



TU Clausthal

Materialwissenschaft und  
Werkstofftechnik

Band 3/04

RALPH JÖRG HELLMIG

Hochgradige plastische  
Umformung durch Equal  
Channel Angular Pressing  
(ECAP)

Hrsg.: Prof. Dr.-Ing. Heinz Palkowski  
Werkstoffumformung

Institut für Metallurgie



**HOCHGRADIGE PLASTISCHE UMFORMUNG  
DURCH  
EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP)**

**HABILITATIONSSCHRIFT  
ZUR ERLANGUNG DER LEHRBEFUGNIS  
IM FACH  
WERKSTOFFTECHNIK**

**VORGELEGT VON  
DR.-ING. DIPL.-PHYS. RALPH JÖRG HELLMIG  
AUS PINNEBERG/HOLSTEIN**

**INSTITUT FÜR WERKSTOFFKUNDE UND WERKSTOFFTECHNIK  
DER TECHNISCHEN UNIVERSITÄT CLAUSTHAL**

**JULI 2008**

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Der ECAP-Prozeß</b>	<b>5</b>
2.1	Grundlagen . . . . .	5
2.2	Ursache der Kornfeinung . . . . .	9
<b>3</b>	<b>ECAP-Apparaturen am IWW</b>	<b>13</b>
3.1	Erste einfache ECAP-Matrize . . . . .	13
3.2	Matrize mit T-förmigem Kanal . . . . .	15
3.3	Neuere Matrizen . . . . .	18
<b>4</b>	<b>Einfluß von ECAP auf Kupfer</b>	<b>20</b>
4.1	Änderung der Mikrostruktur durch ECAP . . . . .	21
4.2	Thermische Stabilität der Mikrostruktur . . . . .	31
4.3	Mechanische Eigenschaften . . . . .	39
4.3.1	Spannungs-Dehnungs-Verhalten . . . . .	39
4.3.2	Härte . . . . .	42
4.3.3	Zyklische Beanspruchung . . . . .	45
4.4	Weitere Eigenschaften . . . . .	47
4.4.1	Korrosionsverhalten . . . . .	47
4.4.2	Leitfähigkeit . . . . .	50
4.4.3	Verschleißverhalten . . . . .	53
<b>5</b>	<b>Einfluß von ECAP auf hochreines Aluminium</b>	<b>55</b>
5.1	Einleitung . . . . .	55

5.2	ECAP an hochreinem Aluminium . . . . .	56
<b>6</b>	<b>Einfluß von ECAP auf Magnesiumlegierungen</b>	<b>61</b>
6.1	Einleitung . . . . .	61
6.2	ECAP an AZ31 . . . . .	64
6.2.1	Entwicklung der mechanischen Eigenschaften und der Mikrostruktur von AZ31 . . . . .	64
6.2.2	Zusammenhang zwischen akustischer Emission und mechanischen Eigenschaften an AZ31 . . . . .	68
6.2.3	Mikrostruktur von AZ31 nach Extrusion und ECAP (EX-ECAP) . . . . .	73
<b>7</b>	<b>Simulation des ECAP-Prozesses</b>	<b>76</b>
7.1	Allgemeines zur ECAP-Simulation . . . . .	76
7.2	Konstitutives Modell für die hochgradige plastische Umformung . . . . .	80
7.3	FEM-Implementation des Modells . . . . .	84
7.4	Simulation der Dehnung nach ECAP . . . . .	86
7.5	Simulation der Entwicklung von Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften . . . . .	90
7.6	Entwicklung der Misorientierung . . . . .	94
7.7	Prozeßmodellierung . . . . .	99
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>106</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Hochgradige plastische Umformung, in der englischsprachigen Fachliteratur als *severe plastic deformation* bezeichnet, hat sich in den letzten Jahren als ein bedeutsames Verfahren zur Herstellung ultrafeinkörniger Werkstoffe etabliert. Diese verfügen über eine mittlere Korngröße von weniger als 1  $\mu\text{m}$ . Damit unterscheiden sie sich deutlich in ihren Eigenschaften von den konventionellen Werkstoffen, da die extreme Feinkörnigkeit — häufig liegt eine mittlere Korngröße von etwa 200 nm vor — zu deutlichen Änderungen sowohl der mechanischen als auch der physikalischen Eigenschaften dieser Werkstoffe führt. In einem großen Übersichtsartikel [1] aus dem Jahre 2000 beschreiben R.Z. Valiev und Koautoren die Auswirkungen hochgradiger plastischer Umformung auf metallische Werkstoffe. Kurz zusammengefaßt ergeben sich unter anderem folgende Eigenschaften ultrafeinkörniger metallischer Werkstoffe:

- deutliche Steigerung der Festigkeit gegenüber konventionellen Werkstoffen
- durch geeignete Kombination mit Wärmebehandlungen Zustände hoher Festigkeit und Duktilität einstellbar
- extreme Superplastizität möglich
- verbessertes Ermüdungsverhalten möglich
- deutliche Erhöhung der Diffusionsgeschwindigkeit, was für zahlreiche im Polykristall stattfindende Prozesse relevant ist.

Es wird daraus deutlich, warum diese neuen Werkstoffe in den vergangenen Jahren das Interesse der Wissenschaftler mehr und mehr auf sich gezogen haben.

Ein wesentlicher Vorteil der Verwendung hochgradiger plastischer Umformung bei der Herstellung von Werkstoffen mit Korngrößen im Submikrometerbereich ist, daß es sich um eine sogenannte *top-down*-Methode handelt [2, 3]. Das bedeutet, daß die ultrafeinkörnigen Werkstoffe

aus massiven Ausgangsproben hergestellt werden. Die bei dem hochgradig plastischen Umformprozeß auftretende Kornfeinung führt zu der bereits erwähnten vorteilhaften Mikrostruktur dieser Werkstoffe. Daraus ergeben sich deutliche Vorteile gegenüber den üblichen *bottom-up*-Prozessen, bei denen ein zumeist in Pulverform vorliegender ultrafeinkörniger oder nanokristalliner Ausgangswerkstoff konsolidiert wird. Problematisch ist dabei vor allem die verbleibende Restporosität. Auf diese Weise kommt das Eigenschaftspotential eines solchen feinstrukturierten Materials unter Umständen gar nicht voll zum Tragen.

Es wurden in den letzten Jahren zahlreiche Methoden zur hochgradigen plastischen Umformung entwickelt. Die bekannteste und aufgrund ihres Potentials, sie auch für Probenmengen im industriellen Maßstab verwenden zu können, wichtigste ist das sogenannte *equal channel angular pressing* (ECAP), welches man wohl als Gleichkanalwinkelpressen bezeichnen könnte. Dieses Verfahren wurde in seiner ersten Version von V.M. Segal bereits im Jahre 1981 veröffentlicht [4]. Die wesentliche Idee der Methode besteht darin, eine Probe durch einen winkligen Kanal enthaltende Matrize zu pressen. Dabei erfährt die Probe eine Scherdehnung, welche zu einer Kornfeinung des gepreßten Werkstoffs führt. Ein wichtiger Vorteil dieses Prozesses ist, daß er wiederholt werden kann und es damit zu einer Akkumulation der Dehnung im Werkstück und somit zu einer weiteren Evolution der Mikrostruktur kommen kann. Obwohl das Verfahren seit über 20 Jahren in der Literatur bekannt ist, entwickelte sich erst in den letzten Jahren das Interesse an der Methode und ihrer Anwendbarkeit, so daß die Zahl der Veröffentlichungen zum Thema „hochgradige plastische Umformung“ bis 1999 lediglich 197 betrug [5]. Danach kam es zu einem sprunghaften Anstieg, bereits im Jahre 2001 wurden mit 205 neuen Veröffentlichungen in namhaften Zeitschriften die Zahlen der Vorjahre deutlich übertroffen. Seitdem ist die hochgradige plastische Umformung ein rasant wachsendes Forschungsgebiet.

Weitere Prozesse zur hochgradigen plastischen Umformung wurden im Laufe der Jahre entwickelt. Dazu gehört unter anderem das *high pressure torsion straining* (HPTS), bei dem eine flache zylindrische Probe unter einer hohen axialen Last und somit unter hohem hydrostatischen Druck tordiert wird [6]. Ein großer Vorteil dieses Verfahrens ist es, daß sogar massive nanoskalige Werkstoffe — also mit einer Korngröße von unter 100 nm — erzeugt werden können, welche interessante mechanische und physikalische Eigenschaften aufweisen [7]. Allerdings erlaubt diese Methode aufgrund ihrer Geometrie lediglich die Herstellung relativ kleiner Proben.

Ein anderes wichtiges Verfahren zur hochgradigen plastischen Umformung ist das sogenannte *accumulated roll bonding* (ARB), bei dem ein Blech zunächst gewalzt, danach geteilt, entfettet und aufgeraut wird, worauf es dann als zweilagige Schicht erneut dem Walzprozeß zugeführt wird [8]. Dieser Prozeß des Teilens und Walzens kann solange wiederholt werden, bis eine ultrafeinkörnige Struktur des Werkstoffs erreicht wird.

Des Weiteren wurden in den letzten Jahren mehrere ECAP-ähnliche Methoden entwickelt, die das Ziel haben, den eigentlich diskontinuierlichen ECAP-Prozeß in ein kontinuierliches Verfahren umzuwandeln. Dazu gehören

- der sogenannte *conshearing process* aus dem Jahre 2000, bei dem ein Streifen über eine Haupt- und mehrere Satellitenrollen einer Art ECAP-Matrize zugeführt wird [9],
- der *continuous confined strip shearing process* (C2S2-Prozeß, 2002), bei dem das Blech über zwei Walzrollen ebenfalls zu einer Art ECAP-Matrize geleitet wird [10],
- der ECAP-Conform (2004), bei dem das Werkstück mit Hilfe von Reibungskräften über eine rotierenden Achse durch eine Matrize geführt wird, welche über einen 90°-Ausgangswinkel verfügt, der zu der Scherverformung und entsprechender Kornfeinung führt [11].

Es existieren noch weitere, zum Teil exotische Prozesse wie zum Beispiel *twist extrusion*, bei dem ein spiralförmiger Kanal zur Anwendung kommt [12], sowie mehrere dem Schmieden verwandte Verfahren wie *multipass coin-forging* [13] oder *repetitive corrugation and straightening* (RCS) [14].

Ein Vergleich der verschiedenen Techniken zur hochgradigen plastischen Umformung, durchgeführt von T.C. Lowe und R.Z. Valiev [15], kommt zu dem Schluß, daß nach dem aktuellen Stand der Technik vor allem das ECAP-Verfahren sowie die bereits unternommenen Versuche, dieses in einem kontinuierlichen Prozeß zu realisieren, erfolgversprechend sind, im industriellen Maßstab umgesetzt werden zu können.

Märkte für hochgradig plastisch umgeformte Werkstoffe existieren in jedem Bereich, in dem überlegene mechanische Eigenschaften, insbesondere eine extrem hohe Festigkeit beziehungsweise ein günstiges Verhältnis von Festigkeit zu Masse, gefordert sind. Für die Industrie interessant sind ebenfalls Produkte, bei denen es auf eine möglichst homogene ultrafeinkörnige Mikrostruktur — auch unabhängig von den mechanischen Eigenschaften — ankommt. Beispiel dafür sind Anwendungen als Vorformen für das Schmieden, Sputtertargets, bei denen es zu keinen Abschattungseffekten und somit zu einem homogenen Materialabtrag kommt, sowie Bleche für superplastische Umformung [5].

