ und einen Schraubenanteil mit $\delta D = \frac{1}{3}[1\bar{1}1]$. Dies entspricht gerade dem Netzebenenabstand der Primärgleitebenen $ABC = (1\bar{1}1)$. Für eine gleitfähige Versetzung innerhalb dieser Ebenen $ABC = (1\bar{1}1)$ bedeutet das, dass die Gleitebene aufgrund des Schraubenanteils um die Waldversetzung spiralverförmig verzerrt ist. Bei der Ausbildung eines Versetzungspols, bei dem sich eine innerhalb von $ABC = (1\bar{1}1)$ gleitfähige Versetzung um die Waldversetzung dreht, besteht somit die Möglichkeit, dass die Versetzung die Gleitebene sukzessive nach jeder Umdrehung senkrecht zu ihrer Gleitrichtung wechselt.

Allerdings ist eine Waldversetzung mit $\underline{\xi} = \frac{1}{\sqrt{3}}[1\bar{1}1]$ und $\underline{b} = AD = \frac{1}{2}[101]$ keine reguläre Versetzung in kubischflächenzentrierten Metallen, da die hypothetische Gleitebene eine $(10\bar{1})$ -Ebene ist – ihre Entstehung ist somit unklar und eine passende Versetzungsreaktion müsste gefunden werden. Die Versetzungslinie einer gleitfähigen, regulären Versetzung, die z. B. bereits vorhanden sein bzw. durch die Aktivierung des sekundären Gleitsystems entstehen kann, ist um mindestens $19,47^\circ$ gegenüber der Ebenennormale von $ABC = (1\bar{1}1)$ geneigt. Der Schraubenanteil liegt somit nicht parallel zur Ebenennormale von $ABC = (1\bar{1}1)$. Das Vorhandensein solcher Versetzungen ist zwar wahrscheinlich, allerdings ist die spiralförmige Verzerrung der $ABC = (1\bar{1}1)$ -Ebenen aufgrund der Verkipfung nicht mehr einfach einsehbar. Abbildung 12 zeigt deshalb die Auswirkungen des Verzerrungsfeldes⁶ einer solchen gleitfähigen Versetzung mit $\underline{\xi} = \frac{1}{\sqrt{6}}[2\bar{1}1]$ und $\underline{b} = AD = \frac{1}{2}[101]$. Die spiralförmige Verzerrung der Gleitebene bleibt trotz der Kippung erhalten.

In Abbildung 13 ist dargestellt, was passiert, wenn eine innerhalb von $ABC = (1\bar{1}1)$ gleitfähige Partialversetzung mit dem Burgersvektor $A\delta = \frac{1}{6}[121]$ auf eine solche Waldversetzung trifft – es entsteht ein Versetzungspol N . Die beiden Teilstimente der Partialversetzungen drehen sich dabei unter Wirkung der äußeren Last jeweils mit unterschiedlichem Drehsinn um den entstandenen Versetzungsknoten (vgl. Abbildung 13(b)). Durch die spiralförmige Verzerrung der Gleitebene können sie bei jeder Umdrehung in eine benachbarte $(1\bar{1}1)$ -Ebene wechseln. So vergrößert sich die Zwillingslamelle mit jeder Umdrehung um zwei Atomlagen (vgl. Abbildung 13(c)). Auch hier können grundlegende Überlegungen zu den Kräfteverhältnissen während der Umdrehung angestellt werden.

⁶Zur Darstellung der geometrischen Gegebenheiten um die Versetzung, werden analytische Verzerrungsfelder von Stufen- und Schraubenversetzungen aus [73] & [63] verwendet. Diese sind in Anhang B beschrieben.

2 Zwillinge

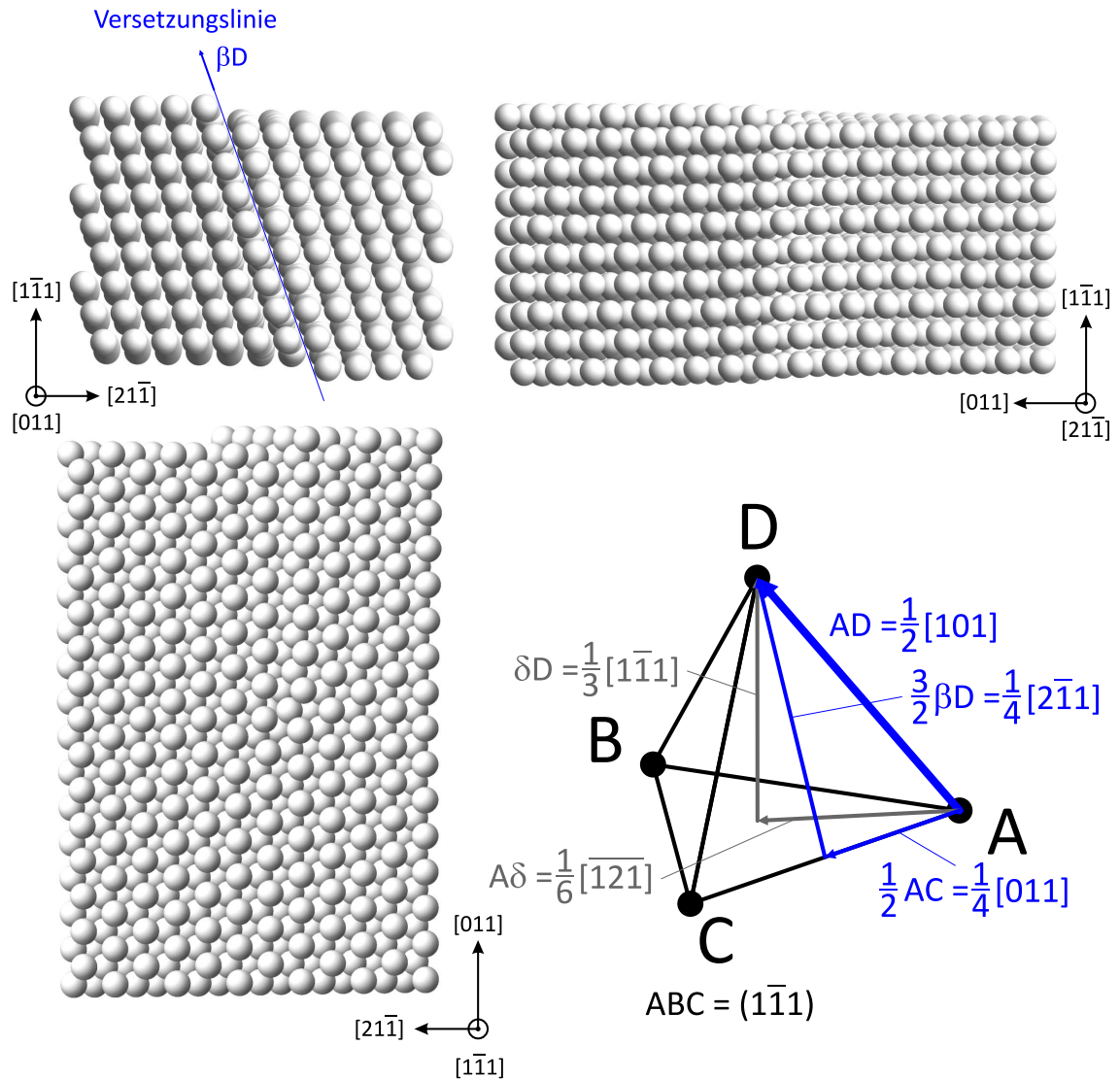


Abbildung 12: Atomanordnung eines kubischflächenzentrierten Metalls unter Einwirkung des Verzerrungsfeldes einer Waldversetzung. Diese hat einen Burgersvektor $AD = \frac{1}{2}[101]$ und ist innerhalb der Ebene $ACD = (11\bar{1})$ gleitfähig. Die Blickrichtungen sind $[0\bar{1}\bar{1}]$ o.l., $[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$ o.r. und $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ u.l.

Dazu soll angenommen werden, dass die Versetzung mit dem Burgersvektor $A\delta = \frac{1}{6}[121]$ in einiger Entfernung vom Pol gerade verläuft und eine Versetzungslinie $\underline{\xi}$:

$$\underline{\xi} = \left[\sqrt{\frac{2}{3}} \sin(\vartheta), \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{6}} + \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{2}}, \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{2}} - \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (33)$$

besitzt. Die Bewegungsrichtung $\underline{\Psi}$ ist stets innerhalb der Ebene $ABC = (1\bar{1}1)$ senkrecht zu dieser Versetzungslinie:

$$\underline{\Psi} = \left[-\sqrt{\frac{2}{3}} \cos(\vartheta), \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{2}} - \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{6}}, \frac{\sin(\vartheta)}{\sqrt{2}} + \frac{\cos(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (34)$$

Im Vergleich zu Abschnitt 2.3.4 beschreibt ϑ nicht nur den Charakter der Partialversetzung, sondern ist gleichzeitig die Winkelkoordinate bei der Umdrehung um den Versetzungspol N . Das Ergebnis für die projizierte Gleitkraft in Bewegungsrichtung bei uniaxialer Zuglast ist dasselbe wie in Gleichung 22.

Die Orientierungsabhängigkeit der Gleitkraft dieser Partialversetzung unter einachsiger Zuglast ist in Abbildung 13(d) dargestellt. Unter Zuglast wird der Mechanismus im Wesentlichen im Orientierungsbereich von $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 101 \rangle$ -Richtungen parallel zur Zugachse aktiviert. Unter Druckbelastung kann eine Partialversetzung mit einem Burgersvektor δC für die Aktivierung des Mechanismus im Bereich um $[001]$ -Druckrichtungen sorgen. Es wird wie im Falle der einfachen Dissoziation die Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung durch die projizierte Gleitkraft auf die Partialversetzung abgebildet. Auch dieser Mechanismus ist prinzipiell in der Lage die experimentell beobachtete Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung zu beschreiben.

Die Problematik beim Auftreten der gezeigten Abfolge besteht in der Frage, wie die *isolierten* Partialversetzungen mit $A\delta$ unter Zug- oder δC unter Drucklast entstehen können. Venables [13] hat die Möglichkeit untersucht, ob dies aufgrund einer Verankerung einer gleitfähigen Versetzung an zwei Punkten innerhalb der Gleitebene passieren kann. Dabei entsteht eine Konfiguration, die einer Frank-Read-Quelle ähnelt. Die sich ausbauende Versetzung ist dabei allerdings dissoziiert. Wenn die führende Partialversetzung die kritische Krümmung bei geringeren Spannungen erreicht als die nachfolgende Partialversetzung, kann sich die führende von der nachfolgenden lösen. Venables schloss diese Möglichkeit einer Zwillingsquelle aufgrund der hohen benötigten Spannungen zur Operation einer solchen Quelle aus. Eine weitere Möglichkeit eine Immobilisierung der zurückliegenden Partialversetzung zu erreichen, ist eine Versetzungsreaktion zu einer sesshaften Versetzung. Diese Reaktion führt auf den in Abschnitt 2.3.6 diskutierten Polquellenmechanismus.

2 Zwillinge

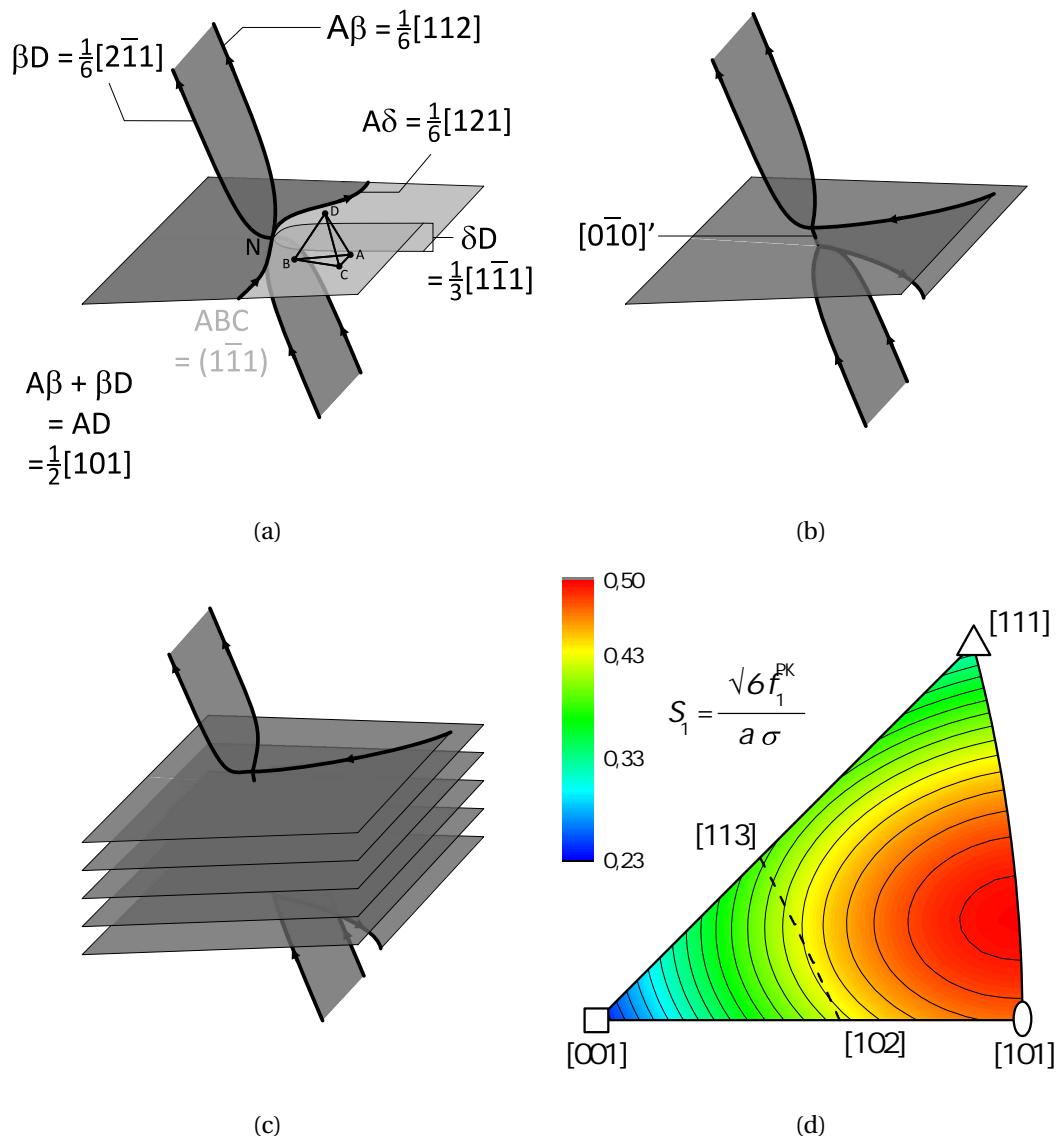


Abbildung 13: Einfacher Polmechanismus [27]: a) Partialversetzung mit $A\delta$, die mit einer eingeschnürten Waldversetzung mit AD wechselwirkt, b) Andeutung der spiralförmigen Rotation der Partialversetzung um den Pol und c) Vergrößerung der Zwillingslamelle senkrecht zur Aufbauebene. d) Schmidfaktor und in Bewegungsrichtung projizierte Gleitkraft der Partialversetzung mit $A\delta = \frac{1}{6}[121]$.

Ein weiteres Problem des Polmechanismus ist die Frage, wie das Passieren der Partialversetzungen auf benachbarten Gleitebenen bei der ersten Umdrehung stattfindet [28]. Dieses Szenario lässt sich umgehen, wenn man annimmt, dass zwei (oder mehr) Partialversetzungen auf angrenzenden Gleitebenen mit der Waldversetzung wechselwirken [27]. Dann annihilieren die Versetzungssegmente, die innerhalb der gebildeten Zwillingslamelle liegen, da sie entgegengesetzte Linienvektoren besitzen. Übrig bleiben lediglich die Zwillingsversetzungssegmente, die sich in umgekehrter Reihenfolge um den Pol nach oben bzw. nach unten bewegen. Sie sind durch eine größere Zahl von $\{111\}$ -Ebenen getrennt und die Passierspannung der Zwillingsversetzungen verringert sich, da diese indirekt proportional zum Abstand der Versetzungen ist [68, 69]. Abbildung 14 zeigt diesen Vorgang für zwei einlaufende Partialversetzungen.

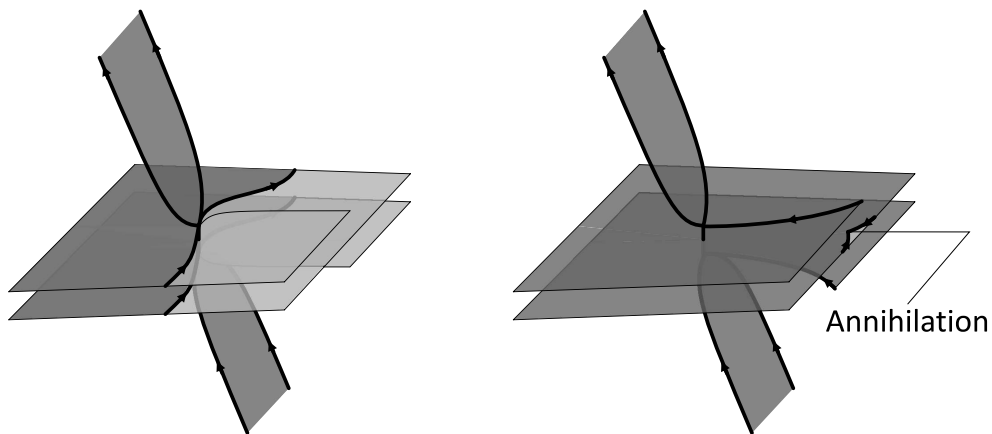


Abbildung 14: Einfacher Polmechanismus mit ähnlicher Ausgangskonfiguration wie in Abbildung 13, allerdings mit zwei Partialversetzungen auf benachbarten Gleitebenen. Die Annihilation von jeweils einem Arm der Partialversetzungen verhindert das direkte Passieren der sich um den Pol drehenden Teilstücke aus benachbarten Gleitebenen [27].

2.3.6 Polquellenmechanismus

Der wohl bekannteste Zwillingsmechanismus für kubischflächenzentrierte Metalle ist der Polquellenmechanismus nach Venables [13, 16], der das Problem der für den Polmechanismus notwendigen Versetzung $A\delta$ unter Zuglast und δC unter Drucklast zu klären scheint. Die Abfolge der Versetzungsreaktionen ist in Abbildung 15 gezeigt. Ausgangspunkt ist wiederum eine Waldversetzung mit einem Burgersvektor AD , die eine spiralförmige Verzerrung der Gleitebene der Primärversetzungen bewirkt. Durch vielfaches Schneiden der Waldversetzung mit einer primären Versetzung mit AC hat sich eine ausgedehnte Stufe zwischen N_1 und N_2 in der Versetzungslinie entlang AC gebildet (vgl. Abbildung 15(a)). Das Schneiden muss auf ein und derselben Ebene $ABC = (1\bar{1}1)$ erfolgen und kann z. B. durch eine aktive Frank-Read-Quelle in der Nähe der Waldversetzung hervorgerufen werden [13]. Das Segment zwischen N_1 und N_2 kann in eine sesshafte Frank-Partialversetzung und eine innerhalb von $ABC = (1\bar{1}1)$ gleitfähige Shockley-Partialversetzung aufspalten: $AD = A\delta + \delta D$ (vgl. Abbildung 15(b)). Unter der Wirkung der äußeren Last baucht sich die gleitfähige Partialversetzung aus und rotiert um die beiden begrenzenden Pole. Die spiralförmige Verzerrung der Gleitebene führt dabei wie beim Polmechanismus zu einer entgegengesetzten Bewegung senkrecht zur Gleitebene. Das Passieren der Partialversetzungssegmente auf angrenzenden Gleitebenen kann spontan durch die hohe Beschleunigung der Partialversetzung nach Überschreiten der kritischen Konfiguration erfolgen oder wie in Abbildung 14 durch die Annihilation von antiparallelen Partialversetzungen innerhalb der entstandenen Zwillingslamelle. Dazu ist es notwendig, dass kurze Segmente der Polquelle auf einer angrenzenden Gleitebene entstehen (vgl. Abbildung 15(c)). Wenn die Polquelle als Kinke vorliegt, handelt es sich bei der Entstehung dieser kurzen Segmente um einen einfachen (prismatischen) Gleitvorgang. Wenn die Polquelle als Sprung vorliegt, muss Klettern stattfinden. In jedem Fall sorgt die Entstehung dieser Segmente für eine Verringerung der Linienspannung der Polquelle. Die neuentstandenen Stufensegmente können wiederum in eine Frank- und eine Shockley-Partialversetzung dissoziieren (vgl. Abbildung 15(d)). Durch diesen Prozess kommt es genau wie in Abbildung 14 zu einer Auflösung der dazwischenliegenden Partialversetzungen. Ein Partialversetzungssegment, das um N_1 rotiert, und eines, das um den veränderten Pol N_2 rotiert, löschen sich dabei gegenseitig aus (vgl. Abbildung 15(e)). Das Passieren der außenliegenden Partialversetzungen wird durch die Abstandsvergrößerung vereinfacht. So kann ausgehend von dieser (Partial-)Versetzungslinie die Zwillingslamelle sukzessive in ihrer Dicke wachsen. Dabei nimmt die Wechselwirkung der Pole mit wachsender Dicke ab und im Grenzfall werden zwei Konfigurationen erreicht, die dem einfachen Polmechanismus entsprechen.

2.3 Zwillinge in kubischflächenzentrierten Metallen

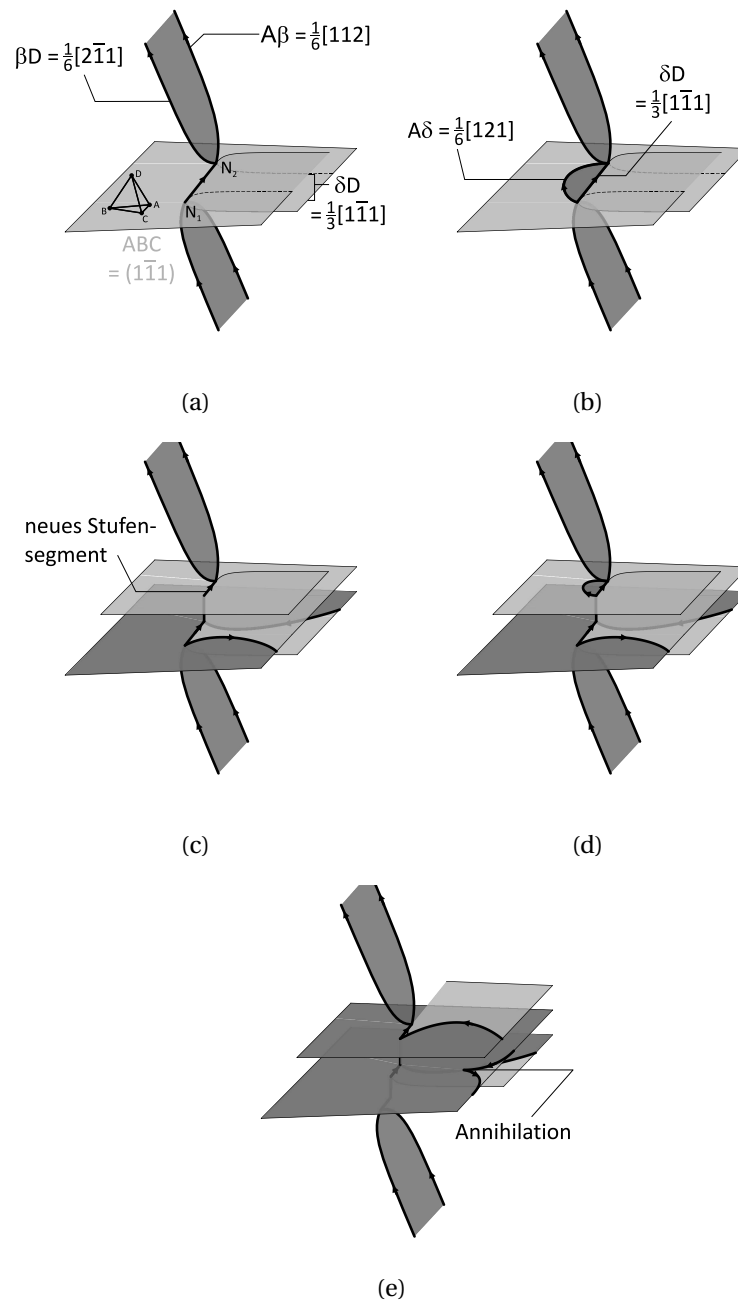


Abbildung 15: Polquellenmechanismus nach Venables [13, 16]: a) ausgedehnte Stufe in der Versetzungslinie begrenzt von zwei Versetzungspolen N_1 und N_2 , b) Aufspaltung der Stufe zu einer sesshaften Frank-Partialversetzung und einer gleitfähigen Shockley-Partialversetzung: $DA = D\delta + \delta A$, c) Entstehung von Stufen auf angrenzenden Gleitebenen (nur um N_2 gezeigt), d) erneute Aufspaltung und Rotation und e) Auflösung der dazwischenliegenden Partialversetzungen.

2 Zwillinge

Da die Orientierungsabhängigkeit der Aktivierung einer Polquelle in verschiedenen Arbeiten unterschiedlich bewertet wird [8, 13–17], wird dieses Problem anhand der in den Abschnitten 2.3.4 und 2.3.5 angewendeten Berechnungen im folgenden Abschnitt nachvollzogen. Als mögliche Waldversetzungen für den Polquellenmechanismus kommen Versetzungen mit den Burgersvektoren AD , BD , CD oder DA , DB , DC in Frage. Die Versetzungslinie des Stufensegments kann prinzipiell entlang von AC oder CA liegen. Unter einachsiger Zuglast können lediglich Polquellen mit Waldversetzungen mit AD oder BD aktiviert werden. Die möglichen Aufspaltungen der Stufensegmente sind in Abbildung 16(a) gezeigt. Die Beschreibung der Versetzungslinie $\underline{\xi}$ erfolgt mit:

$$\underline{\xi} = \left[-\sqrt{\frac{2}{3}} \cos(\vartheta), -\frac{\sqrt{3} \sin(\vartheta) + \cos(\vartheta)}{\sqrt{6}}, \frac{\cos(\vartheta) - \sqrt{3} \sin(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (35)$$

Der Stapelfehler breitet sich in Richtung $\underline{\Psi}$ aus:

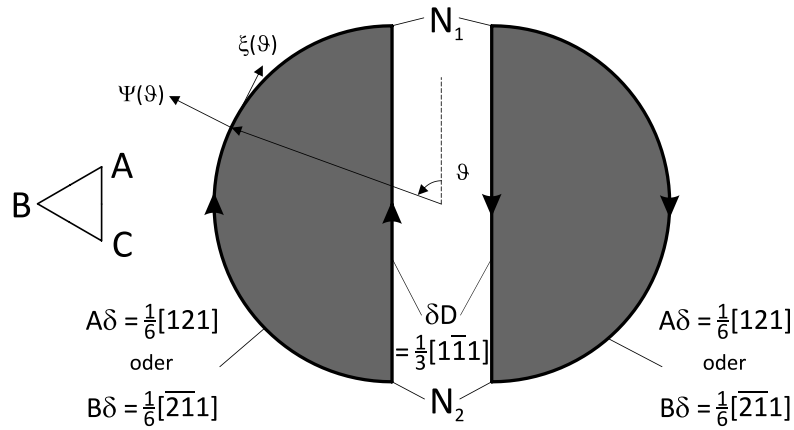
$$\underline{\Psi} = \left[\sqrt{\frac{2}{3}} \sin(\vartheta), \frac{\sin(\vartheta) - \sqrt{3} \cos(\vartheta)}{\sqrt{6}}, -\frac{\sin(\vartheta) + \sqrt{3} \cos(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (36)$$

Die entsprechenden projizierten Gleitkräfte in Ausbreitungsrichtung der Partialversetzungen mit $A\delta = \frac{1}{6}[121]$ und $B\delta = \frac{1}{6}[\bar{2}\bar{1}1]$ sind in den Abbildungen 16(b) & 16(c) gezeigt. Für den Burgersvektor $A\delta$ wird im gesamten Standarddreieck eine Vergrößerung des Stapelfehlers beobachtet, wobei das Maximum der projizierten Gleitkraft in der Nähe von $[111]$ - $[101]$ liegt. $B\delta$ hat lediglich im Bereich $[113]$ - $[001]$ - $[102]$ eine positive, projizierte Gleitkraft, die zudem deutlich kleiner ist als im Falle der Partialversetzung mit $A\delta$. Eine Partialversetzung mit $C\delta$ hat im gesamten Standarddreieck eine negative projizierte Gleitkraft, sodass es zu einer Kontraktion des Stapelfehlers kommt. Eine solche Polquelle kann nicht aktiviert werden. Unter einachsiger Zuglast entsteht die wahrscheinlichste Polquelle demnach aus einer Waldversetzung AD mit der Aufspaltung: $AD = A\delta + \delta D$.

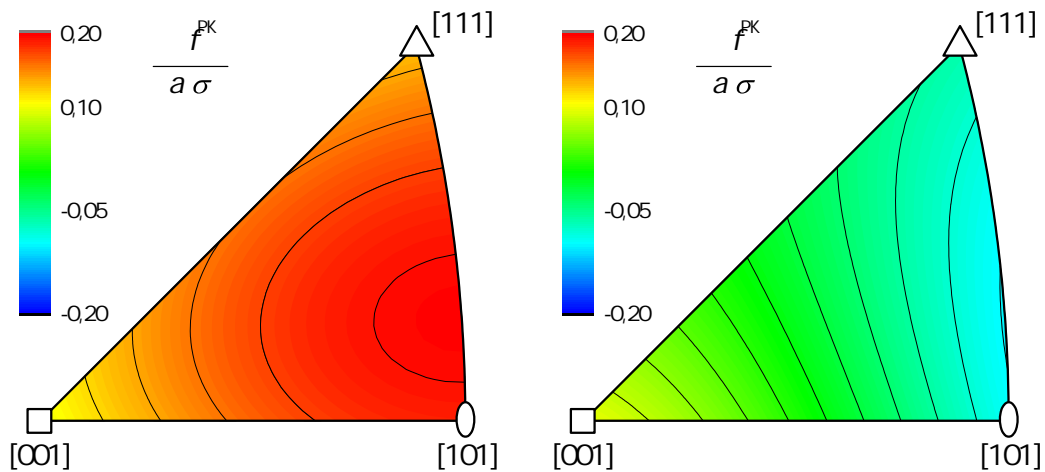
Unter einachsiger Drucklast haben lediglich Partialversetzungen mit einem Burgersvektor $\delta C = \frac{1}{6}[1\bar{1}\bar{2}]$ oder $\delta B = \frac{1}{6}[21\bar{1}]$ eine positive, projizierte Gleitkraft. Die möglichen Aufspaltungen der Waldversetzungen mit DC oder DB sind in Abbildung 17(a) gezeigt. Die Berechnung der projizierten Gleitkräfte in den Abbildungen 17(b) & 17(c) erfolgt mit:

$$\underline{\xi} = \left[\sqrt{\frac{2}{3}} \cos(\vartheta), \frac{\sqrt{3} \sin(\vartheta) + \cos(\vartheta)}{\sqrt{6}}, \frac{\sqrt{3} \sin(\vartheta) - \cos(\vartheta)}{\sqrt{6}} \right] \quad (37)$$

Die Projektionsrichtung $\underline{\Psi}$ ist dieselbe wie in Gleichung 36. Unter Drucklast entsteht demnach die wahrscheinlichste Polquelle aus einer Waldversetzung mit DC und die Aktivierung erfolgt im Bereich um $[001]$ -Richtungen parallel zur Druckachse.



(a)



(b)

(c)

Abbildung 16: a) Möglichkeiten zur Bildung einer Polquelle unter einachsiger Zuglast mithilfe einer primären Versetzung entlang von $AC = \frac{1}{2}[011]$ oder $CA = \frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$ und einer Waldversetzung vom Typ $AD = \frac{1}{2}[101]$ oder $BD = \frac{1}{2}[0\bar{1}1]$. Projizierte Gleitkraft in Ausbreitungsrichtung der Partialversetzung mit: b) $A\delta = \frac{1}{6}[121]$ und c) $B\delta = \frac{1}{6}[\bar{2}\bar{1}1]$.

2 Zwillinge

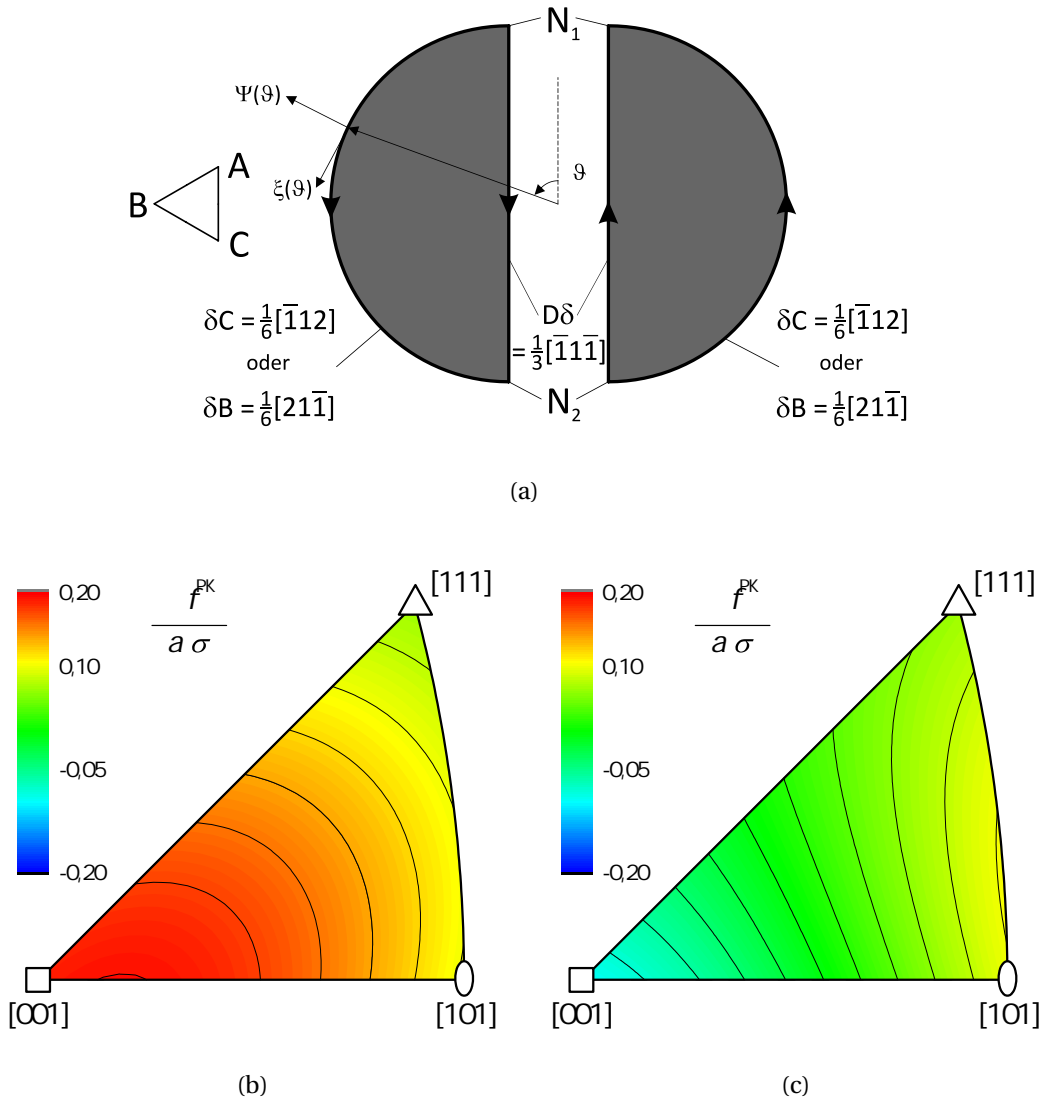


Abbildung 17: a) Möglichkeiten zur Bildung einer Polquelle unter einachsiger Zuglast mithilfe einer primären Versetzung entlang von $CA = \frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$ oder $AC = \frac{1}{2}[011]$ und einer Waldversetzung vom Typ $DC = \frac{1}{2}[\bar{1}10]$ oder $DB = \frac{1}{2}[01\bar{1}]$. Projizierte Gleitkraft in Ausbreitungsrichtung der Partialversetzung mit: b) $\delta C = \frac{1}{6}[1\bar{1}\bar{2}]$ und c) $B\delta = \frac{1}{6}[21\bar{1}]$.

Auch der Polquellenmechanismus ist demzufolge in der Lage, die Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung in kubischflächenzentrierten Metallen richtig zu beschreiben. Welcher Mechanismus am Ende für die Bildung von Zwillingen bei mechanischer Last sorgt, hängt vermutlich stark von den Randbedingungen der Verformung ab. Für den Polquellenmechanismus ist eine gewisse Versetzungsaktivität auf dem sekundären Gleitsystem erforderlich, um eine genügend große Zahl an Waldversetzungen zur Verfügung zu stellen. Eine Aktivierung einer Polquelle bei geringen Dehnungen ist daher unwahrscheinlich oder nur in bestimmten Orientierungen möglich, die nahe der Symmetrale liegen und ein Doppelgleiten zulassen. Eine geringe Stapelfehlerenergie sorgt dafür, dass die Waldversetzungen eine große Dissoziationsweite besitzen, was die notwendige Einschürung der Versetzung vor der Bildung der Polquelle erschwert [32]. Zudem sollten die Knoten N_1 und N_2 in einem solchen Fall auch noch dissoziiert vorliegen, was die Operation der Quelle zusätzlich erschwert [13]. Bei geringen Stapelfehlerenergien sind also andere Bildungsmechanismen wie die sukzessive Koagulation von Stapelfehlern wahrscheinlicher.

2.3.7 Wechselwirkung von Zwillingen mit Versetzungen

Der Beitrag von Zwillingen zu den mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffs ist direkt mit den Wechselwirkungen von Versetzungen mit der Zwillingsgrenze verknüpft. Eine beliebige Großwinkelkorngrenze kann die Fortbewegung der Versetzung über die Grenzfläche hinweg verhindern, da die Gleitsysteme in der Regel nicht in das Nachbarkorn übergehen. Bei der weiteren Bildung von Versetzungen auf dem bereits aktivierten Gleitsystem kommt es in der Nähe der Korngrenze zu einem Aufstau der Versetzungen und eine Rückspannung auf die erzeugende Versetzungsquelle entsteht. Diese Spannung ist der äußeren Last entgegengesetzt. Bei ausreichend hoher Last kann im Nachbarkorn ebenfalls eine Versetzungsquelle aktiviert werden und die Verformung voranschreiten [74]. Die vergrößerte Schubspannung, die notwendig ist, um die Verformung des Gesamtkörpers zu ermöglichen, führt zu einem Härtingsbeitrag bei Kornfeinung. Nach diesem Hall-Petch-Mechanismus [75, 76] ist die Festigkeitssteigerung proportional zur inversen Wurzel der Korngröße $D^{-1/2}$. Obwohl die Zwillingsgrenze ebenfalls eine Großwinkelkorngrenze ist, ergeben sich für Versetzungen in kubischflächenzentrierten Metallen aufgrund der speziellen Orientierungsbeziehung im Zwillingsystem $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ und der Möglichkeit zur Kohärenz der Zwillingsgrenze auch Möglichkeiten zur Überwindung der Zwillingsgrenze [5, 11, 12, 58].

Jin u. a. [11, 12] und Chassagne, Legros und Rodney [58] untersuchten mithilfe von Molekulardynamiksimulationen die Wechselwirkung von Versetzungen mit Zwillingsgren-

2 Zwillinge

zen. Dabei wurde der Fall einer einfachen Schraubenversetzung analysiert [11, 58]. Abbildung 18 zeigt eine dissoziierte Versetzung mit $AC = A\delta + \delta C$ auf $ABC = (1\bar{1}1)$, die mit einer Zwillingsgrenze $ACD = (11\bar{1})$ unter Wirkung der eingezeichneten Schubspannung τ wechselwirkt. Der Burgersvektor der vollständigen Versetzung ist damit Element der Zwillingsgrenze. Durch die anliegende Schubspannung ergeben sich Gleitkomponenten der Peach-Köhler-Kraft von $2 \cdot f_{\text{init}} = \frac{\sqrt{2}}{2} a\tau$ für die vollständige Versetzung und $f_{\text{init}} = \frac{\sqrt{2}}{4} a\tau$ für die Partialversetzungen. Für diese Wechselwirkung werden zwei prinzipielle Szenarien beobachtet [11, 58]: (i) Die Versetzung dringt in die Zwillingsgrenze ein (vgl. Abbildung 18(b)) und dissoziiert dort (vgl. Abbildung 18(c)) oder (ii) die Versetzung dringt in die Zwillingsgrenze ein (vgl. Abbildung 18(b)), überwindet die Zwillingsgrenze und kann die Gleitung im Zwilling im dissoziierten Zustand fortsetzen (vgl. Abbildung 18(d)).

Beiden Prozessen ist gemein, dass die Versetzung zunächst kontrahiert und in die Grenzfläche eindringt. Ein Quergleiten in den Zwilling oder in die Grenzfläche über einen Fleischer-Mechanismus⁷ wird nicht beobachtet. Die notwendige Schubspannung für diesen ersten Teilschritt steigt dabei mit sinkender Stapelfehlerenergie. Nach Jin u. a. [11] ist die notwendige Schubspannung in Kupfer mit 300 MPa fast dreimal so groß wie in Aluminium, wo die Zusammenführung der Partialversetzungen aufgrund der hohen Stapelfehlerenergie γ_{ISF} an der Grenzfläche spontan erfolgt. Nach dieser Einschnürung kann eine Wiederaufspaltung sowohl innerhalb der Zwillingsgrenze erfolgen als auch auf dem entsprechenden Gleitsystem des Zwillings. Dabei ist die Gleitkraft innerhalb der Grenzfläche mit $\frac{7}{9} f_{\text{init}}$ etwas größer als für die Gleitung im Zwilling mit $\frac{1}{3} f_{\text{init}}$. Eine Dissoziation und eine fortgesetzte Gleitung innerhalb der Zwillingsgrenze wird z. B. für Aluminium beobachtet und erfolgt *nicht* durch ein einfaches Quergleiten (nach Friedel-Escaig [79]) des Partialversetzungspaars wie es aus den wirkenden Gleitkräften zu erwarten wäre – die Gleitkräfte sind für beide Partialversetzungen gleich groß und zeigen beide in Richtung $D\beta = D'\beta'$ (vgl. Abbildung 18(c)). Stattdessen bewegen sich die Partialversetzungen nach der Dissoziation in entgegengesetzte Richtungen und vergrößern damit die Zwillingslamelle um eine Atomlage. Dieses Verhalten wird für Aluminium auch beobachtet, wenn die vollständige Versetzung aus Abbildung 18(b) ohne äußere Last in die Zwillingsgrenze eingebaut wird. In Kupfer und Nickel beobachten Jin u. a. [11] den Übergang der Versetzung auf das entsprechende Gleitsystem im Zwilling. Durch die Spiegelsymmetrie muss die Reihenfolge von führender und nachfolgender Partialversetzung getauscht werden, um bei der Wiederaufspaltung einen intrinsischen Stapelfehler bilden zu können.

⁷Der populärste Quergleitmechanismus nach Friedel-Escaig geht von einer Einschnürung der Partialversetzungen zu einer vollständigen Versetzung vor dem Wechsel des Gleitsystems aus [9, 77]. Beim Mechanismus nach Fleischer verlässt nur die führende Partialversetzung unter Bildung einer sesshaften Frank-Partialversetzung die ursprüngliche Gleitebene [9, 78].

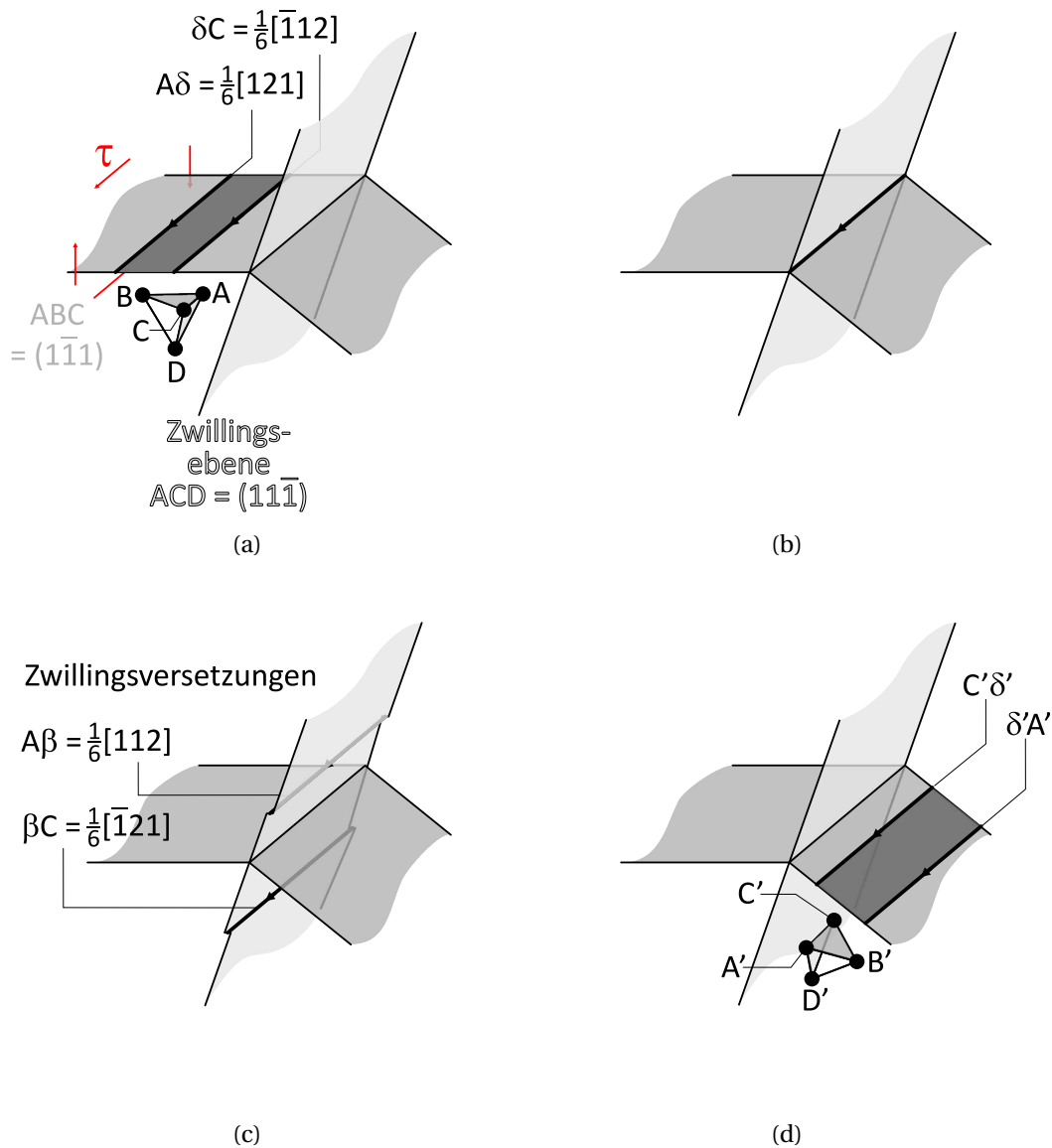


Abbildung 18: Stadien der Wechselwirkung einer dissoziierten Schraubenversetzung mit $AC = A\delta + \delta C$ auf $ABC = (1\bar{1}1)$ mit einer Zwillingsebene $ACD = (11\bar{1})$ in kubischflächenzentrierten Metallen bei einfacher Scherbelastung τ (angepasst aus Quelle [11]): a) Ausgangssituation, b) Einschnürung der Versetzung innerhalb der Zwillingsebene, c) erneute Dissoziation innerhalb der Zwillingsebene und d) Quergleiten auf entsprechendem Gleitsystem innerhalb des Zwillings (gestrichenes Koordinatensystem).

2 Zwillinge

Entscheidend dafür, welcher Ablauf eintritt, ist das Verhältnis von intrinsischer Stapelfehlerenergie γ_{ISF} und Energiebarriere zum Vergrößern der Zwillingslamelle γ_{UT} . Im Fall von Aluminium ist die Energiebarriere γ_{UT} deutlich kleiner als die Exzessenergie eines intrinsischen Stapelfehlers γ_{ISF} (vgl. Tabelle 2). Demzufolge ist die vollständige Dissoziation einer Versetzung innerhalb der Zwillingsgrenze energetisch günstig. Bei Kupfer ist γ_{UT} hingegen größer als γ_{ISF} und die Dissoziation der Versetzung zu einem intrinsischen Stapelfehler ist energetisch bevorzugt. Unabhängig davon welcher Mechanismus (Abbildung 18(c) oder 18(d)) auftritt, erfolgt entweder eine Übertragung der Gleitung oder eine Aufnahme der Gleitung durch die Zwillingsgrenze, ohne dass ein Defekt in der Grenzfläche zurückbleibt.

Die Wechselwirkung gemischter Versetzungen und Zwillingsgrenzen wurde in Jin u. a. [12] behandelt. Dabei ist der Burgersvektor kein Element der Zwillingsgrenze und es ist zu erwarten, dass Defekte in der Grenzfläche zurückbleiben. Die beobachteten Wechselwirkungsszenarien sind in den Abbildungen 19 und 20 zusammengefasst. Abbildung 19 zeigt die beobachteten Szenarien, wenn die führende Partialversetzung eine 30° -Versetzung ist, und Abbildung 20, wenn die führende Partialversetzung eine reine Stufenversetzung ist. Wie im Fall der Schraubenversetzung wird in allen Fällen eine Einschnürung der Versetzung wie in Abbildung 18(c) vor der folgenden Reaktion beobachtet. Während für die überwiegende Zahl der Fälle eine Ausbildung eines sesshaften Defekts an der Stelle der Wechselwirkung beobachtet wird (Abbildungen 19(c), 19(d), 20(b) und 20(c)), wird für Kupfer ein Mechanismus gefunden, der ein Passieren der Grenzfläche ohne zurückbleibenden Defekt zulässt. Die entstehende Zwillingsversetzung $D\beta$ (Abbildung 19(b)) ergänzt das in der Zwillingslamelle gleitende Versetzungspaar zum Burgersvektor der einlaufenden Versetzungen nach der Reaktion $BC = B\delta + \delta C = C'\delta' + \delta'B' + D\beta$. Es besteht also auch für gemischte Versetzungen die Möglichkeit die Zwillingsgrenze ohne Defektausbildung in der Grenzfläche zu passieren.

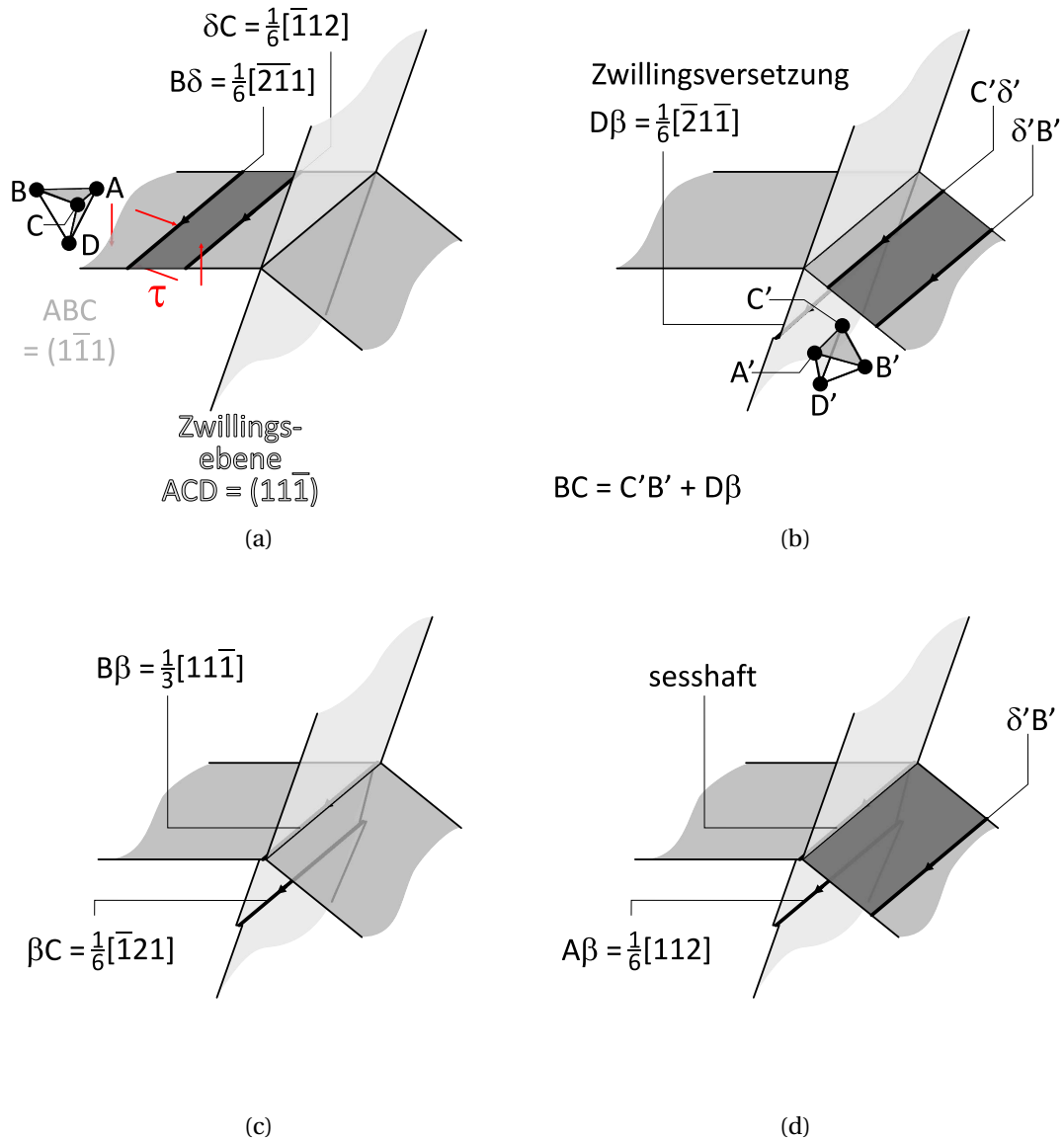


Abbildung 19: Stadien der Wechselwirkung einer gemischten Versetzung mit $BC = B\delta + \delta C$ auf $ABC = (1\bar{1}1)$ mit einer Zwillingsgrenze $ACD = (11\bar{1})$ in kubischflächenzentrierten Metallen bei einfacher Scherbelastung τ (angepasst aus [11]): a) Ausgangssituation, b) Quergleiten auf entsprechendem Gleitsystem innerhalb des Zwillings unter Bildung einer Zwillingsversetzung, c) Ausbildung einer sesshaften Frank-Partialversetzung und einer Zwillingsversetzung und d) Bildung einer sesshaften Partialversetzung in der Grenzfläche, einer Zwillingsversetzung und Gleitung einer Partialversetzung im Zwilling (gestrichenes Koordinatensystem).

2 Zwillinge

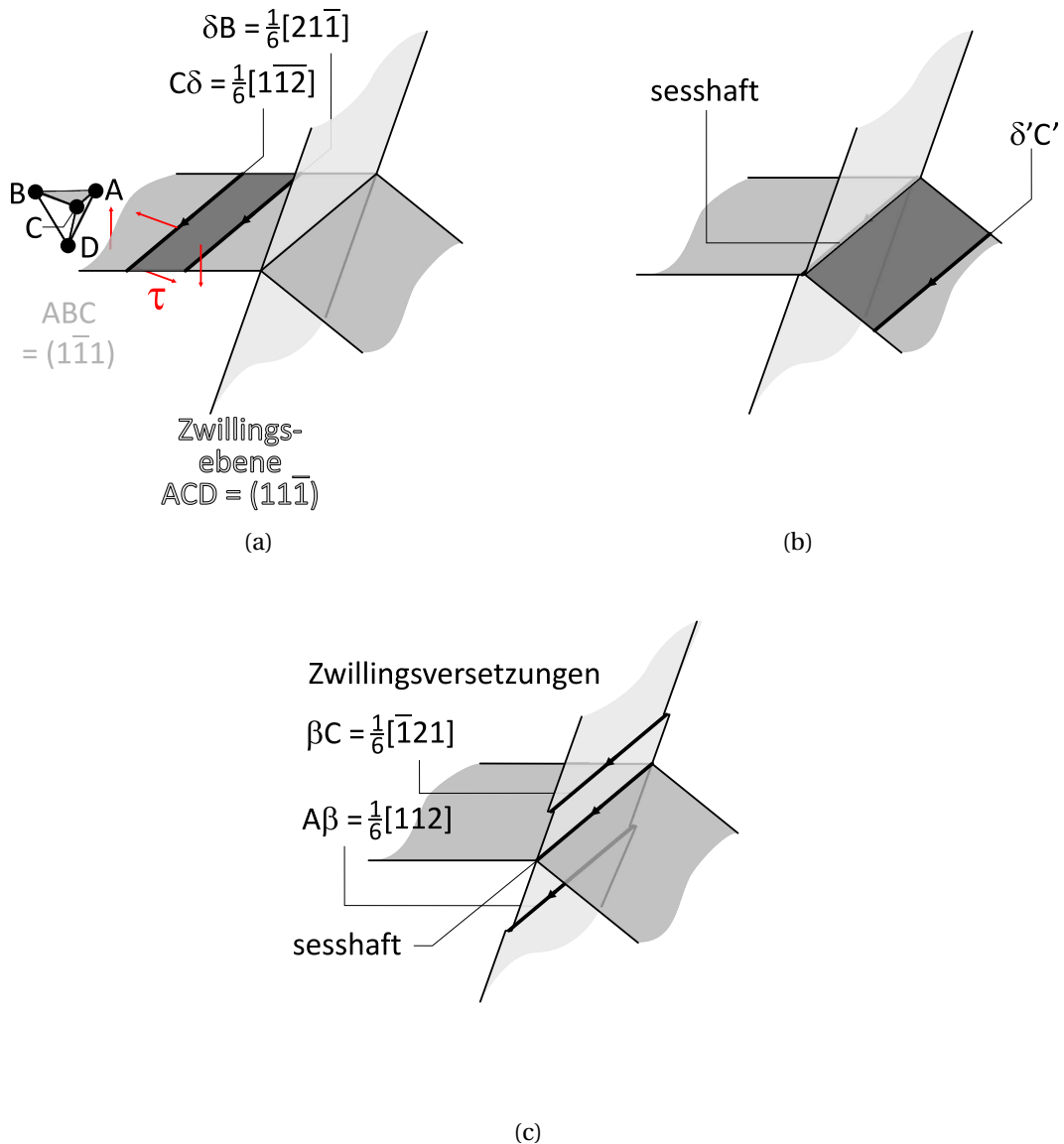


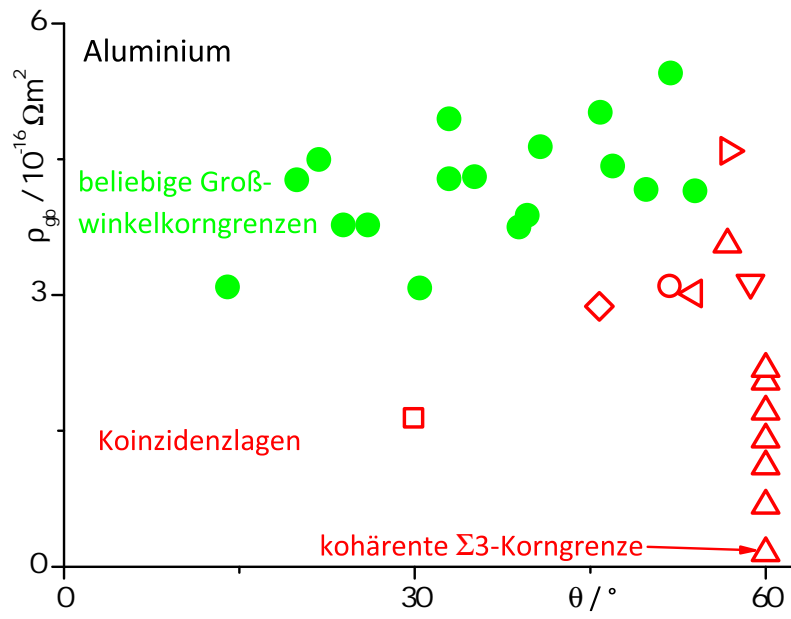
Abbildung 20: Stadien der Wechselwirkung einer gemischten Versetzung mit $CB = B\delta + \delta C$ auf $ABC = (1\bar{1}\bar{1})$ mit einer Zwillingsebene $ACD = (1\bar{1}\bar{1})$ in kubischflächenzentrierten Metallen bei einfacher Scherbelastung τ (angepasst aus Quelle [11]): a) Ausgangssituation, b) Ausbildung einer sesshaften Partialversetzung in der Grenzfläche und Gleitung einer Partialversetzung im Zwilling mit zurückbleibendem Stapelfehler und c) Ausbildung von zwei Zwillingversetzungen und einer sesshaften Versetzung innerhalb der Grenzfläche.

2.3.8 Beitrag von Zwillingen zum elektrischen Widerstand

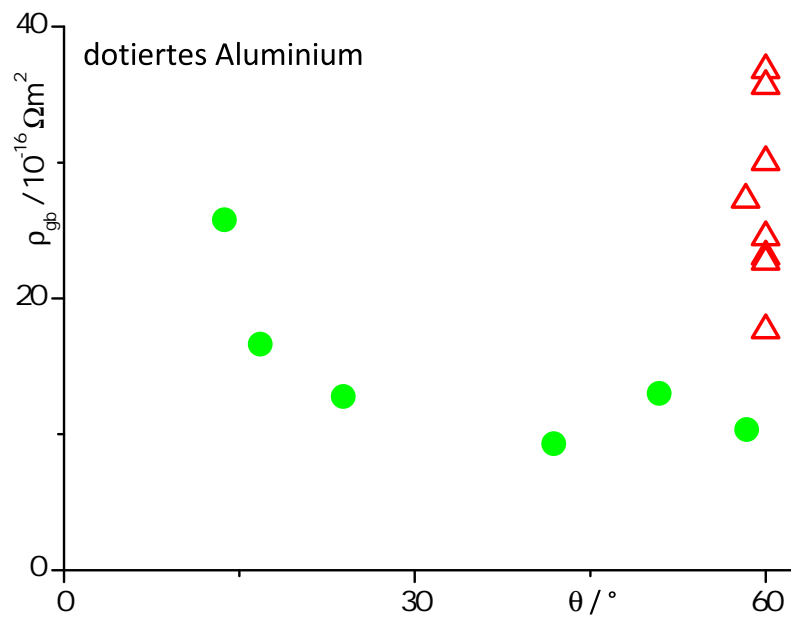
Der elektrische Widerstand ist das Resultat einer Störung des periodischen Potentials des Idealkristalls [80]. In dieser Hinsicht lässt sich der Beitrag von Korngrenzen zum spezifischen elektrischen Widerstand in zwei Anteile zerlegen [81]. Zunächst wird die langreichweitige Ordnung des Kristalls durch den Orientierungsunterschied der beiden durch eine Korngrenze getrennten Körner gestört. Eine langreichweitige Ordnung über die Korngrenze hinweg wird lediglich bei Koinzidenzlagen erreicht und die Ordnung lässt sich entsprechend mithilfe des Koinzidenzlagengitters beschreiben. Ein weiterer Beitrag ergibt sich durch die Störung der Nahordnung innerhalb der eigentlichen Korngrenze. Eine Kohärenz der Korngrenze kann dabei zu einer Verringerung des Streupotentials führen, da die Korngrenzenebene regulärer Bestandteil der Kristallstrukturen beider Körner ist.

Es gibt nur eine sehr begrenzte Anzahl von Versuchen, die spezifischen Widerstandsbeiträge von Korngrenzen systematisch zu erfassen. Daher erfolgt die nachfolgende Diskussion an Ergebnissen von Nakamichi [4] an Aluminium. Abbildung 21(a) fasst die Daten von zonengereinigtem Aluminium als spezifischer elektrischer Widerstand der Korngrenze ρ_{gb} bei 4,2 K in Abhängigkeit der Orientierungsdifferenz θ zusammen. Der Beitrag von Korngrenzen in Aluminium zum elektrischen Widerstand liegt dabei im Bereich von $10^{-16} \Omega m^2$. Es ist zu sehen, dass der Orientierungsunterschied einen schwachen Einfluss auf den elektrischen Widerstandsbeitrag hat. Dagegen sind die spezifischen Grenzflächenwiderstände der Koinzidenzlagen durchweg niedriger als bei beliebigen Großwinkelkorngrenzen. Zudem zeigt sich, dass kohärent auftretende Zwillingsgrenzen einen deutlich geringeren Beitrag zum elektrischen Widerstand haben als inkohärente Korngrenzen. Den niedrigsten Widerstandsbeitrag in der Untersuchung von Nakamichi haben kohärente $\Sigma 3$ -Korngrenzen [4].

Um den Einfluss von Korngrenzen auf den elektrischen Widerstand insgesamt beurteilen zu können, muss dieser Beitrag im Vergleich zu anderen relevanten Streuzentren diskutiert werden. Die für diese Arbeit relevanten zusätzlichen Streuzentren sind Leerstellen, Versetzungen und Legierungsatome in einphasigen Mischkristallen. Für Aluminium werden spezifische Widerstandsbeiträge in der Größenordnung von $10^{-8} \Omega m/at\%$ für Leerstellen [82], $10^{-25} \Omega m^3$ für Versetzungen [83] und $10^{-9} \Omega m/at\%$ bis $10^{-7} \Omega m/at\%$ für Fremdatome [84] gefunden. Im Fall von Kupfer finden sich ähnliche Werte in der selben Größenordnung [84–86]. Der spezifische Korngrenzenbeitrag liegt sowohl bei Aluminium als auch Kupfer im Bereich von $3 \cdot 10^{-16} \Omega m^2$ [4, 87] liegt. Um einen Vergleich möglich zu machen, müssen die absoluten Widerstandsbeiträge abgeschätzt werden. Man er-



(a)



(b)

Abbildung 21: Spezifischer Korngrenzenwiderstand von beliebigen Großwinkelnkorngrenzen und Koinzidenzlagen in: a) Aluminium und b) dotiertem Aluminium. Daten entnommen aus [4].

hält maximal $10^{-10} \Omega\text{m}$ für Leerstellen⁸, $10^{-8} \Omega\text{m}$ für Versetzungen⁹, $10^{-8} \Omega\text{m}$ für Fremdatome¹⁰ und $6 \cdot 10^{-10} \Omega\text{m}$ für Korngrenzen¹¹. Insgesamt fällt der Beitrag von Korngrenzen auf den elektrischen Widerstand im Vergleich zu Fremdatomen und Versetzungen deutlich kleiner aus. Dabei entspricht eine Konzentration von 1 at% Legierungselement mit einem moderaten Widerstandsbeitrag von $5 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m/at\%}$ einem Gefüge mit einer mittleren Korngröße von lediglich 12 nm ($D \approx \frac{2\rho_{\text{gb}}}{x \cdot \rho_{\text{at}}}$). Der Beitrag von Legierungsatomen ist somit dominanter als der von Großwinkelkorngrenzen. Dies zeigt auch ein Vergleichsexperiment von Nakamichi, das in Abbildung 21(b) dargestellt ist. Die Dotierung von Aluminium mit Silber vergrößert die Widerstandsbeiträge von Großwinkelkorngrenzen um mehr als eine Größenordnung. Dies kann auf eine mögliche Korngrenzensegregation des Dotierungselements hinweisen. Der Einfluss der Orientierungsdifferenz und der Störung der Nahordnung auf den elektrischen Widerstand wird dann völlig von der erhöhten Fremdatomkonzentration in der Nähe der Korngrenze überdeckt. Bei Zwillingsgrenzen in kubischflächenzentrierten, einwertigen Metallen wie Kupfer, Silber und Gold sollte der Effekt noch ausgeprägter sein, wenn mehrwertige Legierungselemente wie Zink, Aluminium, Gallium oder Zinn verwendet werden. Mehrwertige Legierungselemente tendieren zur Segregation in der Umgebung von Stapelfehlern und Zwillingsgrenzen. Durch die Anreicherung von mehrwertigen Elementen wird lokal eine Absenkung der Stapelfehlerenergie erreicht, die auch zur Verringerung der mit ihr verbundenen Zwillingsgrenzenenergie (vgl. Abschnitt 2.3.1) führt. So kann durch die Segregation eine Verringerung der Energie des Gesamtsystems erreicht werden. Dieser Mechanismus hat durch die Segregation an aufgespaltenen Versetzungen auch einen Härtungsbeitrag und ist als Suzuki-Effekt bekannt [88].

⁸für eine vergleichsweise hohe Leerstellendichte von 10^{-2} at\%

⁹für eine vergleichsweise hohe Versetzungsdichte von 10^{-17} m^{-2}

¹⁰für einen moderaten Widerstandsbeitrag von $10^{-8} \Omega\text{m/at\%}$ und einem Legierungsgehalt von 1 at%

¹¹für eine Korngröße von 1 μm

3 Ziehtechnologie

In Kapitel 2 konnte gezeigt werden, dass eine effektive und homogene mechanische Zwillingsbildung während der Herstellung eines Kupferhalbzeugs durch Kaltumformung an folgende Randbedingungen geknüpft ist: (i) Temperaturen deutlich unterhalb von Raumtemperatur, z. B. durch Kühlung in flüssigem Stickstoff und (ii) Zuglasten parallel zu $\langle 111 \rangle$ -Richtungen oder Drucklasten parallel zu $\langle 001 \rangle$ -Richtungen. Letzteres bedeutet, dass die Texturteilung des Materials zu dem durch das Umformverfahren und das Fließverhalten des Werkstoffs bestimmten Spannungszustand in der Umformzone passen muss.

Im Falle des Drahtziehens sind diese Voraussetzungen in erster Näherung gut erfüllt. Zum einen entwickelt sich beim Drahtziehen kubischflächenzentrierter Metalle eine doppelte Fasertextur mit $\langle 001 \rangle$ - und dominantem $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturanteil [89]. Zum anderen lässt der Spannungszustand in erster Näherung eine homogene Zwillingsbildung zu. Der Spannungszustand während des Drahtziehens kann in einfacher Näherung durch die elementare Plastizitätstheorie ortsabhängig dargestellt werden. Die in Abbildung 22 dargestellten Spannungen können mit $\sigma_x = \sigma_y = (R(z) - 1)\sigma$ und $\sigma_z = R(z)\sigma$ im Hauptachsensystem analytisch beschrieben werden [90–92]. Die Ortsabhängigkeit wird durch die Funktion $0 \leq R(z) < 1$ beschrieben und die absolute Größe der angelegten Spannungen durch den Parameter $\sigma > 0$, der mit der Ziehkraft am Ziehholausgang skaliert. Anhand der in Abschnitt 2.3.4 verwendeten Projektion zur Berechnung der projizierten Scherspannung $\tau^{\text{RSS}} = \underline{d} \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{p}$ lässt sich diese für den Drahtzug berechnen:

$$\tau^{\text{RSS}} = d_z p_z \sigma \quad (38)$$

Sofern die kritische Spannung für einen Verformungsmechanismus durch die Umformung erreicht wird ($\tau^{\text{RSS}} = \tau_c$), wird die Verformung homogen in der gesamten Umformzone durch diesen Verformungsmechanismus getragen, da die Ortsabhängigkeit des Spannungszustands in der projizierten Scherspannung verschwindet ($\tau^{\text{RSS}} \neq \tau^{\text{RSS}}(z)$). Der Verformungsmechanismus ist hierbei durch die auf die Drahtachse projizierten Scherelemente d_z und p_z (Scherrichtung & Scherebenennormale) charakterisiert. Im Falle des Walzens ist diese ortsunabhängige Scherspannung zum Beispiel nicht gegeben. Zudem treten dort eine Vielzahl weiterer Texturkomponenten auf, die eine homogene Verzwilligung unmöglich machen. Konkova u. a. [93] konnten anhand von detaillierten Orientierungsabbildungen nachweisen, dass die mechanische Zwillingsbildung nur wenig zur Verfeinerung von Kupfer während des Walzens mit Vorkühlung in flüssigem Stickstoff beiträgt.

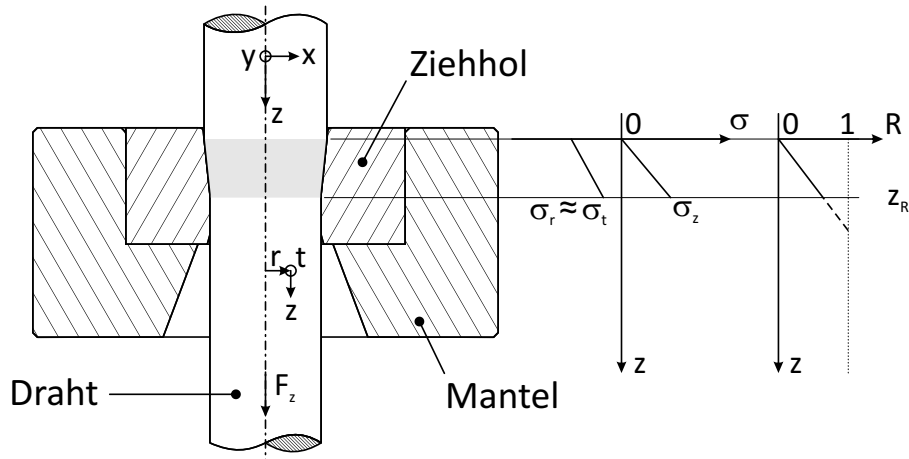


Abbildung 22: Schema des Spannungszustands beim Drahtziehen anhand der elementaren Plastizitätstheorie.

Die oben gezeigte Rechnung kann die Realität nur unzureichend nachstellen. In der Praxis wird das Hauptachsensystem nicht mit dem in Abbildung 22 gezeigten Koordinatensystem übereinstimmen und ein zusätzlicher Spannungsterm ist notwendig, um die Situation korrekt beschreiben zu können. Zusätzlich verändert sich durch die mögliche Aktivierung der Zwillingsbildung und Unterdrückung dynamischer Erholung das Fließverhalten und die Texturentwicklung des Materials sowie durch die Absenkung der Temperatur auch die Reibung zwischen Ziehhol und Werkstück. Diese Einflüsse werden in der vorliegenden Arbeit experimentell erfasst und in Kapitel 4 für reines Kupfer beschrieben.

Da das Werkstück in der Umformzone geschmiert werden muss, ist eine Umsetzung des Drahtziehens mit Stickstoffkühlung deutlich schwieriger als z. B. ein Walzen mit Vorkühlung in flüssigem Stickstoff. Aus diesem Grund wird in den nächsten Abschnitten zunächst eine praktisch umsetzbare Ziehtechnologie für den Einsatz mit flüssigem Stickstoff vorgestellt.

3.1 Qualifizierung der Schmierung bei Kühlung mit flüssigem Stickstoff

Bei Raumtemperatur werden in der Regel Ziehöl, -emulsionen oder -pulver verwendet. Für die Schmierung in flüssigem Stickstoff scheiden bei Raumtemperatur flüssige Schmiermittel aus, da sie bei 77 K im festen Aggregatzustand vorliegen. Pulver als Feststoffschmiermittel eignen sich nur bedingt, da das während der Kühlung auftretende Leidenfrost-Phänomen ein Aufbringen und Haften auf der Oberfläche des Drahtes erschwert. Aus diesem Grund kommen in der vorliegenden Arbeit sprühbare Gleit-

3 Ziehtechnologie

lacke zum Einsatz. Dabei handelt es sich um herkömmliche Lacke, deren funktionelle Anteile durch Pulverteilchen des jeweiligen Schmiermittels gebildet werden. Diese können durch Sprühen einfach und dicht auf dem Draht aufgebracht werden. Die in dieser Arbeit verwendeten Trockenschmierstoffe Polytetrafluorethylen (PTFE), Molybdändisulfid (MoS_2) und Graphit sind Untersuchungen der Luft- und Raumfahrttechnik entnommen [94–96], die dort zunehmend als Opferschichten und selbstschmierende Systeme unter extremen Bedingungen zum Einsatz kommen. Darüber hinaus wurde MoS_2 bereits erfolgreich als Schmierstoff für die hochgradige Umformung mittels ECAP („equal-channel angular pressing“) einer schwer verformbaren Aluminiumlegierung bei tiefen Temperaturen eingesetzt [97]. Die verwendeten Schmiermittel bieten unter anderem Vakuum- sowie Temperaturbeständigkeit und stehen als kommerziell erhältliche, sprühbare Gleitlacke zur Verfügung (PTFE PRO 407 GT, MoS_2 PRO 417 GM und Graphit PRO 437 GG, jeweils von der Firma Proline®). Abbildung 23 zeigt Aufnahmen der auf einen Kupferdraht aufgetragenen Gleitlacke. Die Schmierstoffschichten sind dicht und kontinuierlich. Bei Graphit und MoS_2 liegen die Schmierstoffpartikel als spratzige Teilchen bzw. Plättchen vor, während PTFE keine ausgeprägte, granulare Form aufweist. Bei keinem der verwendeten Gleitlacke tritt während der Abkühlung in flüssigem Stickstoff ein Abplatzen der Schmierstoffschicht auf.

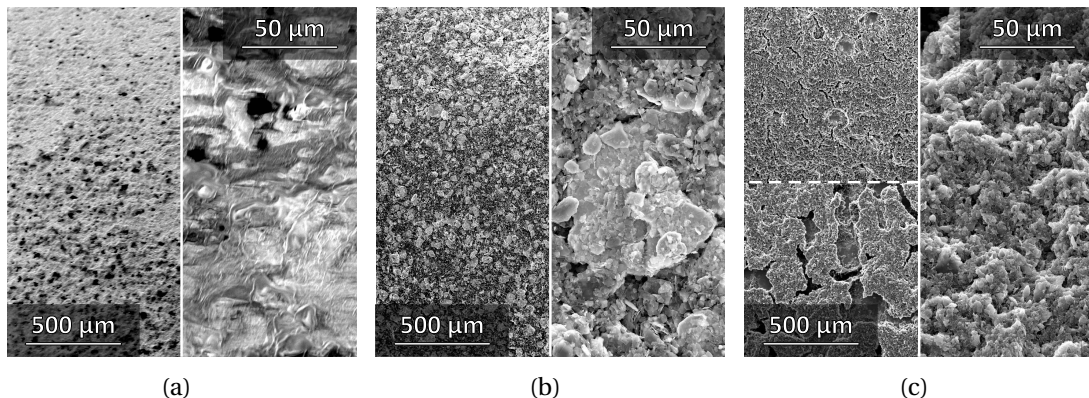


Abbildung 23: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (Sekundärelektronenkontrast) verschiedener Gleitlacke nach der Applikation auf einem Kupferdraht: a) PTFE, b) MoS_2 und c) Graphit.

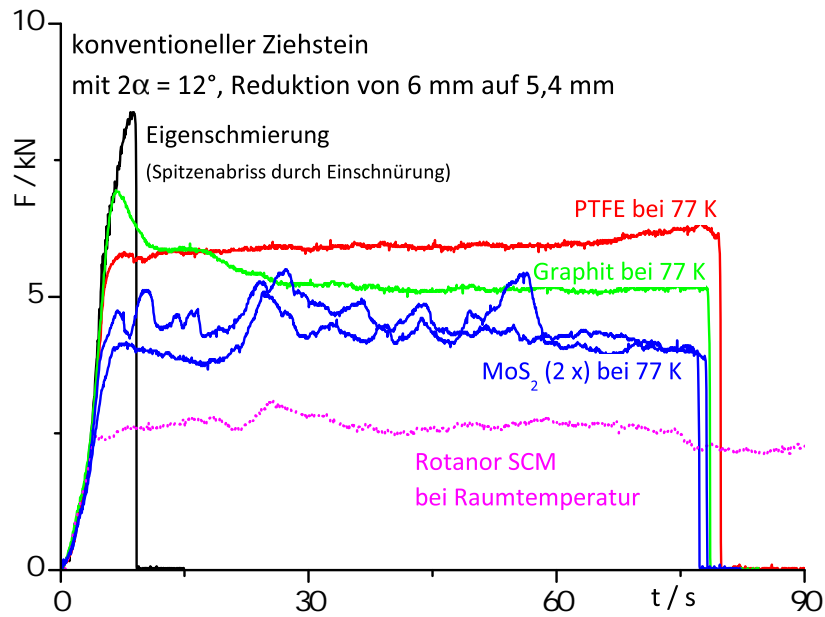
Abbildung 24(a) bietet eine Gegenüberstellung der notwendigen Ziehkräfte für die verschiedenen Schmierstoffvarianten. Das untersuchte Cu-OF (CW007A, EN 1977) im ziehharten Anlieferungszustand lässt sich ohne Schmierung nicht ziehen, da es direkt nach dem Ziehhol einschnürt und reißt. Bei Verwendung der Gleitlacke wird ein Ziehen mit Stickstoffkühlung möglich. Dazu wird der Draht ausreichend in flüssigem Stickstoff vorgekühlt. Der Ziehstein und die Ziehsteinaufnahme liegen ebenfalls in flüssigem Stick-

stoff und der Draht wird durch den Ziehstein aus dem Stickstoff herausgezogen. Eine MoS₂-Schmierung zeigt dabei die niedrigste Ziehkraft. Allerdings ist der zeitliche Ziehkraftverlauf sehr unregelmäßig. Ein Vergleich über mehrere Ziehschritte hinweg zeigt (Abbildung 24(b)), dass sich mit zunehmender Stichzahl ein stabil schmierender Film aufbaut. Im Vergleich zu einem Standardziehöl (Rotanor SCM für Buntmetalle der Firma Rhenus Lub), das bei Raumtemperatur eingesetzt wird, liegen die Ziehkräfte deutlich höher. Dies ist nicht allein auf eine verminderte Schmierwirkung nahe 77 K zurückzuführen, sondern auch auf die deutlich unterschiedliche Verfestigung und Fließgrenze des untersuchten Materials bei tiefen Temperaturen. Das durch die Unterdrückung der dynamischen Erholung und die Aktivierung der mechanischen Zwillingsbildung bestimmte Verfestigungsverhalten wird in Abschnitt 4.4 erläutert. Um ein Material mit deutlich höherer Festigkeit zu testen und somit den Druck auf den Schmierfilm in der Umformzone zu erhöhen, wurden zusätzlich Versuche mit hochlegiertem Messing CuZn37 (CW508A, EN 1977) durchgeführt. Die Ergebnisse unterscheiden sich im Wesentlichen nur im höheren Ziehkraftbedarf von den in Abbildung 24 dargestellten Ergebnissen zu reinem Kupfer.