Da die Massenfertigung mittels hochgradiger plastischer Umformung noch nicht möglich ist, sind derartige Werkstoffe im Vergleich zu den konventionellen Materialien relativ teuer, so daß vor allem Interesse bei denjenigen Industriezweigen besteht, bei denen die Werkstoffkosten lediglich einen geringen Anteil der Gesamtkosten für das fertige Produkt darstellen. Eine derartige Situation liegt zum Beispiel im Bereich medizinischer Produkte vor, wo insbesondere Implantate aus hochgradig plastisch verformten Titanwerkstoffen sowie Stents (endoluminale

Gefäßprothesen) aus vom Körper zu resorbierenden Magnesiumlegierungen von großem Interesse sind.

In anderen Industriebereichen wie zum Beispiel der Automobilindustrie sind vielfältige Anwendungen für Werkstoffe mit verbesserten mechanischen Eigenschaften gegeben. Allerdings ist in diesen Industriezweigen der Preisdruck enorm hoch, so daß trotz der vielfältigen positiven Eigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe nur ein ausgereifter und kosteneffizienter Prozeß zur Herstellung dieser innovativen Materialien eine serienmäßige Anwendung zuläßt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik (IWW) seit Dezember 2000 die Forschung im Bereich hochgradiger plastischer Umformung, insbesondere mit dem ECAP–Verfahren, in einer der ersten Arbeitsgruppen in Deutschland etabliert. Somit war das erste Ziel die Entwicklung und Optimierung geeigneter ECAP–Versuchsapparaturen und die Anwendung auf verschiedene Werkstoffe. Hierzu wurden Untersuchungen an Kupfer, Aluminium sowie Magnesiumlegierungen durchgeführt. Des weiteren bildet die Simulation des ECAP–Prozesses verbunden mit fortgeschrittenen Werkstoffmodellen einen weiteren Schwerpunkt dieser Arbeit. Mit Hilfe der verwendeten Materialmodelle ist es möglich, sowohl die Entwicklung der Mikrostruktur also auch die Evolution der mechanischen Eigenschaften bis hin zur Textur zu verfolgen und vorherzusagen. In diesem Zusammenhang wurden auch Rechnungen mit dem Ziel durchgeführt, den Einfluß der ECAP–Kanalgeometrie auf den Prozeß und die Homogenität der Werkstücke zu untersuchen.



# Kapitel 2

## Der ECAP-Prozeß

Dieses Kapitel befaßt sich mit den Grundlagen des ECAP-Prozesses sowie dessen Umsetzung am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik. Zunächst werden die allgemeinen Grundlagen dieses Prozesses vorgestellt. Danach wird die Implementation des ECAP-Prozesses am IWW beschrieben.

### 2.1 Grundlagen

Eine der ersten Veröffentlichungen zum ECAP-Prozeß stammt von V.M. Segal und Koautoren aus dem Jahre 1981 [4]. Zunächst wenig beachtet, wird dieser Prozeß in den letzten Jahren in immer mehr Instituten, die sich mit hochgradiger plastischer Umformung beschäftigen, eingeführt und es werden entsprechende Versuchsaufbauten entwickelt.

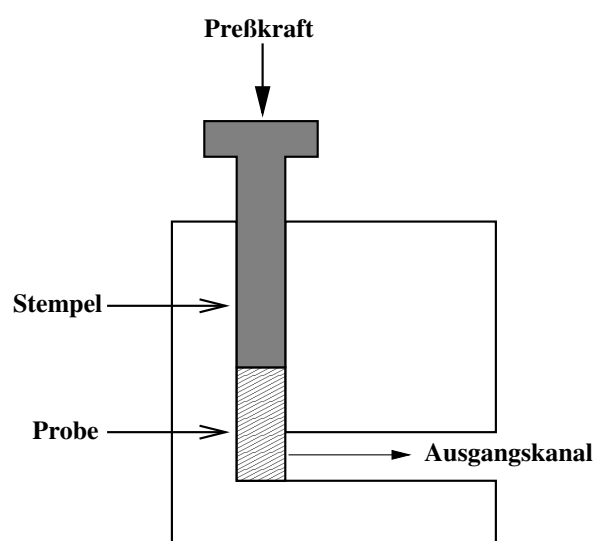


Abbildung 2.1: Prinzip des ECAP-Prozesses.

Das Prinzip des ECAP-Prozesses zeigt Abbildung 2.1. Der Versuchsaufbau besteht aus einer Preßmatrize mit einem gewinkelten Kanal, durch den die Probe mittels eines Preßstempels gedrückt wird. Normalerweise haben Eingangs- und Ausgangskanal die gleichen geometrischen Abmessungen. Allerdings hat es sich gezeigt, daß ein wiederholtes Pressen der Probe einfacher ist, wenn der Ausgangskanal über eine minimale Querschnittsreduzierung verfügt [16]. Auf diese Weise kann die auftretende elastische Rückfederung der Probe bei der Entnahme aus dem Ausgangskanal ausgeglichen werden, welche sonst zu einem leichten Anwachsen des Probenquerschnitts führt und somit die Probe vor einem erneuten ECAP-Durchgang erst wieder auf die passenden Dimensionen gebracht werden muß.

Die Stärke des ECAP-Prozesses ist es, daß er wiederholt werden kann, um die Dehnung im Werkstück zu akkumulieren und somit eine weitere Evolution der resultierenden Mikrostruktur zuzulassen. Es ist nun möglich, dabei verschiedene Prozeßrouten für wiederholtes Pressen zu verwenden, da durch geeignete Probenrotationen nach jedem ECAP-Durchgang ein bestimmter Dehnungspfad verfolgt werden kann [17, 18].

Die vier üblichen ECAP-Prozeßrouten sind die Routen  $A$ ,  $B_A$ ,  $B_C$  und  $C$  [19], wie sie in Abbildung 2.2 dargestellt sind.

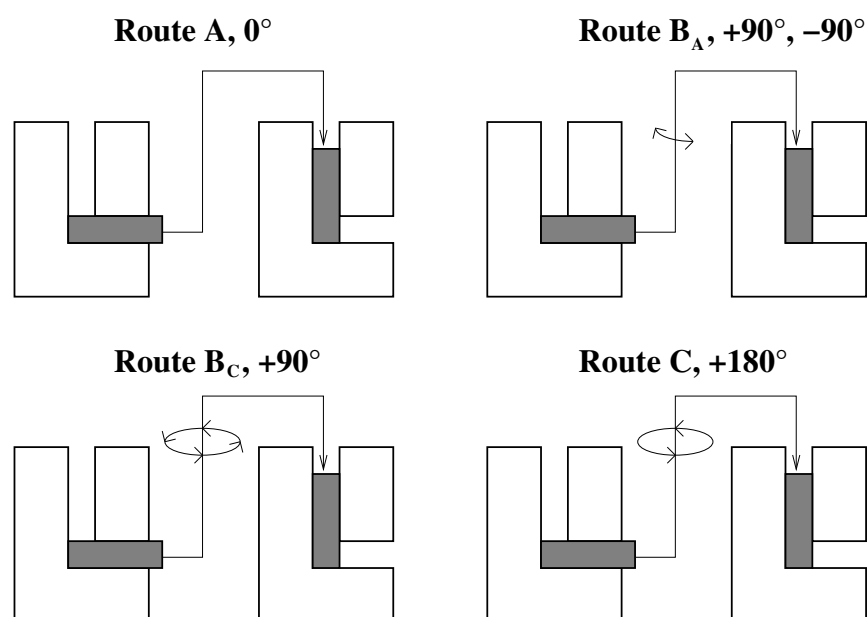


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der vier üblichen ECAP-Prozeßrouten  $A$ ,  $B_A$ ,  $B_C$  und  $C$ .

Die Prozeßroute  $A$  beinhaltet keine Drehung zwischen zwei aufeinanderfolgenden ECAP-Durchgängen. Bei den Routen  $B_A$  und  $B_C$  handelt es sich um Drehungen der Probe um jeweils  $90^\circ$  nach jedem Durchgang, wobei bei der Route  $B_C$  die Probe jeweils um  $90^\circ$  in derselben Richtung weitergedreht wird, während die Rotation im Falle der Route  $B_A$  alternierend durch-

geführt wird. Bei der Route  $C$  wird die Probe nach jedem Durchgang durch die Preßmatrize um  $180^\circ$  gedreht.

Um den Einfluß der Probenrotation bei nachfolgenden ECAP-Durchgängen beschreiben zu können, kann man eine anschauliche Darstellung mit Hilfe eines zu pressenden Würfelements verwenden [18]. Betrachtet man eine ECAP-Matrize, wie sie in Abbildung 2.1 gezeigt wird, bei der also der Winkel zwischen den beiden Kanälen  $90^\circ$  beträgt und es keinerlei Abrundungen in den Kanälen gibt, dann kann man die Verformung eines Würfelements wie in Abbildung 2.3 betrachten.

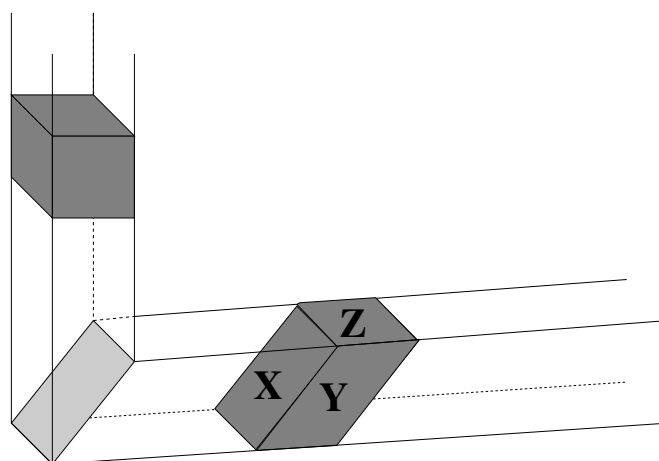


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Scherverformung eines Würfelements bei einem ECAP-Durchgang nach [19]. X, Y und Z stellen die Bezugsebenen, die hellgraue Fläche die Scherebene dar.

Deutlich ist die Scherung des Würfelements nach einem ECAP-Durchgang zu erkennen. Eine weitere Wiederholung des Pressens führt dann, je nach verwendeter Route, zu einer unterschiedlichen weiteren Deformation dieses Elements. Dieses wird in Abbildung 2.4 gezeigt. Bei den Routen  $A$  und  $B_A$  führt mehrfaches Wiederholen des ECAP-Prozesses zu einer zunehmenden Deformation des Würfelements. Dieses gilt nicht für die Routen  $B_C$  und  $C$ , bei denen das Würfelement nach  $4N$  beziehungsweise  $2N$  (mit  $N \in \mathbb{N}$ ) Durchgängen reproduziert wird. Es zeigte sich auch experimentell an Aluminium [20], daß die Verformung eines derartigen Würfelements eine entsprechende Verlängerung der Körner in der Mikrostruktur in bestimmte Richtungen treffend wiedergibt.