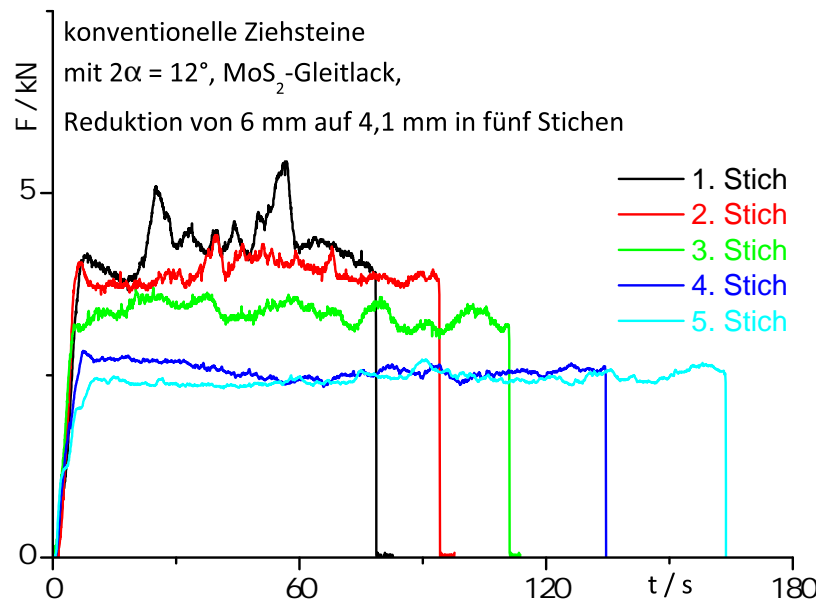
3.2 Trockenschmierung mit Druckstein-/Ziehsteinkombinationen

Die gewünschte Vergrößerung der Stichabnahme auf einen logarithmischen Umformgrad von 0,4/Stich ist im untersuchten Fall nur durch den Einsatz von Druckstein-/Ziehsteinkombinationen möglich. Das Grundprinzip einer solchen Kombination ist in Abbildung 25 dargestellt. Der Druckkern weist dabei einen minimal größeren Durchmesser auf als das für den Ziehvorgang zugeführte Halbzeug. Die eigentliche Stichabnahme erfolgt im Ziehhol. Bei Trockenschmierung wie im Falle des MoS₂-Gleitlacks wird das Schmiermittel in der Druckkammer zwischen Druckkern und Ziehhol verdichtet und mit Druck auf die Drahtoberfläche gepresst. Das erhöht die Effektivität der Schmierung hinsichtlich des Aufbaus des Schmierfilms, der Standzeit des Schmierfilms und der Ausnutzung des vorhandenen Schmiermittels. Die genauen Maße und Bezeichnungen der verwendeten Druckstein-/Ziehsteinkombinationen für die in den folgenden Kapiteln beschriebenen Untersuchungen sind in Anhang C angegeben.

Abbildung 26(a) zeigt die Oberfläche eines Kupferdrahtes, der mit MoS₂-Gleitlack als Schmiermittel und mit Stickstoffkühlung mehrere Stiche gezogen wurde. Es ist zu sehen, dass es trotz der verbesserten Schmierung durch MoS₂ und des Einsatzes von Druck-/Ziehsteinkombinationen zum Aufbau von stark unterschiedlich dicken Schmierstoffschichten kommt. Nach Entfernen des Schmierfilms ergibt sich ein entsprechendes Feh-



(a)



(b)

Abbildung 24: Ziehkraftbestimmung an Cu-OF im ziehharten Zustand: a) Ziehkräfte in Abhängigkeit der Zeit bei Nutzung unterschiedlicher Schmierung und b) MoS₂-Schmierung während einer Ziehreihe mit fünf Stichen und 0,1/Stich.

3.2 Trockenschmierung mit Druckstein-/Ziehsteinkombinationen

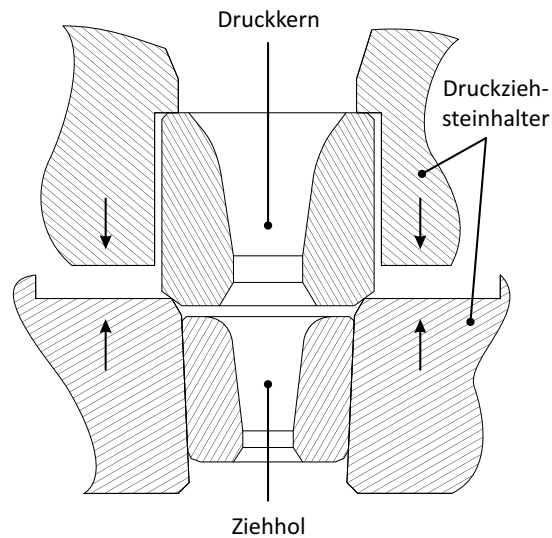


Abbildung 25: Schema eines Druckstein-/Ziehsteinhalters [98].

lerbild mit deutlichen Ziehriefen (Abbildung 26(b)). Die Ziehriefen sind vornehmlich an Stellen zu finden, an denen nach der Umformung kein oder ein nur gering ausgeprägter Schmierfilm zu finden ist. In der Regel ist die Unterbrechung des Schmierfilms und die Ausbildung von Aufschweißungen die Ursache für das Auftreten von Ziehriefen [99]. Eine weitere Optimierung durch eine automatisierte Gleitlackbeschichtung, die eine gleichmäßige und vor allem dünne Beschichtung der Drahtoberfläche ermöglicht, kann einen Schmiermittelaufstau am Drucksteineinlass verhindern. Mit Blick auf eine industrielle Verwertung solcher Halbzeuge wäre die Optimierung der Oberflächeneigenschaften eine notwendige Aufgabe.

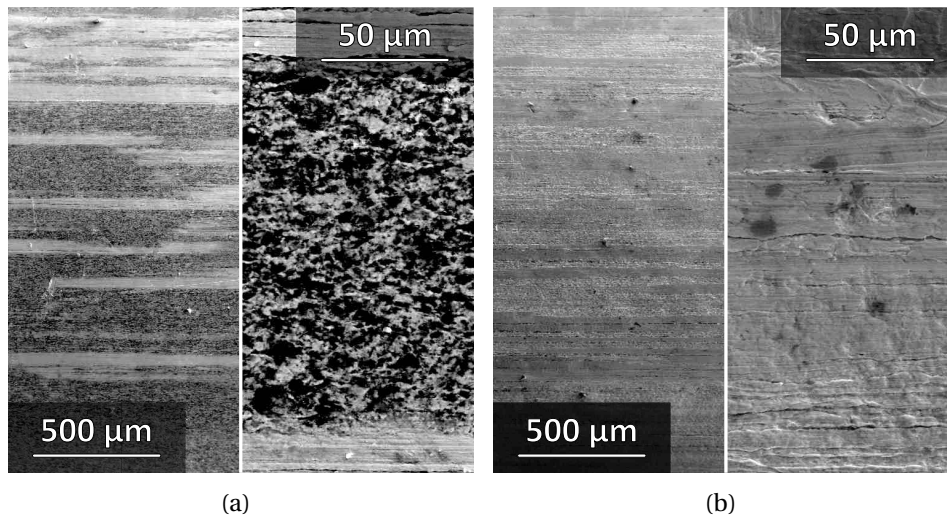


Abbildung 26: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (Sekundärelektronenkontrast) eines mit 0,4/Stich und Stickstoffkühlung unter Nutzung von Druck/-Ziehsteinkombinationen gezogenen Kupferdrahtes: a) MoS₂-Schmierfilm nach mehreren Ziehvorgängen und b) vom Schmierfilm befreiter Draht. Die Drahtachse verläuft horizontal.

4 Reines Kupfer

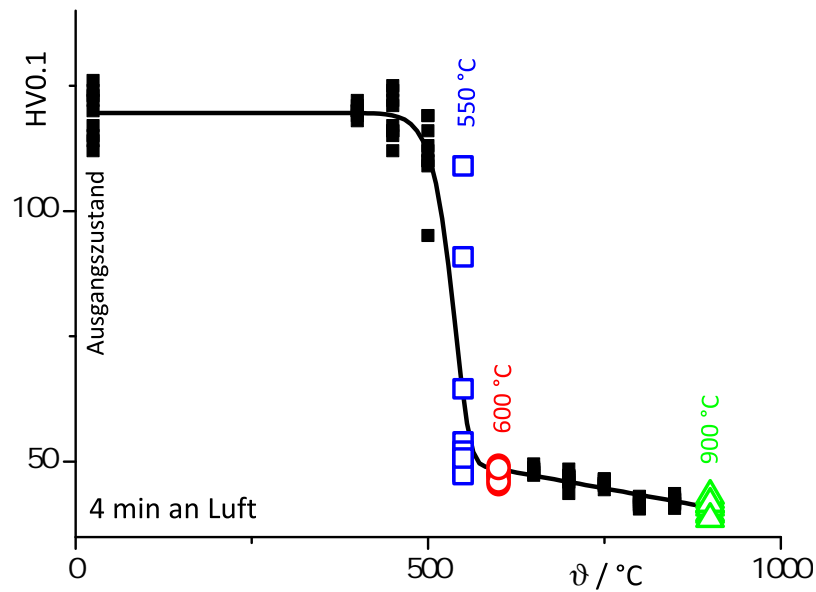
Um elektrische Leitfähigkeiten von deutlich über 90 %IACS erreichen zu können, kommt aufgrund der starken Widerstandsbeiträge der meisten Legierungselemente lediglich reines Kupfer infrage. Daher werden im Folgenden die Auswirkungen der in Kapitel 3 beschriebenen Ziehtechnologie auf das Gefüge und die Eigenschaften von Drähten aus reinem Kupfer diskutiert und in Vergleich zu einem ohne Kühlung gezogenen Draht gesetzt.

4.1 Definition der Ausgangszustände

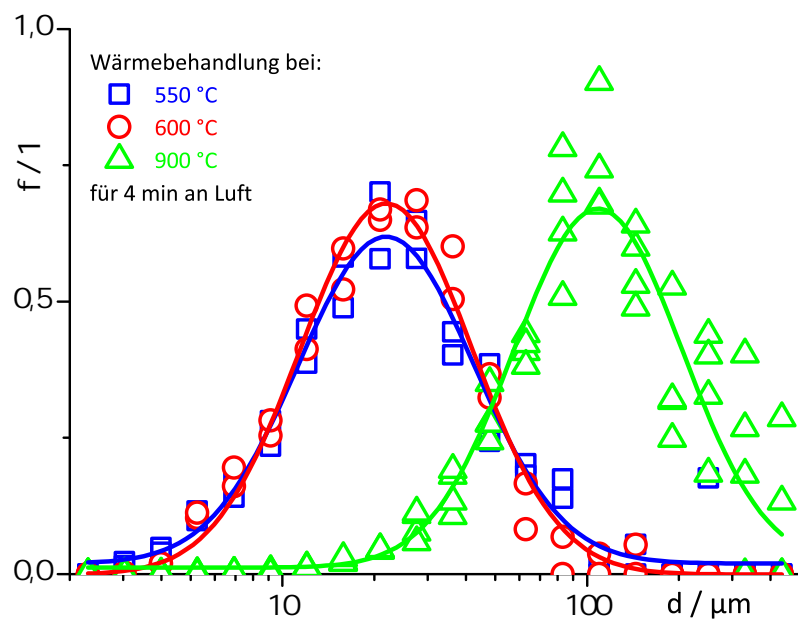
Für die Untersuchung der Zwillingsbildung während des Drahtziehens unter Stickstoffkühlung wurden reproduzierbare, hinsichtlich der Korngröße definierte Ausgangszustände eines Cu-OFE (CW008A, EN 1977) hergestellt. Das Material wurde durch die Wieland Werke AG zunächst auf 16,5 mm stranggepresst und anschließend durch Ziehschalen und Durchziehen auf 10,5 mm gebracht. Für die Einstellung des Ausgangszustands durch statische Rekristallisation wurden anschließend isochrone Glühungen im Bereich von 400 °C bis 900 °C für jeweils 4 min an Luft im vorgeheizten Ofen an Proben einheitlicher Größe durchgeführt. In Abbildung 27(a) ist die Entwicklung der Härte dieser Glühserie gezeigt. Die Rekristallisation des in dieser Weise prozessierten Materials findet in einem Temperaturbereich von 500 °C bis 600 °C statt.

Für die weiteren Untersuchungen wurden drei Zustände eingestellt: (i) teilrekristallisiert (550 °C), (ii) feinkörnig rekristallisiert (600 °C) und (iii) grobkörnig (900 °C). Ein teilrekristallisierter Zustand kann technologische Vorteile bringen, wenn die ersten Stiche des Drahtziehens aufgrund der geringen Festigkeit des Ausgangsmaterials und der resultierenden Spitzenabrisse nicht mit vollständig rekristallisiertem Material realisierbar sind. Dann bietet der teilrekristallisierte Zustand zusätzliche Festigkeitsreserven, um eine Einschnürung zu vermeiden. Die fein- bzw. grobkörnigen Varianten lassen Rückschlüsse darauf zu, ob die mechanische Zwillingsbildung während des Drahtzugs mit Stickstoffkühlung in reinem Kupfer von der Korngröße abhängt.

Die Korngrößenverteilungen der eingestellten Zustände sind in Abbildung 27(b) gezeigt und können gut mithilfe von logarithmischen Normalverteilungen des Flächenanteils f beschrieben werden. Die Korngrößenverteilungen wurden durch Orientierungsabbildung durch Rückstreuungselektronenbeugung am Rasterelektronenmikroskop bestimmt. Der Kornidentifikation lag dabei eine minimale Orientierungsdifferenz von 15° zugrunde. Die metallografischen Präparationsschritte für die Erstellung der Orientierungsabbildungen sind in Anhang D dargestellt. Die Erwartungswerte für die Korngröße



(a)



(b)

Abbildung 27: Rekristallisation von Cu-OFE bei Glühungen bei Temperaturen von 400 °C bis 900 °C für jeweils 4 min an Luft: a) Mikrohärtigkeit und b) Korngrößenverteilung der ausgewählten Zustände. Anpassungen mit logarithmischer Normalverteilung ergeben 34 μm bei 550 °C und 600 °C und 163 μm bei 900 °C für den Erwartungswert der Korngröße.

des teilrekristallisierten und feinkörnigen Zustands sind mit $34\ \mu\text{m}$ nahezu identisch. Die Korngröße des grobkörnigen Kupfers liegt mit $163\ \mu\text{m}$ deutlich darüber.

4.2 Frühstadien der Umformung

Zur Analyse der mechanischen Zwillingsbildung nahe $77\ \text{K}$ in reinem Kupfer und zur Ermittlung des notwendigen Umformgrads zur Bildung von Zwillingsgrenzen wurden die Frühstadien der Umformung intensiv mittels Rückstreuielektronenbeugung untersucht. Die Aufnahme der Orientierungskarten erfolgte an einem FEI Helios 600i Rasterelektronenmikroskop bei $20\ \text{kV}$ und $11\ \text{nA}$ mit Arbeitsabständen von $10\ \text{mm}$ bis $14\ \text{mm}$. Die Beugungsmuster wurden durch eine TSL DigiView-Kamera erfasst und mithilfe der Software TSL OIM mit acht bis zwölf Bändern ausgewertet und indiziert. Der Anteil erfolgreicher Indizierungen lag dabei oberhalb von $95\ \%$. Nicht erfolgte oder fehlerhafte Indizierungen wurden durch den Einsatz geeigneter Filter für die Darstellung als Orientierungskarten reduziert. In Einzelfällen wurde auf die Filterung verzichtet bzw. zur Verringerung des Anregungsvolumens eine geringere Beschleunigungsspannung eingesetzt.

Der feinkörnige Ausgangszustand, der durch die Rekristallisation bei $600\ ^\circ\text{C}$ erzeugt wird, ist in Abbildung 28 dargestellt. Er ist charakterisiert durch eine mittlere Korngröße von knapp $34\ \mu\text{m}$ (vgl. Abbildung 27(b)) und eine hohe Dichte an Rekristallisationszwillingen. Zudem ist eine leichte $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Fasertextur¹² aufgrund der vorangegangenen Prozessierung durch Strangpressen, Ziehen und Ziehschalen zu erkennen.

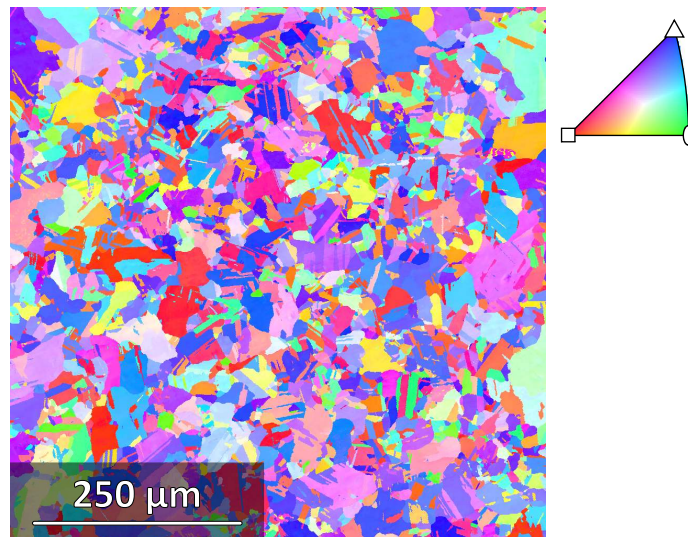


Abbildung 28: Anhand der inversen Polfigur der Drahtachse farblich kodierte Orientierungskarte für den Querschliff des feinkörnigen Ausgangszustands. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt $500\ \text{nm}$.

¹²Die farblichen Hervorhebungen der kristallografischen Richtungen entsprechen der Farbkodierung der inversen Polfiguren in den Orientierungsabbildungen.

Ausgehend von diesem Zustand wurden Ziehreihen mit unterschiedlichen Stichabnahmen realisiert. Bei einer hohen Stichabnahme von 0,4/Stich erfolgt die mechanische Zwillingsbildung bei Temperaturen nahe 77 K bereits ab dem ersten Stich. Diese Beobachtung ist konsistent mit den Untersuchungen von Han u. a. [100], die ebenfalls ein Einsetzen der mechanischen Zwillingsbildung bei 40 % Gesamtumformung für reines Kupfer beobachten konnten. Das entsprechende Gefüge bei einem logarithmischen Umformgrad $\varphi = 0,4$ ist in Abbildung 29 dargestellt. Der Vergleich von Kern- und Randbereich des Drahtes in den Abbildungen 29(a) & 29(b) zeigt, dass die Umformung homogen über dem Querschnitt erfolgt und dass die Zwillingsbildung in allen $\langle 111 \rangle$ -faserorientierten Körnern auftritt. Die Orientierungsänderung lässt sich mithilfe der in Abschnitt 2.3 beschriebenen 60° -Drehung um eine Ebenennormale der $\{111\}$ -Ebenen nachvollziehen. Für die nachfolgende Rechnung wird ein Korn betrachtet, dessen $[111]$ -Richtung parallel zur Drahtachse orientiert ist. Eine Drehung mit 60° um eine der Ebenennormalen der zur Drahtachse geneigten $\{111\}$ -Ebenen, z. B. $[1\bar{1}1]$, entspricht einer Transformationsmatrix mit:

$$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} 2 & -2 & -1 \\ 1 & 2 & -2 \\ 2 & 1 & 2 \end{pmatrix}$$

Mithilfe dieser Transformationsmatrix lässt sich die Orientierung der Drahtachse innerhalb der Zwillingslamelle berechnen – sie liegt parallel zur $[\bar{1}15]$ -Richtung. Alle Kombinationen möglicher (zur Drahtachse verkippter) Zwillingssysteme mit $\langle 111 \rangle$ -faserorientierten Körnern führen auf Richtungen der $\langle 115 \rangle$ -Richtungsfamilie. Diese ist innerhalb der inversen Polfigur in Abbildung 29 durch einen schwarzen Punkt gekennzeichnet und entspricht der Farbe **Magenta** in der Orientierungskarte.

Das homogene Auftreten der Zwillingsbildung wird anhand der Beugungsmusterbeschaffenheit bestätigt, die in Graustufen neben den Orientierungskarten dargestellt ist. Helle Bereiche entsprechen dabei guten bis sehr guten Beugungsmustern, während in dunklen Bereichen die Beugungsmusterqualität abnimmt. Die Beugungsmusterqualität wird anhand des Mittelwerts der Intensitäten der erkannten Bänder des Beugungsmusters nach der Hough-Transformation quantifiziert [101, 102]. Dies kann zum einen auf eine erhöhte lokale Defektdichte als auch auf eine Abschattung durch die Topografie der Probe zurückgeführt werden. Die Orientierungsabhängigkeit der Beugungsmusterqualität wird gegenüber der Defekt- und Topografieabhängigkeit in der Regel als vernachlässigbar erachtet. Eine geringe Beugungsmusterqualität kann ein Hinweis auf Zwillinge

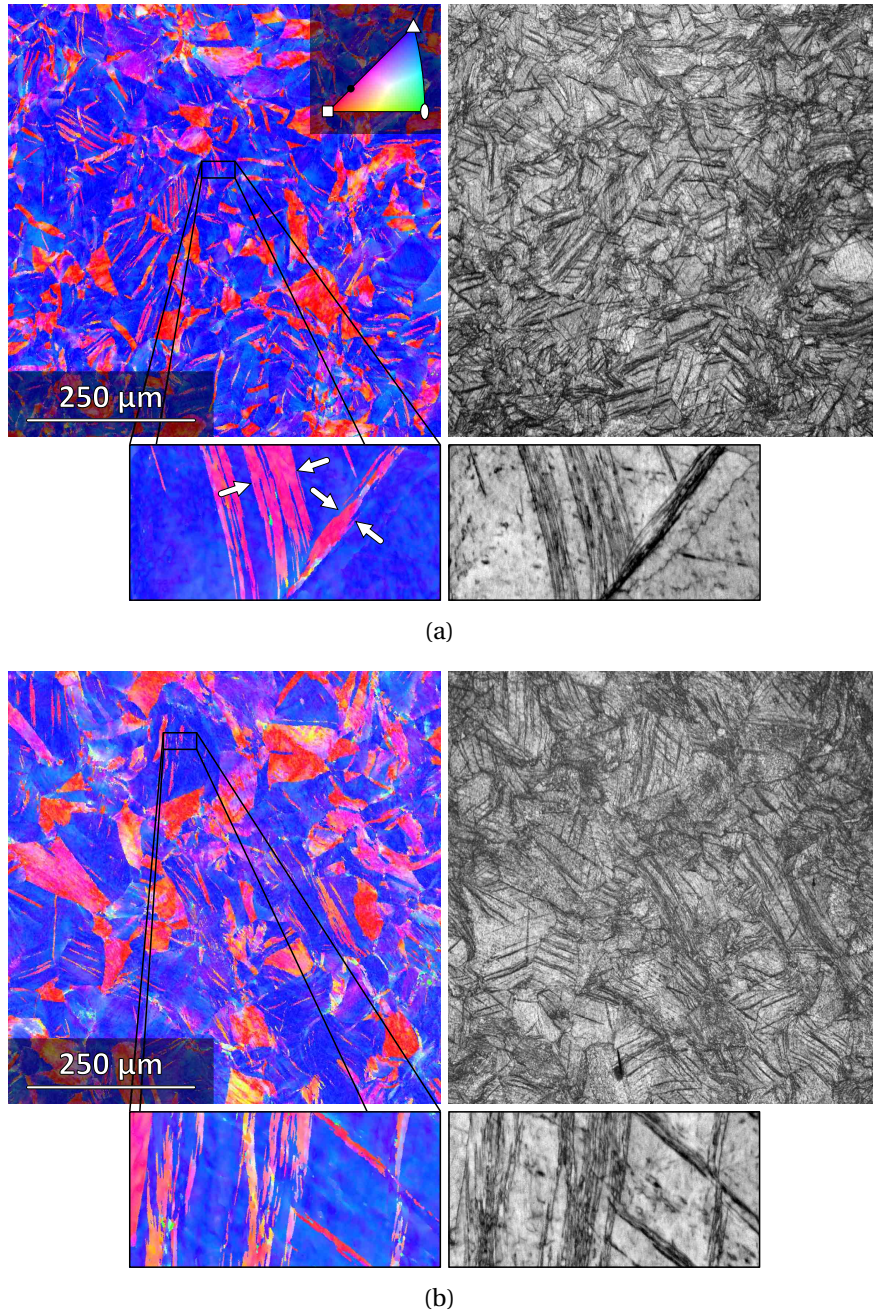
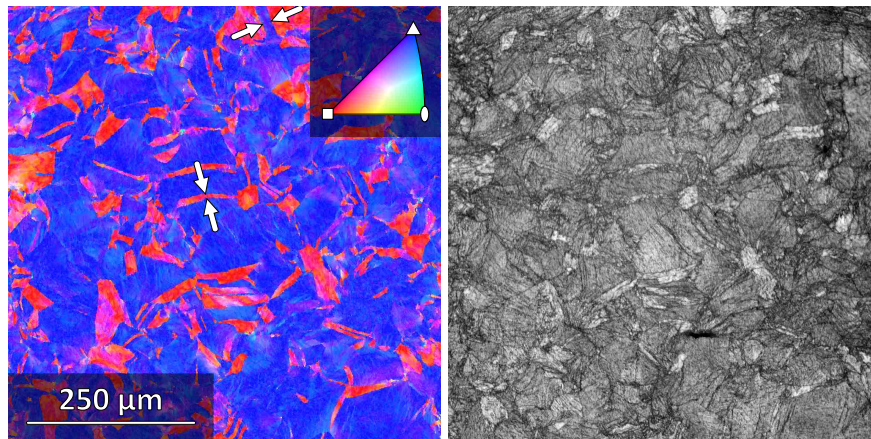


Abbildung 29: Orientierungskarten und Beugungsmusterbeschaffenheit für den Querschliff des ersten Sticks ($\varphi = 0,4$) mit 0,4/Stich und Stickstoffkühlung: a) Zentrum und b) Rand des Drahtes. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 500 nm. Die Detailaufnahmen zeigen mechanische Zwillinge in ausgewählten Körnern bei reduzierter Beschleunigungsspannung und kleinerer Schrittweite (50 μm horizontale Kantenlänge). Die Pfeile kennzeichnen Bänder von primären und sekundären Verformungszwillingen.

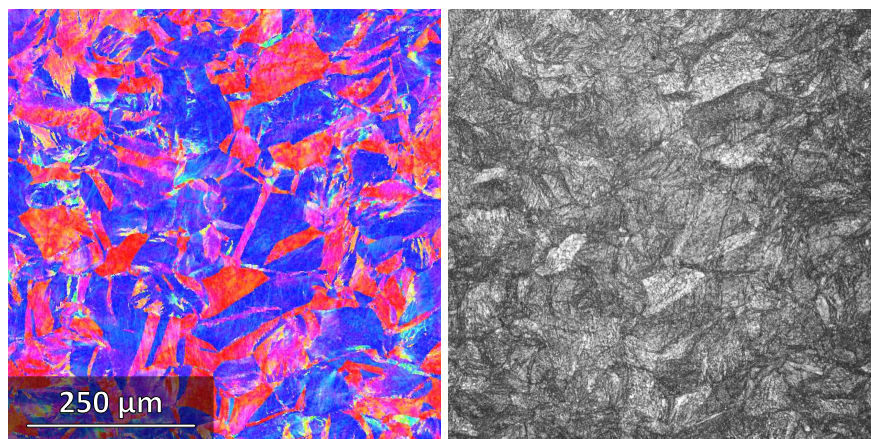
sein, die eine kleinere Ausdehnung als die der Sonde aufweisen. Ein Vergleich von Orientierungskarte und Beugungsmusterbeschaffenheit (vgl. Abbildung 29(a)) zeigt, dass nicht alle Zwillinge vollständig indiziert werden. Sie sind als dunkle Linien in der Graustufenkarte der Beugungsmusterbeschaffenheit zu erkennen, die in der Orientierungsabbildung lediglich partiell mit der passenden Orientierung dargestellt werden. In den Detailaufnahmen der Abbildungen 29(a) & 29(b) ist zu sehen, dass die Zwillingsbildung während des Kryoziehens stark unterschiedlich ausgeprägt ist. Einige Zwillinge treten sehr fein und im Abstand von einigen Mikrometern isoliert auf, während andere in Verformungsbändern akkumuliert sind. Dieses Auftreten ist neben der Aktivierung von bis zu drei Zwillingsystemen in einem Korn der in Polykristallen notwendigen Dehnungskompatibilität zwischen verschiedenen Körnern geschuldet.

Zum Vergleich sind in Abbildung 30 entsprechende Orientierungskarten eines ohne Kühlung verarbeiteten Kupferdrahts gezeigt. Dieser wurde ebenfalls mit einer Stichabnahme von 0,4/Stich umgeformt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die $\langle 111 \rangle$ -faserorientierten Körner keine Zwillingsbildung zeigen. Es findet keine Verfeinerung des Gefüges statt. Die Rekristallisationszwillinge des rekristallisierten Ausgangsgefüges werden infolge der Umformung in Abhängigkeit der Ausgangsorientierung entweder auf eine $\langle 111 \rangle$ - oder $\langle 001 \rangle$ -Faserorientierung eingedreht, während das entsprechende Matrixkorn des Ausgangsgefüges auf die jeweils andere Orientierung eingedreht wird. Damit entsteht das charakteristische Gefüge in Abbildung 30(a) mit groben Körnern der $\langle 111 \rangle$ - oder $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturkomponente, die von den Rekristallisationszwillingen des Ausgangsgefüges durchzogen werden. Im Kern sind ausschließlich die beiden charakteristischen Texturkomponenten zu finden, während am Rand ein kleiner Anteil von $\langle 011 \rangle$ -faserorientierten Körnern beobachtet wird. Der Anteil der $\langle 001 \rangle$ -Faserorientierung ist zudem im Randbereich leicht erhöht.

Da die Zwillingsbildung stark von der Texturentwicklung und den aufgebrachten Zuglasten abhängig ist, wurden Vergleichsversuche mit einer reduzierten Einzelstichabnahme durchgeführt. Dies führt in der Regel zu einer schwächeren Fasertexturausbildung und deutlich geringeren Ziehkräften. In Abbildung 31 ist das Gefüge eines Drahtes gezeigt, der mit 0,1/Stich bis zu einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 0,4$ mit Stickstoffkühlung gezogen wurde. Im Gegensatz zu einer Stichabnahme von 0,4/Stich führt 0,1/Stich bei gleicher Gesamtumformung zu einem deutlich inhomogeneren Gefüge. Der Kern des Drahtes ist wie bei 0,4/Stich bis $\varphi = 0,4$ durch eine starke $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Fasertextur charakterisiert. Im Gegensatz zur hohen Einzelstichabnahme sind allerdings auch noch $\langle 011 \rangle$ -faserorientierte Körner zu beobachten. Am Rand des Drahtes werden die Abweichungen noch deutlicher und die Ausbildung der charakteristischen Fasertexturkomponenten ist schlechter. Die mechanische Zwillingsbildung setzt mit einer



(a)



(b)

Abbildung 30: Orientierungskarten und Beugungsmusterbeschaffenheit für den Querschliff des ersten Sticks ($\varphi = 0,4$) mit 0,4/Stich ohne Kühlung: a) Zentrum und b) Rand des Drahtes. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 500 nm. Die Pfeile kennzeichnen Rekrystallisationszwillinge, die infolge der Umformung auf die charakteristischen Faserorientierungen eindrehen.

4 Reines Kupfer

Stichabnahme von 0,1/Stich in flüssigem Stickstoff bei einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 0,3$ (dritter Stich) ein. Dies ist in Abbildung 32 anhand einer Detailaufnahme eines Zwillings belegt. Durch den deutlich geringeren Volumenanteil der $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente ist die Intensität der Zwillingsbildung bei einer vergleichbaren Gesamtumformung $\varphi = 0,4$ geringer. Dies zeigt ein unmittelbarer Vergleich der Abbildungen 29 und 31.

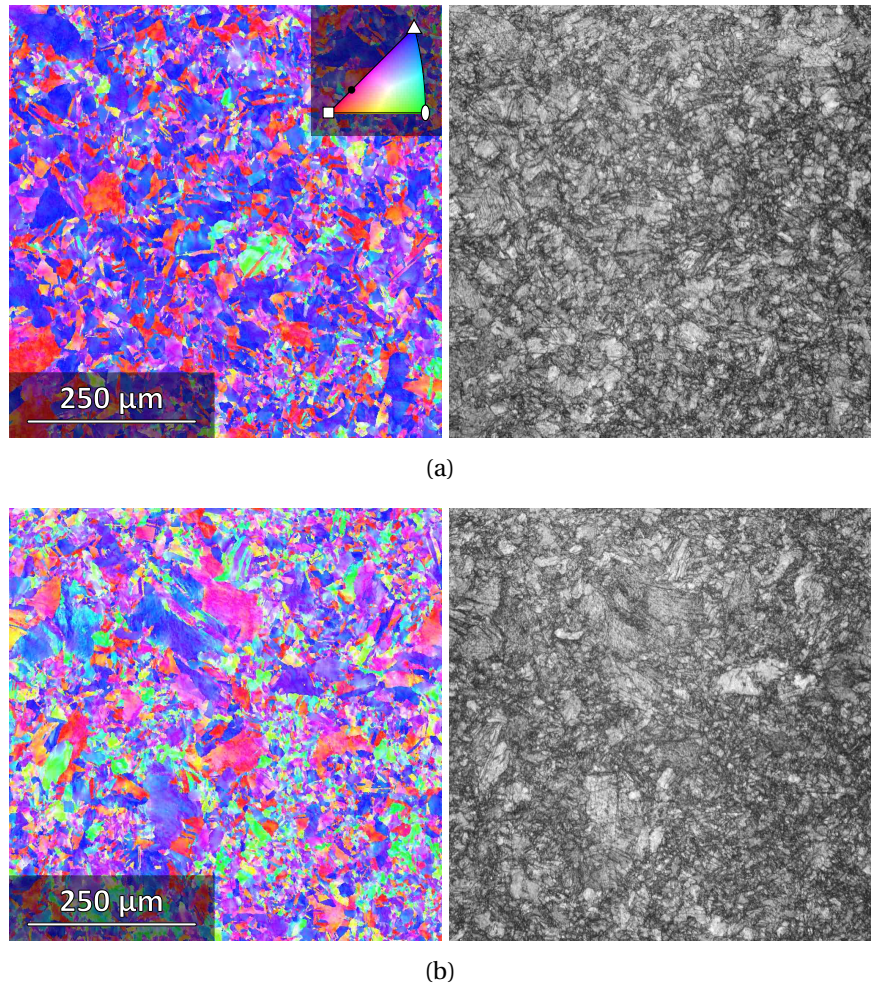


Abbildung 31: Orientierungskarten und Beugungsmusterbeschaffenheit für den Querschliff des vierten Sticks ($\varphi = 0,4$) mit 0,1/Stich und Stickstoffkühlung: a) Zentrum und b) Rand des Drahtes. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 500 nm.

Um detaillierte Informationen über die Grenzflächeneigenschaften der Zwillingsgrenzen und die Zwillingslamellenweiten zu erhalten, wurden transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen in Kooperation mit Dr. Volker Klemm an der Technischen Universität Bergakademie Freiberg durchgeführt. Zunächst wurden die Verformungszwillinge anhand von rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen identifiziert und ih-

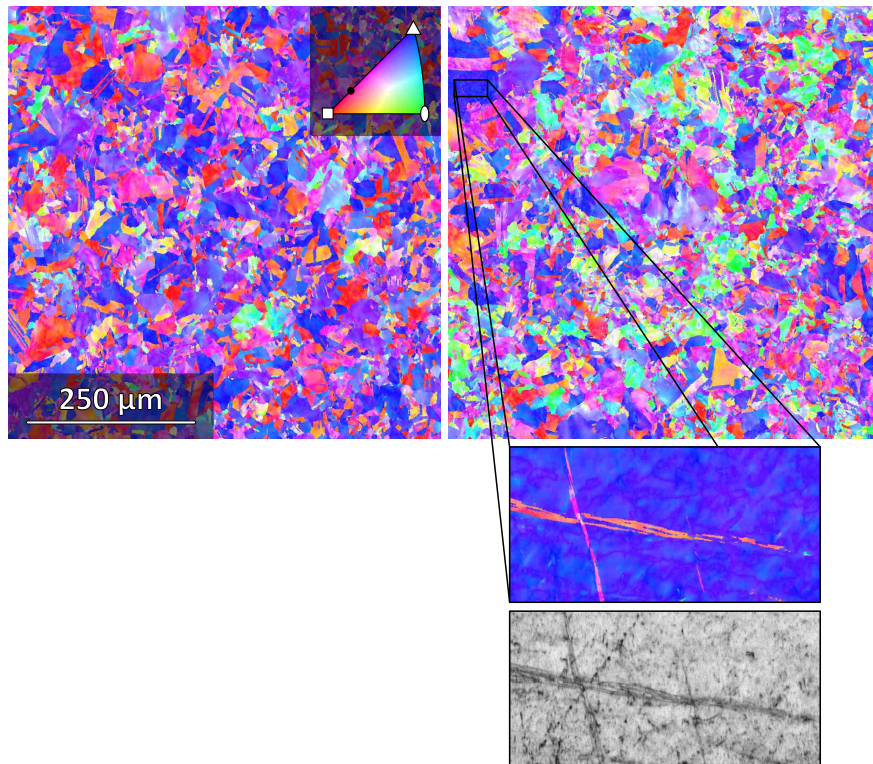


Abbildung 32: Orientierungskarten für den Querschliff des dritten Sticks ($\varphi = 0,3$) mit 0,1/Stich und Stickstoffkühlung für den Kern (links) und den Rand (rechts). Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 500 nm. Die Beugungsmusterbeschaffenheit der Detailaufnahme (50 µm horizontale Kantenlänge) ist als Graustufenkarte ergänzt .

re Orientierung durch Rückstreuungselektronenbeugung bestimmt. Anschließend wurde gezielt eine lamellenförmige Probe mit definierter $\langle 0\ 1\ 1 \rangle$ -Einstrahlrichtung mithilfe eines Ionenstrahls herauspräpariert. Dazu wurden Zwillingsbündel ausgewählt, deren entsprechendes Matrixkorn bereits eine $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ -Faserorientierung infolge der Umformung erreicht hat. Um die gewünschte Einstrahlrichtung für die Probe zu erreichen, genügt es die Probenlamelle senkrecht zur Durchstoßgeraden der Zwillingsebenen durch die Oberfläche des Querschliffs zu präparieren.

Die transmissionselektronenmikroskopische Übersichtsaufnahme in Abbildung 33(a) zeigt zwölf charakteristisch gerade verlaufende Zwillingsgrenzen. Sie trennen dabei jeweils Matrix und Zwillinge mit Lamellenweiten im Bereich von wenigen Nanometern bis knapp 50 nm. Die deutlichen Kontrastveränderungen innerhalb der Probe weisen auf starke Verzerrungsfelder innerhalb der Probe hin, die unter anderem durch Versetzungen infolge der Umformung bis $\varphi = 0,4$ entstehen. Die Kontrastvariationen sind gleichmäßig sowohl innerhalb der Matrix als auch innerhalb der Zwillinglamellen zu finden, was darauf schließen lässt, dass Versetzungen sowohl innerhalb der Matrix als auch der Zwillinglamellen zur Verformung beitragen.

Die beobachteten Grenzflächen sind nicht perfekt kohärent, sondern weisen bereits bei vergleichsweise geringen Umformgraden kurz nach ihrer Entstehung Fehler auf, die ebenfalls zu Verzerrungsfeldern in der Umgebung der Grenzflächen führen. Die in Abbildung 33(b) gezeigte Stufe in der Grenzfläche ist ein solcher Defekt. Diese Art von Defekten können, wie in den Abschnitten 2.3.4 bis 2.3.6 beschrieben, mit dem Entstehungsmechanismus der Zwillinge zusammenhängen. Wenn die Bewegung der Zwillingversetzungen in irgendeiner Weise behindert wird, bildet die Zwillingversetzungen eine Stufe in der Zwillingsgrenze. Aber auch die Wechselwirkung von Versetzungen und Zwillingsgrenzen, kann, wie in Abschnitt 2.3.7 gezeigt, zur Bildung von Stufen führen. Eine genaue Analyse des Defekts anhand der Position der Atomsäulen ist aufgrund der starken lokalen Verzerrungen (Kontraständerungen innerhalb von Abbildung 33(b)) nicht sinnvoll. Neben den für diesen Umformgrad typischen Versetzungen in Abbildung 33(a) sind keine Flächendefekte innerhalb der Lamellen zu beobachten, die auf eine konsekutive Abgleitung hinweisen, wie sie in Abschnitt 2.3.4 beschrieben ist. Angesichts des gezeigten Aufbaus der Zwillinglamellen sind kontinuierliche Zwillingbildungsmechanismen wie der Polquellenmechanismus aus Abschnitt 2.3.6 für die Entstehung der Zwillinge wahrscheinlich.

Die Analyse der Frühstadien der Umformung kann somit belegen, dass bei ansonsten gleicher Prozessierung eine mechanische Zwillingbildung durch eine Absenkung der Umformtemperatur auf Temperaturen nahe 77 K aktiviert werden kann. Die Zwillingbildung setzt dabei bereits innerhalb der frühen Stadien der Umformung ($\varphi = 0,4$

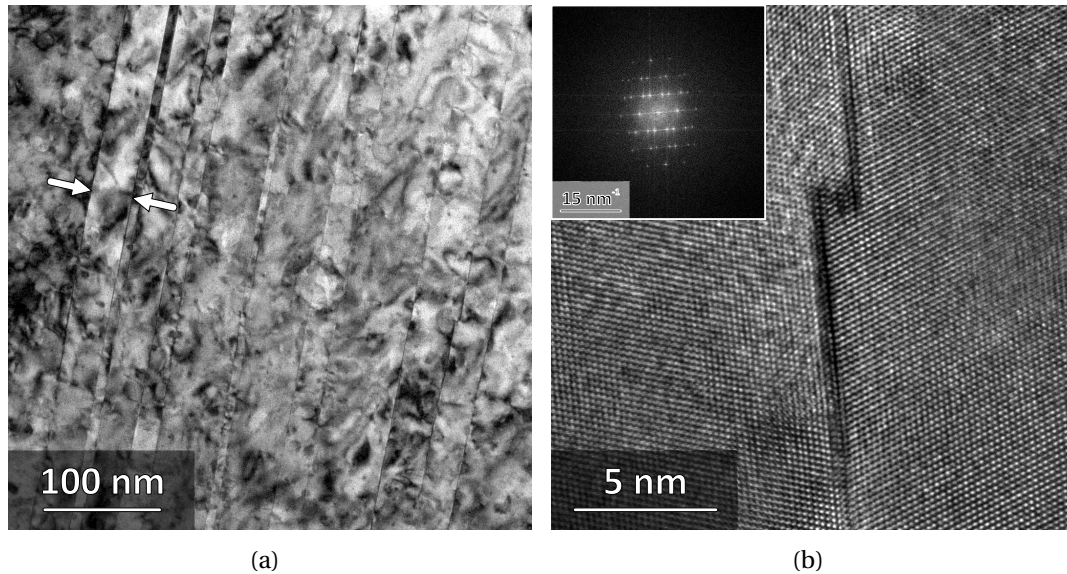


Abbildung 33: Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen mit $\langle 011 \rangle$ -Einstrahlrichtung von Verformungszwillingen, die nach dem Ziehen von Kupfer bis zu einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 0,4$ mit Stickstoffkühlung entstanden sind: a) Übersichtsaufnahme eines Verformungsbandes und b) hochauflösende Aufnahme eines typischen Fehlers in der Zwillingsgrenze. Die entsprechende diskrete Fourier-Transformation von b) ist als Einfügung oben links zu sehen. Die Pfeile kennzeichnen Zwillingsgrenzen.

oder $\varphi = 0,3$) ein. Das Auftreten von Verformungszwillingen ist stark von der Entwicklung der für die Zwillingsbildung günstigen $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente abhängig. Chen u. a. [89] führten Ziehversuche mit Kupfereinkristallen bei Raumtemperatur durch, um die Stabilität der dominanten Fasertexturkomponenten in kubischflächenzentrierten Metallen zu untersuchen. Sie stellten dabei fest, dass sowohl die instabile $\langle 011 \rangle$ -Faserorientierung als auch die beiden ansonsten als stabil betrachteten $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturkomponenten durch lokalisierte Verformung zerfallen. Dabei entwickeln sich vom Rand her Verformungsbänder, die mit zunehmender Umformung in das Innere des Drahtes wandern und zu einer Fragmentierung führen. Ihre Untersuchungen führten Chen u. a. [89] mit einer Stichabnahme von knapp 0,15/Stich durch, womit diese Versuche vergleichbar mit den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen mit 0,1/Stich sind. Die Ergebnisse an polykristallinem Material zeigen dabei in den Schlüsselpunkten gute Übereinstimmung mit den Einkristallversuchen von Chen u. a. [89]. Das beinhaltet zwei Beobachtungen: (i) die dominanten Fasertexturen sind im Wesentlichen auf den Kernbereich des Drahtes beschränkt und (ii) am Rand des Drahtes findet die Fragmentierung der Körner durch Verformungslokalisation statt. Durch eine Vergrößerung der Stichabnahme wird dabei die Ausbildung der Fasertexturen verbessert und die Lokalisierung der Verformung am Rand des Drahtes verhindert.

Mithilfe der Rückstreuelektronenbeugung lassen sich auch die lokalen Veränderungen der Orientierung innerhalb von Körnern mit hoher Genauigkeit verfolgen [103]. Da diese Orientierungsänderungen mit Dehnungsgradienten innerhalb der Körner verknüpft sind, kann die lokale Misorientierung Hinweise auf Verformungslokalisierung und Dichte geometrisch notwendiger Versetzungen liefern [104]. Diese treten im Vergleich zu statistisch verteilten Versetzungen in jedem plastisch nicht homogen verformenden Material auf. In Polykristallen kann über geometrisch notwendige Versetzungen die Dehnungskompatibilität zwischen den Körnern ermöglicht werden [105]. Für die folgenden Ergebnisse wurde die mittlere, lokale Misorientierung bestimmt. Dazu werden die Orientierungsunterschiede von einem zentralen Punkt des hexagonalen Messgitters der Orientierungskartierung (z. B. Abbildungen 29 bis 32) zu seinen umliegenden Punkten gemittelt. Wenn zwischen dem Messpunkt und der Umgebung eine Korngrenze (z. B. mit einer Orientierungsabweichung von mehr als 15°) liegt, werden die Punkte des Nachbarkorns von der Mittelung ausgeschlossen. Abbildung 34 stellt diese Vorgehensweise schematisch dar. Gezeigt ist ein Punkt aus dem hexagonalen Messgitter mit seiner Umgebung. Die Graustufen symbolisieren die Orientierungsunterschiede zum Zentralpunkt. Die Punkte, die durch die Korngrenze mit einer Orientierungsabweichung von mehr als 15° vom Zentralpunkt abweichen, werden nicht mit in die Berechnung der mittleren Misorientierung einbezogen. Der Grenzwert von 15° als minimale Orientierungsdifferenz

zwischen zwei Körnern orientiert sich dabei an der oberen Grenze des Versetzungsmodells für Kleinwinkelkorngrenzen [106]. Da die mittlere, lokale Misorientierungsverteilung in den gezeigten Fällen oberhalb von 3° sehr stark abfällt, hat die exakte Größe des Grenzwerts wenig Einfluss auf die erhaltenen Ergebnisse.

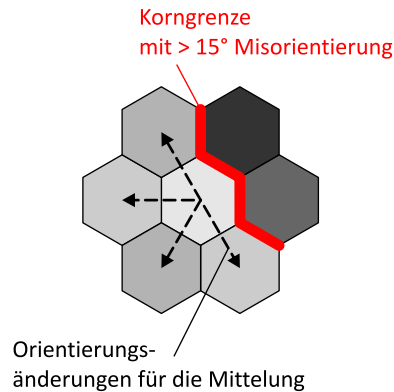


Abbildung 34: Schema zur Ermittlung der mittleren, lokalen Misorientierung. Die Graustufen symbolisieren Unterschiede der Orientierung an den Messpunkte.

Die Verteilung der mittleren, lokalen Misorientierung für eine Schrittweite von 500 nm und eine Maximalabweichung von 15° ist für die Anfangsstadien der Verformung in den Abbildungen 35 & 36 dargestellt. Dazu wurden die Flächenanteile der lokalen Misorientierungen anhand der Anzahl der entsprechenden Bildpunkte bestimmt. Für den feinkörnigen Ausgangszustand ergibt sich eine geringe mittlere, lokale Misorientierung. Das Maximum der Verteilungsfunktion liegt bei ungefähr $0,3^\circ$. Das entspricht einer typischen Winkelauflösungsgrenze der Rückstreuелектроненbeugung von etwa $0,5^\circ$, die unter Nutzung eines vergleichbaren Indizierungsparametersatzes¹³ bestimmt wurde [103]. Es kann daher geschlussfolgert werden, dass der metallografische Präparationszustand für die folgenden Untersuchungen ausreichend war.

Durch die Umformung vergrößert sich der Anteil großer lokaler Misorientierungen und das Maximum der Verteilungsfunktion wird zu größeren Winkeln verschoben. Die Misorientierungen sind dabei annähernd logarithmisch normalverteilt. Bei einem logarithmischen Umformgrad $\varphi = 0,4$ entspricht das Maximum der Verteilung einem Misorientierungswinkel von knapp 1° . Für die Umformung mit 0,1/Stich mit Stickstoffkühlung wird kein signifikanter Unterschied der mittleren, lokalen Misorientierung vom Kern bis zum Rand beobachtet – im Gegensatz zur Texturentwicklung, die unter diesen Prozessbedingungen inhomogen über dem Querschnitt verläuft (vgl. Abbildung 31). Die Dichten an geometrisch notwendigen Versetzungen im Kern und am Rand des Drahtes liegen

¹³In den in dieser Arbeit dargestellten Beispielen liegt die Anzahl der Bildpunkte der Kamera bei 348 Pixeln · 260 Pixeln und die Winkel- bzw. Abstandsauflösung der Hough-Transformation bei 1° bzw. 1 Pixel. Die Indizierung erfolgte mit mindestens acht Bändern.

demzufolge in derselben Größenordnung. Ein Vergleich mit den verschiedenen Stichabnahmen bei 77 K und einem Gesamtumformgrad von 0,4 in Abbildung 36 zeigt, dass dies für beide Prozessvarianten der Fall ist. Das Material wird sowohl im Kern als auch am Rand homogen verformt.

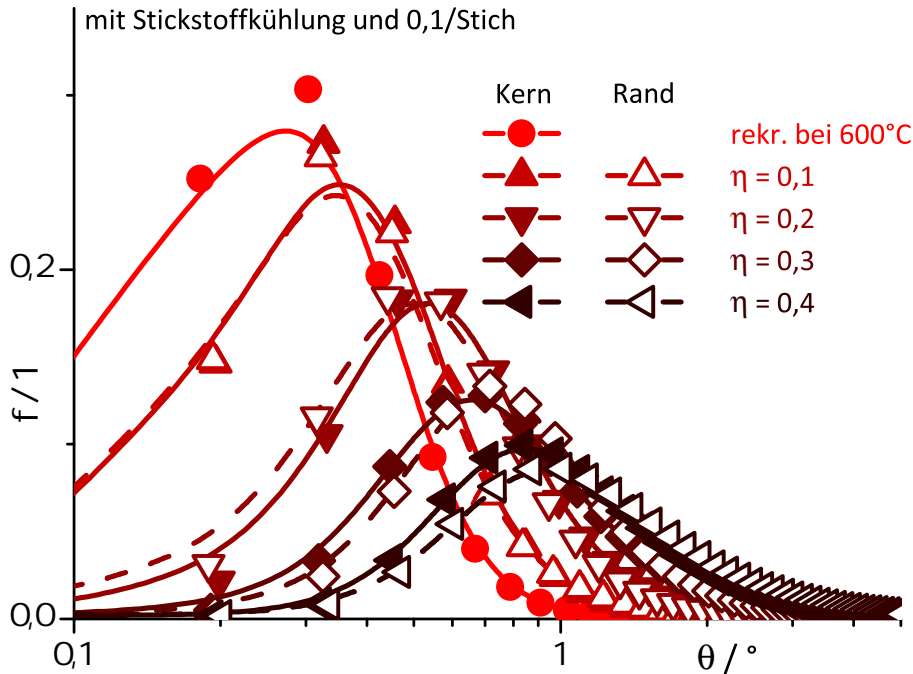


Abbildung 35: Flächenanteile mittlerer, lokaler Misorientierungen in den Anfangsstadien der Umformung bei 77 K mit 0,1/Stich (für eine Schrittweite der Orientierungsabbildung von 500 nm und 15° maximaler Abweichung).

Beim Drahtzug ohne Kühlung ergibt sich ein anderes Bild. Generell sind die lokalen Misorientierungen etwas größer als bei 77 K und deutlich inhomogener verteilt. Im Randbereich ist die Dichte geometrisch notwendiger Versetzungen im Vergleich zum Kern des Drahtes offenbar erhöht. Die Inhomogenität der mittleren, lokalen Misorientierung bei Verformung bei Raumtemperatur konnte auch für weitere Umformgrade nachgewiesen werden – aus Gründen der Übersichtlichkeit sind sie in der Darstellung ausgelassen. Bei der Analyse dieser Daten ist zu berücksichtigen, dass nahe 77 K ein Teil der Umformung durch Zwillinge getragen wird. Dies ist bei Raumtemperatur in reinem Kupfer nicht der Fall. Der entsprechende Dehnungsanteil, der mit Stickstoffkühlung durch Zwillinge dargestellt werden kann, muss demzufolge bei Raumtemperatur durch Versetzungen aufgebracht werden. Dies führt zu größeren Orientierungsänderungen innerhalb der Körner. Die Inhomogenität der lokalen Misorientierung kann auf eine inhomogene Temperaturverteilung oder unterschiedliche äquivalente, plastische Dehnungen während der Umformung hinweisen. Eine ungleichmäßige Temperaturverteilung kann dadurch hervor-

gerufen werden, dass die freiwerdende Umformwärme nur schlecht aus dem Kern des Drahtes abgeführt werden, während die Umformwärme am Rand des Drahtes über das Werkzeug abgeführt wird. Damit würde im Kern des Drahtes die dynamische Erholung verbessert ablaufen und eine geringere lokale Misorientierung beobachtet werden. Eine weitere Ursache für erhöhte Dichten geometrisch notwendiger Versetzungen im Randbereich des Drahtes könnte auf höhere äquivalente, plastische Dehnungen am Rand der Umformzone hindeuten. Dies sollte allerdings bei Vergrößerung der Stichabnahme reduziert werden und in gleichem Maße auch bei Einsatz der Stickstoffkühlung zu beobachten sein.

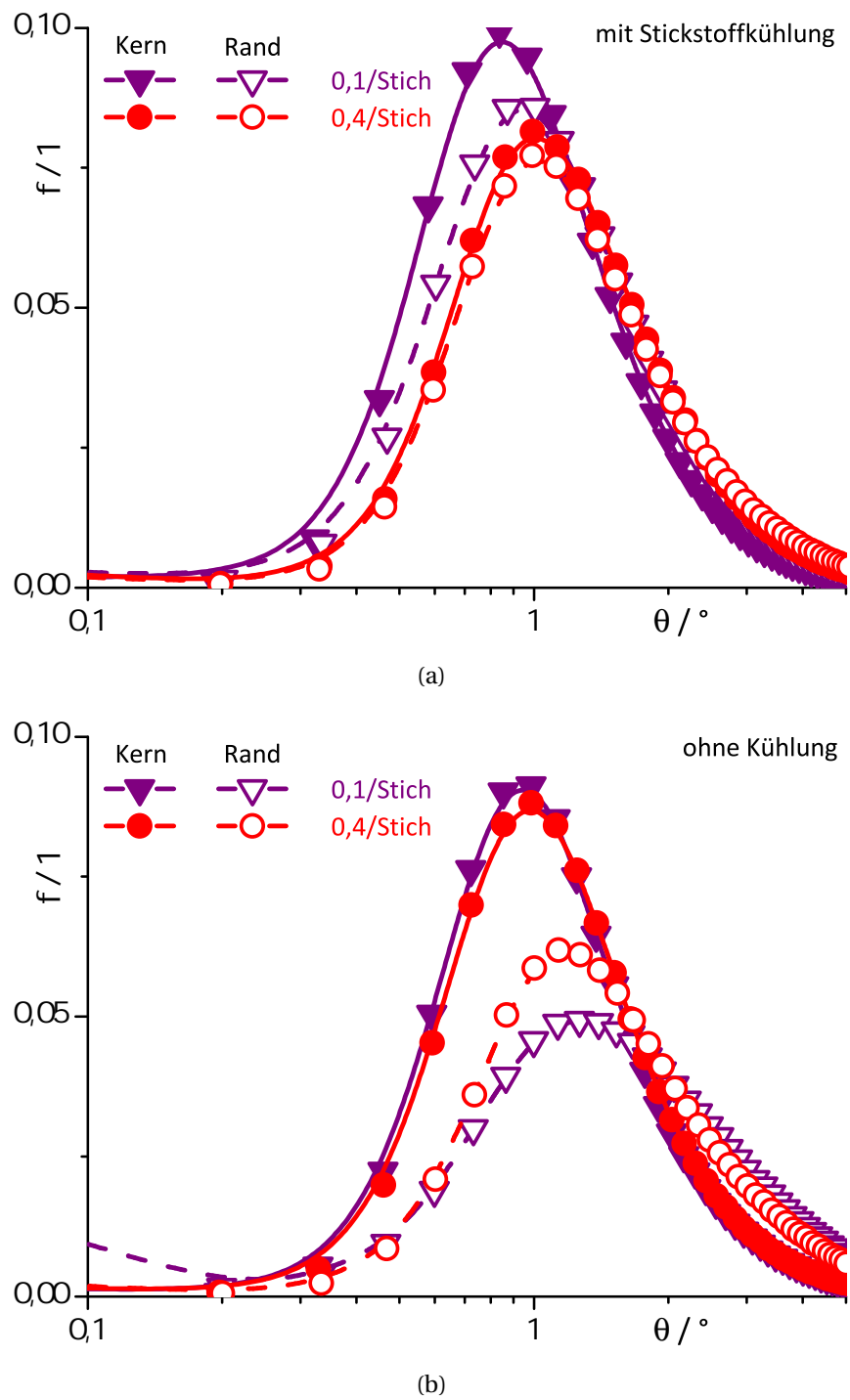
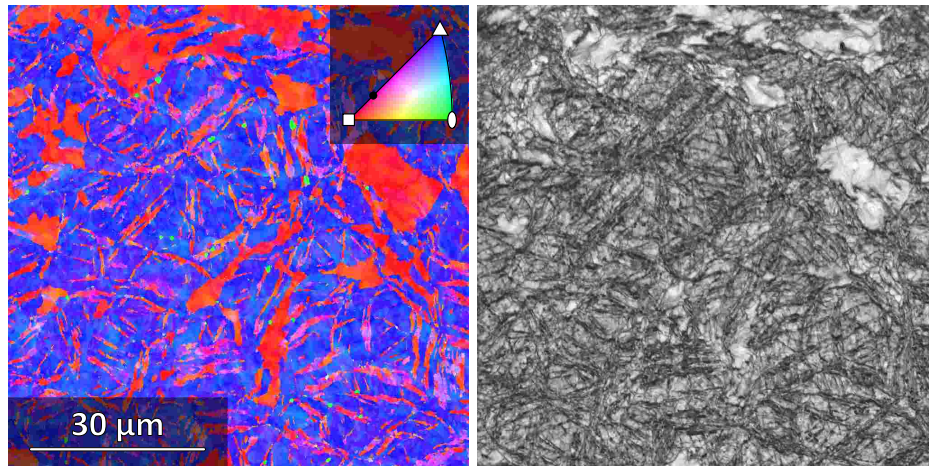


Abbildung 36: Vergleich der Flächenanteile mittlerer, lokaler Misorientierungen (für eine Schrittweite der Orientierungsabbildung von 500 nm und 15° maximaler Abweichung) bei einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 0,4$ bei: a) mit Stickstoffkühlung und b) ohne Kühlung.

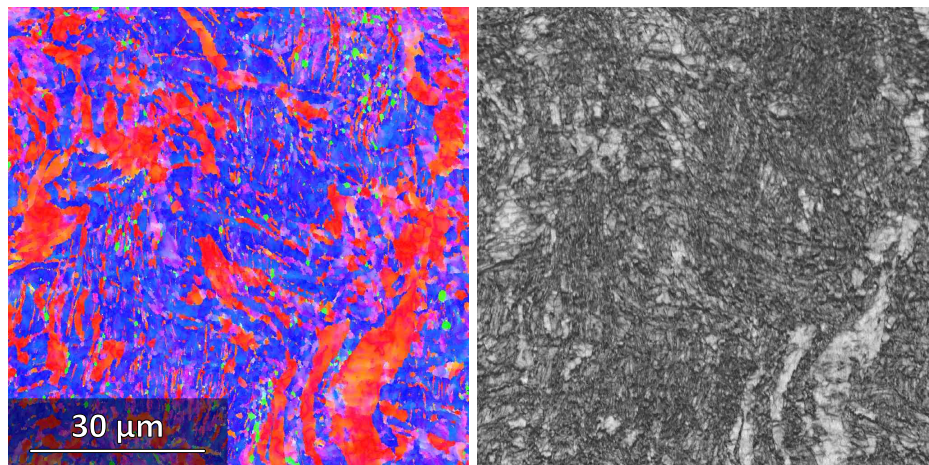
4.3 Zustände bei hohen Umformgraden

Mit den verfügbaren Werkzeugen konnte ein maximaler Umformgrad von $\varphi = 2,4$ erreicht werden. Die Gefügestrukturen wie auch die Globaltextur nach der Umformung bis zu diesem Umformgrad wird im Folgenden dargestellt. Eine Stichabnahme von 0,4/Stich mit Stickstoffkühlung führt auf das in Abbildung 37 dargestellte Gefüge. Die durch die mechanische Zwillingsbildung hervorgerufene Verfeinerung des Gefüges wird anhand des Vergleichs mit den bei Raumtemperatur umgeformten Drähten in Abbildung 38 deutlich. Die lokalisierte Verformung am Rand der Umformzone führt zur Ausbildung eines erhöhten $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturanteils in den Randbereichen des Drahtes. Die Entwicklung dieser Texturkomponente ist dabei konsistent mit Beobachtungen in den Frühstadien der Umformung (vgl. Abschnitt 4.2) und Einkristalluntersuchungen von Chen u. a. [89]. Der erhöhte $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturanteil im Randbereich wird sowohl bei einer Umformung mit Stickstoffkühlung als auch ohne Kühlung beobachtet. Bei geringerer Stichabnahme (Abbildung 39) wird die Lokalisierung der Verformung und somit die Inhomogenität der Texturkomponenten verstärkt. Eine ähnliche Verteilung der Texturkomponenten über den Querschnitt konnte auch durch Waryoba & Kalu [107] für den Drahtzug bei Raumtemperatur beobachtet werden – allerdings fehlen bei dieser Arbeit detaillierte Angaben zur aufgebrauchten Stichabnahme. Zusätzlich wird bei 0,1/Stich auch im Kernbereich ein im Vergleich zu einer Stichabnahme von 0,4/Stich erhöhter $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturanteil beobachtet. Dementsprechend ist der Anteil an $\langle 111 \rangle$ -faserorientierten und verzwillingten Körnern am Gesamtgefüge deutlich verringert.

Im Gegensatz zu elektrolytisch abgeschiedenen Dünnschichten aus Kupfer bietet die einfache Textur von Drähten in Kombination mit der strengen Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung unter Zuglast die Möglichkeit, den Volumenanteil von Zwillingen bzw. von verzwillingtem Material zu bestimmen. Neben der Zwillingslamellenweite und der Beschaffenheit der Grenzfläche bestimmt dieser Volumenanteil wesentlich die Eigenschaften des fertigen Halbzeugs. Dazu wurden mithilfe von jeweils drei Polfiguren die Globaltexturen der Drähte bei einem Gesamtumformgrad von 2,4 bestimmt. Die berechneten Orientierungsdichteverteilungen sind anhand der inversen Polfiguren der Drahtachsen in Abbildung 40 gezeigt. Die für die Berechnung notwendige Korrektur der Defokussierung und deren Bestimmung ist in Anhang E dokumentiert. Um eine statistisch relevante Anzahl von Körnern zu analysieren, wurden jeweils sieben Drahtquerschnitte parallel vermessen. Für alle präparierten Ausgangszustände (Abbildung 40(a), 40(b) & 40(c)) wird bei einer Stichabnahme von 0,4/Stich eine für kubischflächenzentrierte Metalle typische Fasertextur [108] beobachtet. Dabei ist die $\langle 111 \rangle$ -Faserorientierung der dominante Texturanteil. Wie anhand der lokalen Untersu-



(a)



(b)

Abbildung 37: Orientierungskarten und Beugungsmusterbeschaffenheit für den Querschliff bei einer Gesamtumformung von 2,4 mit einer Stichabnahme von 0,4/Stich bei Stickstoffkühlung: a) Zentrum und b) Rand des Drahtes. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 50 nm.

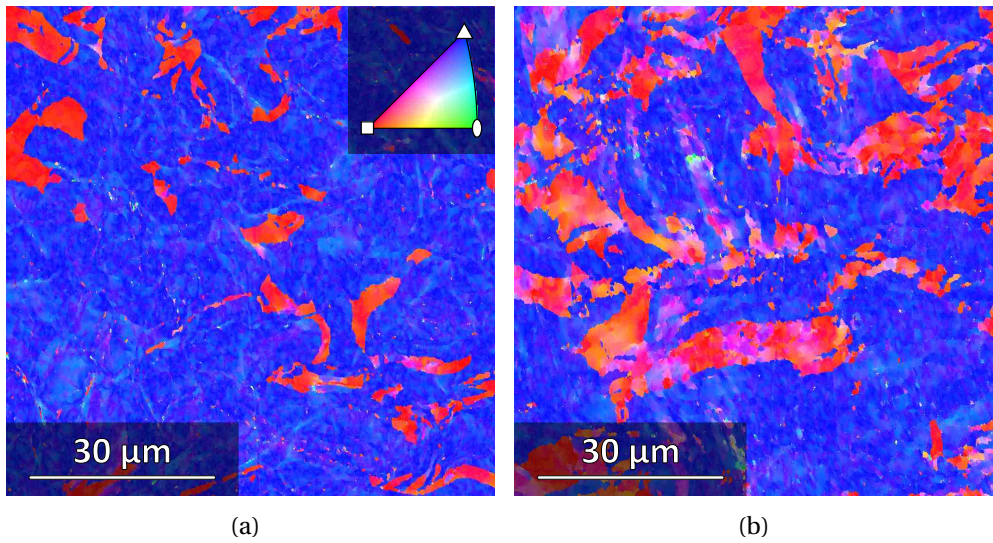


Abbildung 38: Orientierungskarten für den Querschliff bei einer Gesamtumformung von 2,4 mit einer Stichabnahme von 0,4/Stich ohne Kühlung: a) Zentrum und b) Rand des Drahtes. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 50 nm.

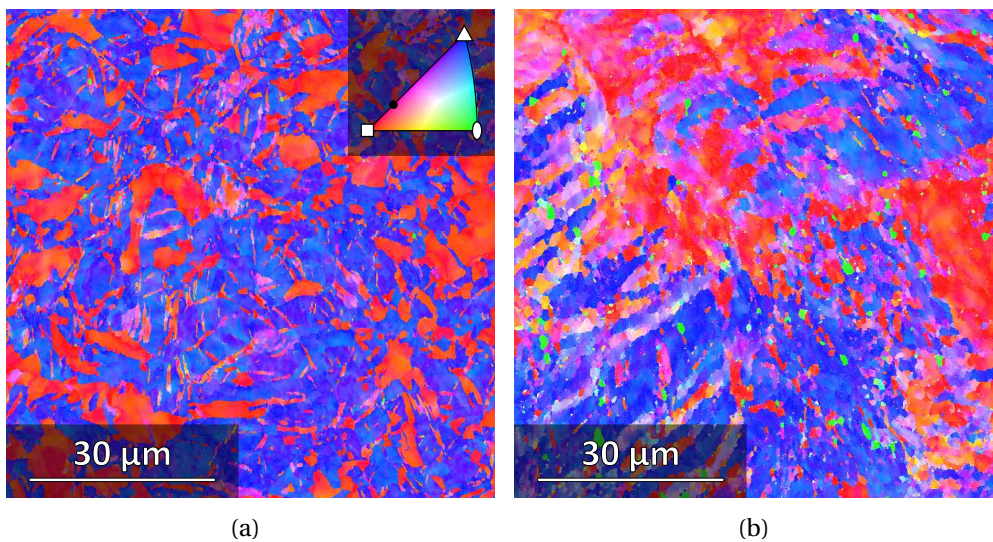


Abbildung 39: Orientierungskarten für den Querschliff bei einer Gesamtumformung von 2,4 mit einer Stichabnahme von 0,1/Stich bei Stickstoffkühlung: a) Zentrum und b) Rand des Drahtes. Die Schrittweite der Orientierungsabbildung beträgt 50 nm.

4 Reines Kupfer

chungen aus den vorangegangenen Abschnitten zu erwarten ist, treten bei einer Stichabnahme von 0,1/Stich deutliche Abweichungen von diesem Idealbild auf und die $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente ist deutlich verbreitert. Dies ist auf die lokalisierte Verformung am Rand der Umformzone und die daraus resultierenden, zusätzlichen Texturkomponenten zurückzuführen.

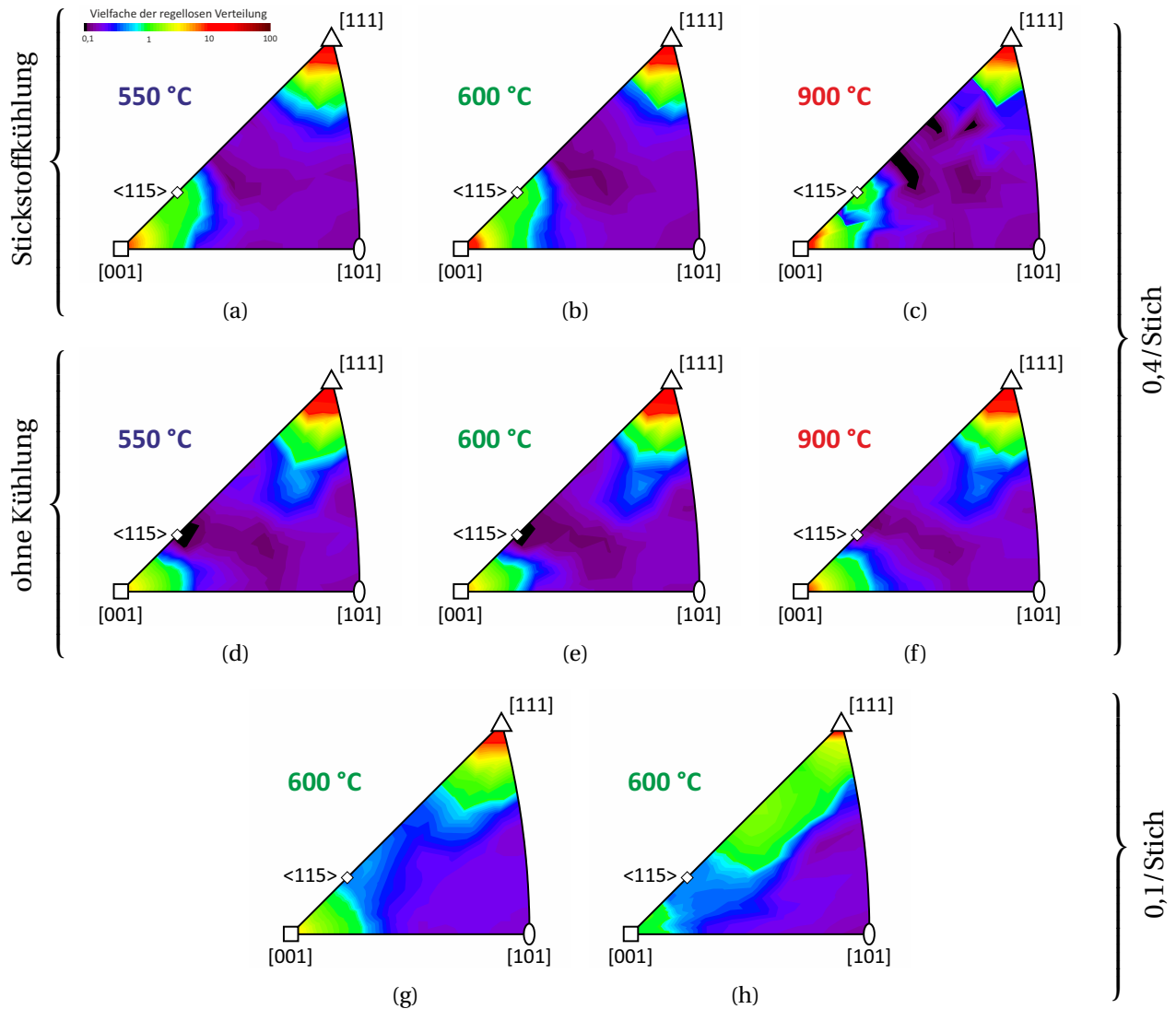


Abbildung 40: Orientierungsdichteverteilung der gezogenen Drähte anhand der inversen Polfigur der Drahtachse. Das Material ist bei 550 °C (a, d), 600 °C (b, e, g, h) oder 900 °C (c, f) rekristallisiert und anschließend mit Stickstoffkühlung (a bis c & g) oder ohne Kühlung (d bis f & h) mit 0,4/Stich (a bis f) und 0,1/Stich (g & h) bis zu einem Umformgrad von 2,4 gezogen worden.

Die Verringerung der Umformtemperatur durch die Stickstoffkühlung führt bei einer Stichabnahme von 0,4/Stich unabhängig vom präparierten Ausgangsgefüge zu einer deutlichen Ausbildung der mit der Zwillingsbildung verbundenen $\langle 115 \rangle$ -

Fasertexturkomponente. Diese ist bei Drähten, die bei ansonsten gleichen Parametern ohne Stickstoffkühlung hergestellt wurden, nicht vorhanden. Durch die deutlich schlechtere Ausbildung der $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente bei einer reduzierten Stichabnahme von 0,1/Stich ist nahe 77 K auch die $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente deutlich schwächer, da lediglich ein geringer Anteil des Gefüges verzwilligen kann.

Da auch während der Umformung bei tiefen Temperaturen nur ein Teil der Verformung durch die Zwillingsbildung getragen wird, hat auch die gleichzeitig ablaufende Gleitung einen Einfluss auf die Texturentwicklung. In Abbildung 41 ist die Änderung der Orientierungsdichteverteilung bei ansonsten gleichen Randbedingungen für die Absenkung der Umformtemperatur gezeigt. Es wird deutlich, dass die Orientierung nicht allein von der $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente diskret auf $\langle 115 \rangle$ dreht. Die entstandenen Zwillingslamellen drehen durch die parallel ablaufende Gleitung noch auf eine $\langle 001 \rangle$ -Faserorientierung ein [109]. Dies konnte anhand von transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen direkt nachgewiesen werden. In Abbildung 42 ist ein Verformungsband bestehend aus mehreren Verformungszwillingen gezeigt. Die Präparation der Probe erfolgte wie in Abschnitt 4.2 durch eine Zielpräparation mit fokussiertem Ionenstrahl. Zur Abbildung der Grenzfläche ist die Einstrahlrichtung parallel zu $\langle 011 \rangle$ gewählt. Das lokale Beugungsmuster an einer der abgebildeten Zwillingsgrenzen in Abbildung 42(b) zeigt die typische Spiegelsymmetrie, die zur Identifikation von Zwillingen herangezogen werden kann. Zusätzlich tritt allerdings noch eine weitere Rotationskomponente um die Scherebenennormale des Zwillingsystems $\langle 011 \rangle$ (vgl. Abschnitt 2.3) auf, die zu einer Aufspaltung des $\{111\}$ -Beugungsreflexes sorgt. Dementsprechend sind auch in den Korngrenzenwinkelstatistiken in Abbildung 43, die aus der Orientierungsabbildung mittels Rückstreuelektronenbeugung gewonnen wurden, Abweichungen von der idealen Misorientierung von 60° für Zwillinge des System $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ zu erkennen. Neben der deutlichen Erhöhung der Korngrenzenanteile bei 60° durch die mechanische Zwillingsbildung beim Drahtziehen mit Stickstoffkühlung sind in allen Proben auch erhöhte Korngrenzenanteile bei knapp 55° zu erkennen. Diese sind zum einen auf die eingedrehten Zwillingslamellen aus den Frühstadien der Umformung bei aktiver mechanischer Zwillingsbildung zurückzuführen. Zum anderen führt die Gleitung auch zu einem Eindrehen der Rekristallisationszwillinge des Ausgangsgefüges, wie es auch in Abbildung 30 zu erkennen ist. In beiden Fällen sorgt das Eindrehen auf die $\langle 001 \rangle$ -Faserorientierung zu einem Korngrenzenwinkel von $54,74^\circ$ ($\angle([001],[111]) = \arccos(1/\sqrt{3})$).

Der Volumenanteil an verzwilligtem Material, d. h. Matrixkörner und fragmentierende Zwillinge, entspricht demnach nicht allein der Summe der Volumenanteile der $\langle 111 \rangle$ - und der $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente, da die Zwillinge auch von der $\langle 115 \rangle$ -Faserorientierung abweichende Orientierungen aufweisen können. Die Untersuchun-

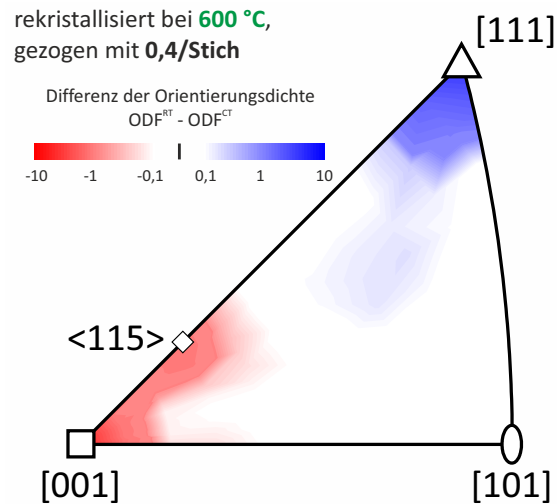


Abbildung 41: Orientierungsdichteänderung ($ODF^{RT} - ODF^{CT}$) durch eine Absenkung der Umformtemperatur mittels Stickstoffkühlung. Das feinkörnige Ausgangsmaterial (rekristallisiert bei **600 °C**) wurde mit 0,4/Stich bis zu einem Umformgrad von 2,4 gezogen.

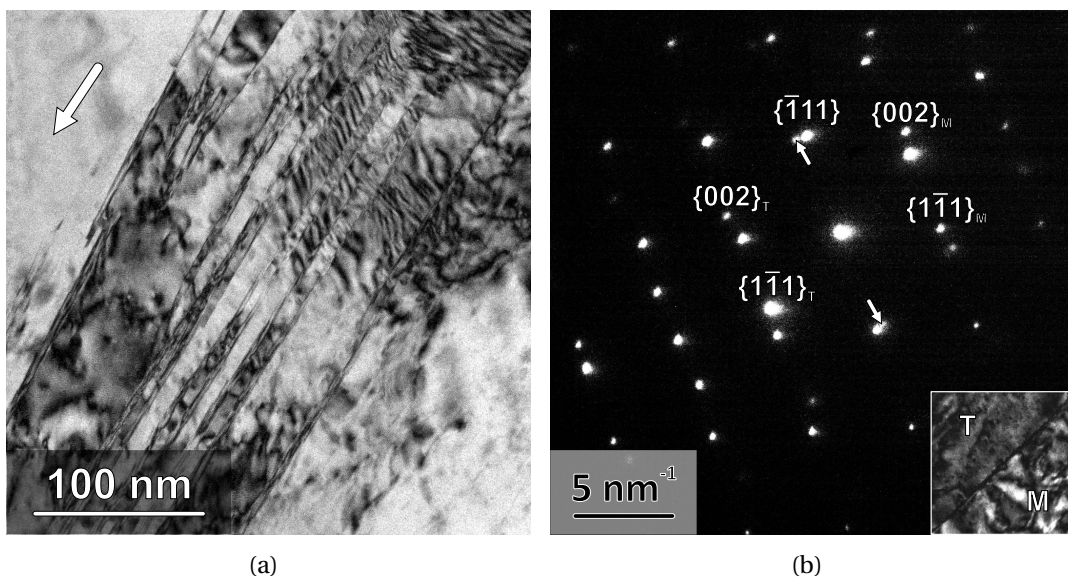
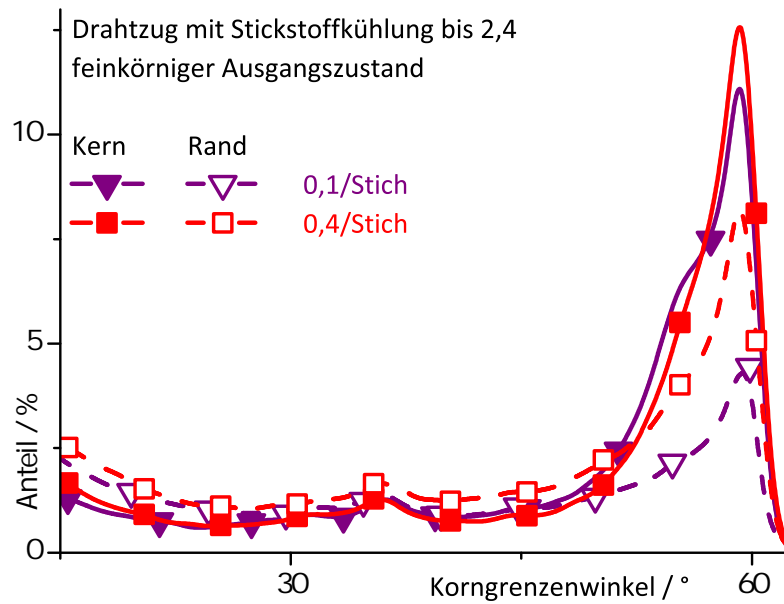
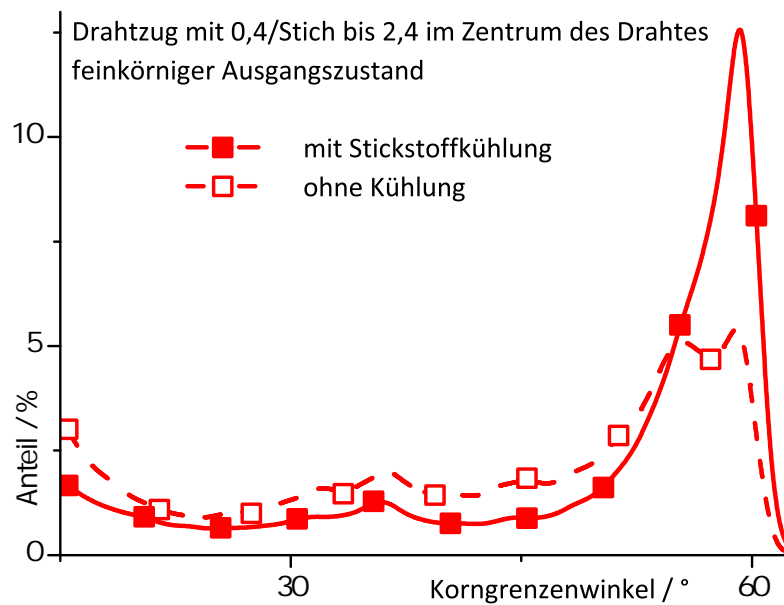


Abbildung 42: Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen von Verformungszwillingen nach einer Umformung mit 0,4/Stich bis zu einem Umformgrad von 2,4 mit Stickstoffkühlung: a) Hellfeldaufnahme eines Verformungsbandes aus mehreren Zwillingen und b) Beugungsaufnahme der in der Einfügung gezeigten Stelle. Die Einstrahlrichtung ist $\langle 011 \rangle$. Die Zuordnung der Beugungsreflexe zu den jeweiligen Gefügebestandteilen („T“ = Zwilling, „M“ = Matrix) erfolgte anhand von Dunkelfeldaufnahmen. Die Einstrahlrichtung ist $\langle 011 \rangle$.



(a)



(b)

Abbildung 43: Anteile der Korngrenzenwinkel aus den Orientierungsabbildungen in den Abbildungen 37, 38 & 39 im Vergleich: a) bei unterschiedlicher Stichabnahme mit Stickstoffkühlung und b) bei unterschiedlicher Umformtemperatur. Der untere Grenzwert von 15° als minimale Orientierungsdifferenz zwischen zwei Körnern orientiert sich an der oberen Grenze des Versetzungsmodells für Kleinwinkelkorngrenzen [106]. Der maximale Korngrenzenwinkel in kubischen Systemen beträgt knapp $62,8^\circ$ [110].

gen von Chen u. a. [89] belegen zudem, dass sich der $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturanteil unabhängig vom Ausgangsgefüge entwickelt und daher nicht als konstant gegenüber den Umformbedingungen angenommen werden kann. Aus diesem Grund kann der Volumenanteil von Zwillingen und dementsprechend auch der des verzwilligten Materials aus den gewonnenen Daten eingegrenzt bzw. abgeschätzt werden.