Aufbauend darauf wurde ein einfaches Modell entwickelt, welches die bei ECAP auftretende Kornfeinung beschreibt [21, 22]. Dazu wurde die aus ECAP-Versuchen an Aluminiumeinkristallen resultierende Mikrostruktur [23] mit Ergebnissen aus Experimenten mit polykristallinem Aluminium verglichen. Es zeigte sich bei Einkristallen nach einem ECAP-Durchgang eine Mikrostruktur, welche aus langgezogenen Zellen, die zumeist durch Kleinwinkelkorngrenzen ge-

Route	Ebene	Zahl der Durchgänge					Route	Ebene	Zahl der Durchgänge				
		0	1	2	3	4			0	1	2	3	4
A	X						B <sub>C</sub>	X					
A	Y						B <sub>C</sub>	Y					
A	Z						B <sub>C</sub>	Z					
B <sub>A</sub>	X						C	X					
B <sub>A</sub>	Y						C	Y					
B <sub>A</sub>	Z						C	Z					

Abbildung 2.4: Einfluß der verschiedenen Prozeßrouten auf die Verformung eines Würfelements nach [18].

trennt sind, besteht. Diese sind in Form paralleler Bänder angeordnet, die Längsachse der Zellen liegt in der durch den ECAP-Prozeß vorgegebenen Gleitebene. Ein ähnliches Bild ergab sich nach einem ECAP-Durchgang des polykristallinen Materials. Auch dort konnte im Falle von reinem Aluminium erwiesen werden, daß die Orientierungen der Subbänder konsistent zu den vorhergesagten Scherrichtungen für die verschiedenen ECAP-Routen sind [24]. Demzufolge sind die Mikrostrukturen, die man in Polykristallen nach ECAP beobachten kann, denjenigen ähnlich, welche man nach der hochgradigen plastischen Umformung von Einkristallen findet. Übereinstimmend wurde sowohl für Aluminiumeinkristalle als auch für polykristallines Aluminium eine typische Breite dieser Subbänder von  $1,3 \mu\text{m}$  gefunden [22].

Abbildung 2.5 stellt die Vorhersage des soeben beschriebenen Modells dar. Bei der Route  $B_C$  (oben) ergibt sich in der X-Ebene nach der Bildung der Zellstruktur (links), welche überwiegend über Kleinwinkelkorngrenzen verfügt, eine Rotation von etwa  $27^\circ$  im zweiten Durchgang (rechts), was zu einer beschleunigten Evolution der Misorientierung benachbarter Zellen und somit zur Bildung einer ausgeprägten Kornstruktur führt. Bei der Route  $C$  (unten) ist die Evolution für den ersten Durchgang (links) selbstverständlich identisch; allerdings findet beim zweiten Durchgang keine weitere Rotation statt. Wird eine derartige Entwicklung der Mikrostruktur für die verschiedenen Prozeßrouten im Modell weiterverfolgt, ergibt sich in Übereinstimmung mit den experimentellen Beobachtungen eine effizientere Kornfeinung beziehungsweise ein schnelleres Anwachsen der mittleren Misorientierung benachbarter Zellen bei der Route  $B_C$ .

Die sich bereits nach dem ersten ECAP-Durchgang einstellende Zellgröße ist nach einer weiteren Evolution der Mikrostruktur im wesentlichen auch die Korngröße des durch ECAP hergestellten ultrafeinkörnigen Werkstoffs. Das bedeutet, daß sich bereits nach einem Preß-

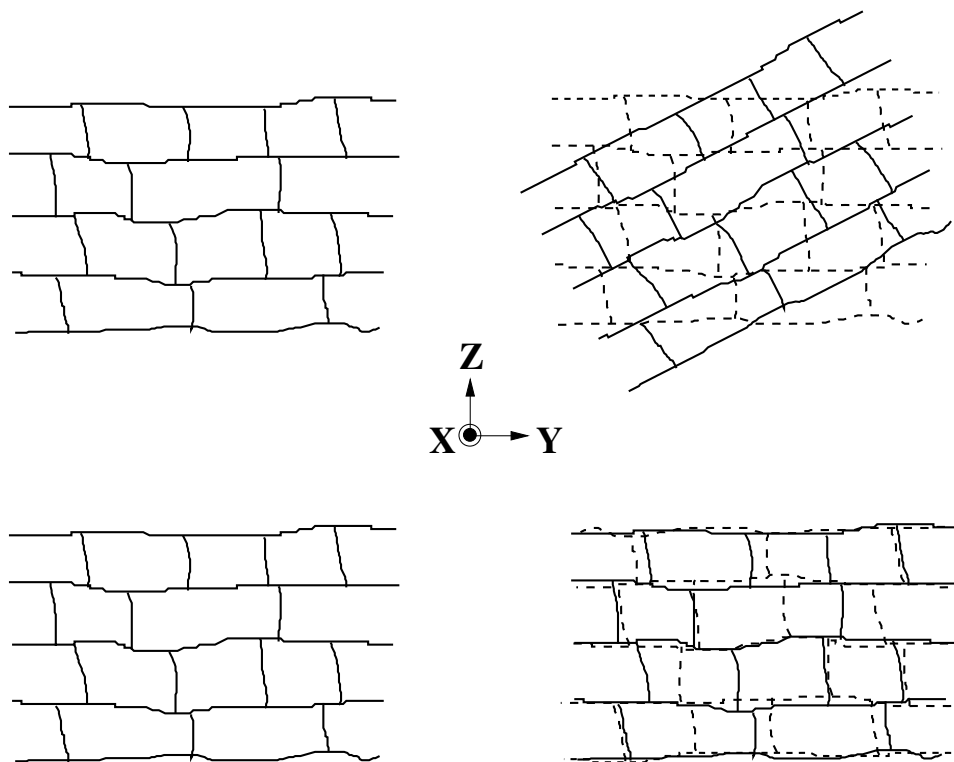


Abbildung 2.5: Simplifizierte Darstellung der Mikrostrukturevolution nach [21]. Oben: Route  $B_C$ , ein ECAP-Durchgang (links), zwei ECAP-Durchgänge (rechts); unten: Route  $C$ , ebenfalls ein beziehungsweise zwei ECAP-Durchgänge.

durchgang vorhersagen läßt, welche ungefähre finale Korngröße das Material aufweisen wird, vorausgesetzt, daß es beim ECAP-Versuch bedingt durch erhöhte Temperaturen zu keiner dynamischen Rekristallisation kommt.

## 2.2 Ursache der Kornfeinung

Die Kornfeinung durch ECAP und andere hochgradige plastische Umformverfahren läßt sich über die Evolution der Versetzungsdichte und die damit verbundenen Umorientierungen der einzelnen Versetzungen erklären. Es gibt allerdings bis heute noch kein umfassendes Bild, welche Mechanismen genau zu den experimentell beobachteten Mikrostrukturen führen.

Eine mögliche modellmäßige Beschreibung dieses Vorgangs wurde von Meyers und Koautoren veröffentlicht [25, 26] und die Gültigkeit dieser Vorstellungen für ECAP-umgeformte Proben untersucht [27]. Es wird dabei davon ausgegangen, daß es bei der plastischen Umformung zu einem Anstieg der Versetzungsdichte durch die in den Werkstoff eingebrachte Dehnung kommt. Abbildung 2.6 zeigt links eine regellose Anordnung von Versetzungen und rechts

eine Anordnung langgestreckter Versetzungszellen.

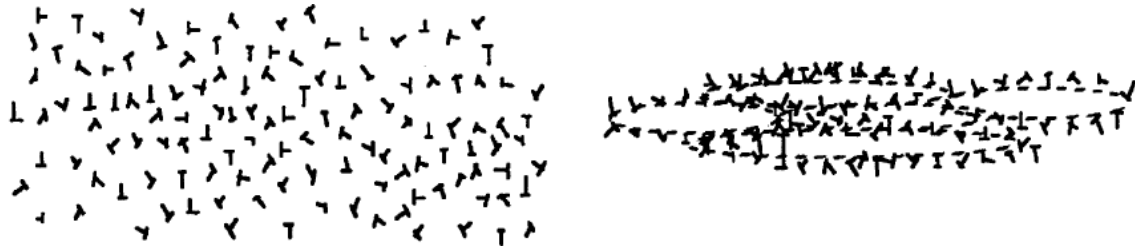


Abbildung 2.6: Links: Regellose Versetzungsanordnung, rechts: Formation von Versetzungszellen (nach [26]).

Führt man eine energetische Betrachtung der beiden in Abbildung 2.6 dargestellten Konfigurationen durch [26], so ergibt sich, daß die linke Anordnung bei einer niedrigen Versetzungsdichte bevorzugt ist. Überschreitet die Versetzungsdichte allerdings eine kritische Größe ( $10^{-10} \text{ cm}^{-2}$  bis  $10^{-11} \text{ cm}^{-2}$ ), wird die im rechten Bild gezeigte Formation zu Versetzungszellen (dynamische Erholung) begünstigt. Durch die Umformung kommt es zu einer Versetzungsmultiplikation, so daß bei einem gewissen Umformgrad aus energetischen Gründen die auf der rechten Seite gezeigte Anordnung der Versetzungen bevorzugt wird. Jedoch enthält das Modell keinen Hinweis darauf, warum elliptische Zellen angenommen werden können. Sicherlich sind auch andere potentielle Konfigurationen energetisch günstiger als die ursprüngliche regellose Anordnung.

Bei einer weiteren Umformung werden nun weitere Versetzungen erzeugt, welche sich wiederum mit Vorliebe in den Zellwänden einbauen. Dieses führt zu einem Anstieg der mittleren Misorientierung und somit zur Bildung von langgestreckten Subkörnern, wie sie auf der linken Seite der Abbildung 2.7 zu sehen sind.

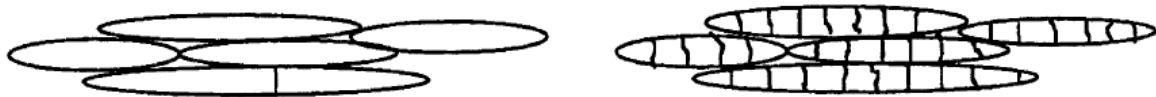


Abbildung 2.7: Bildung langgestreckter Subkörner (links), Aufbrechen der langgestreckten Subkörner (rechts) (nach [26]).

Wächst die Misorientierung zwischen benachbarten Subkörnern auf Werte von etwa  $2^\circ$  bis  $2,5^\circ$  an, stellen die Korngrenzen Hindernisse für die Versetzungen dar [26]. Schließlich brechen die langgezogenen Subkörner auf (Abbildung 2.7, rechts) und es bilden sich neue Kleinwinkelkorngrenzen. Die Ursache hierfür liegt in einer verlangsamten Fähigkeit der Zellwände,

Versetzungen aufzunehmen. Die Versetzungen innerhalb der Subkörner reorganisieren sich, um eine energetisch günstigere Konfiguration anzunehmen, so daß sie Grenzen niedriger Energie senkrecht zu den ursprünglichen Zellwänden bilden.

Das Aufbrechen dieser Subkörner, welches zur Bildung einer neuen Kornstruktur führt, erfordert sowohl thermische Energie als auch das Vorhandensein von Diffusionsprozessen, wenn auch nur in geringerem Ausmaß. Sind kleine Korngrenzenrotationen vorhanden, ist die treibende Kraft die Minimierung der Energie und der angreifenden Drehmomente an den Tripelpunkten.

Eine gute Zusammenfassung der Entwicklung der Mikrostruktur durch eine starke Kaltumformung findet sich in [28]. Eine mit diesen Vorstellungen zusammenhängende Betrachtung der Kornfeinung auch für die ECAP-Umformung wurde von Humphreys und Koautoren veröffentlicht [29]. Demnach kommt es bei der plastischen Umformung eines metallischen Werkstoffs neben der Verformung durch Versetzungsbewegungen insbesondere in Materialien mit einer hohen Stapelfehlerenergie durch eine dynamische Erholung zu einer Ansammlung von Versetzungen in Kleinwinkelkorngrenzen. Diese bilden ein dreidimensionales Netzwerk von Subkörnern innerhalb der ursprünglichen Körner, so daß innerhalb dieser Subkörner relativ wenige freie Versetzungen gefunden werden [30]. Somit kann die Mikrostruktur eines hochgradig plastisch umgeformten Werkstoffs zunächst durch die Verteilung von Korngrenzen und Subkorngrenzen beschrieben werden.

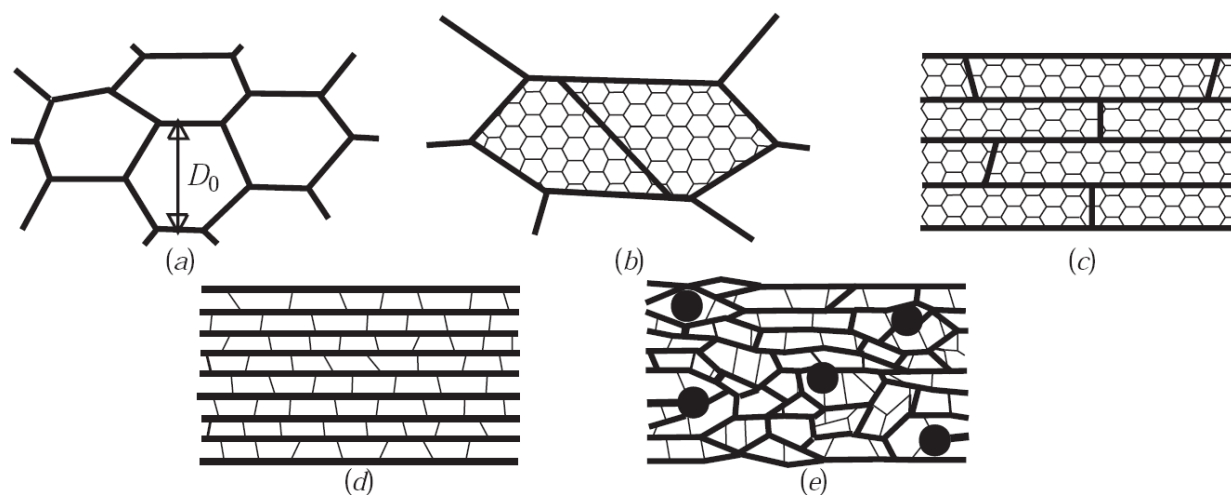


Abbildung 2.8: Entwicklung der Mikrostruktur bei zunehmender Dehnung [29], (a) Ausgangsstruktur mit Korndurchmesser  $D_0$ , (b) Bildung von Subkörnern und Kornteilung, (c) Ausrichtung der Großwinkelkorngrenzen, (d) Bänderstruktur, (e) Aufbrechen der Bänder durch Teilchen einer zweiten Phase.

Die Kornfeinung wird in mehreren Schritten betrachtet. Bei mittleren Dehnungen (Abbildung 2.8, Teilbild (b)) kommt es zu einer Deformation der ursprünglichen Körner unter Zunah-

me des Anteils an Großwinkelkorngrenzen. Des weiteren bildet sich die Zell- oder Subkornstruktur innerhalb der ursprünglichen Körner. Bei zunehmender Dehnung nimmt die Zellgröße ab und die Misorientierung kontinuierlich zu, bis nach einer Dehnung von 100 % bis 200 % [31] eine typische Subkorngröße von 200 nm bis 500 nm erreicht wird, welche sich auch bei weiterer Dehnung nicht ändert. Die Misorientierungswinkel liegen dabei im Bereich von  $1^\circ$  bis  $5^\circ$ . Es wird angenommen, daß diese beständigen Subkornstrukturen dadurch entstehen, daß anfängliche Zellwände durch durchlaufende Versetzungen bei der Verformung ständig verändert, gebildet und auch zurückgebildet werden. Diese entsprechen den in den späteren Kapiteln 4.1 und 7.6 beschriebenen IDBs (*incidental dislocation boundaries*).

Des weiteren kann es zur Entstehung neuer Großwinkelkorngrenzen innerhalb der ursprünglichen Körner (Abbildung 2.8, Teilbild (b)) durch eine direkte Teilung derselben kommen. Derartige Grenzen können Regionen innerhalb der Körner trennen, welche sich auf unterschiedlichen Gleitsystemen verformen. Dieses führt zu einer zunehmenden Misorientierung zwischen diesen beiden Bereichen, bis sich eine stabile finale Orientierung einstellt. Ebenfalls können Großwinkelkorngrenzen durch makroskopisches Gleiten bei der Scherbandbildung erzeugt werden. Diese Arten von Grenzen werden häufig als geometrisch notwendige Grenzen bezeichnet (GNBs, *geometrically necessary boundaries*) [32].

Höhere Dehnungen ergeben die in Abbildung 2.8, Teilbild (c), dargestellte Struktur. Ursprüngliche und neugeformte Großwinkelkorngrenzen sind nicht mehr zu unterscheiden, und bei einer Walzverformung neigen die Großwinkelkorngrenzen dazu, sich in der Walzebene auszurichten. Schließlich (Teilbild (d)) wird bei sehr hohen Dehnungen der Abstand der Großwinkelkorngrenzen auf die Subkorngröße reduziert. Der Zusammenbruch dieser Struktur in eine ultrafeinkörnige Mikrostruktur kann über mehrere Wege erfolgen. Der in Teilbild (e) gezeigte Fall tritt auf, falls Teilchen einer zweiten Phase vorliegen. Die inhomogene Verformung in der Nähe dieser Teilchen führt zu starken Dehnungsgradienten und somit zur Bildung weiterer Großwinkelkorngrenzen, welche die Konfiguration aus Teilbild (d) zerstören. Für diese Arbeit interessant ist die Tatsache, daß auch komplexe Verformungspfade — wie beim ECAP-Verfahren kombiniert mit Probenrotationen — durch die verschiedenen aktivierten Scherebenen den Aufbruch der planaren Struktur hervorrufen. Eine Modellvorstellung dazu wurde bereits in Kapitel 2.1 vorgestellt.



# Kapitel 3

## ECAP–Apparaturen am IWW

In folgenden werden die ECAP–Apparaturen am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik vorgestellt, die im Rahmen dieser Arbeit aufgebaut und eingerichtet wurden.

### 3.1 Erste einfache ECAP–Matrize

Im Jahre 2000 wurde eine erste einfache ECAP–Matrize in Betrieb genommen. Um einen zugänglichen Kanal erhalten zu können, wurde eine Matrize entwickelt, welche aus zwei Teilen besteht. Auf diese Weise können auch nicht vollständig gepreßte Proben aus dem Kanal entfernt werden. Auch kann der Preßkanal, wenn nötig, wieder vollständig gereinigt und poliert werden. Das zweiteilige Design wurde so gewählt, daß sich der Kanal, welcher über einen quadratischen Querschnitt verfügt, vollständig in einem der beiden Teile der Preßmatrize befindet, so daß das zweite Teil hauptsächlich zum Verschließen der Matrize dient. Das hat auch den weiteren Vorteil, daß die Preßkraft nicht direkt auf die Verbindungslinie der beiden Matrizenteile wirkt. Somit ist die Gefahr deutlich geringer, daß Material beim Pressen zwischen die beiden Matrizenteile fließt, was zu einem deutlichen Kraftanstieg bis hin zum notwendigen Abbruch des ECAP–Versuchs führen könnte.

In Abbildung 3.1 ist die Originalzeichnung desjenigen Teiles, welches den Preßkanal enthält, zu sehen. Es wurde bewußt eine relativ massive Konstruktion durchgeführt, um im ersten Versuch eine funktionierende Preßmatrize erhalten zu können. Wie zu erkennen ist, beträgt der Kanalquerschnitt 12 mm x 12 mm. Des weiteren kann man sehen, daß beide Kanalwinkel abgerundet sind. Der äußere Winkel ist so gewählt, daß eine Vergleichsdehnung von etwa 1 pro Durchgang in die Probe eingebracht wird. Der geringe Radius des inneren Winkels dient lediglich zur höheren Betriebssicherheit, da er einer Rißbildung an der Preßmatrize vorbeugt.

Es wurde eine relativ kräftige Verschraubung mit hochfesten M12–Schrauben eingesetzt, um den auftretenden Querkräften, die während des ECAP–Prozesses die Werkzeughälften aus-

einanderdrücken, entgegenzuwirken. Es zeigte sich in der Praxis, daß diese Verschraubung nicht hinreichend war; zusätzlich mußte noch eine äußere Klammer um das Preßwerkzeug angebracht werden, um einen sicheren ECAP-Prozeß zu gewährleisten [33].

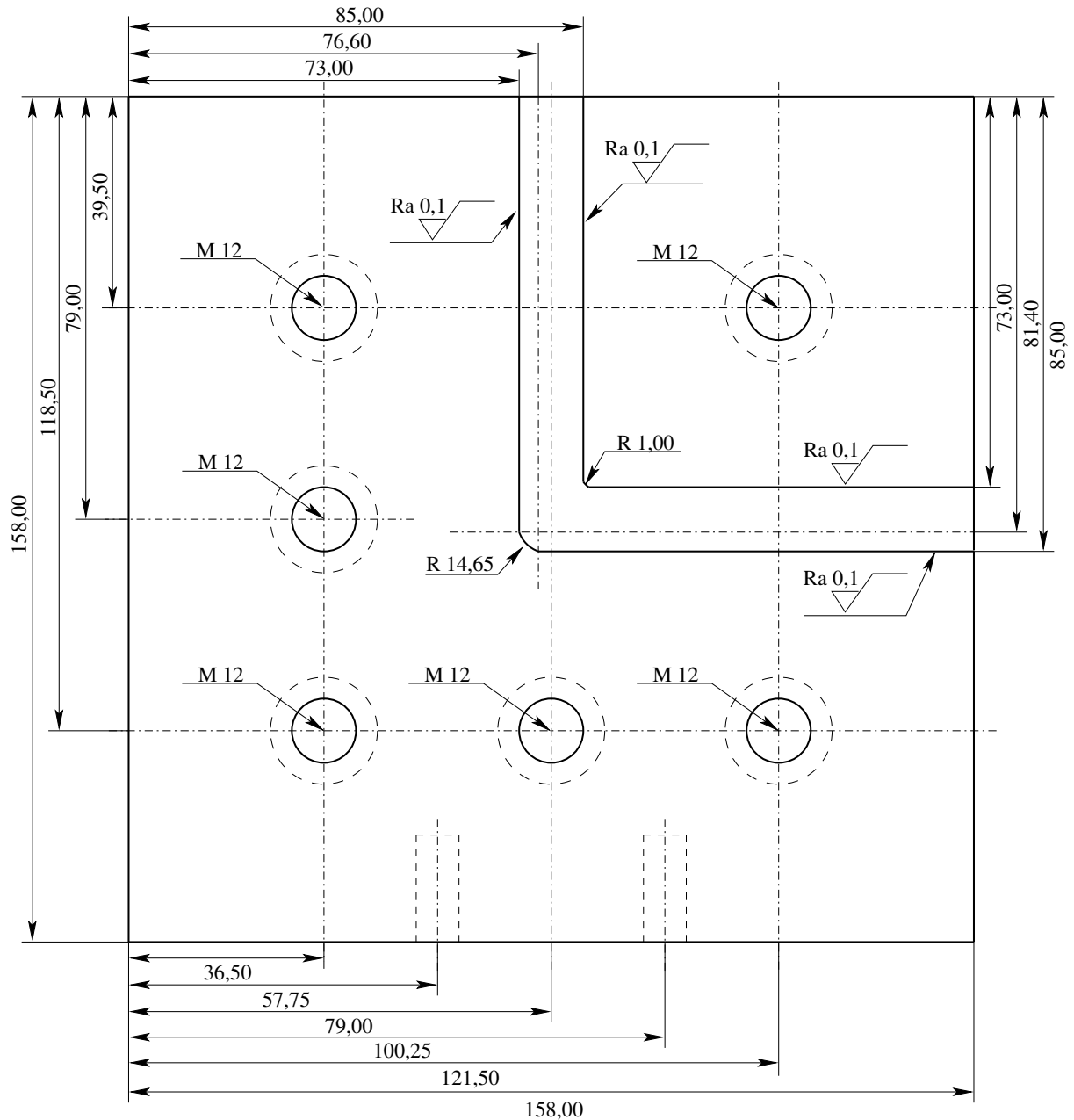


Abbildung 3.1: Zeichnung des den Preßkanal enthaltenden Teils der ECAP-Matrize, welche zunächst in Clausthal eingesetzt wurde.