Der tatsächliche Volumenanteil der Zwillinge liegt zwischen dem Volumenanteil der $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente und der Summe der Volumenanteile der $\langle 001 \rangle$ - und der $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponenten. Die untere Grenze entspricht Zwillingen, die ausschließlich die Ideallage von Zwillingen in $\langle 111 \rangle$ -faserorientierten Körnern erreichen. Die obere Grenze wird durch die Annahme erreicht, dass die komplette $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturkomponente bei Stickstoffkühlung durch eingedrehte Zwillingslamellen gebildet wird. Für das feinkörnige Ausgangsmaterial sind die Volumenanteile der $\langle 001 \rangle$ - und der $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponenten für eine Umformung mit Stickstoffkühlung jeweils 23 vol% und 21 vol%, während bei Raumtemperatur ausschließlich 15 vol% $\langle 001 \rangle$ -faserorientierter Körner beobachtet werden.

In Kombination mit dem Volumenanteil der Matrixkörner ($\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente) von 42 vol% ergibt sich ein Volumenanteil an verzwilligtem Material zwischen 63 vol% und 86 vol%. Diese Vorgehensweise ist durch die lokalen Untersuchungen begründet, die zeigen, dass alle $\langle 111 \rangle$ -fasertexturierten Körner durch Zwillinge verfeinert werden. Die relevanteste Abschätzung für den Volumenanteil verzwilligten Materials erhält man durch die Korrektur der Summe der Volumenanteile der $\langle 115 \rangle$ - und der $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturkomponente durch den bei Raumtemperatur beobachteten $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturanteil von 15 vol%. Sofern dieser als konstant gegenüber den Umformbedingungen gesehen wird, ergibt sich ein Volumenanteil von durch die Zwillingsbildung verfeinertem Material von 71 vol%. Das Volumenverhältnis von Zwillingen und Matrix innerhalb der verzwilligten Körnern liegt dabei bei 0,7:1.

Auch in elektrolytisch abgeschiedenen Dünnschichten wird keine vollständige Verzwilligung aller Körner erreicht und das Volumenverhältnis von Zwillingen zu Matrix entspricht nicht dem Idealwert von 1:1. Bisher liegen keine relevanten Analysen zu diesen Daten vor, da aufgrund der Längenskalen der Gefüge in stark verzwilligten Dünnschichten ausschließlich transmissionselektronenmikroskopische Analysen infrage kommen. Diese sind allerdings hinsichtlich der globalen Aussagekraft begrenzt. Analysen der Texturentwicklung sind nur bei ausgewählten Abscheideverfahren (z. B. gepulste Gleichstromabscheidung [37] oder Magnetronkathodenzerstäubung [5] mit gerichtetem Schichtwachstum mit Zwillingsebenen innerhalb der Schichtebene) denkbar, bei denen vergleichsweise strenge Orientierungsbeziehungen erfüllt sind. Allerdings liegen hierzu keine verwertbaren Daten vor.

4.4 Verfestigung

Anhand der vorherigen Analysen konnte gezeigt werden, dass das Gefüge lokal sehr unterschiedlich ausgeprägt ist – vor allem bei reduzierter Stichabnahme. Um zu überprüfen, ob dies einen nachweisbaren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat, wurden lokale Mikrohärteuntersuchungen durchgeführt. Die radiale Verteilung der Mikrohärte über dem Längsschliff des Drahtes ist in Abbildung 44 gezeigt.

Der teilrekristallisierte Zustand, der durch eine Glühung bei 550 °C eingestellt wurde, zeigt im Ausgangszustand eine inhomogene Härteverteilung über dem Querschnitt (Abbildungen 44(a) & 44(b)). Dies ist auf nicht-rekristallisierte Gefügebestandteile zurückzuführen. Die vollständig rekristallisierten Varianten zeigen keine signifikante Variation der Härte über dem Drahtquerschnitt.

Eine Umformung mit einer hohen Stichabnahme führt zu einer homogenen Verformung des Materials über dem gesamten Querschnitt auch bei geringen Umformgraden. Bei Raumtemperatur wird dabei innerhalb der ersten Stiche bereits die für diese Umformung maximal erreichbare Härte von 124 HV_{0,1} erreicht und es kommt zu keiner messbaren Verfestigung mehr. Demgegenüber ist bei einer Umformung mit Stickstoffkühlung sowohl ein höheres Härteniveau bei gleichem Umformgrad als auch eine deutlich stärkere Verfestigung nachzuweisen. Dies ist sowohl auf die unterdrückte dynamische Erholung während der Umformung nahe 77 K zurückzuführen als auch auf die einsetzende Zwillingsbildung und die dadurch erreichte Verfeinerung des Gefüges.

Im Falle einer geringen Stichabnahme von 0,1/Stich wird in den Frühstadien der Umformung eine sehr inhomogene Härteverteilung beobachtet (vgl. Abbildung 44(c)). Aufgrund des ausgeprägteren Verfestigungsverhaltens bei kryogener Umformtemperatur ist diese Inhomogenität nahe 77 K anhand der Mikrohärte besser zu erfassen. Die höhere Randhärte kann auf eine lokalisierte Verformung am Rand des Drahtes und eine ungenügende Durchformung zurückgeführt werden. Aufgrund der höheren Härte müssen die äquivalenten Dehnungen des Materials im Randbereich größer sein als im Zentrum des Drahtes. Da mit steigendem Gesamtumformgrad die Verfestigung sinkt, ist der Effekt der Inhomogenität der Verformung bei hohen Umformgraden anhand der Mikrohärte nicht mehr zu finden. Gleichwohl zeigen die Untersuchungen zur Global- und Lokaltexur, dass die ungleichmäßige Verformung des Materials über dem Querschnitt auch hier erhalten bleibt.

Um das Verfestigungsverhalten von Kupfer in den verschiedenen Stadien der Umformung zu untersuchen, wurden die Spannungs-Dehnungs-Kurven von verschiedenen Zwischenstadien bestimmt. Die Zugversuche erfolgten an Drahtproben mit 140 mm Gesamtlänge auf einer elektromechanischen Zugprüfmaschine bei 0,1 mm/min Quer-

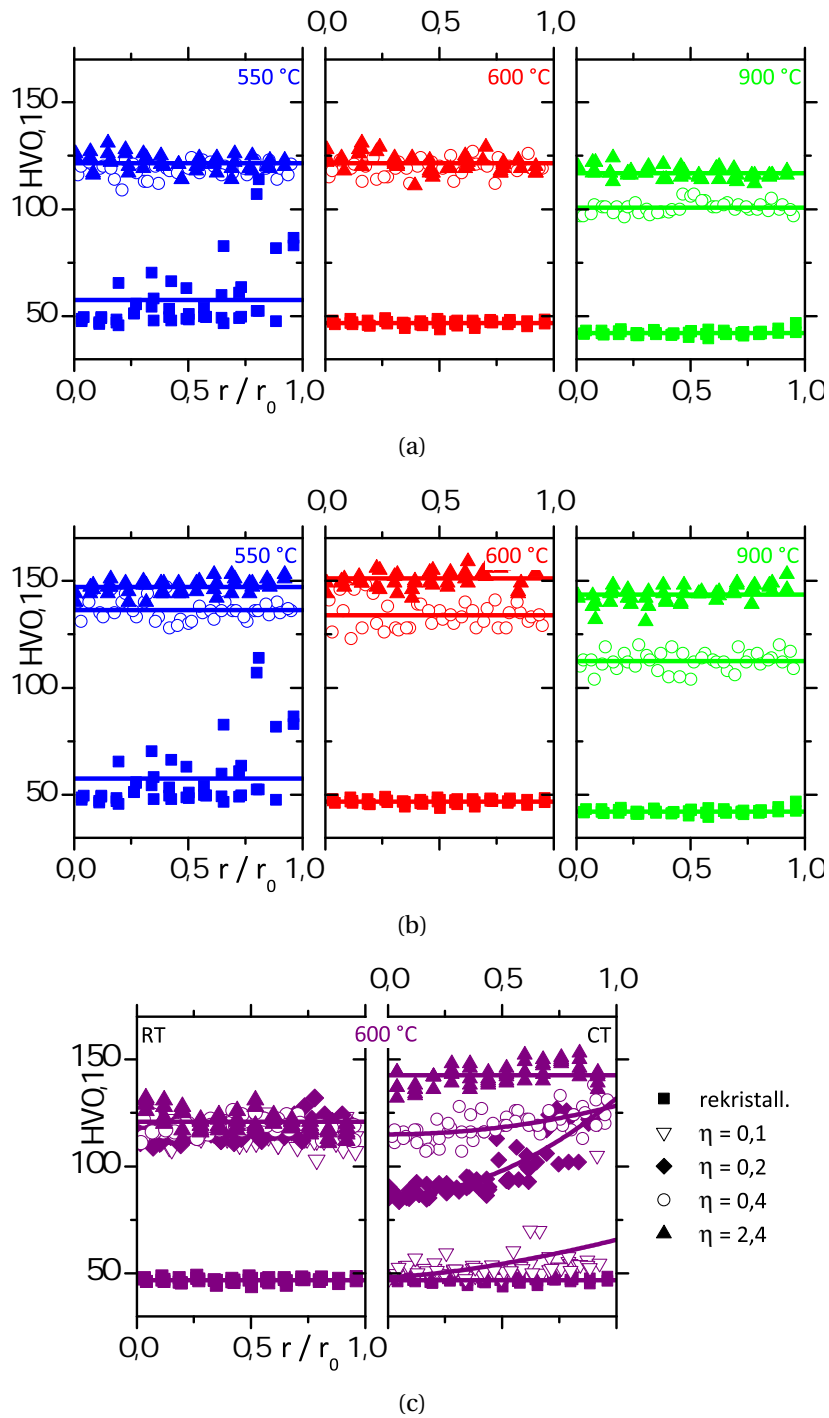


Abbildung 44: Radiale Härteverteilung über dem Drahtlängsschliff bei: a) 0,4/Stich bei Raumtemperatur, b) 0,4/Stich mit Stickstoffkühlung und c) 0,1/Stich mit und ohne Stickstoffkühlung („CT“ bzw. „RT“). Die radiale Position r ist auf den Drahtradius r_0 normiert. Die eingezeichneten Linien dienen der Orientierung. Die angegebenen Temperaturen beziehen sich auf die Temperatur der Wärmebehandlung zur Einstellung des Ausgangsgefüges.

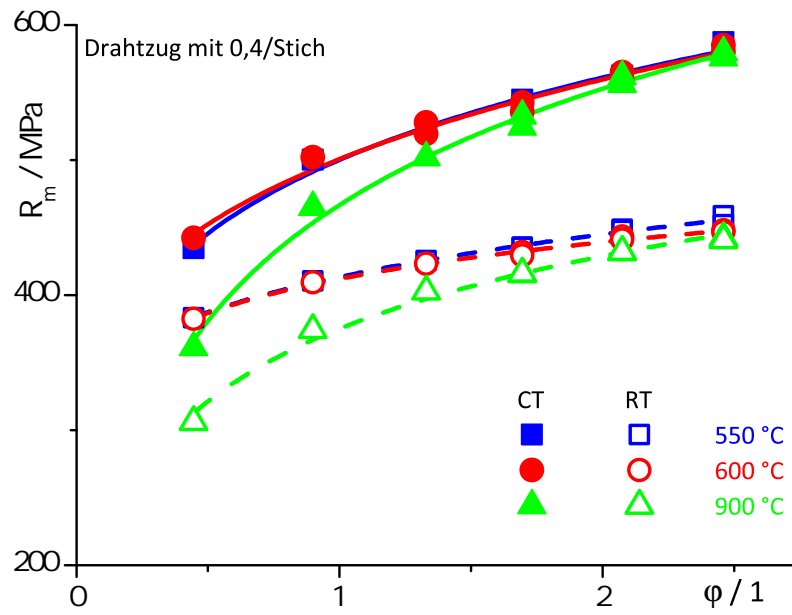
hauptverschiebungsgeschwindigkeit. Die ermittelten Zugfestigkeiten als Funktion des Umformgrades sind in Abbildung 45 für verschiedene Prozessvarianten zusammengefasst.

Wie durch die Mikrohärtemessungen zu erwarten, liegt das Festigkeitsniveau von kryogen gezogenem Kupfer deutlich über dem eines ohne Kühlung gezogenem Kupferdrahtes. Zudem ist die Festigkeitssteigerung bei Temperaturen nahe 77 K ausgeprägter als bei Raumtemperatur. Der Unterschied zwischen teil- und feinkörnig rekristallisiertem Ausgangsgefüge wird innerhalb des ersten Umformschrittes vollständig kompensiert und es sind im weiteren Prozessverlauf keine signifikanten Unterschiede mehr zu beobachten. Im Gegensatz dazu zeigt ein grobkörniges Ausgangsgefüge deutlich abweichende Verfestigungscharakteristiken. Bei Stickstoffkühlung ist die Verfestigung in den Frühstadien der Umformung deutlich größer – die Festigkeit allerdings deutlich geringer als bei einem feinkörnigen Ausgangsgefüge. Erst bei einem Umformgrad von $\varphi = 2,4$ kann die Festigkeit der feinkörnigen Variante erreicht werden. Dieses Verhalten ist vermutlich auf die längeren Lauf- und Aufstaulängen von Versetzungen in der grobkörnigen Variante zurückzuführen. Dadurch werden Verfestigungseffekte durch den Aufstau von Versetzungen an der Korngrenze tendentiell zu höheren Dehnungen verschoben. Bei Raumtemperatur kann der Unterschied der Zugfestigkeiten der unterschiedlichen Ausgangszustände bei $\varphi = 2,4$ nicht ganz ausgeglichen werden. Das ist auf die fehlende dynamische Verfeinerung durch Zwillingsbildung zurückzuführen, wie sie bei Stickstoffkühlung auftritt.

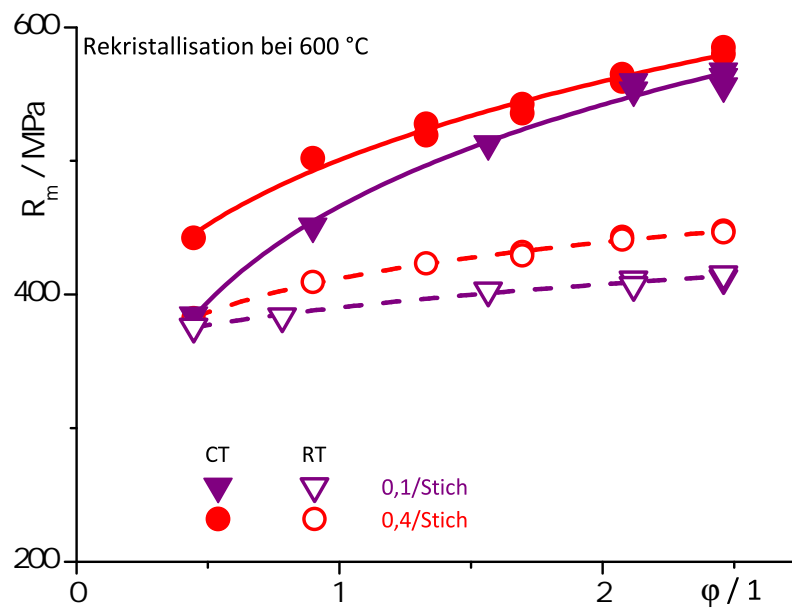
Ähnlich wie ein grobkörniges Material verfestigt auch ein feinkörniges Material, das mit einer geringeren Stichabnahme prozessiert wird (vgl. Abbildung 45(b)). Dies ist im Wesentlichen auf die deutlich schlechter ausgebildete Fasertextur bei 0,1/Stich zurückzuführen. Die Festigkeit eines Drahthalbzeugs ist durch die Schärfe dieser Texturkomponenten bestimmt. Unter uniaxialer Last zeigt die $\langle 111 \rangle$ -Faserorientierung den geringsten ($S(\langle 111 \rangle) = \sqrt{6}/9 \approx 0,272$) und die $\langle 001 \rangle$ -Faserorientierung einen mittleren¹⁴ Schmidfaktor ($S(\langle 001 \rangle) = \sqrt{6}/6 \approx 0,408$) für das maximalbelastete Gleitsystem (vgl. Gleichung 24 und Abbildung 10 in Abschnitt 2.3.4). Beim Auftreten einer scharfen und dominanten $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente wird der Fließbeginn somit zu höheren Spannungen verschoben. Es wird folglich für eine hohe Stichabnahme von 0,4/Stich infolge der scharfen und starken $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente (vgl. Abschnitt 4.3) eine entsprechend hohe Fließspannung und Zugfestigkeit gefunden.

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der maximal umgeformten Zustände bei einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 2,4$ sind in Abbildung 46 gezeigt. Die Gesamtdehnung der hergestellten Halbzeuge liegt im Bereich von 2 % bis 3 %, wobei die bei Raumtemperatur umgeformten Drähte neben einer deutlich geringeren Festigkeit (140 MPa

¹⁴im Vergleich zu beliebigen anderen Orientierung innerhalb des Standarddreiecks



(a)



(b)

Abbildung 45: Abhängigkeit der Zugfestigkeit vom Umformgrad mit und ohne Stickstoffkühlung („CT“ bzw. „RT“) für: a) verschiedene Ausgangsgefüge sowie b) verschiedene Stichabnahmen.

entsprechen $\approx 31\%$ der Festigkeit des ohne Kühlung präparierten Drahtes) eine leicht höhere Duktilität aufweisen. Durch die Änderung der Volumenanteile der Texturkomponenten infolge der verschiedenen Verarbeitungsbedingungen kommt es im elastisch hoch anisotropen Kupfer auch zu signifikanten Veränderungen des Elastizitätsmoduls der hergestellten Drähte in Drahtachsenrichtung. Im Fall der in Kapitel 5 noch zu beschreibenden CuAl-Legierungen wird durch die verringerte Stapelfehlerenergie die Texturänderung nochmals verstärkt und die entsprechende Änderung des Elastizitätsmoduls ist ausgeprägter als bei reinem Kupfer. Daher erfolgt eine detaillierte Diskussion dieses Effekts in Abschnitt 5.4.

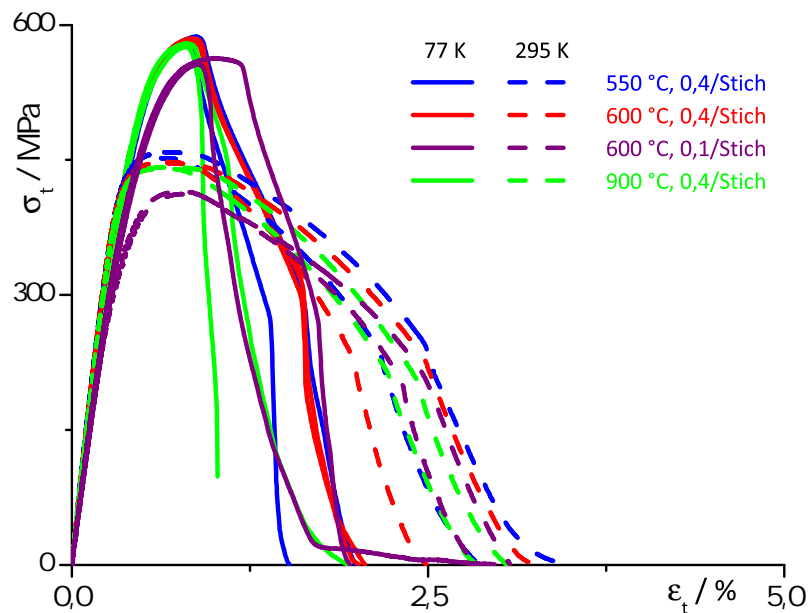


Abbildung 46: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven der Drähte im Endzustand bei einem Umformgrad von 2,4. „CT“ entspricht mit Stickstoffkühlung bzw. „RT“ entspricht ohne Kühlung gezogen.

Für den Einsatz als elektrische Leiter muss neben den mechanischen Eigenschaften auch die elektrische Leitfähigkeit der hergestellten Drahthalbzeuge charakterisiert werden. Infolge der Umformung und des resultierenden Defekteinbaus kommt es jeweils zu einer Reduktion der elektrischen Leitfähigkeit um $4,9 \cdot 10^{-10} \Omega\text{m}$ bzw. $11,1 \cdot 10^{-10} \Omega\text{m}$ für eine Umformung bei Raumtemperatur oder kryogener Temperatur. Dies entspricht 3 % bzw. 6,5 % der elektrischen Leitfähigkeit von grobkörnigem, vollständig rekristallisiertem Kupfer (Cu-OFE). Diese Kombination von deutlich verbesserter Festigkeit mit geringen Abstrichen hinsichtlich der elektrischen Leitfähigkeit ist bisher nicht mit Legierungsvarianten zugänglich und wird zusammen mit den CuAl-Legierungen in Abschnitt 5.6 im Vergleich zu industriell verfügbaren Legierungsvarianten diskutiert. Im Vergleich zu hochfesten Dünnschichten mit hoher Zwillingsdichte ist die Abnahme der elektrische

Leitfähigkeit größer [2]. Dies ist zum einen auf die deutlich höhere Versetzungsdichte des umgeformten Drahtes zurückzuführen. Zum anderen konnte anhand der lokalen Analysen gezeigt werden, dass sowohl die Grenzfläche als auch die Orientierung der Zwillinge durch die Verformung beeinträchtigt wird. Die Ergebnisse des nächsten Abschnitts diskutieren daher die Möglichkeit durch Wärmebehandlungen mögliche Defekte in der Grenzfläche auszuheilen.

4.5 Erholung und Rekristallisation

Als Möglichkeit zur Verbesserung der Grenzflächeneigenschaften durch Defektabbau wurden verschiedene Varianten von Wärmebehandlungen getestet. Dieses Vorgehen ist auf Ergebnisse von Jia u. a. [111] zurückzuführen. Sie konnten bei der Wärmebehandlung von kryogewalzten Kupfereinkristallen im Übergangsbereich von Erholung, Rekristallisation und Kornwachstum die Bildung sehr feiner Erholungs- oder Rekristallisationszwillinge beobachten, die zu einem entsprechenden Härtebeitrag führten. Da diese in der Regel eine kohärente Zwillingsgrenze besitzen, sollte ihr negativer Einfluss auf Duktilität und elektrische Leitfähigkeit geringer als bei inkohärenten und potentiell gestörten mechanisch erzeugten Zwillingen sein. Voraussetzung für eine solche Umwandlung ist die Unterdrückung von Keimbildung ohne Zwillingsbildung und schnellem Kornwachstum, wie sie in der Regel in reinen Metallen in engen Zeit- und Temperaturfenstern auftreten.

Anhand von Mikrohärtmessungen nach isochron durchgeführten Wärmebehandlungen, deren Ergebnisse in Abbildung 47 gezeigt sind, kann der Bereich von Erholung und Rekristallisation der kryogen gezogenen Drähte festgelegt werden. Dazu wurden zunächst Wärmebehandlungen mit einer technisch relevanten Glühzeit von 30 min durchgeführt. Dabei kann bei 200 °C der erste deutliche Härteabfall beobachtet werden, während bei 250 °C die Rekristallisation vollständig abgeschlossen ist. Ein Wiederanstieg der Härte wie bei Jia u. a. [111] konnte nicht festgestellt werden. Die Abhängigkeit der Härte von der Glühtemperatur nach einer Wärmebehandlung von 30 min kann gut durch eine dynamische Widerstandsmessung mit einer Heizrate von 0,5 K/min abgebildet werden (vgl. Abbildung 48). Der irreversible Teil der Widerstandsänderung während der Heizfahrt aus dem Umformzustand findet dabei im Bereich zwischen 175 °C und 285 °C statt.

Um die Veränderungen des Gefüges durch Erholung und Rekristallisation nach den isochronen Wärmebehandlungen zu überprüfen, wurden die entsprechenden Zustände (gefüllte Symbole in Abbildung 47) mittels Rückstreuелеlektronenbeugung charakterisiert. Die entsprechenden Gefüge sind anhand der Orientierungskarten in Abbildung 49 dargestellt. Nach einer Wärmebehandlung bei 150 °C (vgl. Abbildung 49(a)) sind unter Beachtung der Schrittweite von 50 nm keine Veränderungen zum Umformzustand (vgl.

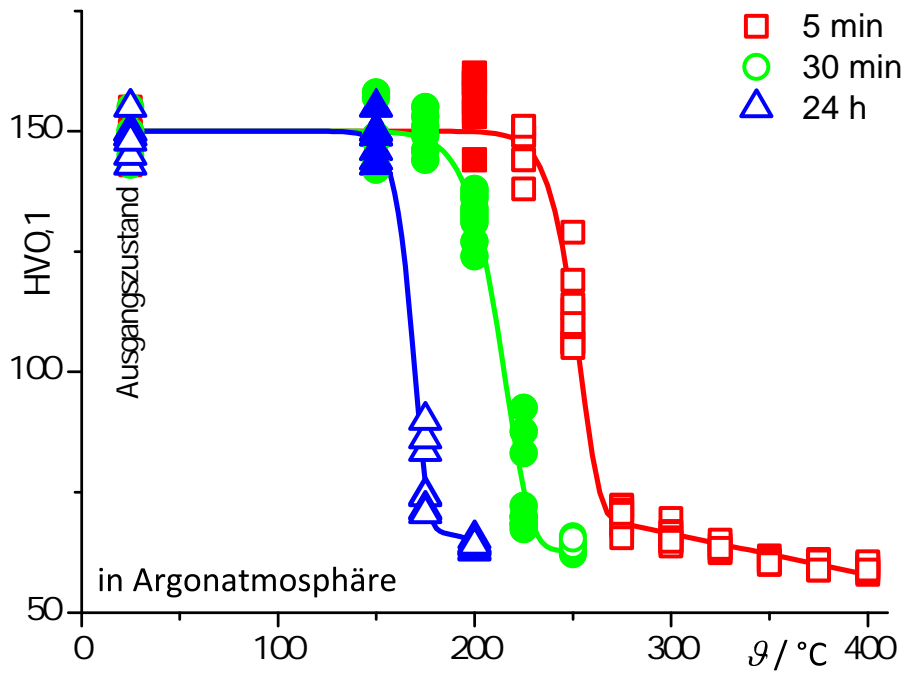


Abbildung 47: Erholung und Rekristallisation anhand der Mikrohärtigkeit von kryogen gezogenem Cu-OFE bei Glühungen im Bereich von 150 °C bis 400 °C für jeweils 5 min, 30 min und 24 h unter Argonatmosphäre. Gefüllte Symbole kennzeichnen die Zustände, an denen detaillierte Gefügeuntersuchungen durchgeführt wurden.

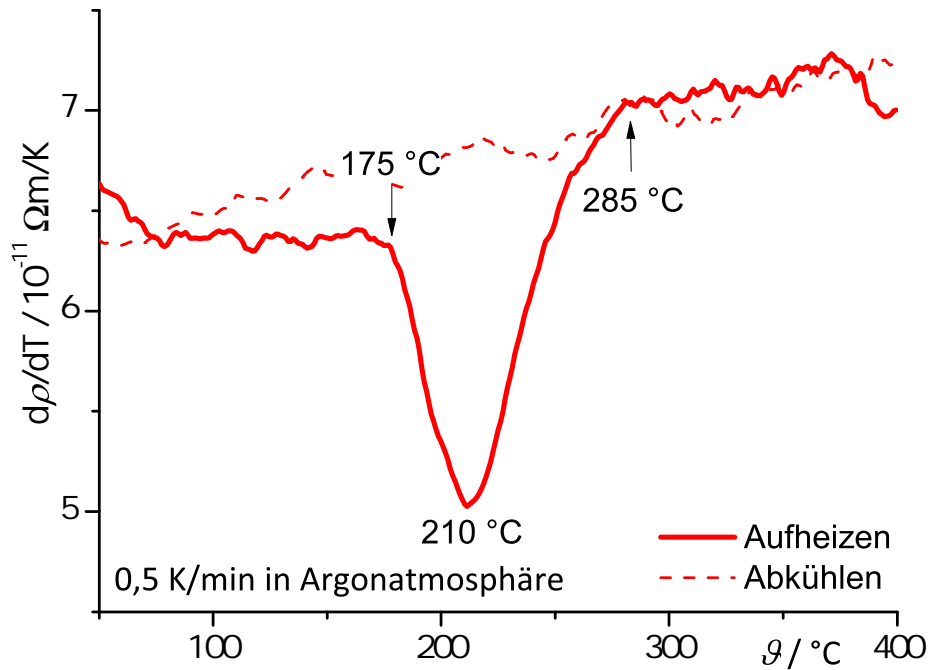


Abbildung 48: Erholung und Rekristallisation anhand der Änderung des elektrischen Widerstands von kryogen gezogenem Cu-OFE beim Heizen bis 750 °C und anschließendem Abkühlen mit jeweils 0,5 K/min unter Argonatmosphäre.

Abbildung 37) zu erkennen. Bei 175 °C (vgl. Abbildung 49(b)) sind bereits erste rekristallisierte Gefügebestandteile in der Größenordnung von 100 nm bis 3 µm Korngröße zu erkennen. Diese lassen sich mithilfe der Beugungsmusterqualität eindeutig vom restlichen Gefüge trennen, da die deutliche Defektreduzierung zu einer besseren Beugungsmusterqualität führt. Selbst diese vergleichsweise kleinen, neugebildeten Körner enthalten bereits eine Vielzahl von Rekristallisationszwillingen (vgl. Ausschnittsvergrößerung in Abbildung 49(a)). Die Orientierung der neugebildeten Körner weicht teilweise deutlich von den Fasertexturkomponenten ($\langle 111 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ & $\langle 115 \rangle$) des Umformgefüges ab. Eine weitere Erhöhung der Temperatur während der Wärmebehandlung auf 200 °C führt zu einer Vergrößerung des rekristallisierten Volumenanteils. Die Korngröße des rekristallisierten Anteils liegt allerdings bereits im Bereich von 5 µm bis 10 µm. Die Rekristallisationszwillinge zeigen Zwillingslamellenweiten von 500 nm und größer. Die Analyse der Beugungsmusterqualität gibt keine Hinweise auf möglicherweise feinere Zwillinge im rekristallisierten Anteil. Nach einer Wärmebehandlung bei 225 °C ist das Gefüge vollständig rekristallisiert. Das entstandene Gefüge in Abbildung 49(d) hat eine mittlere Korngröße von knapp 5 µm mit enger Korngrößenverteilung.

Zur Vervollständigung der Texturdaten wurden die Globaltexturen der Wärmebehandlungsstufen erfasst. Diese sind in Abbildung 50 dargestellt. Im Einklang mit

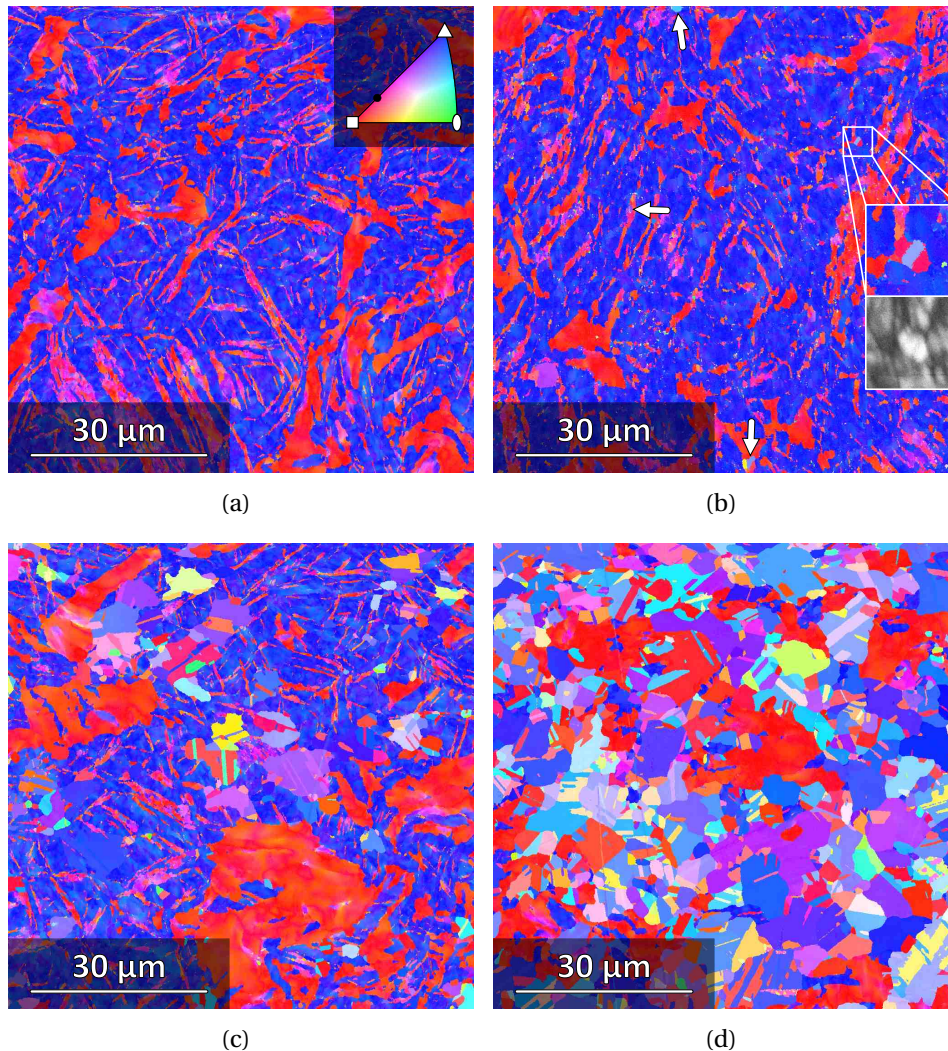


Abbildung 49: Gefüge kryogen gezogener Drähte nach Wärmebehandlungen bei: a) 150 °C, b) 175 °C, c) 200 °C und d) 225 °C für jeweils 30 min in Argonatmosphäre. Erste rekristallisierte Gefügebestandteile in der Größenordnung von 100 nm bis 3 µm sind mit Pfeilen und in b) durch eine Ausschnittsvergrößerung (5 µm Kantenlänge) gekennzeichnet. Die Graustufen des Ausschnitts verdeutlichen die Beugungsmusterqualität.

4 Reines Kupfer

den Lokaltexturmessungen wird bei niedrigen Temperaturen zunächst die $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente im Vergleich zu den beiden dominanten Texturkomponenten schwächer. Bei höheren Temperaturen werden auch die anderen beiden Texturanteile schwächer. Auffällig ist, dass die $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente dabei deutlich verbreitert wird. Die Bildung einer Vielzahl von Erholungs- oder Rekristallisationszwillingen wie bei Jia u. a. [111] kann bei einer Wärmebehandlung von 30 min anhand der lokalen Untersuchungen ausgeschlossen werden. Es bleibt daher lediglich die Möglichkeit einer Erholung der Grenzfläche der Zwillinge bei 150 °C, da bei einer Glühdauer von 30 min noch keine Anzeichen einer einsetzenden Keimbildung gefunden werden konnten.

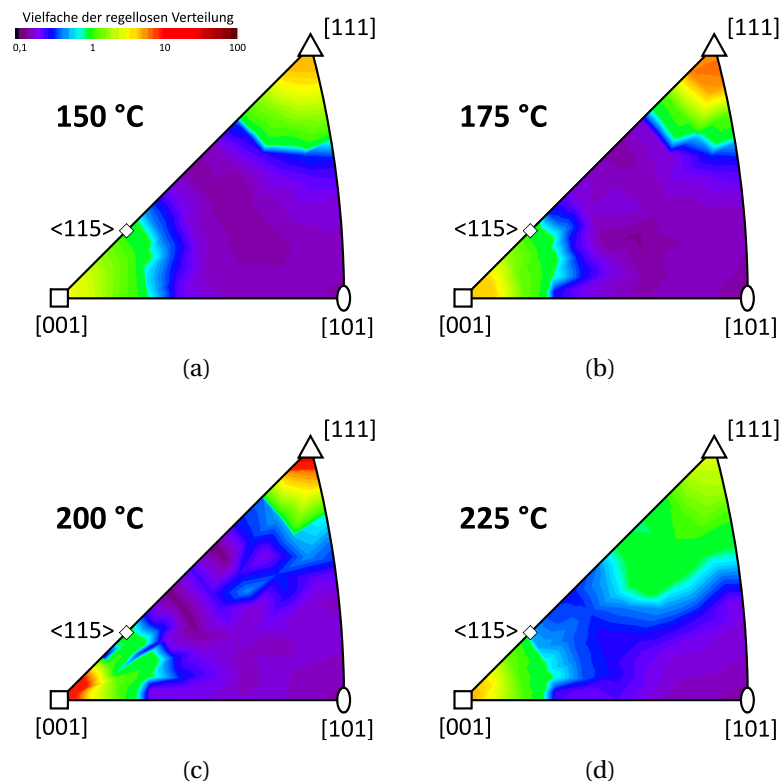


Abbildung 50: Orientierungsdichteverteilung der kryogen gezogenen und wärmebehandelten Drähte anhand der inversen Polfigur der Drahtachse. Die Wärmebehandlung wurde für 30 min unter Argonatmosphäre bei: a) 150 °C, b) 175 °C, c) 200 °C und d) 225 °C durchgeführt.

Um sicherzustellen, dass nicht andere Zeit-Temperatur-Paarungen geeigneter sind, um eine gezielte Erholung der Zwillingsgrenzen des Umformzustandes oder die Bildung von neuen Zwillingsgrenzen zu ermöglichen, wurden weitere Glühzeiten untersucht. Eine Glühdauer von 5 min ist dabei an die Arbeit von Jia u. a. [111] angelehnt. Für die Beurteilung von Langzeitwärmebehandlungen wurden 24 h gewählt. Für die Kurzzeitglühungen wird bei 250 °C ein erster Härteabfall beobachtet und die Rekristallisation ist

bei 275 °C abgeschlossen (vgl. Abbildung 47). Für eine 24 h-Glühung wird die vollständige Rekristallisation bei 200 °C beobachtet (vgl. Abbildung 47). In beiden Fällen erfolgt wie im Falle von 30 min Glühungen kein Wiederanstieg der Härte. Auch eine Analyse des Zeitverhaltens der Mikrohärte bei 150 °C, 175 °C und 200 °C in Abbildung 51 zeigt keine besonderen Abweichungen, die auf die Bildung von Erholungszwillingen mit zusätzlichem Härtungsbeitrag schließen lassen. Sowohl Lokal- als auch Globaltextur in den Abbildungen 52 & 53 belegen für 150 °C/24 h/Ar und 200 °C/5 min/Ar die einsetzende Rekristallisation. Bei einer Langzeitwärmehandlung ist bereits ein signifikanter Anteil des Gefüges rekristallisiert, während bei kurzer Glühdauer wie im Falle von 150 °C/30 min/Ar rekristallisierte Gefügebestandteile in der Größenordnung von 100 nm bis wenige Mikrometer beobachtet werden. Auch bei diesen Parametersätzen mit Glühdauern von 5 min und 24 h kann das rasche Kornwachstum der rekristallisierten Gefügebestandteile nicht gegenüber der Bildung von Erholungszwillingen oder der Erholung der Zwillingsgrenzfläche unterdrückt werden.

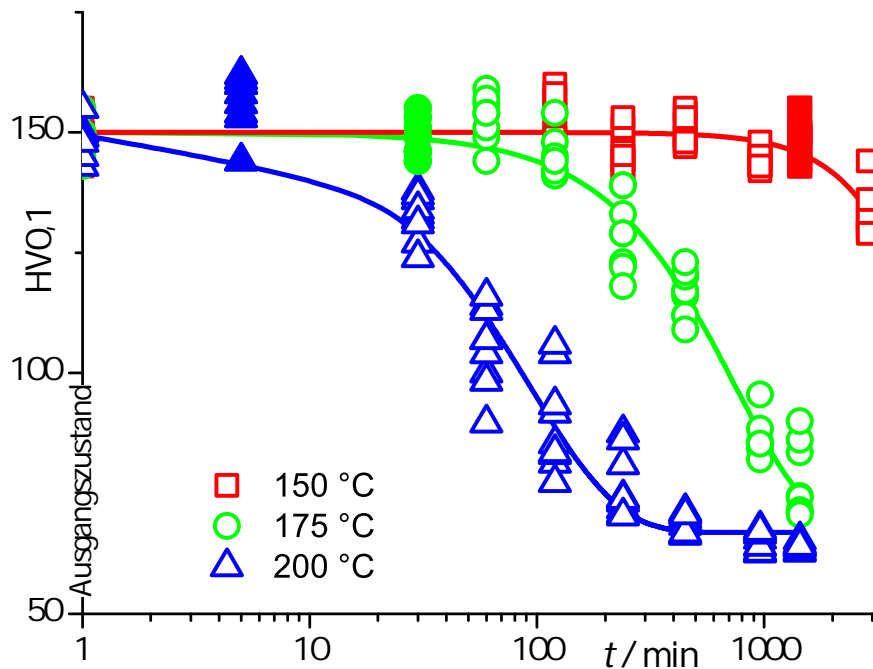


Abbildung 51: Erholung und Rekristallisation anhand der Mikrohärte von kryogen gezogenem Cu-OFE nach Glühungen im Bereich von 5 min und 48 h bei 150 °C, 175 °C und 200 °C unter Argonatmosphäre. Gefüllte Symbole kennzeichnen die Zustände, an denen detaillierte Gefügeuntersuchungen durchgeführt wurden.