Als Werkstoff für die ECAP-Matrize wurde der Werkzeugstahl X38 CrMoV 5 1 verwendet, welcher einen für den Bau von Preßmatrizen üblichen Werkstoff darstellt. Nach der Bearbeitung wurde der Stahl auf eine Härte von 48 HRC gehärtet.

Die Preßmatrize wurde in eine servohydraulische Universalprüfmaschine (INSTRON 8502) eingebaut, welche über eine maximale Preßkraft von 200 kN verfügt. Die Prüfmaschine fand ebenfalls Anwendung beim Herausziehen des Preßstempel, wofür eine geeignete Stempelbefestigung konstruiert wurde [33]. Mit diesem Aufbau konnten erste ECAP-Versuche durchgeführt werden.

Um die durch Reibung im Ausgangskanal auftretende recht hohe Preßkraft gering zu halten und die Probenentnahme nach dem ECAP-Versuch zu erleichtern, wurde der Ausgangskanal durch eine entsprechende Verbreiterung verkürzt. Bei der Entnahme der Proben tritt zudem eine elastische Rückfederung auf, das heißt die Proben vergrößern ihren Querschnitt. Um dies auszugleichen, wurde der Ausgangsquerschnitt etwas verringert [16]. In Abbildung 3.2 ist ein entsprechender Versuchsaufbau zu sehen. Übliche Preßgeschwindigkeiten liegen im Bereich von einigen Millimetern pro Minute.



Abbildung 3.2: ECAP-Matrize, eingebaut in Universalprüfmaschine.

## 3.2 Matrize mit T-förmigem Kanal

Im Rahmen seiner an der University of Western Australia (Perth, Australien) durchgeführten B. Eng. (Materials)-Abschlußarbeit, welche auch mit einem Aufenthalt an der TU Clausthal verbunden war, erstellte John Dunlop eine äußerst interessante Matrizenkonstruktion, welche nach dem Abschluß der dortigen ECAP-Forschungsaktivität an das IWW übergeben wurde [34].

Ein bei der ersten in Clausthal verwendeten Matrize in Kauf genommener Nachteil war

es, daß die Proben von der jeweils nachfolgend gepreßten Probe aus dem Kanal herausgedrückt wurden. Dieses führte zwangsläufig zu einer Verformung der Probenenden, wie sie in Abbildung 3.3 zu sehen ist [35].

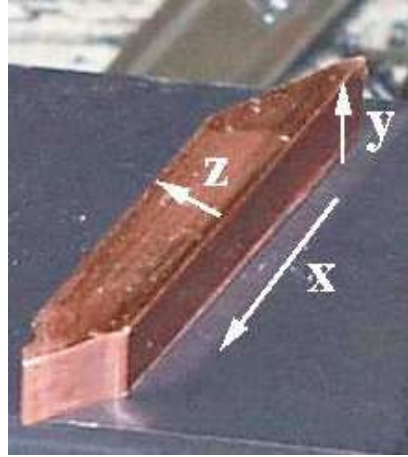


Abbildung 3.3: Verformung der Enden von Kupferproben nach ECAP, wenn diese durch nachfolgendes Pressen einer weiteren Probe aus dem Kanal geschoben werden.  $x$  markiert die Pressrichtung [35].

Ein wesentlicher Nachteil einer solchen Probenform ist neben den beim ECAP-Versuch auftretenden schlecht definierten Spannungszuständen vor allem die Notwendigkeit, beim mehrfachen Pressen die Probe stets weiter verkürzen zu müssen. Dieses beinhaltet zwangsläufig einen Materialverlust und dementsprechend kürzere Proben.

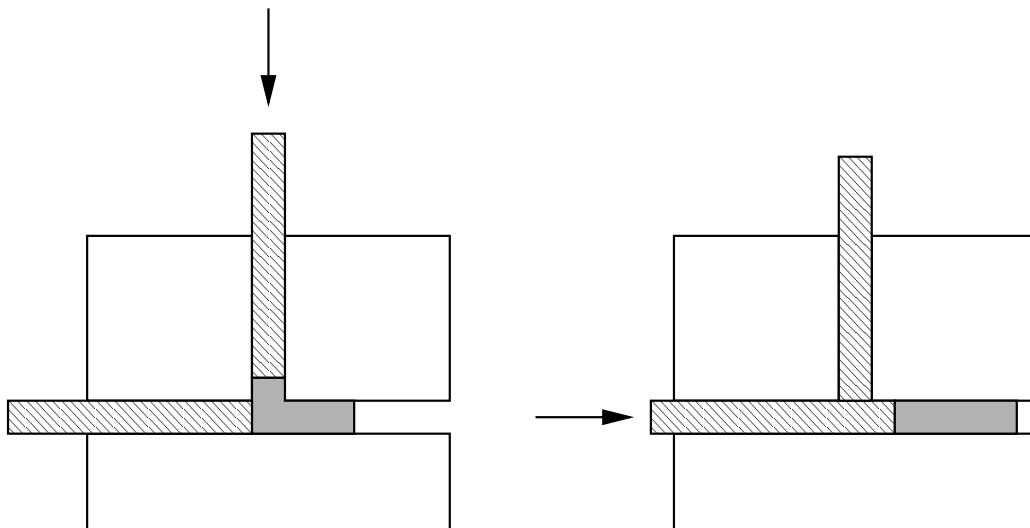


Abbildung 3.4: Funktionsweise einer ECAP-Matrize mit T-förmigem Kanal.

Das Problem wird bei der Preßmatrize von John Dunlop umgangen, dessen Prinzip in Ab-

bildung 3.4 dargestellt ist. Zunächst bildet der auf der Abbildung von links in die Matrize eingeführte Sekundärstempel einen Teil des normalen ECAP-Kanals, so daß die Probe wie im normalen ECAP-Prozeß gepreßt werden kann. Sobald der Primärstempel, welcher die Probe von oben in die Matrize drückt, den Eingangskanal vollständig verschließt, wird die Probe mit dem Sekundärstempel aus dem Kanal entfernt. Es kommt dabei nicht zu den in Abbildung 3.3 gezeigten Deformationen an den Probenenden.

Diese Matrize mit T-förmigem Kanal wurde durch den Einbau von vier Heizelementen mit einer Leistung von je 250 W für das Prozessieren von nur bei hohen Temperaturen gut verformbaren Werkstoffen sowie für das Festkörperfügen mittels ECAP von Nathan Webster ergänzt [36]. Dabei wurde auch noch einmal die Sekundärstempelkonstruktion überarbeitet.

Ein Foto der Matrize, wie sie in Clausthal für den ECAP-Prozeß an der Magnesiumlegierung AZ31 bei Temperaturen zwischen 200°C und 300°C eingesetzt wurde, zeigt Abbildung 3.5.

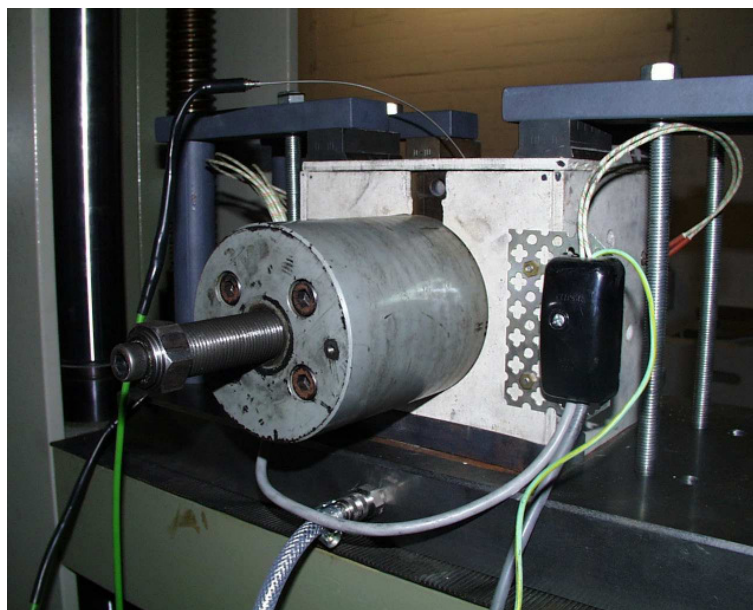


Abbildung 3.5: Von John Dunlop und Nathan Webster entwickelte beheizbare ECAP-Matrize mit T-förmigem Kanal.

Um die Hydraulik der verwendeten Prüfmaschine wärmetechnisch von der beheizten Matrize zu entkoppeln, wurde die Matrize auf einer wassergekühlten Bodenplatte angebracht, welche im Rahmen der Studienarbeit von Mathias Anhalt konstruiert wurde [37]. Im Bild zu erkennen ist das Gestänge, welches die Matrize an der Bodenplatte fixiert. Vorne im Bild ist die Befestigung des Sekundärstempels zu sehen; durch Drehen an der Stellschraube läßt sich dieser verschieben.

### 3.3 Neuere Matrizen

Die neue Generation der am IWW entwickelten Preßmatrizen entspricht von der Idee her eher dem ursprünglichen Design. Allerdings sind einige Detailverbesserungen vorgenommen worden, welche einen sicheren und reproduzierbaren ECAP-Prozeß gewährleisten.

Auch diese Matrizen sind aus zwei Teilen aufgebaut, wobei sich der Preßkanal in einem der Matrizenanteile befindet. Wesentliche Unterschiede bestehen zum einen in der verwendeten Geometrie — es gibt keine Abrundung im Kanal — und zum anderen in der Möglichkeit, durch den Einbau von Heizpatronen die Matrize beheizbar zu machen. Dazu wurde eine passende Steuerung mit Hilfe von zwei Thermoelementen entwickelt. Auch konnte durch eine geeignete Positionierung von Paßstiften bei der Verbindung der beiden Matrizenanteile auf eine äußere Klammer verzichtet werden, so daß ein deutlich kompakterer Aufbau möglich wurde.

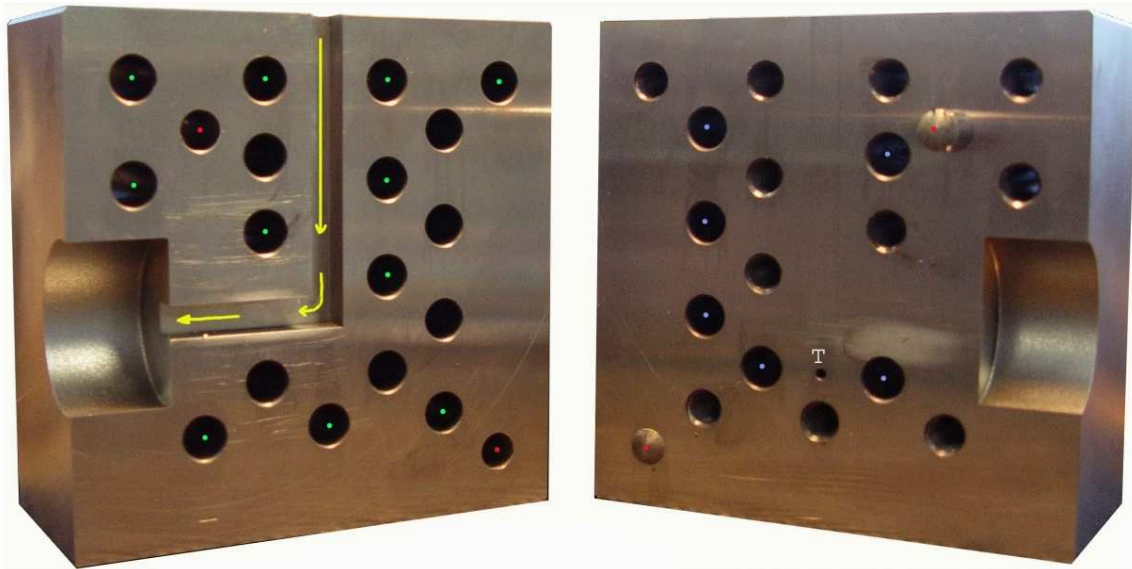


Abbildung 3.6: Foto einer geöffneten Preßmatrize der neueren Generation [38].

Abbildung 3.6 zeigt eine geöffnete neuere Preßmatrize. Deutlich kann man neben dem Kanal weitere Details dieses Matrizendesigns erkennen. Das mit T bezeichnete Loch ist für die Verwendung eines der Thermoelemente vorgesehen, um die Temperatur der Preßmatrize überprüfen zu können. Die Spitze dieses Thermoelements befindet sich im Versuch sehr dicht am Preßkanal. Das zweite Thermoelement kann zu Kontrollzwecken an einer beliebigen Stelle der Matrizenkonstruktion platziert werden. Die gelben Pfeile markieren den Preßverlauf einer Probe, welche im vorliegenden Fall Abmessungen von 10 mm x 10 mm x 60 mm haben kann. Des Weiteren sind die Positionen der Paßstifte und der entsprechenden Löcher rot markiert. Die blau gekennzeichneten Löcher sind für die Heizpatronen, die grün markierten für die Verschraubung

vorgesehen. Um die Matrize beheizbar in eine Prüfmaschine einbauen zu können, wurde wiederum eine wassergekühlte Bodenplatte zur thermischen Isolation verwendet, welche mit der Matrize verschraubt wurde. Ebenso wurden entsprechende wassergekühlte Halterungen für den Preßstempel konstruiert.

Derartige Preßmatrizen werden seit einiger Zeit am IWW verwendet. Es sind noch leichte Abänderungen an der Geometrie vorgenommen worden, welche das Verarbeiten deutlich längerer Proben, nämlich 10 mm x 10 mm x 100 mm, ermöglichen. Dazu wurde die Position des Ausgangskanals weiter nach unten verlegt und eine leicht geänderte Anordnung der Bohrungen für die Schrauben, die Heizpatronen und das Thermoelement gewählt. Abbildung 3.7 zeigt eine derartige Preßmatrize.

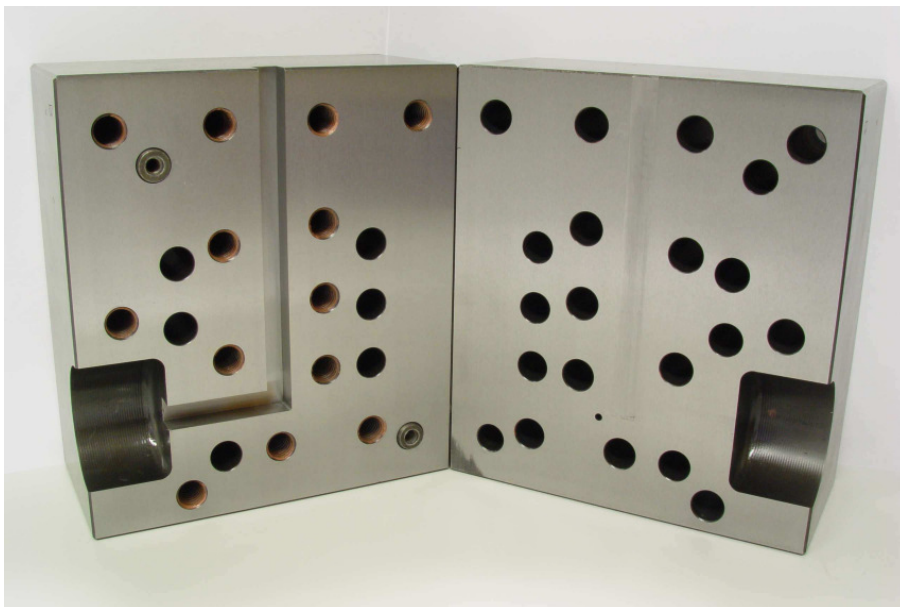


Abbildung 3.7: Foto einer geöffneten Preßmatrize der neueren Generation mit verlängertem Eingangskanal.



# Kapitel 4

## Einfluß von ECAP auf Kupfer

Dieses Kapitel befaßt sich mit den an Kupferwerkstoffen erzielten Eigenschaftsänderungen durch die Anwendung des ECAP-Verfahrens. Es stehen dabei vor allem Änderungen der mechanischen Eigenschaften und der Mikrostruktur im Vordergrund. Allerdings sollen auch die thermische Stabilität, das Korrosionsverhalten, die Leitfähigkeit sowie das Verschleißverhalten dieser Werkstoffe dargestellt werden.

Aufgrund seiner guten Verformbarkeit ist Kupfer ein geeignetes Material, um den Einfluß einer hochgradigen plastischen Umformung auf ein grobkörniges polykristallines Material zu studieren. Ferner sind die plastischen Eigenschaften dieses Werkstoffs sehr gut bekannt [39] und können daher auch gut in eine Modellierung des ECAP-Prozesses eingebunden werden [40, 41]. Eine detaillierte Beschreibung der Modellierung des ECAP-Prozesses wird in Kapitel 7 gegeben.

Generell wird in dieser Arbeit unter reinem Kupfer der Kupferwerkstoff E-Cu 57 (Werkstoffnummer 2.0060) verstanden, welcher einem Kupfer mit einer Reinheit von  $\geq 99,9\%$  entspricht. Dieser Werkstoff ist kommerziell leicht erhältlich und daher für die Experimente mit reinem Kupfer sehr gut geeignet.

Um eine definierte und reproduzierbare Ausgangsstruktur zu erhalten, wurde vor den ECAP-Versuchen an den Kupferproben generell eine Wärmebehandlung bei  $450^{\circ}\text{C}$  für zwei Stunden durchgeführt. Ähnliche Wärmebehandlungen finden sich auch bei anderen Autoren, welche Experimente an Kupferwerkstoffen durchgeführt haben [42, 43, 44]. Nachfolgend ergibt sich eine typische grobkristalline Mikrostruktur mit einer mittleren Korngröße von ungefähr  $20\ \mu\text{m}$ , wie sie in Abbildung 4.1 links zu sehen ist. Das rechte Bild, welches die Mikrostruktur einer derartigen Probe nach zwölf ECAP-Durchgängen darstellt, zeigt, daß von der ursprünglichen Mikrostruktur nach der hochgradigen plastischen Umformung nichts mehr erhalten bleibt. Für eine genaue Analyse der Mikrostruktur wurden elektronenmikroskopische Methoden verwendet.



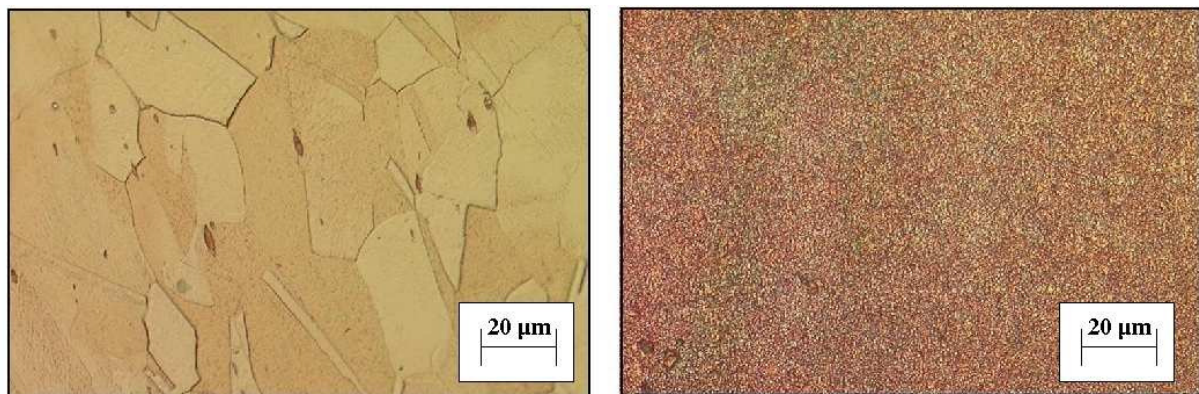


Abbildung 4.1: Lichtmikroskopische Aufnahmen von konventionellem Kupfer (99,9 % Reinheit) nach der Wärmebehandlung (links) und nach zwölf ECAP-Durchgängen der Route  $B_C$  (rechts).

## 4.1 Änderung der Mikrostruktur durch ECAP

Die nach ECAP von reinem Kupfer entstandene Mikrostruktur und damit die auftretende Kornfeinung lassen sich sehr gut lokal mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) untersuchen. Am IWW ist dazu ein TEM (Philips CM 200) vorhanden, welches über eine Beschleunigungsspannung von 200 kV verfügt. Einige der Messungen, insbesondere der Misorientierungen, wurden extern während zweier Forschungsaufenthalte am Risø National Laboratory in Roskilde, Dänemark, durchgeführt, wobei ein JEOL 2000 FX verwendet wurde.

Abbildung 4.2 zeigt eine TEM-Aufnahme einer Probe nach einem ECAP-Durchgang. Es handelt sich bei der untersuchten Region um einen Schnitt senkrecht zur Preßrichtung, entnommen nahe der Probenmitte. Die beobachtete Mikrostruktur ist typisch für diesen Grad der Verformung [45, 46]. Es sind zwei verschiedene Arten von Grenzen zu erkennen. Bei den kräftigeren dunklen Grenzen handelt es sich um dichte Versetzungswände (in der englischsprachigen Fachliteratur: *dense dislocation walls*, DDWs [47]). Die feineren Grenzen kann man als individuelle Versetzungszellengrenzen betrachten. Die Struktur selbst ist lamellar, der Abstand zwischen den DDWs entspricht im wesentlichen der Breite einer einzelnen Zelle. Ähnliche Mikrostrukturen, durch Kaltwalzen (ca. 90 %) erzeugt, wurden ausgiebig mittels Transmissionselektronenmikroskopie an verschiedenen Materialien untersucht, zum Beispiel an Aluminium [48] oder Nickel [49, 50, 51]. Dabei war auch die Entstehung derartiger Strukturen bei hohen plastischen Dehnungen Ziel der Studien. Typischerweise kommt es zur Unterteilung bereits bestehender Körner durch die Bildung der bereits oben genannten Versetzungszellengrenzen.