Dementsprechend kann in den Spannungs-Dehnungs-Kurven (vgl. Abbildung 54) kein anomales Verhalten beobachtet werden, bei dem übermäßig Duktilität infolge der

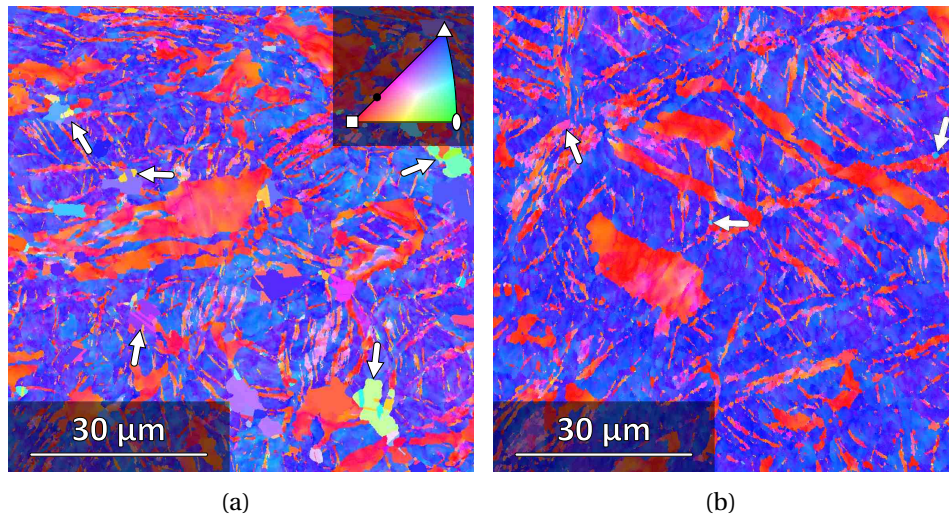


Abbildung 52: Gefüge kryogen gezogener Drähte nach Wärmebehandlung bei: a) 150 °C für 24 h und b) 200 °C für 5 min in Argonatmosphäre. Rekristallisierte Gefügebestandteile sind mit Pfeilen gekennzeichnet.

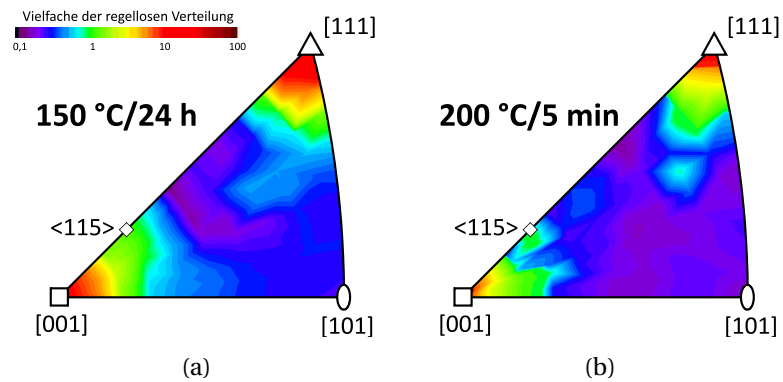


Abbildung 53: Orientierungsdichteverteilung der kryogen gezogenen und anschließend wärmebehandelten Drähte anhand der inversen Polfigur der Drahtachse nach Wärmebehandlung bei: a) 150 °C für 24 h und b) 200 °C für 5 min.

Wärmebehandlung mit gleichzeitig moderater Einbuße an Festigkeit gewonnen wird. Selbst bei vergleichsweise geringen Temperaturen oder kurzen Zeiten (200 °C/5 min/Ar, 175 °C/30 min/Ar, 150 °C/24 h/Ar) nimmt die Festigkeit ab, ohne dass sich die Duktilität signifikant erhöht. Selbst bei fortschreitender Rekristallisation wie bei 200 °C/30 min/Ar oder 150 °C/24 h/Ar, bei der die Festigkeit bereits unter 500 MPa gefallen ist, bleibt die Bruchdehnung bei unter 3 %.

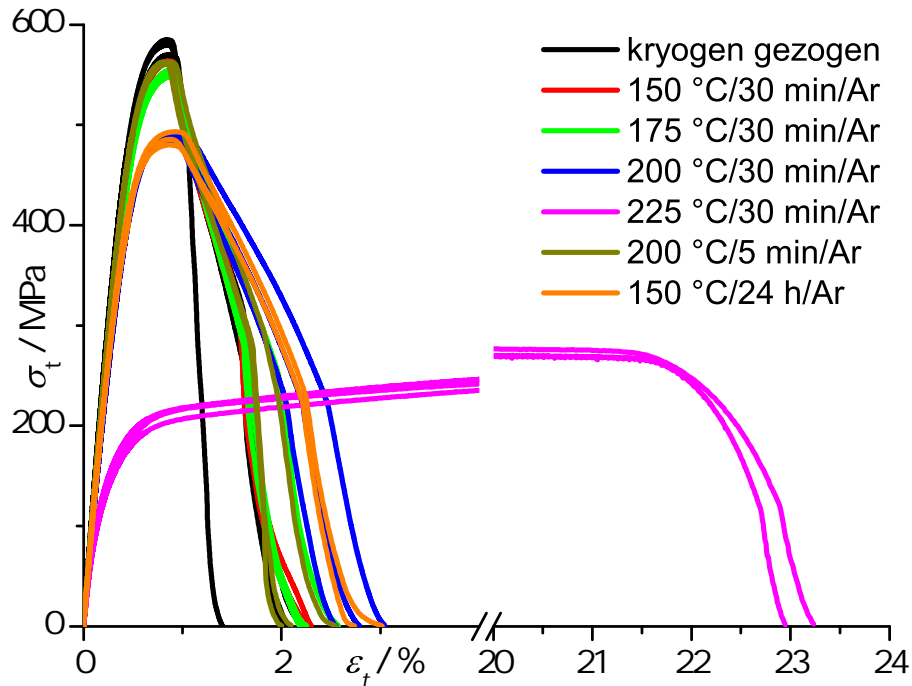


Abbildung 54: Veränderung der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven durch eine Wärmebehandlung kryogen gezogener Kupferdrähte im Bereich von Erholung und Rekristallisation.

5 Einphasige Kupferlegierungen

Neben der Möglichkeit die Zwillingsbildung in reinem Kupfer durch eine Absenkung der Umformtemperatur zu ermöglichen, kann auch die Stapelfehlerenergie durch Legieren abgesenkt werden. Die intrinsische Stapelfehlerenergie ist dabei im Wesentlichen von der Valenzelektronenkonzentration abhängig. Durch das Legieren von monovalentem Kupfer ($Z_{\text{Cu}} = 1$) mit polyvalenten Legierungselementen wie Zn ($Z_{\text{Zn}} = 2$), Al ($Z_{\text{Al}} = 3$), Ga ($Z_{\text{Ga}} = 3$), Ge ($Z_{\text{Ge}} = 4$) oder Sn ($Z_{\text{Sn}} = 4$) in einphasigen Mischkristallen kann die Stapelfehlerenergie effektiv gesenkt werden. Die Auswirkungen solcher Maßnahmen auf die wichtigsten Werkstoffeigenschaften werden im Folgenden dargestellt und diskutiert.

5.1 Stapelfehlerenergie einphasiger Kupfermischkristalllegierungen

Die Stapelfehlerenergien von verschiedenen Kupfermischkristalllegierungen sind in Abbildung 55 gezeigt [57, 112, 113]. Mit zunehmender Wertigkeit der Legierungselemente steigt die Valenzelektronenkonzentration der Legierung stärker an. Dementsprechend fällt die Stapelfehlerenergie deutlicher ab. Für die Drahtziehexperimente, die im Folgenden vorgestellt werden, wurden ausschließlich CuAl-Legierungen verwendet, da diese unter den dargestellten Legierungsvarianten die beste Gießbarkeit in einer Graphitkille im Induktionsofen zeigten. Die deutlich gebräuchlicheren Bronze- und Messinglegierungen neigen zur Ausbildung von massiven Gießfehlern sowohl auf der Oberfläche als auch im Innern des Gussstücks oder zum Abdampfen des Legierungselements. Im industriellen Einsatz werden fast ausschließlich Legierungen mit zusätzlichen Legierungselementen zur Verbesserung der Gießbarkeit eingesetzt [114, 115]. Da zusätzliche Elemente oder schwankende Legierungszusammensetzungen für Untersuchungen hinsichtlich der Stapelfehlerenergie und des grundsätzlichen Verformungsverhaltens nachteilig sind und Gießdefekte die Umformbarkeit deutlich begrenzen können, wurden für die systematischen Untersuchungen der Umformeigenschaften als Funktion der Stapelfehlerenergie binäre CuAl-Legierungen verwendet. Um für die Umformung geeignete Ausgangszustände einzustellen und zur Beseitigung der Gussgefüge wurden die Legierungen zunächst kaltumgeformt (bis $\varphi = 1,8$) und anschließend knapp oberhalb der Rekristallisationstemperatur vollständig rekristallisiert.

5.2 Mechanische Zwillingsbildung während des Drahtzugs

Wie im Falle von reinem Kupfer wurde die mechanische Zwillingsbildung mithilfe der Globaltexturbestimmung an den Drahtquerschliffen charakterisiert. Die Umformtextu-

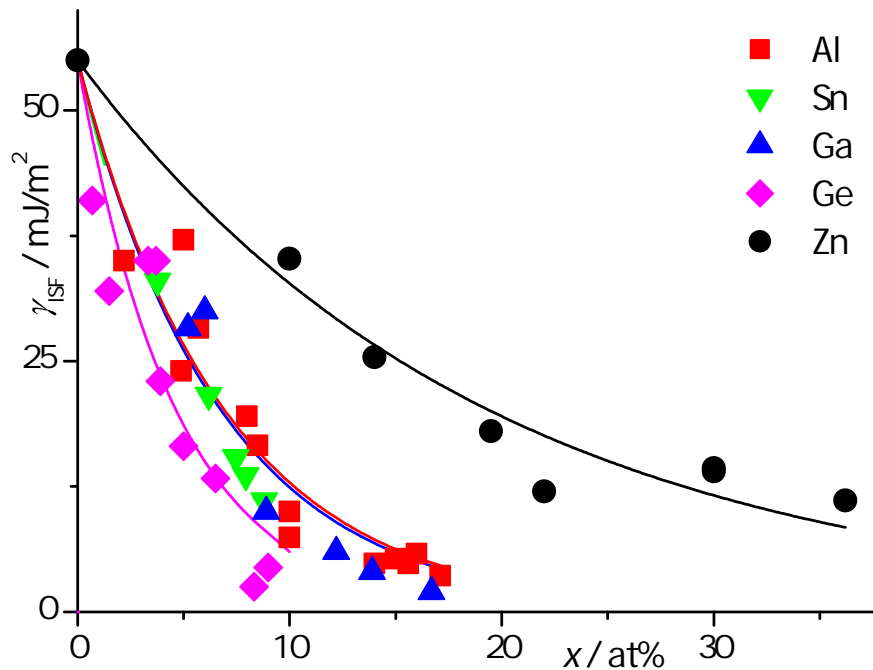


Abbildung 55: Intrinsische Stapelfehlerenergie von einphasigen Legierungen von Kupfer mit mehrwertigen Elementen [57, 112, 113].

ren für den Drahtzug bei Raumtemperatur von verschiedenen CuAl-Legierungen sind in Abbildung 56 gezeigt. Es ist deutlich zu erkennen, dass bei reinem Cu und bei der Legierung CuAl1 keine Anzeichen für eine mechanische Zwillingsbildung in Form einer $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente zu finden sind. Ab einem Legierungsgehalt von 2 m% Al ist diese Texturkomponente hingegen deutlich zu beobachten. 2 m% entsprechen dabei 4.5 at% und einer Stapelfehlerenergie von knapp 30 mJ/m^2 (entspr. Abbildung 55). Für TRIP/TWIP-Stähle wird der Übergang von Versetzungsgleiten zu mechanischer Zwillingsbildung bei Raumtemperatur in der Regel bei 35 mJ/m^2 beobachtet [116]. Es besteht daher formal eine gute Übereinstimmung zwischen den ansonsten sehr verschiedenen Systemen CuAl und FeMnC.

Wie im Falle der Wechselwirkung von Versetzungen mit einer Zwillingsgrenze erscheint ein einfaches Vergleichen der Absolutwerte der intrinsischen Stapelfehlerenergien wenig zielführend, da weitere relevante Randbedingungen für die Bestimmung der Verformungsmechanismen wichtig sind. Da sind zum einen die verschiedenen homologen Temperaturen, denen CuAl- und FeMnC-Legierungen bei Raumtemperatur ausgesetzt sind. Es ist davon auszugehen, dass die die Verfestigung bestimmenden Prozesse der dynamischen Erholung, die thermisch aktiviert sind, zu unterschiedlichen Anteilen zum Festigkeitsniveau beitragen. Sie bestimmen daher in unterschiedlichem Maße die Möglichkeit die notwendige Zwillingsspannung zu überwinden. Zum anderen wirken

5 Einphasige Kupferlegierungen

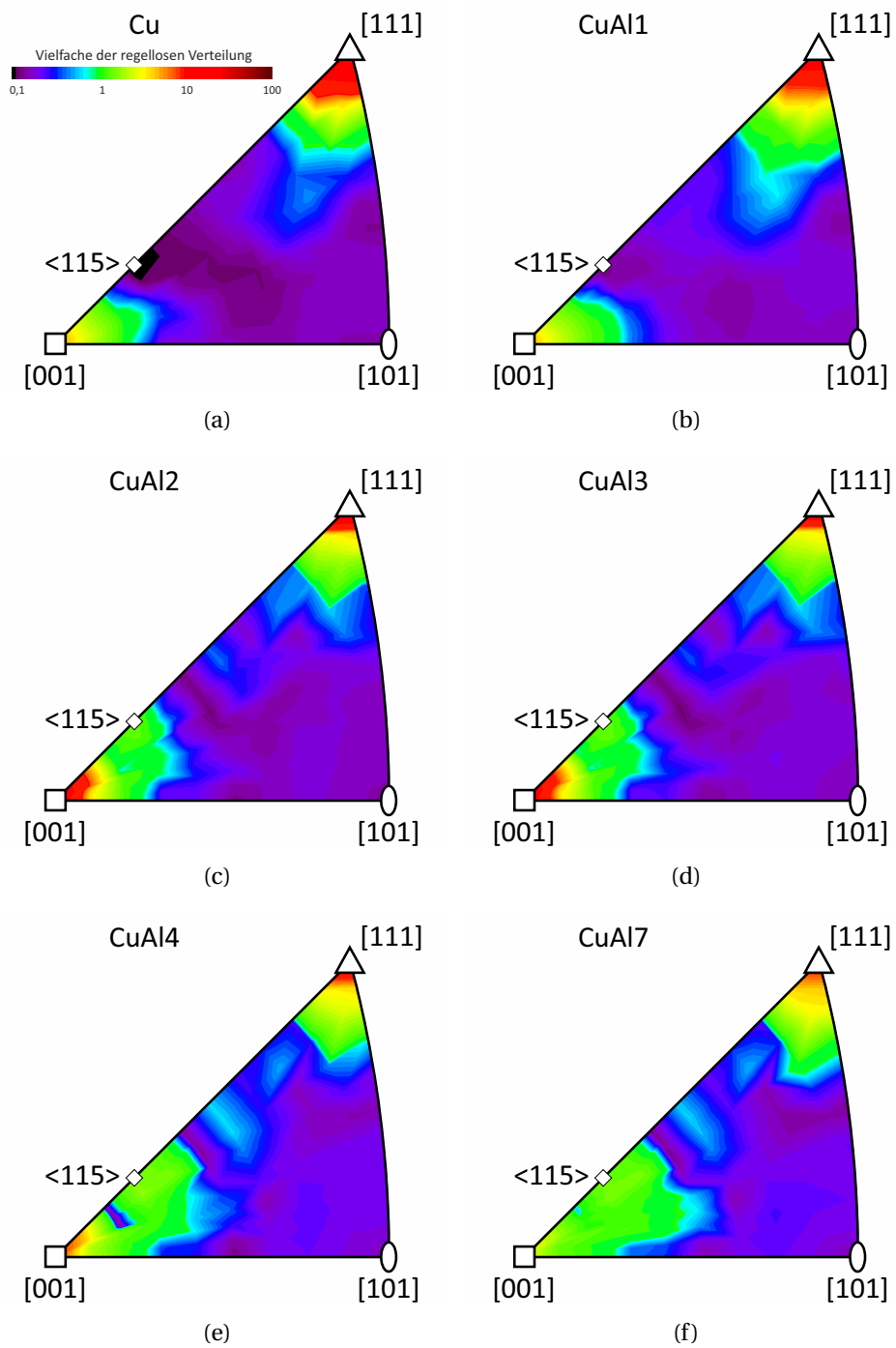


Abbildung 56: Übersicht zum Einfluss des Legierungsgehalts auf die Globaltextur von bei Raumtemperatur gezogenen Drähten aus verschiedenen CuAl-Legierungen anhand von inversen Polfiguren der Drahtachsen: a) reines Cu, b) CuAl1, c) CuAl2, d) CuAl3, e) CuAl4 und f) CuAl7.

sich Al in Cu und Mn bzw. C in Fe unterschiedlich stark auf die Festigkeit der Grundwerkstoffe aus. Je nachdem wie stark das Festigkeitsniveau durch die Legierungselemente angehoben werden kann, kann die Zwillingsspannung während der Verformung bei geringeren Dehnungen erreicht werden.

Durch die entwickelte Drahtziehtechnologie ist es ebenfalls möglich Legierungsdrähte mit Stickstoffkühlung zu ziehen. Die Globaltexturen sind in Abbildung 57 zusammengefasst. Die Umformung für Legierungsgehalte größer als 3 m% ist dabei nicht bis zu einem Umformgrad $\varphi = 2,4$ möglich. Diese Drähte versagen bei einer Stichabnahme von 0,4/Stich während des zweiten Sticks ($\varphi = 0,8$) innerhalb des Ziehsteins und verursachen dabei Schäden am Ziehsteinkern. Eine Optimierung der Drahtziehtechnologie auf diese Legierungen zum Erreichen höherer Umformgrade erscheint nicht möglich, da die Grenzformänderung für diese Temperatur erreicht ist. Für die umformbaren Legierungen wird nahe 77 K immer die mechanische Zwillingsbildung anhand der $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente nachgewiesen.

5.3 Gefügeveränderung durch mechanische Zwillingsbildung

Um das lokale Auftreten von Zwillingen und deren restrukturierende Eigenschaften darzustellen, wurden Orientierungsabbildungen an den Querschliffen der gezogenen Legierungsdrähte erstellt. Anhand der Globaltexturanalysen in den Abbildungen 56 & 57 konnten ausschließlich die relevanten $\langle 111 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ und $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponenten festgestellt werden, was auf eine homogene Umformung schließen lässt. Aus diesem Grund wurden die Lokaltexturmessungen auf die Drahtmitte beschränkt.

Die Entwicklung der Umformtextur und des Umformgefüges in Abhängigkeit des Legierungsgehalts für den Drahtzug bei Raumtemperatur ist in Abbildung 58 gezeigt. Für reines Kupfer wird keine Zwillingsbildung und demzufolge keine Verfeinerung des Gefüges beobachtet. In der Orientierungskarte der CuAl1-Legierung (vgl. Abbildung 58(b)) sind innerhalb der $\langle 111 \rangle$ -faserorientierten Körnern feine Zwillinge zu erkennen. Deren Volumenanteil ist allerdings sehr klein und es ist nicht möglich eine *klare* Unterscheidung von verformten Rekristallisationszwillingen und während der Umformung gebildeten Verformungszwillingen zu machen. Dass dieser Anteil an Zwillingen – unabhängig von ihrer Entstehungsgeschichte – nicht durch die Globaltexturmessung abgedeckt wird, kann auf zwei verschiedene Ursachen zurückgeführt werden. Sofern es sich um Rekristallisationszwillinge des Ausgangsgefüges handelt oder Verformungszwillinge, die ausschließlich in den Frühstadien der Umformung entstehen, ist die Wahrscheinlichkeit groß, dass die parallel ablaufende Gleitung zu einem Eindrehen der Orientierung der Zwillingslamelle auf die $\langle 001 \rangle$ -Fasertextur führt. Zum anderen ist der Volumenanteil

5 Einphasige Kupferlegierungen

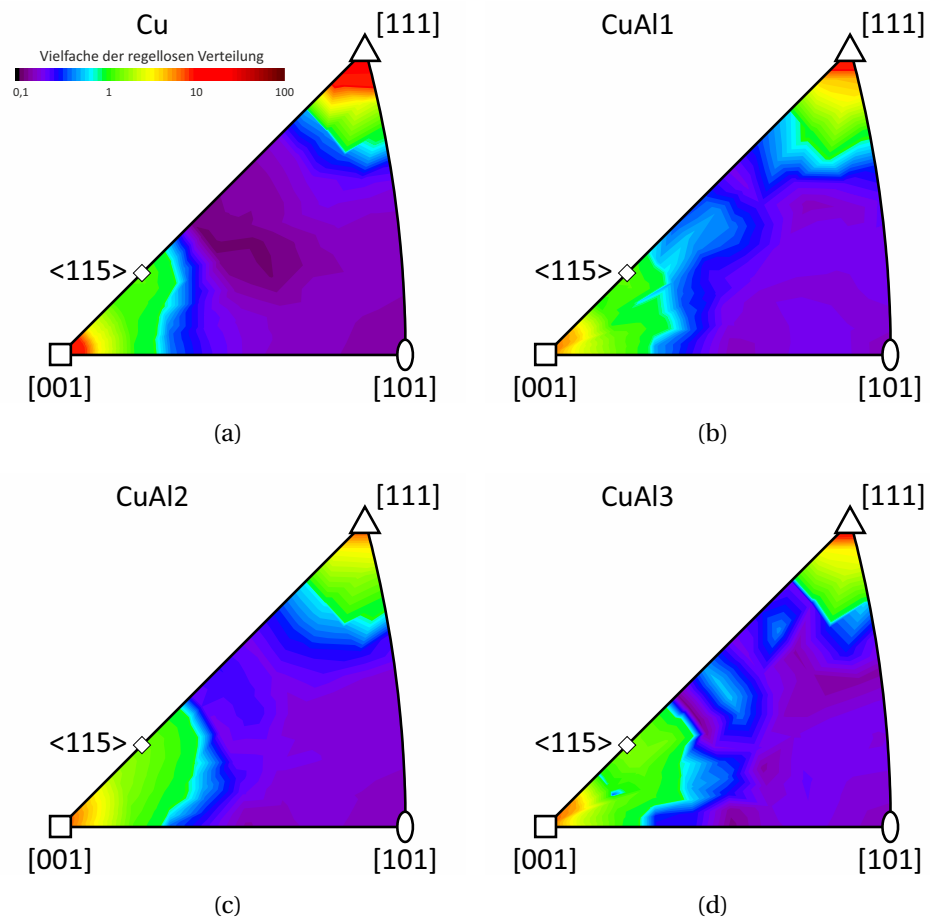


Abbildung 57: Übersicht zum Einfluss des Legierungsgehalts auf die Globaltextur von kryogen gezogenen Drähten aus verschiedenen CuAl-Legierungen anhand von inversen Polfiguren der Drahtachsen: a) reines Cu, b) CuAl1, c) CuAl2 und d) CuAl3.

der beobachteten Zwillinge in der Orientierungskarte sehr klein und wird somit bei der Globaltexturmessung in Abbildung 56(b) nicht abgebildet.

Bei Legierungsgehalten über 2 m% ist eine deutliche Unterscheidung von Verformungszwillingen und verformten Rekristallisationszwillingen des Ausgangsgefüges möglich. Der Volumenanteil an Verformungszwillingen steigt signifikant und kann sowohl anhand einer lokalen als auch einer globalen Texturanalyse identifiziert werden. Ein weiteres Erhöhen des Legierungsgehalts und somit eine zusätzliche Verringerung der Stapelfehlerenergie führt zu einer immer stärkeren Verfeinerung des Gefüges während der Umformung, sodass bei CuAl4 (vgl. Abbildung 58(e)) keine konkrete Unterscheidung von ursprünglichen Körnern und Zwillingen möglich ist. Die charakteristische Unterteilung in Matrix und Zwillinge geht verloren und das Volumenverhältnis von Matrix zu Zwillingen erreicht innerhalb der verzwilligten Körner den Idealwert von 1:1. Abbildung 59 zeigt die Ergebnisse einer Rückstreuungselektronenbeugungsmessung an CuAl7. Um überhaupt eine Sondengröße in der Größenordnung der Gefügebestandteile zu erreichen, muss das Anregungsvolumen durch Absenkung der Anregungsspannung verkleinert werden. Aufgrund der starken Verfeinerung des Gefüges während der Umformung, ist aber auch bei diesem Vorgehen nur ein kleiner Teil des Gefüges indizierbar. Anhand der Beugungsmusterqualität lässt sich der ultrafeinkörnige Charakter von CuAl7 nach der Umformung trotz fehlender Indizierung nachweisen (vgl. Abbildung 59(b)).

Eine Absenkung der Temperatur durch Stickstoffkühlung ermöglicht, wie im Falle von reinem Kupfer, eine effizientere Verfeinerung des Gefüges im Vergleich zu einer entsprechenden Umformung ohne Kühlung. Abbildung 60 zeigt, dass für alle Legierungen, die bis zu einem Umformgrad $\varphi = 2,4$ mit Stickstoffkühlung umgeformt werden konnten, die Zwillingsbildung auch lokal nachgewiesen werden kann. Die Umformung im flüssigen Stickstoff erzeugt dabei ähnliche Gefüge wie sie für eine Legierung mit etwa 1 m% höherem Legierungsgehalt beobachtet werden, die ohne Kühlung bei Raumtemperatur umgeformt wurde.

5 Einphasige Kupferlegierungen

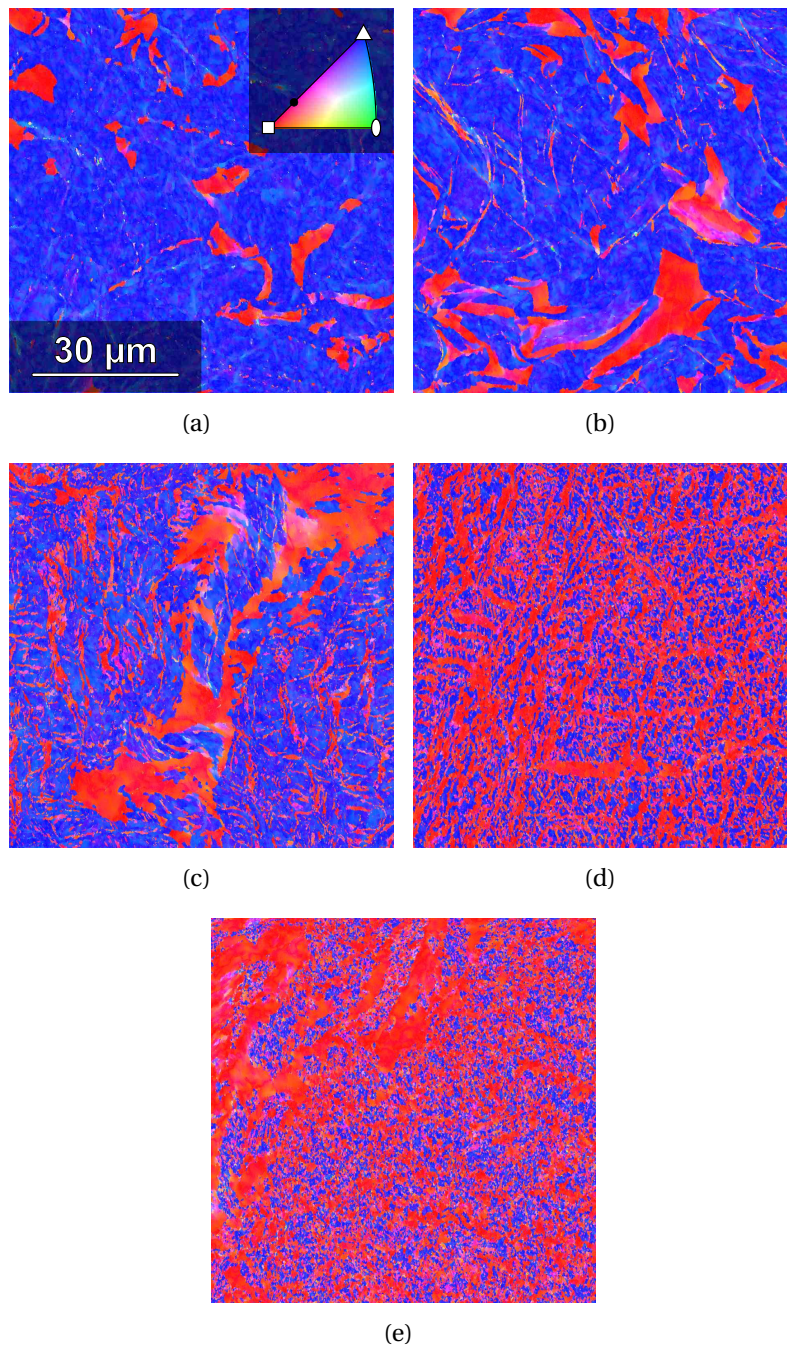


Abbildung 58: Übersicht zum Einfluss des Legierungsgehalts auf die lokale Textur und die Gefügebildung von bei Raumtemperatur gezogenen Drähten aus verschiedenen CuAl-Legierungen: a) reines Cu, b) CuAl1, c) CuAl2, d) CuAl3 und e) CuAl4.

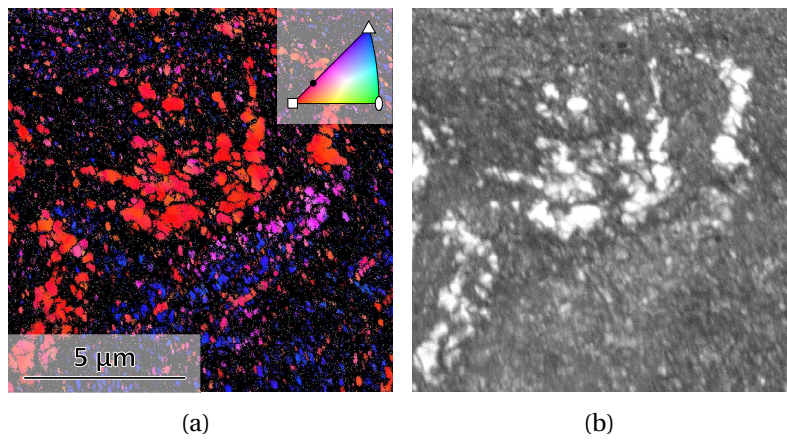


Abbildung 59: Orientierungsabbildung an bei Raumtemperatur gezogenen Drähten aus CuAl7: a) Orientierungskarte entsprechend der inversen Polfigur der Drahtachse und b) Beugungsmusterqualität. Die Messung erfolgte mit 10 kV und einer Schrittweite von 20 nm. Die Orientierungskarte ist unbereinigt.

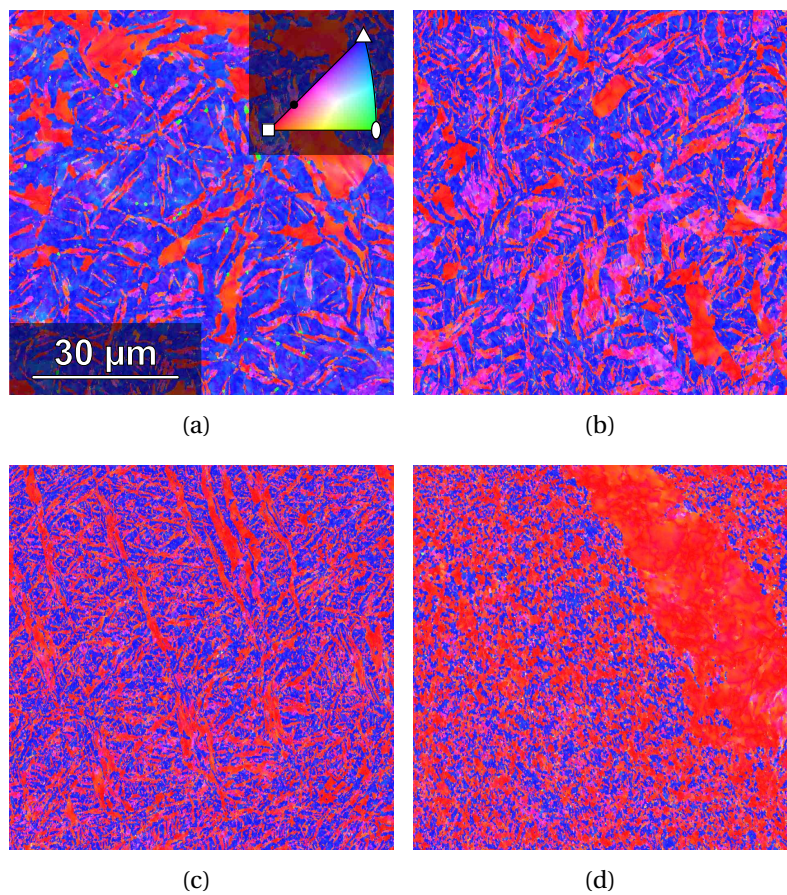


Abbildung 60: Übersicht zum Einfluss des Legierungsgehalts auf die lokale Textur und die Gefügebildung von mit Stickstoffkühlung gezogenen Drähten aus verschiedenen CuAl-Legierungen: a) reines Cu, b) CuAl1, c) CuAl2 und d) CuAl3.

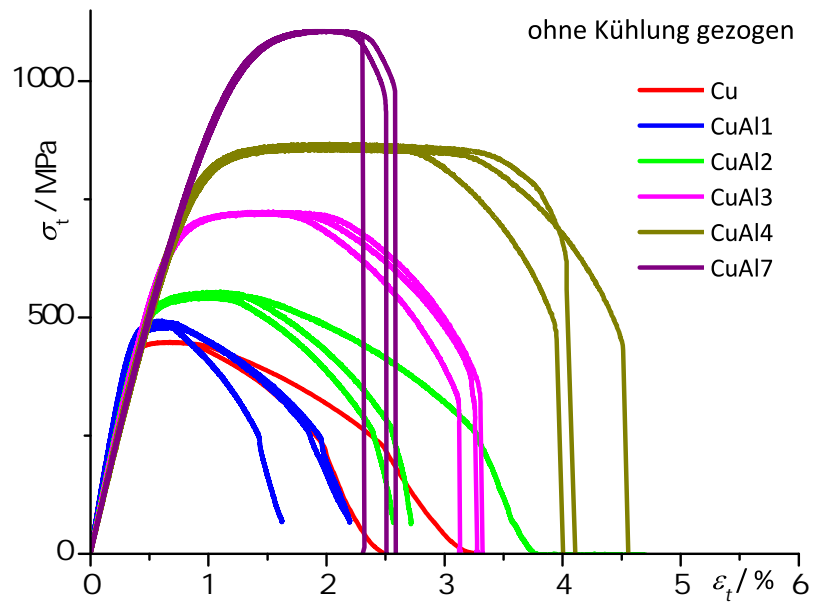
5.4 Änderungen der mechanischen Eigenschaften

Abbildung 61 zeigt die Spannungs-Dehnungskurven von Kupfer und von den CuAl-Legierungen nach Umformung bis zu einem logarithmischen Gesamtumformgrad von $\varphi = 2,4$. Infolge des sich verändernden Verformungsmechanismus mit sinkender Stapelfehlerenergie wird die Festigkeit der hergestellten Halbzeuge drastisch erhöht. Die Zugfestigkeit von CuAl7 erreicht durch den Drahtzug bei Raumtemperatur bis zu einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 2,4$ einen Wert von 1,1 GPa. Für die mittleren Legierungsgehalte konnte ein leichter Anstieg der Bruchdehnung beobachtet werden - allerdings liegen diese wie Fall des reinen Kupfers im einstelligen Prozentbereich. Beim Einsatz der Stickstoffkühlung kann für CuAl3 als höchstlegierter Variante eine Zugfestigkeit von 895 MPa beobachtet werden, während die Umformung ohne Kühlung lediglich 724 MPa zulässt.

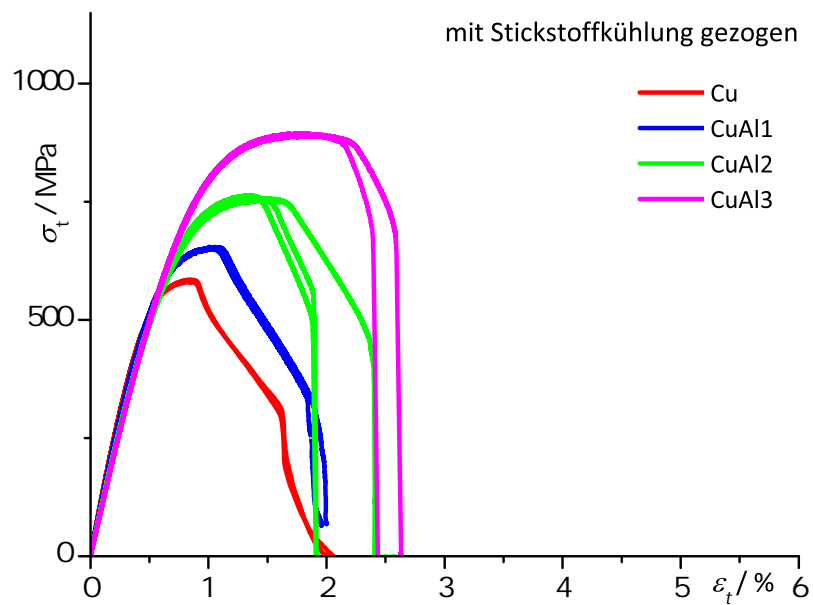
Um den Einfluss der verschiedenen Verformungsmechanismen auf die mechanische Festigkeit der Halbzeuge zu analysieren, sind in Abbildung 62 die Unterschiede in der Zugfestigkeit nach einer Umformung mit und ohne Stickstoffkühlung ($R_m^{CT} - R_m^{RT}$) aufgetragen. Bedingt durch den Übergang des Verformungsmechanismus kann eine variierende Effektivität des Einsatzes einer Stickstoffkühlung beobachtet werden. Dies konnte in verschiedenen Untersuchungen mit unterschiedlichen Umformverfahren anhand der Härte beobachtet werden [117]. Dabei zeigte sich für CuAl-Legierungen ein Maximum der Härteunterschiede nach kryogener Umformung und Umformung ohne Kühlung in der Nähe von 2 m% Al. Da dieses Maximum für verschiedene Legierungsvarianten bei derselben Stapelfehlerenergie gefunden wurde, ist die Korrelation dieses Maximums mit dem Auftreten der Zwillingsbildung untersucht worden. Dazu wurden in der vorliegenden Arbeit die Abstufung der Legierungszusammensetzung kleiner gewählt und die Zwillingsbildung lokal sowie global untersucht.

Durch die Aktivierung der mechanischen Zwillingsbildung kann in den Materialien eine dynamische Verfeinerung der Werkstoffe erreicht werden. Wenn durch die Absenkung der Umformtemperatur oder die Absenkung der Stapelfehlerenergie eine mechanische Zwillingsbildung möglich wird, ist demzufolge ein höherer Anstieg der mechanischen Festigkeit infolge der Umformung zu erwarten. Anhand der vorliegenden Legierungsreihe kann daher geschlossen werden, dass der Einsatz einer Stickstoffkühlung bezogen auf den zu beobachtenden Festigkeitsgewinn für einen Legierungsgehalt von 2 m% bzw. eine Stapelfehlerenergie von 30 MJ/m^2 am größten ist. Die Zugfestigkeit des kryogen gezogenen Materials liegt dabei 211 MPa über der Festigkeit des ohne Kühlung gezogenen Materials. Bei 30 MJ/m^2 kann bei Raumtemperatur gerade der Übergang zur mechanischen Zwillingsbildung beobachtet werden. Bei höheren Legierungsgehal-

5 Einphasige Kupferlegierungen



(a)



(b)

Abbildung 61: Einfluss der Legierungszusammensetzung auf die technische Spannungs-Dehnungs-Kurven der umgeformten Legierungen: a) Drahtzug ohne Kühlung und b) Drahtzug mit Stickstoffkühlung.

ten wird dabei das Material sowohl bei Einsatz der Stickstoffkühlung als auch bei Raumtemperatur durch eine mechanische Zwillingsbildung verfeinert, sodass der Einsatz der Stickstoffkühlung weniger effektiv erscheint. Das lässt sich auch für die Legierungen beobachten, die bei einem logarithmischen Umformgrad $\varphi = 0,8$ ihre Grenzformänderung erreichen. Bei Legierungsgehalten unter 2 m% wird zwar durch den Einsatz der Stickstoffkühlung die mechanische Zwillingsbildung aktiviert, allerdings lässt sich der Grad der Verfeinerung nahe 77 K durch geringe Legierungszusätze steigern.

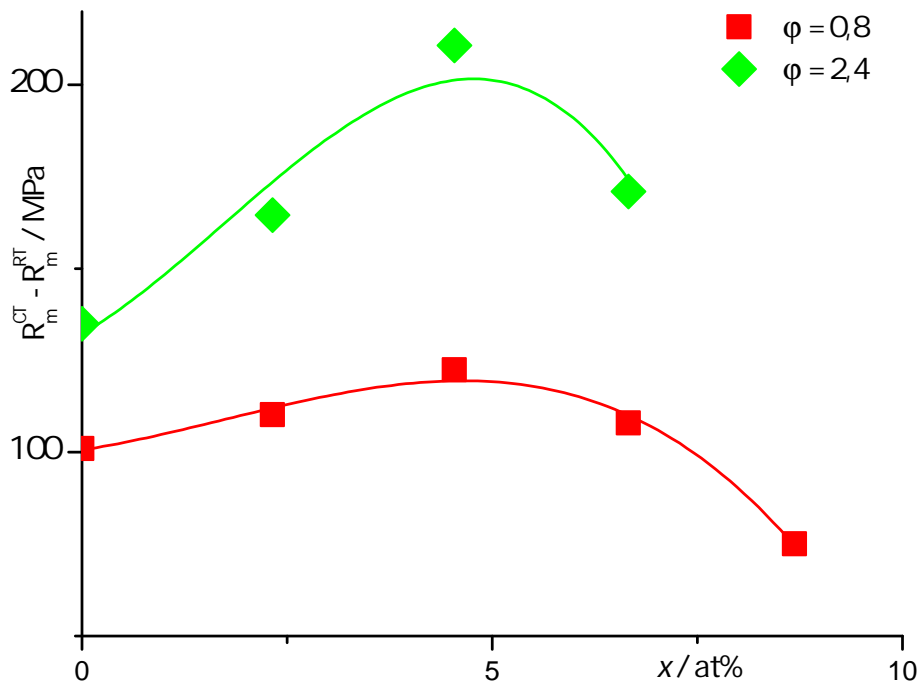


Abbildung 62: Differenz der Zugfestigkeiten nach der Umformung mit und ohne Stickstoffkühlung, $R_m^{CT} - R_m^{RT}$ als Funktion des Legierungsgehalts.