Bei der Erzeugung der feinen Grenzen, welche in der englischsprachigen Fachliteratur auch als IDBs (*incidental dislocation boundaries*) bezeichnet werden, spielt das statistische Einfan-

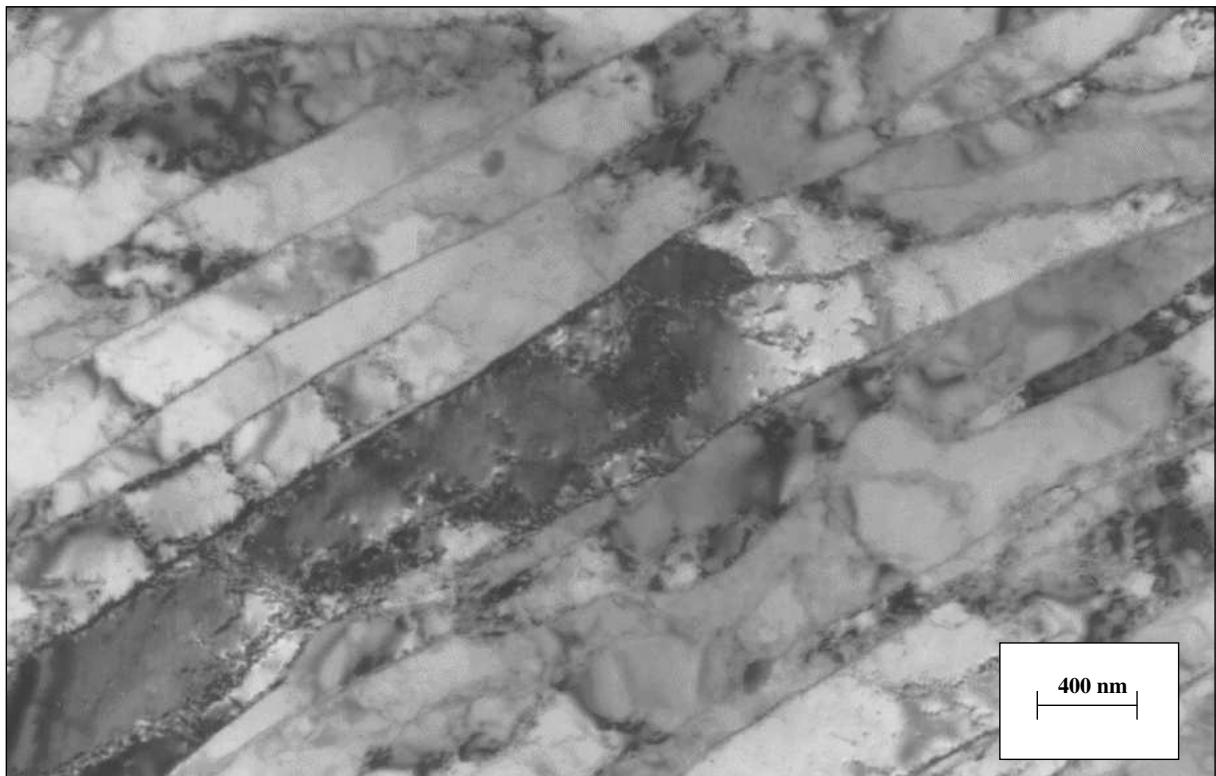


Abbildung 4.2: TEM–Aufnahme einer Cu–Probe (99,9 % Reinheit, senkrecht zur Preßrichtung) nach einem ECAP–Durchgang [45].

gen von Gleitversetzungen eine entscheidende Rolle. Es kommt bei zunehmender Dehnung des Werkstoffs zu einer leichten Rotation benachbarter Zellen, welche sich dann als kleine Misorientierung bemerkbar macht [52].

Die Formation der dichten Versetzungswände hängt entweder mit der Existenz deutlich unterschiedlicher Gleitsysteme in benachbarten Regionen oder mit der Aktivierung des gleichen Gleitsystems bei verschiedenen Scheramplituden und/oder lokalen Dehnungsunterschieden zusammen [52].

Weitere ECAP–Durchgänge führen zu einer Evolution der Mikrostruktur, wie sie bereits in Kapitel 2 beschrieben wurde. Abbildung 4.3 zeigt eine TEM–Aufnahme nach acht ECAP–Durchgängen der Route *C*. Deutlich erkennt man hier eine Mikrostruktur mit einem mittleren Korndurchmesser von weit unter  $1\ \mu\text{m}$ . Die bei einem Preßvorgang sichtbare Zellstruktur mit den lamellaren Bändern ist größtenteils einer äquiaxialen Struktur gewichen. Einige Bänder sind allerdings, konform mit [21], durch die bei der Route *C* weniger effiziente Entwicklung der Misorientierungen erhalten geblieben.

Eine Auswertung der Zellgrößenverteilung und deren Evolution nach Route *C* wurde in [35] vorgestellt. Dazu wurden mehrere TEM–Aufnahmen genommen und die Zellen mittels der

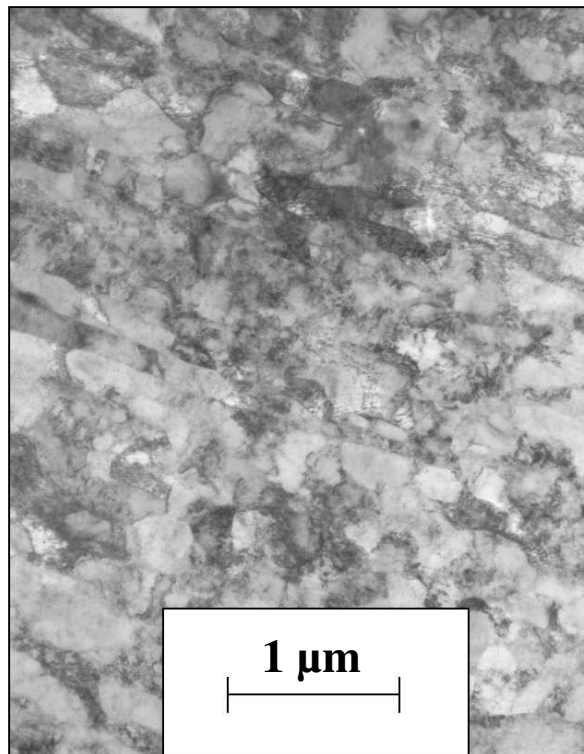


Abbildung 4.3: TEM-Aufnahme einer Cu-Probe (99,9 % Reinheit, senkrecht zur Preßrichtung) nach acht ECAP-Durchgängen, Route C.

Computersoftware *ImageC* direkt am Bildschirm vermessen. Da die Zellen alle über eine leicht unterschiedliche Morphologie verfügten, wurden jeweils zwei Achsen vermessen, daraus eine entsprechende Zellfläche berechnet und dann ein effektiver Zelldurchmesser unter Annahme sphärischer Zellen ermittelt.

Abbildung 4.4 stellt die Evolution der Zellgröße in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP-Durchgänge dar. Es ist eine sehr schnelle Sättigung der Zellgröße zu beobachten, so daß bereits nach einem einzigen Preßvorgang, wie auch in Abbildung 4.2 zu erkennen ist, eine ultrafeine Mikrostruktur vorliegt. Es zeigt sich, daß man die Verteilung der Zellgrößen recht gut mit einer logarithmischen Normalverteilung annähern kann [35]. Alternativ liefert auch eine modifizierte Gamma-Funktion eine ähnlich gute Beschreibung [53]. Des weiteren erkennt man das für alle ECAP-Umformgrade konstante Häufigkeitsmaximum bei etwa 200 nm, welches eine für Kupfer charakteristische Korngröße nach ECAP darstellt. Diese Ergebnisse wurden auch durch weitere Studien bestätigt [42, 46].

Eine Evolution der Mikrostruktur findet also nach dem ersten ECAP-Durchgang im wesentlichen nur in der zunehmenden Akkumulation der Misorientierungen benachbarter Zellen statt, welche sich dann mehr und mehr zu Körnern entwickeln, die von Großwinkelkorngren-

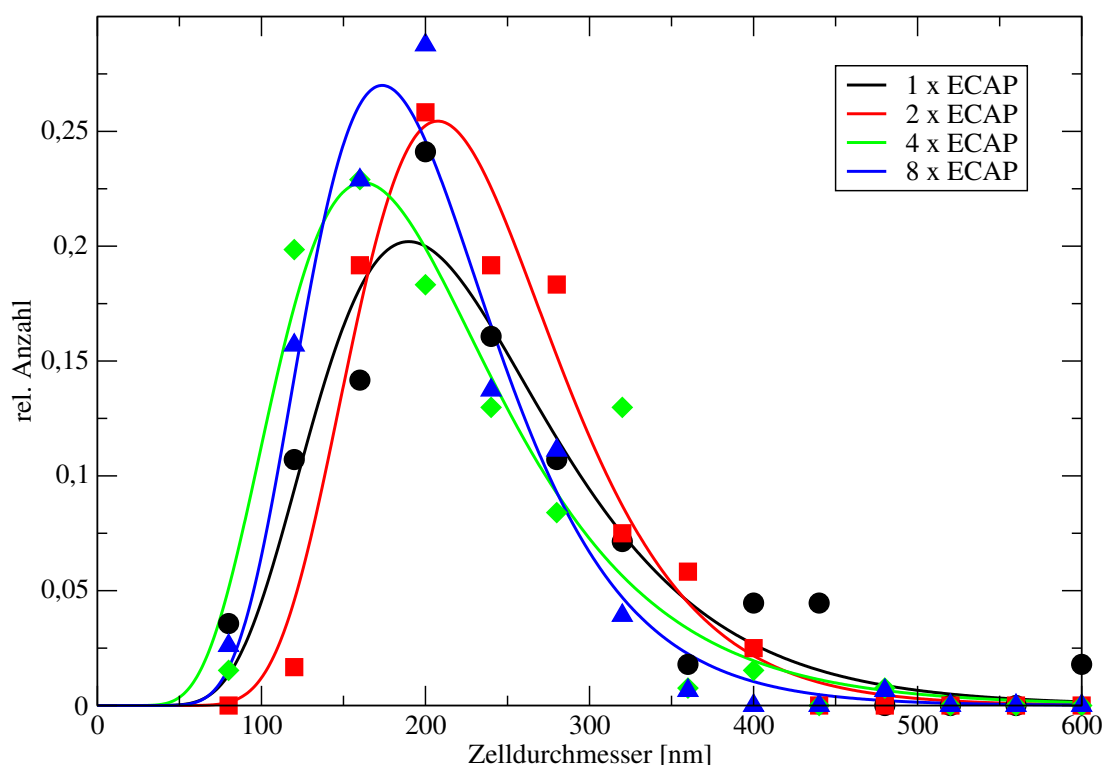


Abbildung 4.4: Mittlerer Zellendurchmesser in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP-Durchgänge (reines Kupfer, Route C) [35].

zen getrennt werden. Einen deutlichen Hinweis auf diese Mikrostrukturevolution erhält man auch aus EBSD-Untersuchungen (*electron backscattering diffraction*) im Rasterelektronenmikroskop [54, 55]. Eine wichtige Voraussetzung ist die Verwendung eines Elektronenmikroskops mit einer hohen Auflösung (HR-EBSD, *high resolution EBSD*) [56]. Man kann auf diese Weise die Morphologie der Mikrostruktur mit Informationen der kristallographischen Orientierung kombinieren und bekommt so ein zweidimensionales Bild, welches diese Daten vereint. Jedoch ist die Auflösung in Bezug auf die meßbare Misorientierung benachbarter Versetzungszellen beziehungsweise Körner begrenzt. Die minimale Winkelauflösung beträgt im HR-EBSD meistens bis zu etwa 1 %, während sie im Transmissionselektronenmikroskop bei etwa 0,1 % liegt [57]. Allerdings ist das Ermitteln von einzelnen Orientierungen benachbarter Versetzungszellen im TEM eine aufwendige Prozedur, weshalb es dabei zu einer schlechteren Statistik kommt [58]. Somit wird beim EBSD-Verfahren der Anteil der Kleinwinkelkorngrenzen deutlich unterschätzt, welche in den Verformungsstrukturen typischerweise enthalten sind.