Aus den mechanischen Zugversuchen lassen sich die Elastizitätsmoduln der Drähte in Drahtachsenrichtung bestimmen. Diese sind in Abbildung 63 dargestellt. Aufgrund der stark anisotropen elastischen Eigenschaften von Kupfer haben die beobachteten Veränderungen der Drahttexturen (vgl. Abschnitt 5.2) einen deutlichen Einfluss auf die ermittelten elastischen Eigenschaften der gezogenen Drähte. Durch das Auftreten der charakteristischen $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente in allen Legierungs- und Prozessvarianten mit aktiver mechanischer Zwillingsbildung wird die Steifigkeit der gezogenen Drähte deutlich abgesenkt. Abbildung 64 zeigt die berechneten Elastizitätsmoduln von Kupferkristallen in Abhängigkeit der Zugrichtung. Es wird deutlich, dass $\langle 111 \rangle$ -faserorientierte Kristalle (192 GPa) deutlich steifer sind als $\langle 001 \rangle$ -faserorientierte Kristalle (67 GPa). Durch die Vergrößerung der Volumenanteile von Fasertexturkomponenten nahe $[001]$ -Richtungen infolge der Zwillingsbildung wird demzufolge der Elastizitätsmo-

dul der Drähte in Drahtachsenrichtung effektiv verringert. Bei Raumtemperatur wird der Übergang von Versetzungsgleiten zur mechanischen Zwillingsbildung sogar als diskreter Übergang durch einen Abfall des Elastizitätsmoduls bei 2 m% Al deutlich und unterstützt damit die durch die Globaltextur erhaltenen Daten zur $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente. Überlagert wird der Trend in Abbildung 63 durch die intrinsische Verringerung des Elastizitätsmoduls beim Legieren mit Aluminium [118].

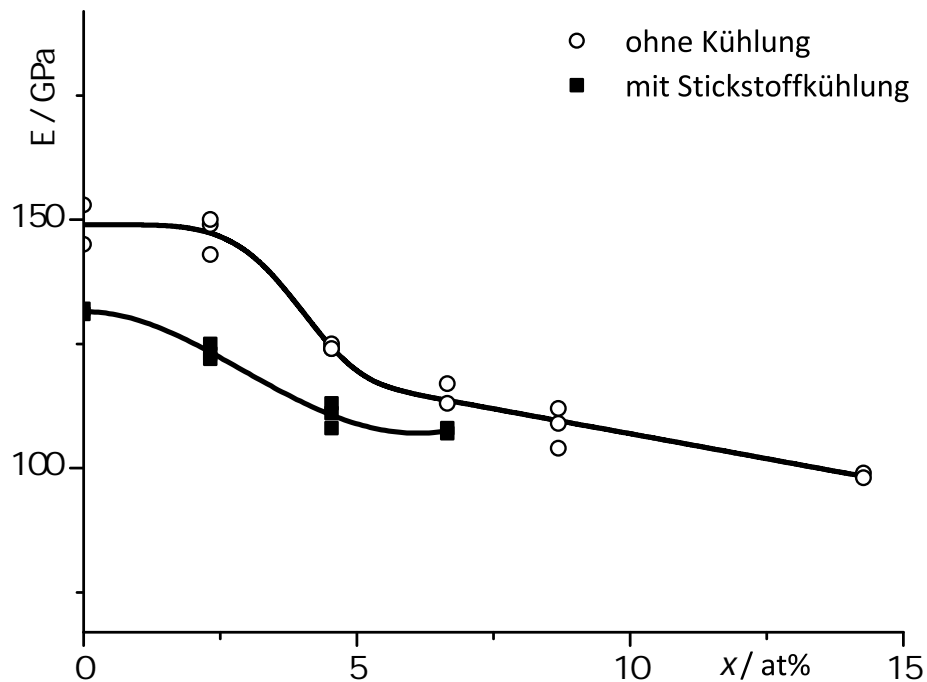


Abbildung 63: Änderung des E-Moduls von gezogenen Drähten in Drahtachsenrichtung in Abhängigkeit des Legierungsgehalts und der Umformtemperatur nach dem Drahtziehen bis $\varphi = 2,4$.

5.5 Thermische Stabilität und elektrischer Widerstand

Der sich mit dem Legierungsgehalt verändernde Verformungsmechanismus wirkt sich auch auf die thermische Stabilität der umgeformten Legierungen aus. Zunächst erhöht ein Legieren tendenziell die Rekristallisationstemperatur, da die Korngrenzenbeweglichkeit durch die Fremdatome eingeschränkt wird. Dem gegenüber kann infolge der Zwillingsbildung eine deutlich größere Defektdichte durch Unterdrückung der dynamischen Erholung und der Aktivierung mechanischer Zwillingsbildung im Werkstoff gespeichert werden. Das Rekristallisationsverhalten der umgeformten Legierungen wird im Folgenden anhand der bereits in Abschnitt 4.5 verwendeten dynamischen Widerstandsmessungen charakterisiert. Dabei ist dem intrinsischen Anstieg des elektrischen Widerstands

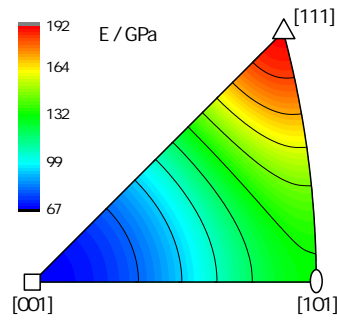


Abbildung 64: Richtungsabhängige elastische Moduln von Kupfer. Berechnet mit folgenden Nachgiebigkeiten: $s_{11} = 15 \text{TPa}^{-1}$, $s_{12} = -6.3 \text{TPa}^{-1}$ und $s_{44} = 13.3 \text{TPa}^{-1}$ [119].

bei steigender Temperatur eine irreversible Widerstandsverringerng durch Defektabbau während Erholung und Rekristallisation überlagert. Die Temperatur der minimalen Änderung des Widerstands ϑ^{min} mit der Temperatur während des Heizens aus dem Umformzustand kann dabei als Maß für die Rekristallisationstemperatur dienen.

Die Widerstandsmessungen mit einer Heiz- und Abkühlrate von 0,5 K/min sind in Abbildung 65 für die umgeformten Legierungen gezeigt. Die Proben wurden dafür nach dem Aufheizen bei 750 °C gehalten, um einen Vergleich zum grobkorngeglühten Material zu erhalten. Der Widerstand der Basislegierungen wird durch Legieren mit Al massiv vergrößert, sodass bereits CuAl1 nur noch eine elektrische Leitfähigkeit von 40 %IACS erreicht. Durch die Umformung kommt ein defektbestimmter Anteil des elektrischen Widerstands hinzu, der mit steigendem Legierungsgehalt zunimmt. Die zusätzlichen Defekte sind auf die Aktivierung der mechanischen Zwillingsbildung und die Unterdrückung von dynamischer Erholung zurückzuführen. In gleicher Weise wirkt eine Absenkung der Umformtemperatur durch den Einsatz der Stickstoffkühlung auf den elektrischen Widerstand.

Anhand der Ableitung des elektrischen Widerstands nach der Temperatur während des Aufheizens, die in den Abbildung 66 & 67 dargestellt ist, lassen sich die ablaufenden Gefügeveränderungen besser beurteilen. Wie bereits in Abschnitt 4.5 erläutert, liegt die minimale Widerstandsänderung während Erholung und Rekristallisation des kryo-gezogenen Kupfers bei $\vartheta^{\text{min}} = 210 \text{ °C}$ (vgl. Abbildung 68). Durch die deutlich geringere Defektdichte des ohne Kühlung präparierten Drahtes ist die minimale Widerstandsänderung bei $\vartheta^{\text{min}} = 265 \text{ °C}$ zu beobachten.

Durch Legieren lässt sich die Korngrenzenbeweglichkeit verlangsamen [120] und die Rekristallisation wird zu deutlich höheren Temperaturen verschoben. Somit werden bei CuAl1 jeweils 275 °C und 345 °C als Temperatur der minimalen Widerstandsänderung

5 Einphasige Kupferlegierungen

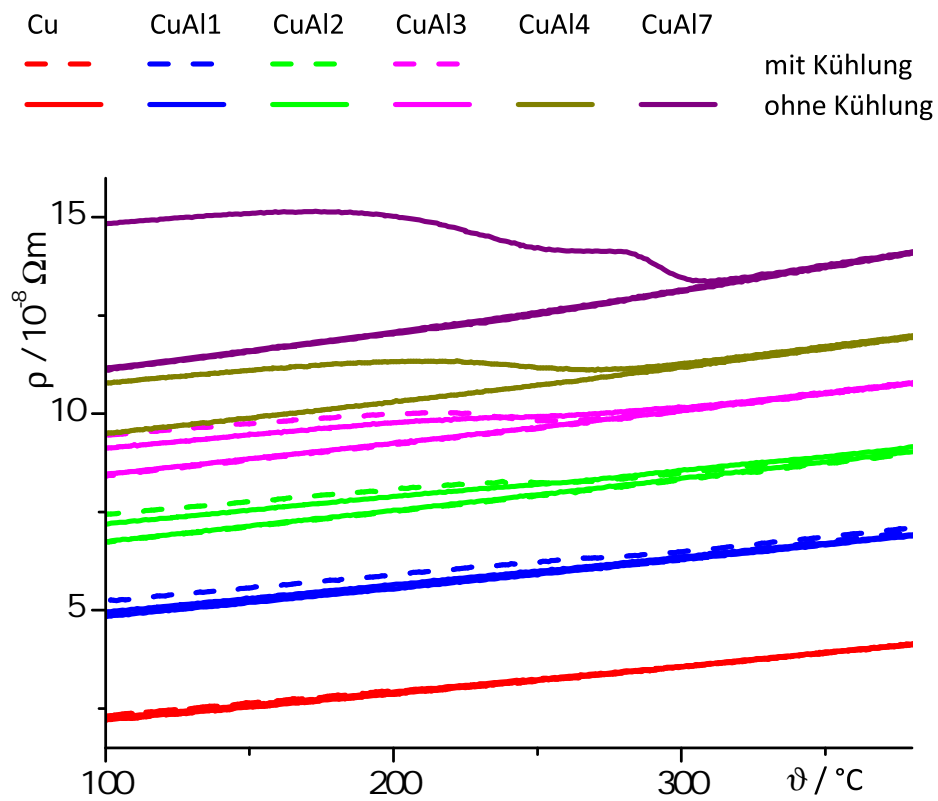


Abbildung 65: Widerstand der gezogenen Legierungsdrähte beim Aufheizen bis 750°C und anschließendem Abkühlen mit jeweils 0.5 K/min.

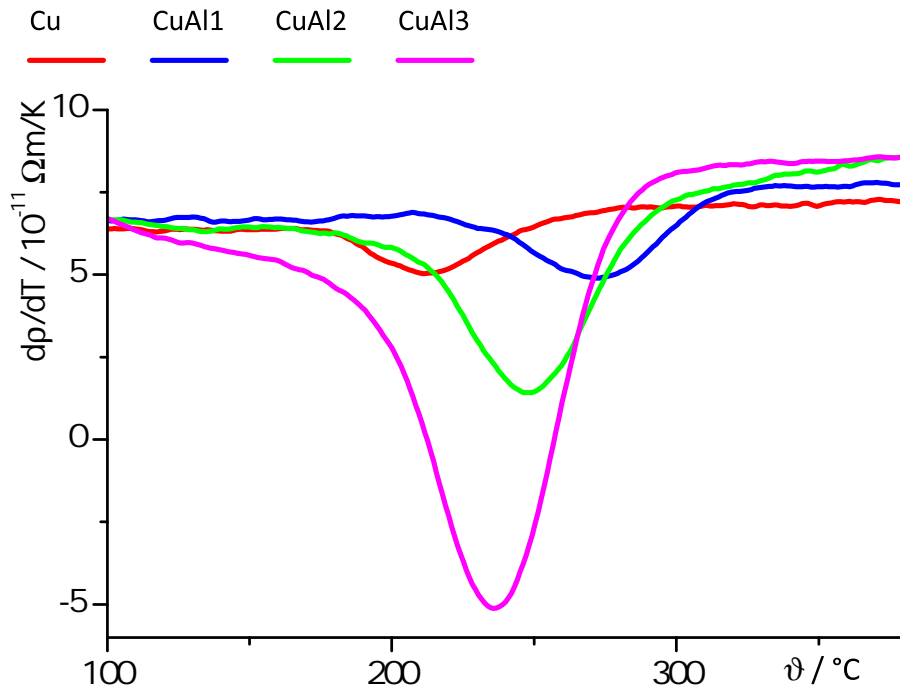


Abbildung 66: Ableitung des spezifischen elektrischen Widerstands der mit Stickstoffkühlung gezogenen Legierungsdrähte beim Aufheizen mit 0.5 K/min bis 750 °C.

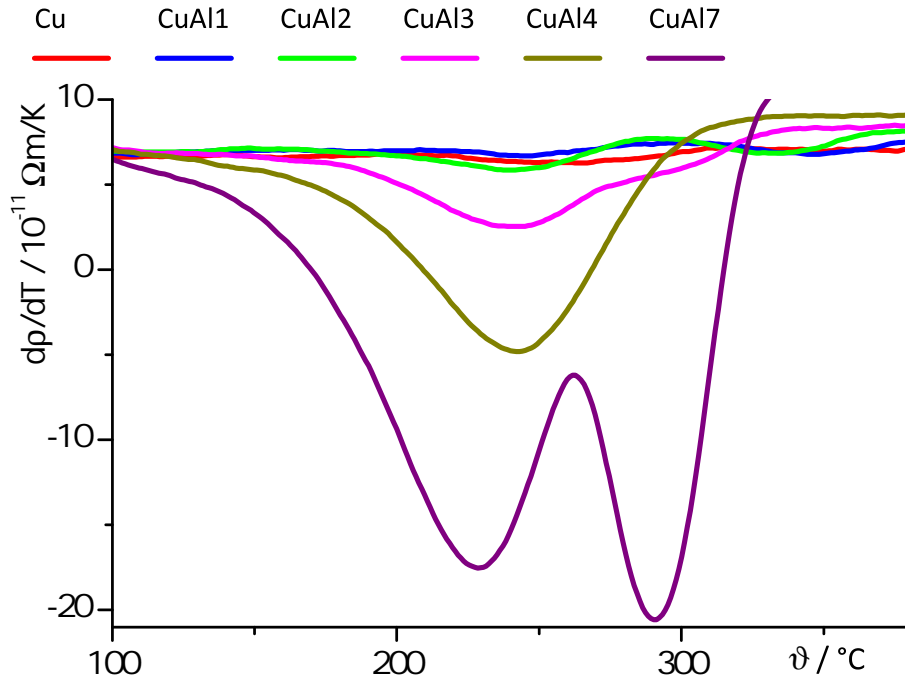


Abbildung 67: Ableitung des spezifischen elektrischen Widerstands der ohne Kühlung gezogenen Legierungsdrähte beim Aufheizen mit 0.5 K/min bis 750 °C.

5 Einphasige Kupferlegierungen

nach der Umformung mit und ohne Stickstoffkühlung beobachtet. Bei Gehalten über 1 m% sinkt die Temperatur, bei der die minimale Widerstandsänderung aufgezeichnet wird, im Vergleich zu CuAl1 und es werden bei CuAl3 Werte von 235 °C und 290 °C beobachtet. Für die Legierung CuAl7, die lediglich ohne Kühlung bis zu einem logarithmischen Umformgrad von $\varphi = 2,4$ umgeformt werden konnte, wird ebenfalls 290 °C ermittelt.

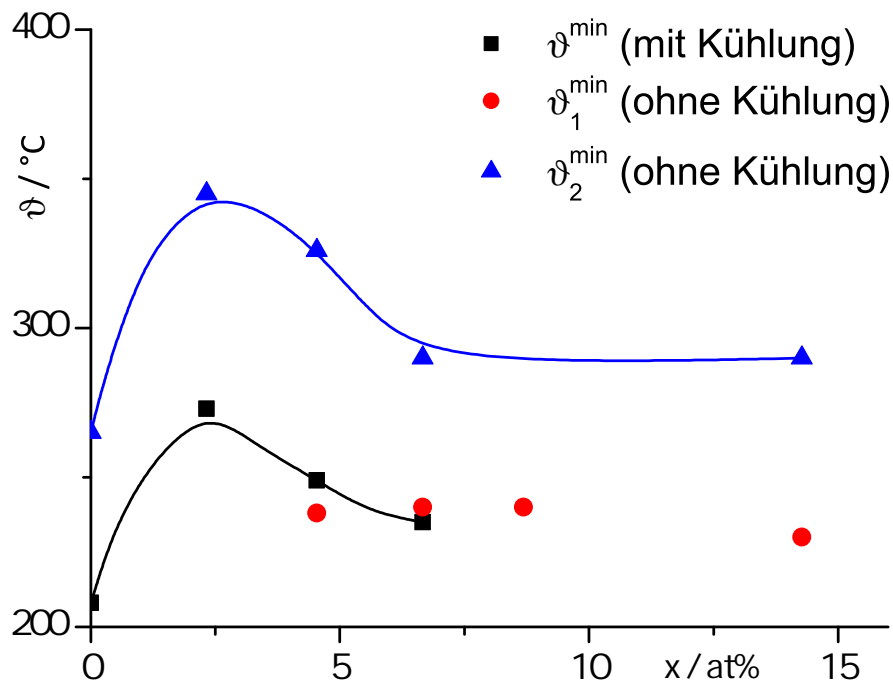


Abbildung 68: Temperaturen minimaler Widerstandsänderungen aus den Abbildungen 66 & 67.

Ab einem Legierungsgehalt von 2 m% Al treten zwei lokale Minima der Ableitung des elektrischen Widerstands nach der Temperatur auf, sofern die Drähte ohne Kühlung umgeformt wurden. Diese Temperaturen sind in Abbildung 68 mit ϑ_1^{\min} und ϑ_2^{\min} gekennzeichnet. Bei der Umformung mit Stickstoffkühlung werden hingegen bei der verwendeten Heizrate von 0,5 K/min enge Temperaturbereiche mit jeweils einem einzigen Minimum ermittelt, in denen das Material vollständig rekristallisiert. Mikrohärtmessungen zeigen, dass im Temperaturbereich zwischen 235 °C und 245 °C, in dem die zusätzlichen Minima auftreten, keine Veränderung der Härte beobachtet werden kann. Als wahrscheinliche Ursache für die Widerstandsänderung in diesem Temperaturbereich kommt daher die Ausbildung einer Nahordnung in Betracht. Gerade Legierungen mit den Elementen Zn, Al, und Ga neigen nach einer Wärmebehandlung zur Ausbildung einer Nahordnung, die mit einer Verringerung des elektrischen Widerstands verbunden ist [121]. Im Falle des Drahtzugs mit Stickstoffkühlung überlagern sich Ordnungseinstellung und Rekristallisation, da sie ab 2 m% im selben Temperaturbereich stattfinden.

5.6 Vergleich der erreichten Ergebnisse mit verfügbaren Legierungsvarianten

Eine Einordnung der bei den in dieser Arbeit hergestellten Halbzeugen erreichten Zugfestigkeit und elektrischen Leitfähigkeit ist in Abbildung 69 gezeigt. Die Pfeile zur Abzisse kennzeichnen jeweils die Leitfähigkeiten der untersuchten Basislegierungen und geben einen Eindruck zur Widerstandsveränderung infolge der Kaltumformung.

Für elektrische Leitfähigkeiten deutlich über 90 %IACS kommt nur reines Kupfer infrage. Durch die in dieser Arbeit eingesetzte Umformtechnologie wird ein deutlicher Festigkeitsgewinn beobachtet, der ansonsten nur mit niedriglegierten, ausscheidungshärtenden Kupferlegierungen zu erreichen ist – allerdings auf Kosten der elektrischen Leitfähigkeit. Mehrwertige Legierungselemente wie Aluminium eignen sich hervorragend, um die dynamische Verfeinerung durch mechanische Zwillingsbildung auch ohne Stickstoffkühlung zu erreichen. Eindrucksvoll wird dies anhand von CuAl7 deutlich, das als einphasiger Werkstoff bei einem moderaten, logarithmischen Umformgrad $\varphi = 2,4$ bereits eine Festigkeit von 1,1 GPa erreicht. Allerdings haben diese Legierungselemente neben der Senkung der Stapelfehlerenergie auch eine drastische Widerstandserhöhung zur Folge, was bereits bei CuAl1 zu einer Leitfähigkeit von lediglich 40 %IACS führt. Der Leitfähigkeitsbereich dazwischen lässt sich besser durch Werkstoffe abdecken, die eine größere Zahl an Verfestigungsmechanismen nutzen. CuAg(3 ... 7)Zr0.05-Legierungen [1, 122], die z. B. durch die Kombination von Versetzungs-, Ausscheidungs- und Mischkristallverfestigung im Leitfähigkeitsbereich von 60 %IACS bis 75 %IACS Festigkeiten von deutlich über 1 GPa zulassen.

5 Einphasige Kupferlegierungen

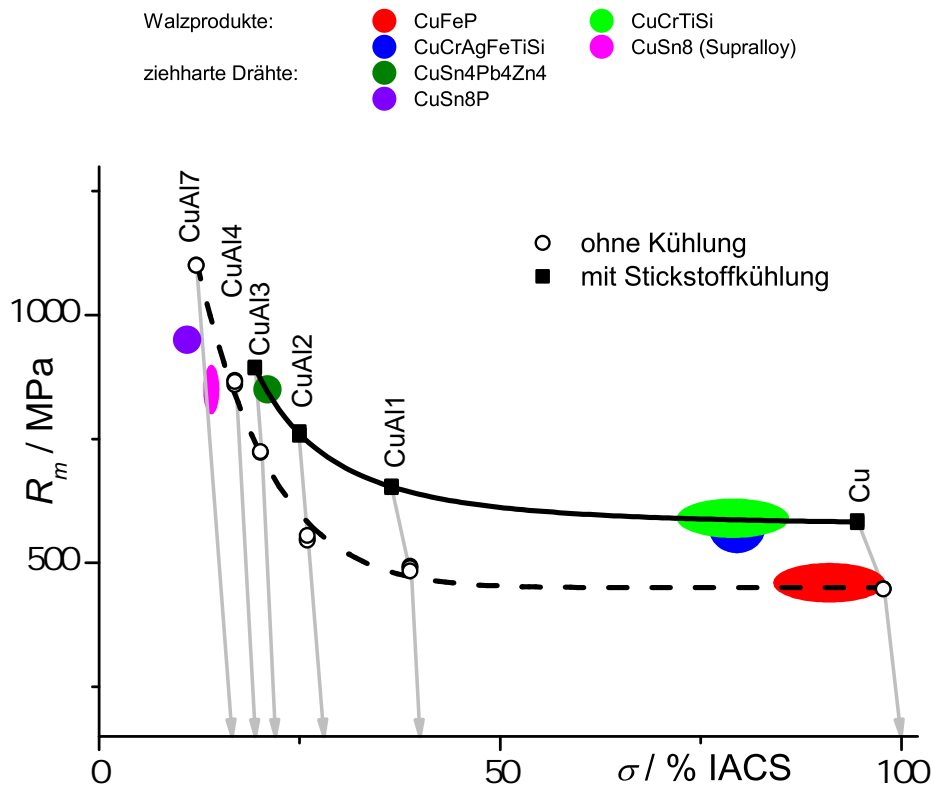


Abbildung 69: Vergleich der verschiedenen Legierungsvarianten hinsichtlich Zugfestigkeit und elektrischer Leitfähigkeit. Zur Einordnung der Materialien sind einige technisch verfügbare Werkstoffe mit eingezeichnet [123–128]. Die Pfeile kennzeichnen die elektrische Leitfähigkeit der rekristallisierten, grobkörnigen Grundlegierungen.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit zeigt einen Weg, Kupfer und einphasige Kupferlegierungen mit stark verzwilligten Gefügen durch ein technisch relevantes Umformverfahren herzustellen. Der Drahtzug bildet dabei aufgrund seines Spannungszustands und der entsprechenden Texturentwicklung in kubischflächenzentrierten Metallen ein ideales Umformverfahren, um einen Großteil des Gefüges durch mechanische Zwillingsbildung zu verfeinern. Die dominante $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente in Kombination mit einem Spannungszustand, der sich in erster Näherung aus einer Überlagerung von uniaxialem Zug in Drahtachsenrichtung und biaxialem Druck in Radialrichtung ergibt, bildet dabei die Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung in kubischflächenzentrierten Metallen optimal ab. Diese Orientierungsabhängigkeit konnte für verschiedene defektunterstützte Zwillingsbildungsmechanismen anhand der auf die beteiligten Versetzungen wirkenden Kräfte nachvollzogen werden.

Für die Aktivierung der Zwillingsbildung in reinem Kupfer als potentiell bestem Leiterwerkstoff unter den untersuchten Werkstoffvarianten sind Temperaturen nahe der Temperatur des flüssigen Stickstoffs notwendig. Um den Drahtzug in flüssigem Stickstoff umzusetzen, wurden verschiedene Feststoffschmiermittel auf ihre Eignung hin getestet. Dabei stellte sich heraus, dass MoS_2 in Form eines sprühbaren Gleitlacks die geringsten Ziehkräfte bei der Umformung von reinem Kupfer und eines hochlegierten Messings bei Kühlung mit flüssigem Stickstoff benötigt. Durch die Umstellung von konventionellen Ziehsteinen auf Druckstein-/Ziehstein-Kombinationen konnte der Feststoffschmierfilm während des Drahtzugs zusätzlich stabilisiert und die Stichabnahme auf einen logarithmischen Umformgrad von 0,4/Stich erhöht werden. Durch Erhöhung der Stichabnahme lässt sich die Textureinstellung und die Homogenität des hergestellten Halbzeugs deutlich verbessern. Bei Raumtemperatur zeigt ein entsprechender Draht eine homogene Ausbildung der typischen doppelten Fasertextur mit $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Fasertexturkomponente bis hin zum Rand des Drahts. Dies ist für eine geringe Stichabnahme nicht der Fall und es treten durch stark lokalisierte Verformung im Randbereich des Drahtes weitere Texturkomponenten auf.

Die homogene Texturausbildung im Fall einer großen Stichabnahme führt zu einer homogenen mechanischen Verzwilligung der Körner der $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturkomponente ab einem logarithmischen Umformgrad von 0,4. Der komplexe Spannungszustand während des Drahtzugs führt dabei in keinem Fall zur Aktivierung der Zwillingsbildung in nahe $\langle 001 \rangle$ -faserorientierten Körnern. Die Textur der mit Stickstoffkühlung hergestellten Halbzeuge ist durch eine dreifache Fasertextur bestehend aus $\langle 111 \rangle$ -, $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturkomponente charakterisiert.

Die mechanische Zwillingsbildung wird sowohl in einem fein- ($34\ \mu\text{m}$) als auch grobkörnigen ($163\ \mu\text{m}$) Ausgangsmaterial beobachtet. Anhand der strengen Orientierungsverhältnisse konnte der Volumenanteil von verzwillingtem Material bestehend aus Matrixkörnern und Verformungszwillingen auf 71 vol% durch röntgenografische Globaltexturmessungen abgeschätzt werden, wobei das Volumenverhältnis von Zwillingen zu Matrix bei knapp 0,7:1 liegt. Die Zwillinge zeigen eine breite Zwillingslamellenweitenverteilung von wenigen Nanometern bis einige 100 nm im höchstverformten Stadium, was anhand von transmissionselektronenmikroskopischen Analysen gezeigt werden konnte.

Durch die Absenkung der Umformtemperatur und die daraus resultierende Aktivierung der Zwillingsbildung kann die Zugfestigkeit von reinem Kupfer um 140 MPa im Vergleich zu einem ohne Kühlung hergestellten Draht auf 582 MPa erhöht werden. Dabei reduziert sich die elektrische Leitfähigkeit um 6,5 % gegenüber einem grobkorngeglühten Kupfer. Im Vergleich dazu führt der Drahtzug ohne Kühlung zu einer Verringerung der elektrischen Leitfähigkeit um 3 %. Die thermische Stabilität der stark verzwilligten Gefüge ist deutlich gegenüber Umformgefügen ohne Zwillinge herabgesenkt. Für eine Wärmebehandlung von 24 h wird bereits ein Einsetzen der Rekristallisation bei $150\ ^\circ\text{C}$ beobachtet. Die erhöhte Abnahme der elektrischen Leitfähigkeit und die verringerte thermische Stabilität sind zum einen auf eine erhöhte Versetzungsdichte durch unterdrückte dynamische Erholung zurückzuführen. Zum anderen werden durch die parallel ablaufende Gleitung die Orientierung und die Grenzfläche der gebildeten Zwillingsgrenzen verändert bzw. gestört. Dies konnte sowohl global anhand von Texturanalysen als auch lokal durch Transmissionselektronenmikroskopie nachgewiesen werden. Die Wachstumsgeschwindigkeit rekristallisierter Gefügebestandteile bei der Wärmebehandlung von kryogen gezogenem Kupfer verhindert ein mögliches Ausheilen von Defekten in der Grenzfläche oder die Bildung von nanometerskaligen Erholungszwillingen durch eine geeignete Wärmebehandlung. Um die thermische Stabilität von Kupfer zu steigern, wird in der Technik häufig Zr als äußerst effektives Legierungselement eingesetzt [129, 130]. Dies könnte auch für stark verzwilligte Gefüge in kryogen gezogenen Kupferdrähten möglich sein. Eine Verringerung der Wachstumsgeschwindigkeit rekristallisierter Gefügebestandteile könnte die Ausheilung von Grenzflächendefekten oder die Bildung von feinen Rekristallisationszwillingen mit kohärenten Grenzflächen ermöglichen.

Eine Absenkung der Stapelfehlerenergie auf $30\ \text{mJ}/\text{m}^2$ in CuAl_2 führt zur Aktivierung der mechanischen Zwillingsbildung beim Drahtzug ohne Kühlung. Durch diese Aktivierung der Zwillingsbildung kann bei fortschreitender Verringerung der Stapelfehlerenergie wie in CuAl_7 die Zugfestigkeit des umgeformten Drahtes auf weit über 1 GPa erhöht werden. Das entsprechende Gefüge ist dabei ultrafeinkörnig. Die Umformung

mit Stickstoffkühlung ist auf Legierungsgehalte unter 4 m% begrenzt, wobei in allen Legierungen eine Zwillingsbildung nachgewiesen werden kann. Die maximale Steigerung der Festigkeit durch den Einsatz einer Stickstoffkühlung wird bei CuAl₂ beobachtet. Bei niedrigeren Legierungsgehalten wird beim Drahtzug mit Stickstoffkühlung die mechanische Zwillingsbildung aktiviert, allerdings lässt sich die Verfeinerung durch geringe Legierungsgehalt steigern. Bei höheren Legierungsgehalten führt die Zwillingsbildung schon bei Raumtemperatur zu einem deutlichen Festigkeitsbeitrag. Somit ist für diesen hohen Legierungsgehalt die Umformung mit Stickstoffkühlung weniger attraktiv. Infolge der Texturänderungen hin zur dreifachen Fasertextur durch die Aktivierung der Zwillingsbildung verringert sich der an den hergestellten Drähten in Drahtachsenrichtung gemessene Elastizitätsmodul von knapp 150 GPa in reinem Kupfer auf 100 GPa in CuAl₇. Der Drahtzug lässt durch die Unterdrückung der Einschnürung in Kombination mit der Texturentwicklung und der Orientierungsabhängigkeit der Zwillingsbildung eine detaillierte Analyse der Zwillingsbildung auch bei großen äquivalenten Dehnungen zu. Dies ist auch für TWIP-Stähle interessant, da anhand der Globaltextur eine einfache, aber statistisch relevante Aussage über die mechanische Zwillingsbildung während der Verformung bestimmt werden kann.

Literatur- und Quellenverzeichnis

- [1] *Kapitel* High Strength Copper-Based Conductor Materials. In: FREUDENBERGER, J.: *Copper Alloys: Preparation, Properties and Applications*. Nova Science Publishers, 2011, S. 159-211
- [2] LU, L.; SHEN, Y.; CHEN, X.; QIAN, L. ; LU, K.: Ultrahigh Strength and High Electrical Conductivity in Copper. *Science* 304 (2004), S. 422-426
- [3] LU, L.; CHEN, X.; HUANG, X. ; LU, K.: Revealing the Maximum Strength in Nanotwinned Copper. *Science* 323 (2009), S. 607-610
- [4] NAKAMICHI, I.: Electrical Resistivity and Grain Boundaries in Metals. *Materials Science Forum* 207-209 (1996), S. 47-58
- [5] ZHANG, X.; WANG, H.; CHEN, X. H.; LU, L.; LU, K.; HOAGLAND, R. G. ; MISRA, A.: High-strength sputter-deposited Cu foils with preferred orientation of nanoscale growth twins. *Applied Physics Letters* 88 (2006), Nr. 173116
- [6] DIEHL, J.: Zugverformung von Kupfer-Einkristallen, I. Dehnungsinhomogenitäten und Reproduzierbarkeit der Verfestigungskurve. *Zeitschrift für Metallkunde* 47 (1956), S. 331-343
- [7] DIEHL, J.: Zugverformung von Kupfer-Einkristallen, II. Dehnungsinhomogenitäten und Reproduzierbarkeit der Verfestigungskurve. *Zeitschrift für Metallkunde* 47 (1956), S. 411-416
- [8] *Kapitel* Deformation twinning in f.c.c. and b.c.c. metals. In: NARITA, N.; TAKAMURA, J.: *Dislocations in solids*. Bd. 9. North-Holland Elsevier Science Publishers b. v., 1992, S. 135-189
- [9] PÜSCHL, W.: Models for dislocation cross-slip in close-packed crystal structures: a critical review. *Progress in Materials Science* 47 (2002), S. 415-461
- [10] BLEWITT, T. H.; COLTMAN, R. R. ; REDMAN, J. K.: Low-Temperature Deformation of Copper Single Crystals. *Journal of Applied Physics* 28 (1957), S. 651-660
- [11] JIN, Z.-H.; GUMBSCH, P; MA, E.; ALBE, K.; LU, K.; HAHN, H. ; GLEITER, H.: The interaction mechanism of screw dislocations with coherent twin boundaries in different face-centred cubic metals. *Scripta Materialia* 54 (2006), S. 1163-1168

- [12] JIN, Z.-H.; GUMBSCH, P.; ALBE, K.; MA, E.; LU, K.; GLEITER, H.; HAHN, H.: Interactions between non-screw lattice dislocations and coherent twin boundaries in face-centered cubic metals. *Acta Materialia* 56 (2008), S. 1126-1135
- [13] VENABLES, J. A.: Deformation twinning in face-centred cubic metals. *Philosophical Magazine* 6 (1961), S. 379-396
- [14] VENABLES, J. A.: The nucleation and propagation of deformation twins. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 25 (1964), S. 693-700
- [15] VENABLES, J. A.: The electron microscopy of deformation twinning. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 25 (1964), S. 685-692
- [16] VENABLES, J. A.: Deformation Twinning in fcc Metals. In: REED-HILL, R. E. (Hrsg.); HIRTH, J. P. (Hrsg.); ROGERS, H. C. (Hrsg.): *Deformation Twinning* Bd. 25, 1964 (Metallurgical Society Conferences), S. 77-111
- [17] MIURA, S.; TAKAMURA, J.; NARITA, N.: Orientation Dependence of the Flow Stress for Twinning in Silver Crystals. In: *Supplement to Transactions of the Japan Institute of Metals* Bd. 9, 1968 (The International Conference on the Strength of Metals and Alloys), S. 555-562
- [18] TOMOTA, Y.; STRUM, M.; MORRIS, J. W.: Microstructural dependence of Fe-high Mn tensile behavior. *Metallurgical Transactions A* 17 (1986), S. 537-547
- [19] GRÄSSEL, O.; FROMMEYER, G.: Effect of martensitic phase transformation and deformation twinning on mechanical properties of Fe-Mn-Si-Al steels. *Materials Science and Technology* 14 (1998), S. 1213-1217
- [20] GRÄSSEL, O.; KRÜGER, L.; FROMMEYER, G.; MEYER, L. W.: High strength Fe-Mn-(Al,Si) TRIP/TWIP steels development –properties – application. *International Journal of Plasticity* 16 (2000), S. 1391-1409
- [21] FROMMEYER, G.; BRÜX, U.; NEUMANN, P.: Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. *ISIJ International* 43 (2003), S. 438-446
- [22] INTERNATIONAL UNION OF CRYSTALLOGRAPHY (IUCr): *Online Dictionary of Crystallography: Twinning*. <http://reference.iucr.org/dictionary/Twinning>. Version: Dezember 2013

- [23] CAHN, R. W.: Plastic Deformation of α -Uranium; Twinning and Slip. *Acta Metallurgica* 1 (1953), S. 49-70
- [24] HALL, E. O.: *Twinning and diffusionless transformations in metals*. Butterworth Scientific Publications, 1954
- [25] CAHN, R. W.: Twinned Crystals. *Advances In Physics* 3 (1954), S. 363-445
- [26] BILBY, B. A.; CROCKER, A. G.: Theory of crystallography of deformation twinning. *Proceedings of the Royal Society of London Series A* 288 (1965), S. 240-255
- [27] *Kapitel Dislocations and Twinning in Face Centred Cubic Crystals*. In: NIEWCZAS, M.: *Dislocations in solids*. Bd. 13. North-Holland Elsevier Science Publishers b. v., 2007, S. 263-361
- [28] CHRISTIAN, J. W.; MAHAJAN, S.: Deformation twinning. *Progress in Materials Science* 39 (1995), S. 1-157
- [29] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Aufl. Springer Verlag, 2007, S. 226-227
- [30] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M.: *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2. Aufl. Elsevier, 2004, S. 261-267
- [31] BAHMANPOUR, H.; KAUFFMANN, A.; KHOSHKHO, M. S.; YOUSSEF, K. M.; MULA, S.; FREUDENBERGER, J.; ECKERT, J.; SCATTERGOOD, R. O.; KOCH, C. C.: Effect of stacking fault energy on deformation behavior of cryo-rolled copper and copper alloys. *Materials Science and Engineering A* 529 (2011), S. 230-236
- [32] GEISLER, D.; FREUDENBERGER, J.; KAUFFMANN, A.; KRAUTZ, M.; KLAUSS, H.; VOSS, A.; EICKEMEYER, J.; SCHULTZ, L.: Appearance of dislocation-mediated and twinning-induced plasticity in an engineering-grade FeMnNiCr alloy. *Acta Materialia* 59 (2011), S. 7711-7723
- [33] THORNTON, P. R.; MITCHELL, T. E.: Deformation twinning in alloys at low temperatures. *Philosophical Magazine* 7 (1962), S. 361-375
- [34] MITCHELL, T. E.; THORNTON, P. R.: Work-hardening characteristics of Cu and alpha-Brass single crystals between 4.2 and 500 °K. *Philosophical Magazine* 8 (1963), S. 1127-1159

- [35] MUGHRABI, H.: Investigations of Plastically Deformed Copper Single Crystals in the Stress-Applied State. I. A Study of the Dislocation Behaviour in the Surface Region and in the Bulk. *physica status solidi (b)* 39 (1970), S. 317-327
- [36] WEINER, D.: Mechanical twinning in Cu single crystals. *Acta Metallurgica* 20 (1972), S. 1235-1239
- [37] LIU, T.-C.; LIU, C.-M.; HSIAO, H.-Y.; LU, J.-L.; HUANG, Y.-S. ; CHEN, C.: Fabrication and Characterization of (111)-Oriented and Nanotwinned Cu by DC Electrodeposition. *Crystal Growth & Design* 12 (2012), S. 5012-5016
- [38] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Aufl. Springer Verlag, 2007, S. 222
- [39] FRANK, F. C.: Crystal dislocations. Elementary concepts and definitions. *Philosophical Magazine* 42 (1951), S. 809-819
- [40] SWYGENHOVEN, H. van; DERLET, P. M. ; FRØSETH, A. G.: Stacking fault energies and slip in nanocrystalline metals. *Nature Materials* 3 (2004), S. 399-403
- [41] TADMOR, E. B.; HAI, S.: A Peierls criterion for the onset of deformation twinning at a crack tip. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 51 (2003), S. 765-793
- [42] SCHOECK, G.: Dislocation emission from crack tips. *Philosophical Magazine A* 63 (1991), S. 111-120
- [43] VÍTEK, V.: Intrinsic stacking faults in body-centred cubic crystals. *Philosophical Magazine* 18 (1968), S. 773-786
- [44] NORDLUND, K.; PARTYKA, P.; AVERBACK, R. S.; ROBINSON, I. K. ; EHRHART, P.: Atomistic simulation of diffuse X-ray scattering from defects in solids. *Journal of Applied Physics* 88 (2000), S. 2278-2288
- [45] NORDLUND, K.; GHALY, M.; AVERBACK, R. S.; CATURLA, M.; DIAZ DE LA RUBIA, T. ; TARUS, J.: Defect production in collision cascades in elemental semiconductors and FCC metals. *Physical Review B* 57 (1998), S. 7556-7570
- [46] GHALY, M.; NORDLUND, K. ; AVERBACK, R. S.: Molecular dynamics investigations of surface damage produced by keV self-bombardment of solids. *Philosophical Magazine A* 79 (1999), S. 795-820
- [47] NORDLUND, K.: Molecular dynamics simulation of ion ranges in the 1-100 keV energy range. *Computational Materials Science* 3 (1995), S. 448-456

- [48] CLERI, F.; ROSATO, V.: Tight-binding potentials for transition metals and alloys. *Physical Review B* 48 (1993), S. 22-33
- [49] POHL, D.: *Untersuchung der oberflächennahen Gitterstruktur und Grenzflächen metallischer Nanopartikel mittels aberrationskorrigierter hochauflösender Transmissionselektronenmikroskopie*, Technische Universität Dresden, Dissertation, 2013
- [50] STUKOWSKI, A.: *OVITO – The Open Visualization Tool*. <http://www.ovito.org/>. Version: Dezember 2013
- [51] STUKOWSKI, A.: Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO – the Open Visualization Tool. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 18 (2010), Nr. 015012
- [52] BERENDSEN, H. J. C.; POSTMA, J. P. M.; GUNSTEREN, W. F.; DINOLA, A.; HAAK, J. R.: Molecular dynamics with coupling to an external bath. *The Journal of Chemical Physics* 81 (1984), S. 3684-3690
- [53] HEINO, P.; PERONDI, L.; KASKI, K.; RISTOLAINEN, E.: Stacking-fault energy of copper from molecular-dynamics simulations. *Physical Review B* 60 (1999), S. 14625-14631
- [54] ZIMMERMAN, J. A.; GAO, H.; ABRAHAM, F. F.: Generalized stacking fault energies for embedded atom FCC metals. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 8 (2000), S. 103-115
- [55] PARK, H. S.; GALL, K.; ZIMMERMAN, J. A.: Deformation of FCC nanowires by twinning and slip. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 54 (2006), S. 1862-1881
- [56] SANSOZ, F.; MOLINARI, J. F.: Mechanical behavior of Σ tilt grain boundaries in nanoscale Cu and Al: A quasicontinuum study. *Acta Materialia* 53 (2005), S. 1931-1944
- [57] GALLAGHER, P. C. J.: The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy. *Metallurgical Transactions* 1 (1970), S. 2429-2461
- [58] CHASSAGNE, M.; LEGROS, M.; RODNEY, D.: Atomic-scale simulation of screw dislocation/coherent twin boundary interaction in Al, Au, Cu and Ni. *Acta Materialia* 59 (2011), S. 1456-1463

- [59] RICE, J. R.: Dislocation nucleation from a crack tip: An analysis based on the Peierls concept. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 40 (1992), S. 239-271
- [60] MIURA, S.; KURIYAMA, Y.; SAEKI, Y.: Deformation Behavior of (100) Oriented Copper Single Crystals. *Transactions of the Japan Institute of Metals* 18 (1977), S. 852-858
- [61] COPLEY, S. M.; KEAR, B. H.: The Dependence of the Width of a Dissociated Dislocation on Dislocation Velocity. *Acta Metallurgica* 16 (1968), S. 227-231
- [62] NIX, W. D.: *Partial Dislocation Tutorial for FCC Metals*. <http://imechanica.org/files/Partial%20Dislocation%20Tutorial%20for%20FCC%20Metals.pdf>.
Version: Dezember 2013
- [63] HIRTH, J. P.; LOTHE, J.: *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill Book Company, 1968, S. 302
- [64] HIRTH, J. P.; LOTHE, J.: *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill Book Company, 1968, S. 298-299
- [65] HIRTH, J. P.; LOTHE, J.: *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill Book Company, 1968, S. 87
- [66] PEACH, M.; KOEHLER, J. S.: The Forces Exerted on Dislocations and the Stress Fields Produced by Them. *Physical Review* 80 (1950), S. 436-439
- [67] CAHN, R. W.: Survey of Recent Progress in the Field of Deformation Twinning. In: HILL, J. P. (Hrsg.); ROGERS, H. C. (Hrsg.): *Deformation Twinning*, 1964, S. 1-28
- [68] HIRTH, J. P.; LOTHE, J.: *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill Book Company, 1968, S. 110
- [69] NABARRO, F. R. N.: Mathematical theory of stationary dislocations. *Advances in Physics* 1 (1952), S. 269-394
- [70] BITZEK, E.: *Atomistic Simulation of Dislocation Motion and Interaction with Crack Tips and Voids*, Universität Karlsruhe, Dissertation, 2006
- [71] WEERTMAN, J.: High Velocity Dislocations. In: SHEWMON, P. G. (Hrsg.); ZACKAY, V. F. (Hrsg.): *Response of Metals to High Dislocation Velocity Deformation* Bd. 9, 1961 (Metallurgical Society Conferences), S. 205-246

- [72] IDRISSE, H.; RENARD, K.; SCHRYVERS, D. ; JACQUES, P. J.: On the relationship between the twin internal structure and the work-hardening rate of TWIP steels. *Scripta Materialia* 63 (2010), S. 961-964
- [73] ESHELBY, J. D.: A simple derivation of the elastic field of an edge dislocation. *Journal of Applied Physics* 17 (1966), S. 1131-1135
- [74] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Aufl. Springer Verlag, 2007, S. 257-264
- [75] HALL, E. O.: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64 (1951), S. 747-753
- [76] PETCH, N. J.: The Cleavage Strength of Polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute* 174 (1953), S. 25-28
- [77] ESCAIG, B.: L'activation thermique des déviations sous faibles contraintes dans les structures h.c. et c.c. Par. *physica status solidi (b)* 28 (1968), S. 463-474
- [78] FLEISCHER, R. L.: Cross slip of extended dislocations. *Acta Metallurgica* 7 (1959), S. 134-135
- [79] FRIEDEL, J.: Dislocation Interactions and Internal Strains. In: RASSWEILER, G. M. (Hrsg.); GRUBE, W. L. (Hrsg.): *Internal Stresses and Fatigue in Metals*, Elsevier Publishing Company, 1959
- [80] KITTEL, Ch.: *Introduction to solid state physics*. 7. Aufl. John Wiley & Sons, Inc., 1996
- [81] SUTTON, A. P.; BALUFFI, R. W.: *Interfaces in Crystalline Materials*. Clarendon Press, 1995
- [82] FUKAI, Y.: Electrical Resistivity due to Vacancies in Aluminium. *Philosophical Magazine* 20 (1969), S. 1277-1280
- [83] MARTIN, J. W.; ZIMAN, J. M.: Dislocation resistivity of aluminium. *Journal of Physics C: Solid State Physics* 3 (1970), S. L75-L77
- [84] *Kapitel Resistivity/atomic percent impurity in dilute alloys*. In: BASS, J.: *Landolt-Börnstein - Group III Condensed Matter*. Bd. 15a. SpringerMaterials, S. 166-180
- [85] JONGENBURGER, P.: The extra-resistivity due to vacancies in copper, silver and gold. *Applied Scientific Research, Section A* 3 (1954), S. 237-248

- [86] GLAREBROUGH, L. M.; HARGREAVES, M. E. ; WEST, G. W.: The density of dislocations in compressed copper. *Acta Metallurgica* 5 (1957), S. 738-740
- [87] MANNAN, K. M.; KARIM, K. R.: Grain boundary contribution to the electrical conductivity of polycrystalline Cu films. *Journal of Physics F: Metal Physics* 5 (1975), S. 1687-1693
- [88] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Aufl. Springer Verlag, 2007, S. 265-270
- [89] CHEN, J.; YAN, W.; LIU, C. X.; DING, R. G. ; FAN, X. H.: Dependence of texture evolution on initial orientation in drawn single crystal copper. *Materials Characterization* 62 (2011), S. 237-242
- [90] SACHS, G.: Zur Theorie des Ziehvorganges. *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik* 7 (1927), S. 235-236
- [91] *Kapitel Drawing*. In: GROTE, K. H. (Hrsg.); ANTONSSON, E. (Hrsg.): *Springer Handbook of Mechanical Engineering*. Springer Verlag, 2008, S. 579-581
- [92] *Kapitel Grundlagen des Durchdrückens und Durchziehens*. In: GEIGER, M.: *Umformtechnik – Handbuch für Industrie und Wissenschaft*. Bd. 2. Springer Verlag, 1988, S. 254-287
- [93] KONKOVA, T.; MIRONOV, S.; KORZNIKOV, A. ; SEMIATIN, S. L.: Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling. *Acta Materialia* 58 (2010), S. 5262-5273
- [94] HÜBNER, W.; GRADT, T.; SCHNEIDER, T. ; BÖRNER, H.: Tribological behaviour of materials at cryogenic temperatures. *Wear* 216 (1998), S. 150-159
- [95] MCCOOK, N. L.; BURRIS, D. L.; DICKRELL, P. L. ; SAWYER, W. G.: Cryogenic Friction Behavior of PTFE based Solid Lubricant Composites. *Tribology Letters* 20 (2005), S. 109-113
- [96] COLBERT, R. S.; SAWYER, W. G.: Thermal dependence of the wear of molybdenum disulphide coatings. *Wear* 269 (2010), S. 719-723
- [97] FRITSCH, S.; SCHOLZE, M. ; WAGNER, M. F.-X.: Cryogenic forming of AA7075 by Equal-Channel Angular Pressing. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 43 (2012), S. 561-566 , ISSN 1521-4052

- [98] PARAMOUNT DIE EUROPE: *ParaLoc Pressure Holders*. http://www.heberlein-gmbh.de/attachments/094_6%20Pressure%20holders%20-%20Metric%202011.pdf. Version: Dezember 2013
- [99] KLEMENS, D. (Hrsg.); STÄNDER, I. (Hrsg.): *Ziehfehlerkatalog*. DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1985
- [100] HAN, K.; WALSH, R. P.; ISHMAKU, A.; TOPLOSKY, V.; BRANDAO, L.; EMBURY, J. D.: High strength and high electrical conductivity bulk Cu. *Philosophical Magazine* 84 (2004), S. 3705 - 3716
- [101] WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.: EBSD Image Quality Mapping. *Microscopy and Microanalysis* 12 (2006), S. 72-84
- [102] FIRMA EDAX/TSL: *Elektronische Dokumentation zur Auswertesoftware TSL OIM Analysis 6.0*
- [103] ZÄFFERER, S.: A critical review of orientation microscopy in SEM and TEM. *Crystal Research and Technology* 46 (2011), S. 607-628
- [104] WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; FIELD, D. P.: A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. *Microscopy and Microanalysis* 17 (2011), S. 316-329
- [105] ASHBY, M. F.: The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine* 21 (1970), S. 399-424
- [106] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Aufl. Springer Verlag, 2007, S. 87-90
- [107] WARYOBA, D. R.; KALU, P. N.: Textural and Microstructural Inhomogeneities in Drawn and Annealed OFHC Copper Wire. *Materials Science Forum* 495-497 (2005), S. 895-900
- [108] *Kapitel Motivation*. In: MECKING, H.: *Texture and Anisotropy*. Cambridge University Press, 1998, S. 1-9
- [109] AHLHORN, H.; WASSERMANN, G.: Einfluß von Verformungsgrad und -temperatur auf die Textur von Silberdrähten. *Zeitschrift für Metallkunde* 54 (1963), S. 1-6
- [110] MACKENZIE, J. K.: Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika* 45 (1958), S. 229-240

- [111] JIA, N.; WANG, Y. D.; WU, S. D.; HAN, W. Z.; WANG, Y. N.; DENG, J. N. ; LIAW, P. K.: Anomalous hardening in copper due to the growth of deformation-induced microtwins after annealing. *Scripta Materialia* 54 (2006), S. 1247-1252
- [112] CARTER, C. B.; RAY, I. L. F.: On the stacking-fault energies of copper alloys. *Philosophical Magazine* 35 (1977), S. 189-200
- [113] FREUDENBERGER, J.; KAUFFMANN, A.; KLAUSS, H.; MARR, T.; NENKOV, K.; SARMA, V. S. ; SCHULTZ, L.: Studies on recrystallization of single-phase copper alloys by resistance measurements. *Acta Materialia* 58 (2010), S. 2324-2329
- [114] DEUTSCHES KUPFERINSTITUT (Hrsg.): *Kupfer-Zink-Legierungen*. 2007
- [115] DEUTSCHES KUPFERINSTITUT (Hrsg.): *BRONZE – unverzichtbarer Werkstoff der Moderne*. 2004
- [116] ALLAIN, S.; CHATEAU, J.-P.; BOUAZIZ, O.; MIGOT, S. ; GUELTON, N.: Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys. *Materials Science and Engineering A* 387-389 (2004), S. 158-162
- [117] SARMA, V. S.; WANG, J.; JIAN, W. W.; KAUFFMANN, A.; CONRAD, H.; FREUDENBERGER, J.; ZHU, Y. T.: Role of stacking fault energy in strengthening due to cryo-deformation of FCC metals. *Materials Science and Engineering A* 527 (2010), S. 7624-7630
- [118] KAUFFMANN, A.: *Rekristallisationsverhalten von binären Kupfermischkristalllegierungen*, Technische Universität Dresden, Kleiner Beleg, 2009
- [119] MARTIENSSEN, W. (Hrsg.); WARLIMONT, H. (Hrsg.): *Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data*. Springer Verlag, 2005, S. 66
- [120] CAHN, J. W.: The impurity-drag effect in grain boundary motion. *Acta Metallurgica* 10 (1962), S. 789-798
- [121] KÖSTER, W.: Methoden und Ergebnisse einer verfeinerten Konstitutionsforschung. *Metall* 7 (1963), S. 1197-1204
- [122] BITTNER, E.; YIN, S.; KAUFFMANN, A.; FREUDENBERGER, J.; KLAUSS, H.; KORPALA, G.; KAWALLA, R.; SCHILLINGER, W. ; SCHULTZ, L.: Dynamic recrystallisation and precipitation behaviour of high strength and highly conducting Cu-Ag-Zr-alloys. *Materials Science and Engineering A* 597 (2014), S. 139-147 , akzeptiert

Literatur- und Quellenverzeichnis

- [123] WIELAND WERKE AG: *Wieland-K80®*, *Walzprodukte*. http://www.wieland.de/commonmedia/content/media/de/datenbltter/datenbltterw/K80_12.pdf.
Version: Dezember 2013
- [124] WIELAND WERKE AG: *Wieland-K88®*, *Walzprodukte*. http://www.wieland.de/commonmedia/content/media/de/datenbltter/datenbltterw/K88_12.pdf.
Version: Dezember 2013
- [125] WIELAND WERKE AG: *Wieland-K75®*, *Walzprodukte*. http://www.wieland.de/commonmedia/content/media/de/datenbltter/datenbltterw/K75_12.pdf.
Version: Dezember 2013
- [126] WIELAND WERKE AG: *Wieland-B18 Supralloy®*, *Walzprodukte*. http://www.wieland.de/commonmedia/content/media/de/datenbltter/datenbltterw/B18_SUPRALLYOY_12.pdf. Version: Dezember 2013
- [127] WIELAND WERKE AG: *Wieland-B44®*, *Press-/Ziehprodukte*. http://www.wieland.de/commonmedia/content/media/de/datenbltter/datenbltterz/Da_z_B44_05.pdf. Version: Dezember 2013
- [128] WIELAND WERKE AG: *Wieland-B09/B10®*, *Press-/Ziehprodukte*. http://www.wieland.de/commonmedia/content/media/de/datenbltter/datenbltterz/Da_z_B09_B10_05.pdf. Version: Dezember 2013
- [129] SAARIVIRTA, M. J.: High conductivity copper-rich Cu-Zr alloys. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers* 218 (1960), S. 431-437
- [130] DEUTSCHES KUPFERINSTITUT (Hrsg.): *Niedriglegierte Kupferwerkstoffe*. 2012

Danksagung

Ich bedanke mich an dieser Stelle recht herzlich bei *Prof. Ludwig Schultz* für die Möglichkeit meine Dissertation im *Institut für Metallische Werkstoffe* am *IFW Dresden* in einem ausgezeichneten wissenschaftlichen Umfeld in Kombination mit einer angenehmen Arbeitsatmosphäre anfertigen zu können. Ich bin dankbar für die umfangreichen Möglichkeiten, die mir zur Verwirklichung meiner und unserer Ideen zur Verfügung gestellt wurden.

Dr. Jens Freudenberger hat zu jeder Zeit meiner Zugehörigkeit zum *IFW Dresden* mit seinem Vertrauen in mich und meine Fähigkeiten das Rückgrat meiner Arbeit dargestellt. Er hat mir zu jederzeit die notwendigen Perspektiven gezeigt, Möglichkeiten eingeräumt und meine Arbeit durch seine Ideen ermöglicht.

Prof. Martin Franz-Xaver Wagner danke ich für die bereitwillige Übernahme des Zweitgutachtens zu dieser Arbeit.

Ohne die Unterstützung vieler wissenschaftlicher und technischer Mitarbeiter am Institut wäre die Herstellung, Bearbeitung und Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe nicht möglich. Ich danke *Michael Frey* für die Erschmelzung der Ausgangsmaterialien, *Dirk Seifert* und *Tino Wolf* für die Umformarbeiten sowie *Hans-Peter Trinks* und *Siegfried Neumann* für die Unterstützung bei Wärmebehandlungen. Der *Wieland-Werke AG*, insbesondere *Dr. Wolfram Schillinger*, danke ich für die großzügige Versorgung von Reinkupfer, um die vorgestellten Arbeiten durchführen zu können, sowie zahlreiche technische Ratschläge, die zu einer Verbesserung der verwendeten Technologien beigetragen haben. *Steffen Grundkowski* danke ich stellvertretend für die Auftragsbearbeitungen in der *mechanischen Werkstatt*. *Hansjörg Klaus* danke ich für die sorgfältige Arbeit und Unterstützung bei der Durchführung der mechanischen Werkstoffprüfung. *Tina Sturm* danke ich für die Unterstützung bei der Einrichtung des FEI Helios 600i sowie bei der Zielpräparation mittels fokussiertem Ionenstrahl. Für die Möglichkeit der Nutzung und Unterweisung der VibroMet-2 am Institut für Komplexe Materialien und die Einführung in die Orientierungsabbildung mittels Rückstreuelektronenbeugung danke ich *Henning Turnow* und *Dr. Horst Wendrock*. *Kerstin Schröder* und *Christiane Mix* danke ich für die Unterstützung in der Metallografie. *Dr. Volker Klemm* an der Technischen Universität Bergakademie Freiberg danke ich für die Charakterisierung der Zwillingsgrenzen am Transmissionelektronenmikroskop und den wertvollen Diskussionen in diesem Zusammenhang. *Dr. Darius Pohl* danke ich für die Einführung in die Molekulardynamiksimulation mit Parcas sowie *Ulrike Nitzsche* für die Unterstützung bei der Kompilierung der notwendigen Programmbestandteile von Parcas und Relaxat.

Danksagung

Ein besonderer Dank gilt den Studenten, die mit mir Teilaspekte dieser Doktorarbeit oder im Bereich der Warmumformung von CuAgZr-Legierungen bearbeitet haben. *Song Yin, Florian Bittner, Jörg Pribbenow* und *Felix Thiel* haben durch ihren unermühtlichen Einsatz und ihre Fragen zu einer unschätzbaren Erfahrung in meinem Leben beigetragen.

Den aktuellen und ehemaligen Doktoranden der Abteilung Metallphysik, *Dr. David Geißler, Dr. Tom Marr, Jan Romberg* und *Enrico Knauer*, danke ich für die unzähligen Diskussionen, Anregungen, für ihre Zusammenarbeit und Unterstützung.

Prof. Subramanya Sarma Vadlamani danke ich für die jahrelange Unterstützung bei unseren gemeinsamen Arbeiten sowie der unschätzbaren Unterstützung während meiner Zeit in Chennai.

Der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* danke ich für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Projektes *FR 1714/5-1*.

Allen denjenigen, die an dieser Stelle keine namentliche Erwähnung finden, aber dennoch zu großen oder kleinen Teilen zu meiner Arbeit beigetragen haben, möchte ich mit der Gestaltung dieser Seite und ihres Hintergrundes danken.

Meiner *Familie* gilt ein besonders herzlicher Dank für ihre Unterstützung, ihr Vertrauen und ihre Liebe. Meiner *GROßEN* danke ich für ihre Liebe, Nachsicht, Unterstützung, Fürsorge, Ehrlichkeit, Organisation und ihr Vertrauen.

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich gemäß § 6 Abs. 1 der Promotionsordnung der Fakultät Maschinenwesen an der Technischen Universität Dresden, dass ich die vorliegende Dissertation zum Thema:

Gefügeverfeinerung durch mechanische Zwillingsbildung in Kupfer und
Kupfermischkristalllegierungen

ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht. Bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts habe ich Unterstützungsleistungen von folgenden Personen erhalten: Prof. Dr. L. Schultz, Dr. J. Freudenberger und Sandra Kauffmann-Weiß. Weitere Personen waren an der geistigen Herstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich nicht die Hilfe eines kommerziellen Promotionsberaters in Anspruch genommen. Dritte haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die in Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen. Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und ist auch noch nicht veröffentlicht worden. Diese Promotionsordnung wird anerkannt.

Alexander Kauffmann

Anhang

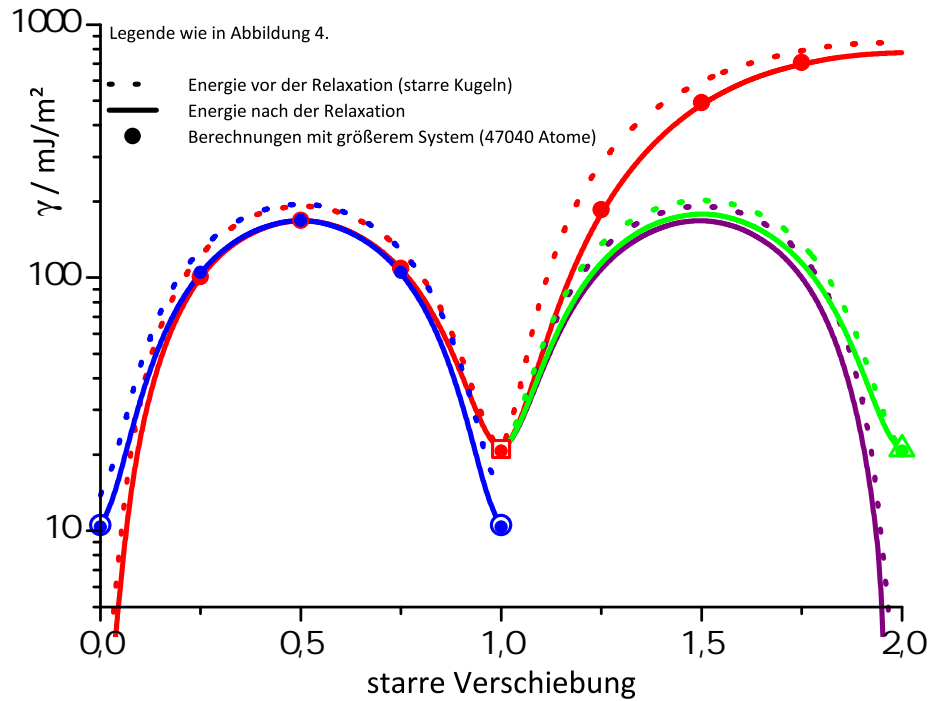
A Relaxationsberechnungen und
Molekulardynamiksimulationen

Abbildung A.70: Darstellung der spezifischen Energien flächenhafter Defekte auf {111} in Kupfer. Die Relaxationsberechnung mit Relaxat führt zu einer Energieminimierung gegenüber einem Modell starrer Kugeln mit der Gitterkonstante des Ausgangsmaterials. Eine Vergrößerung des Systems ergibt keine signifikanten Veränderungen der Defektenergien.

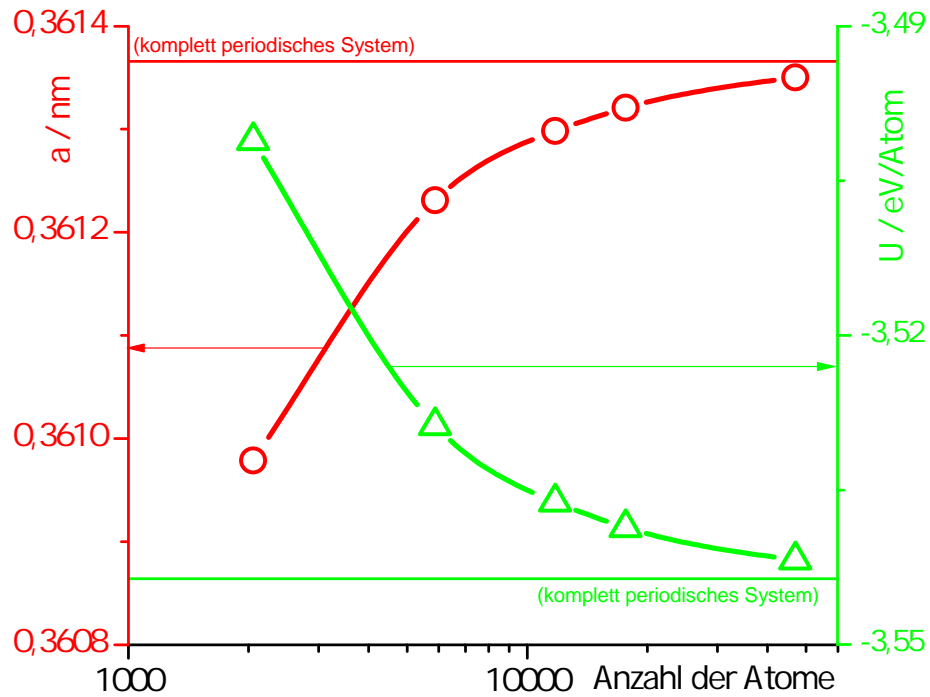


Abbildung A.71: Abhängigkeit der relaxierten Gitterkonstante und der potentiellen Energie der Atome von der Systemgröße beim verwendeten Potential von Cleri und Rosato [48, 49]. Zum Vergleich sind die Gitterkonstante und die potentiellen Energie der Atome eines Systems mit periodischen Randbedingungen in allen Raumrichtungen mit eingezeichnet.

B Darstellung von Versetzungen

Um einen besseren Eindruck zu vermitteln wie sich einzelne Versetzungen in kubischflächenzentrierten Metallen auf die lokale Atomanordnung auswirken, wurden analytische Verzerrungsfelder der Theorie gerader Versetzungen auf Basis der linearen Elastizitätstheorie verwendet. Diese Darstellungen lassen daher weder Rückschlüsse auf die Struktur des Versetzungskerns zu noch stellen sie relaxierte Defektstrukturen dar.

Das Verzerrungsfeld einer gemischten Versetzung mit einer Versetzungslinie entlang der z-Achse wird aus der Superposition des Schrauben- des Stufenanteils ermittelt. Der Schraubenanteil mit dem Burgersvektor b_S enthält dabei ausschließlich Verzerrungskomponenten entlang der Versetzungslinie [63]:

$$u_z = \frac{b_S}{2\pi} \arctan\left(\frac{y}{x}\right)$$

Der Stufenanteil mit dem Burgersvektor b_E entlang der x-Achse hat ausschließlich Komponenten innerhalb der Ebene senkrecht zur Versetzungslinie [73]:

$$u_x = \frac{b_E}{2\pi} \left(\arctan\left(\frac{y}{x}\right) + \frac{1}{2(1-\nu)} \frac{xy}{x^2 + y^2} \right)$$

$$u_y = \frac{b_E}{2\pi} \left(\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln \frac{1}{\sqrt{x^2 + y^2}} + \frac{1}{2(1-\nu)} \frac{y^2}{x^2 + y^2} \right)$$

Der Arkustangens muss dabei (entgegen der heute gebräuchlichen Definition) quadrantentreu Winkel zwischen 0 und 2π ergeben.

C Umformung

Tabelle 3: Druckstein-/Ziehsteinkombinationen (ParaLoc™) für das Drahtziehen mit einer Stichabnahme von 0,4/Stich.

Stich	Ziehstein	Maße (Auslauf, Winkel)	Druckstein
1	TR6-18T8,40	Ø 8,40 mm, 18°	PN8-U11,55
2	TR6-18T6,70	Ø 6,70 mm, 18°	PN8-U9,05
3	TR4-16T5,40	Ø 5,40 mm, 16°	PN5-U7,25
4	TR4-16T4,50	Ø 4,50 mm, 16°	PN5-U5,85
5	TR4-16T3,70	Ø 3,70 mm, 16°	PN5-U4,85
6	TR4-16T3,07	Ø 3,07 mm, 16°	PN5-U4,00

Tabelle 4: Druckstein-/Ziehsteinkombinationen (ParaLoc™) für das Drahtziehen mit einer Stichabnahme von 0,1/Stich.

Stich	Ziehstein	Maße (Auslauf, Winkel)	Druckstein
1	TR8-09T9,95	Ø 9,95 mm, 9°	PN9-U11,55
2	TR8-09T9,40	Ø 9,40 mm, 9°	PN9-U10,75
3	TR6-09T8,90	Ø 8,90 mm, 9°	PN8-U10,15
4	TR6-09T8,40	Ø 8,90 mm, 9°	PN8-U9,60
5	TR6-09T7,95	Ø 7,95 mm, 9°	PN8-U9,05
6	TR6-09T7,50	Ø 7,50 mm, 9°	PN8-U8,60
7	TR6-09T7,10	Ø 7,10 mm, 9°	PN8-U8,10
8	TR6-09T6,70	Ø 6,70 mm, 9°	PN8-U7,65
9	TR6-09T6,35	Ø 6,35 mm, 9°	PN8-U7,25
10	TR6-09T6,00	Ø 6,00 mm, 9°	PN8-U6,85
11	TR4-09T5,70	Ø 5,70 mm, 9°	PN5-U6,50
12	TR4-09T5,35	Ø 5,35 mm, 9°	PN5-U6,15
13	TR4-09T5,10	Ø 5,10 mm, 9°	PN5-U5,80
14	TR4-09T4,80	Ø 4,80 mm, 9°	PN5-U5,50
15	TR4-09T4,54	Ø 4,54 mm, 9°	PN5-U5,20
16	TR4-09T4,30	Ø 4,30 mm, 9°	PN5-U4,90
17	TR4-09T4,06	Ø 4,06 mm, 9°	PN5-U4,65
18	TR4-09T3,84	Ø 3,84 mm, 9°	PN5-U4,40
19	TR4-09T3,64	Ø 3,64 mm, 9°	PN5-U4,15
20	TR4-09T3,44	Ø 3,44 mm, 9°	PN5-U3,90
21	TR4-09T3,24	Ø 3,24 mm, 9°	PN5-U3,70
22	TR4-09T3,07	Ø 3,07 mm, 9°	PN5-U3,50

D Metallographie

Tabelle 5: Metallographische Präparationsvorschrift für das Schleifen. * Für die halbautomatische Präparation. ** Ausschließlich manuelle Durchführung zur Einstellung eines einheitlichen Kratzerbildes.

	Planschleifen	Feinschleifen	Feinschleifen**
Papierunterlage(n)	SiC-Papier	SiC-Papiere	SiC-Papier
Körnung	P120 od. P240	P400, P800, P1200, P2500	P4000
Medium	Wasser	Wasser	Wasser
Umdrehungen	≤ 300 /min	≤ 300 /min	150 /min
Richtung*	Gleichlauf	Gleichlauf	–
Kraft*	20 N	10 N	–
Zeit	bis plan	≤30 s	≤30 s

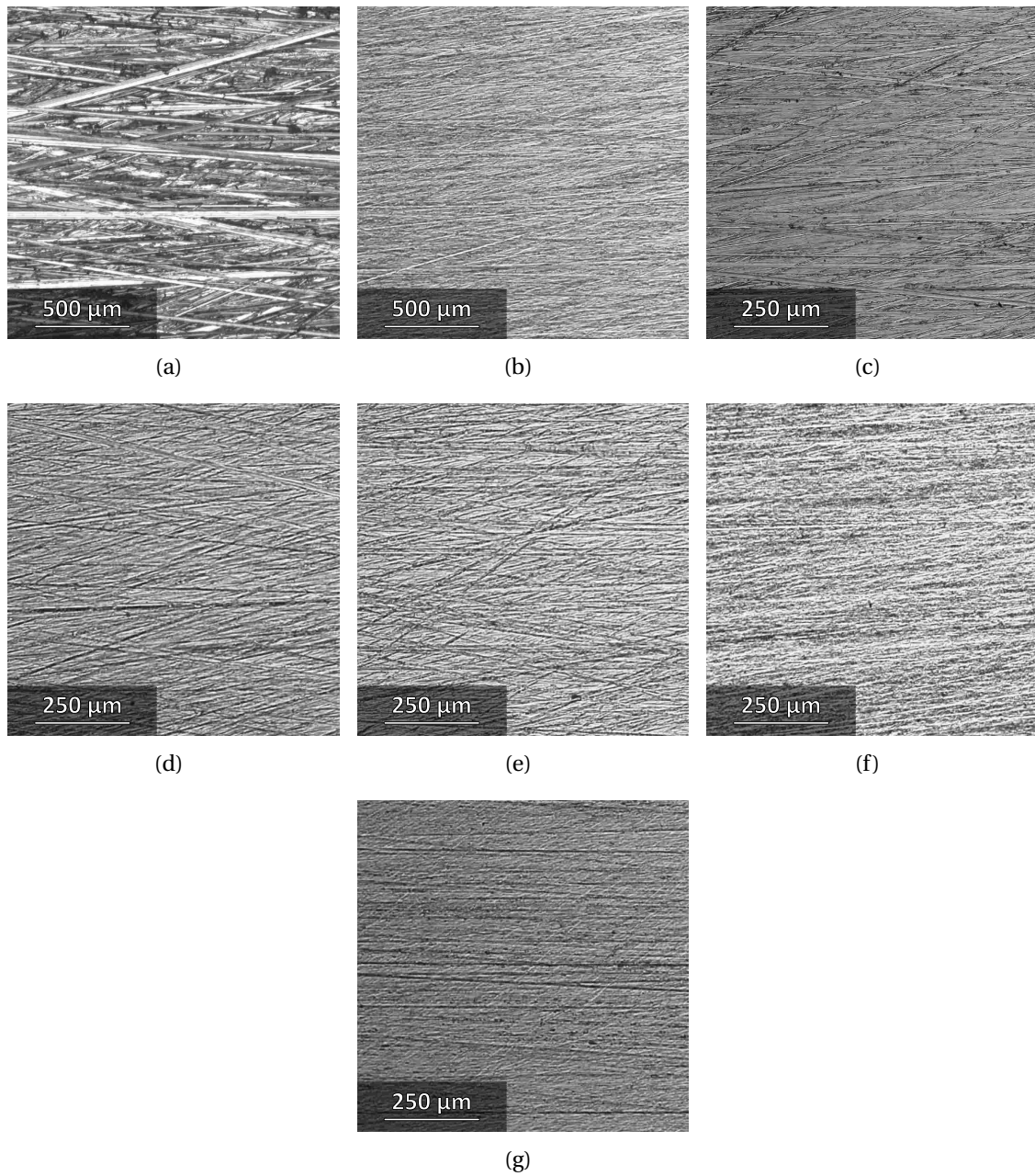


Abbildung D.72: Dokumentation des Präparationsfortschritts bei der in Tabelle 5 beschriebenen Präparationsvorschrift am Beispiel einer umgeformten CuAl5-Legierung: a) P120, b) P240, c) P400, d) P800, e) P1200, f) P2500 und g) P4000.

Tabelle 6: Metallographische Präparationsvorschrift für das Polieren.

	mechanisches Polieren	mechanisches Polieren	chemisch- mechanisches Polieren	Vibrations- polieren
Tuchunterlage	MD-Dac	MD-Dac	MD-Chem	MicroCloth
Korngröße	3 μm	1 μm	20 nm	20 nm
Suspension	Diamant (Metadi)	Diamant (Metadi)	stabilisiertes Siliziumoxid (MasterMet-2)	stabilisiertes Siliziumoxid (MasterMet-2)
Schmiermittel	Wasser-Öl- Emulsion (DP, rot)	Wasser-Öl- Emulsion (DP, rot)	–	–
Umdrehungen	150 /min	150 /min	150 /min	–
Richtung	Gleichlauf	Gleichlauf	Gegenlauf	–
Kraft	5 N	5 N	5 N	–
Zeit	5 min	10 min	10 min	bis 12 h

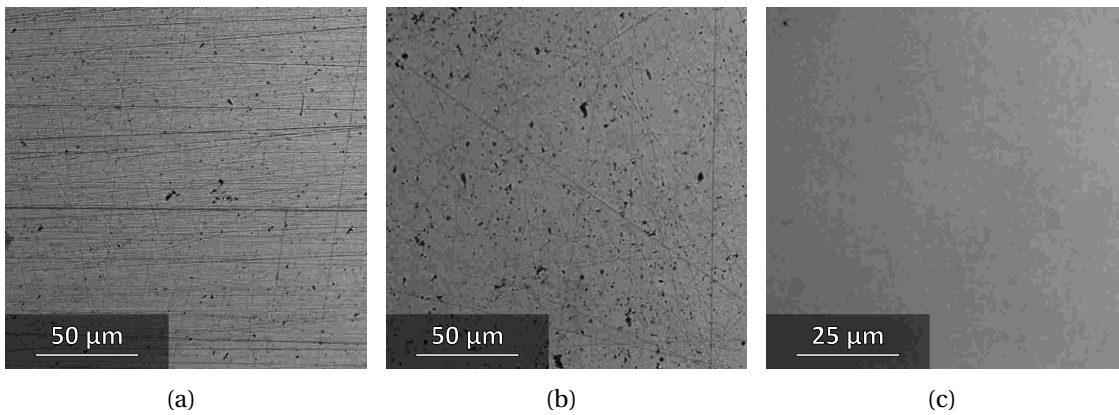


Abbildung D.73: Dokumentation des Präparationsfortschritts bei der in Tabelle 6 beschriebenen Präparationsvorschrift am Beispiel einer umgeformten CuAl5-Legierung: a) 3 μm , b) 1 μm und c) MasterMet-2.

E Texturmessung

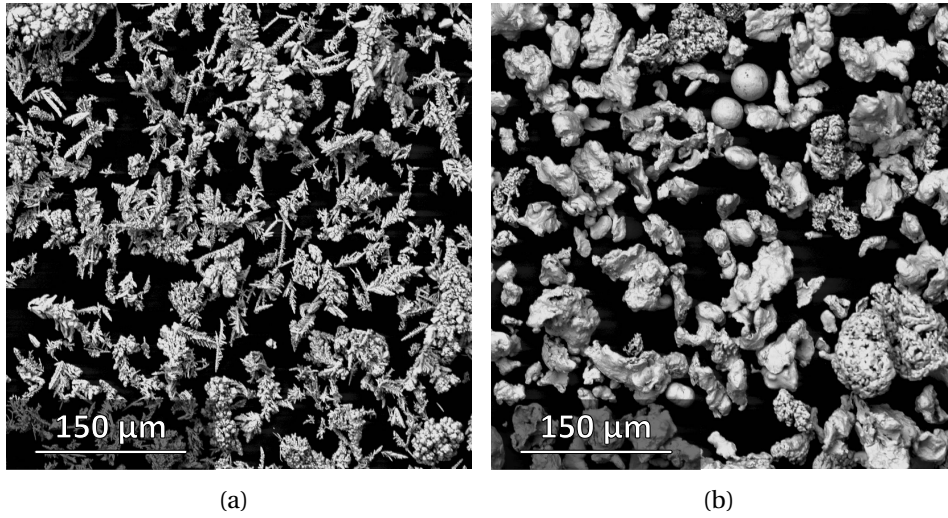


Abbildung E.74: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Pulver für die Herstellung von Kupferstandards: a) Cu-FFL und b) Cu-WS.

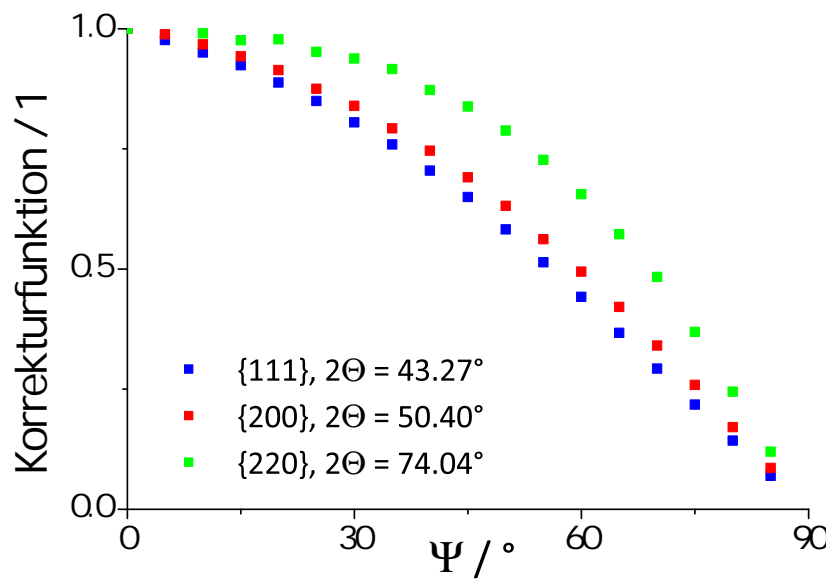


Abbildung E.75: Korrekturfunktionen zur Bestimmung der Intensität bei der Globaltexturmessung an Kupfer für das verwendete Texturgoniometer. Bestimmt mithilfe eines sedimentierten Kupferpulverstandards. Anhand der verschiedenen Pulver aus Abbildung E.74 konnte eine präparationsinduzierte Vorzugorientierung des Pulvers ausgeschlossen werden.

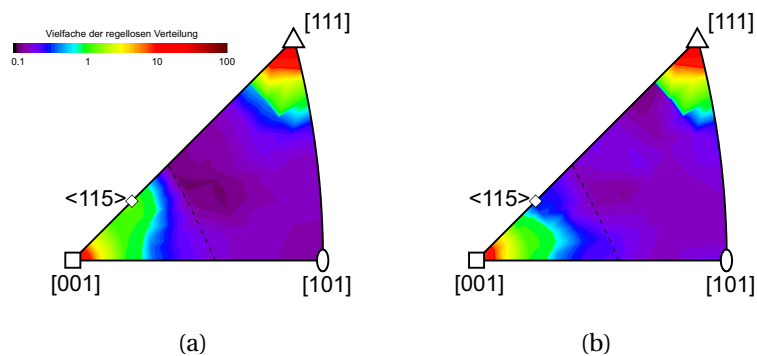


Abbildung E.76: Einfluss der Korrektur auf das Ergebnis der Berechnung der Orientierungsdichteverteilung in LaboTex 3.0: a) Berechnung mit Korrekturfunktion und b) ohne Anwendung der Korrekturfunktion. Der für die Zwillingsbildung charakteristische $\langle 115 \rangle$ -Fasertexturanteil wird nur nach Anwendung der Korrekturfunktion beobachtet.