Abbildung 4.5 zeigt eine typische Aufnahme der Mikrostruktur von Kupfer nach ECAP. Diese Aufnahme wurde an einer an der TU Clausthal hergestellten Probe an der RWTH Aachen erstellt. Sie zeigt die Orientierungsverteilung parallel zur Preßrichtung. Die einzelnen Farben

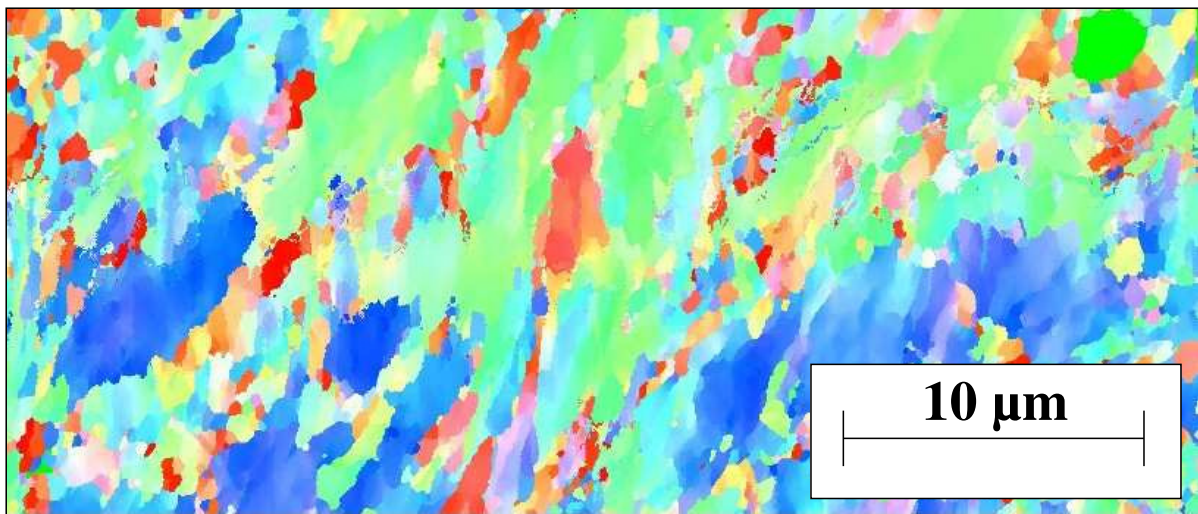


Abbildung 4.5: EBSD–Aufnahme einer Kupferprobe nach vier ECAP–Durchgängen der Route  $B_C$  [59].

indizieren die entsprechenden Orientierungen der Kristallite. Die zugehörige Farbcodierung ist der Abbildung 4.6 zu entnehmen.

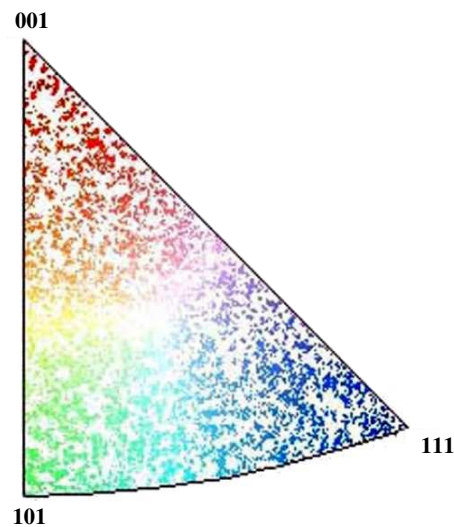


Abbildung 4.6: Orientierungen (zu den Abbildungen 4.5 und 4.7) [59].

Im Gegensatz zu den zuvor präsentierten TEM–Ergebnissen, bei denen eine mittlere strukturelle Größe von 200 nm ermittelt wurde, ergibt sich hier ein vollkommen anderes Bild. Man erkennt auch nach vier ECAP–Durchgängen bei reinem Kupfer noch Reste der ursprünglichen Kornstruktur sowie Bereiche starker Deformation. Deshalb erscheint die Mikrostruktur auf den ersten Blick nicht ultrafeinkörnig. Der Grund für diese Beobachtung ist — wie aus den obigen Ausführungen zu erwarten war —, daß die vielen neugebildeten Versetzungszellgrenzen



Kleinwinkelkorngrenzen mit einer sehr geringen Misorientierung mit einem Winkel von weniger als  $1^\circ$  darstellen. Diese sind dann mit EBSD nicht mehr auflösbar, so daß größere Körner, auch ursprüngliche, zu sehen sind. Ferner zeigt sich allerdings auch in diesem Bild, daß keine vollständig neue Kornstruktur nach den vier ECAP-Durchgängen in diesem Material erreicht wurde. Vielmehr existiert eine stark verformte Mikrostruktur, welche durch die Zellbildung eine ultrafeinkörnige Substruktur besitzt.

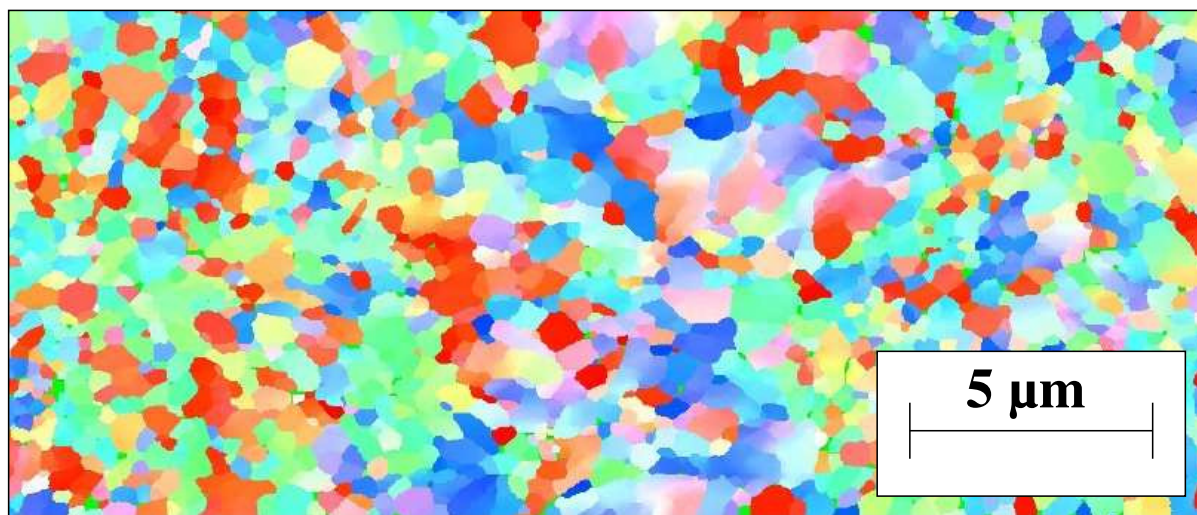


Abbildung 4.7: EBSD-Aufnahme einer Kupferprobe nach acht ECAP-Durchgängen der Route  $B_C$  [59].

Dieses ändert sich signifikant nach acht ECAP-Durchgängen, wie in Abbildung 4.7 dargestellt ist. Hier erkennt man eine ultrafeinkörnige Mikrostruktur, die dadurch gekennzeichnet ist, daß viele Großwinkelkorngrenzen existieren, welche die einzelnen Kristallite voneinander abgrenzen. In diesem Fall enthält die Mikrostruktur immer noch zahlreiche mit EBSD nicht auflösbare Versetzungszellen, welche durch Kleinwinkelkorngrenzen voneinander getrennt sind. Ein Nachweis, daß dieses nach acht ECAP-Durchgängen der Fall ist, findet sich in [60]. Allerdings sieht man hier deutlich, daß sich eine vollständig neue Mikrostruktur gebildet hat: Die neuen Körner weisen eine annähernd gleichmäßige Orientierungsverteilung auf.

Zum Vergleich mit den bisher beschriebenen Strukturen soll zunächst noch eine EBSD-Aufnahme gezeigt werden, welche im Rahmen der Forschungsaufenthalte am Risø National Laboratory in Roskilde, Dänemark, erstellt wurde. Dabei handelt es sich um die gleiche Probe, welche der TEM-Aufnahme in Abbildung 4.2 zugrundeliegt. So kann man auch direkt die TEM- mit der EBSD-Mikrostruktur vergleichen.

Abbildung 4.8 zeigt die soeben erwähnt EBSD-Mikrostruktur. Die schwarzen Punkte stellen Positionen auf der Probe dar, an denen keine hinreichend genaue Indizierung der Reflexe möglich war. Deutlich zu erkennen ist eine lamellare, relativ grobe Struktur. Anzumerken ist

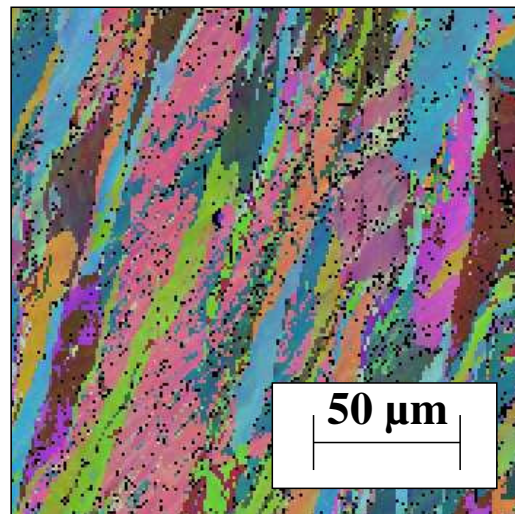


Abbildung 4.8: EBSD–Aufnahme einer Kupferprobe (senkrecht zur Preßrichtung) nach einem ECAP–Durchgang.

hier, daß die Korngröße vor dem ECAP–Durchgang bei etwa  $20\ \mu\text{m}$  lag. Man sieht also wahrscheinlich die verlängerten Überreste der ursprünglichen Mikrostruktur. Wie bereits bei Abbildung 4.2 diskutiert, ergibt sich im TEM ein vollständig anderes Bild.

An dieser Struktur wurden eigene Misorientierungsmessungen mittels Analyse der Kikuchi–Linien im TEM durchgeführt, um die oben angeführten Unterschiede zwischen den Ergebnissen der beiden Verfahren zu bestätigen. Abbildung 4.9 zeigt die relative Anzahl der im TEM beobachteten Misorientierungswinkel benachbarter Versetzungszellen in der Probe nach einem ECAP–Durchgang. Dabei wurde ein Bereich betrachtet, welcher nur aus Versetzungszellen besteht und bei dem sich keine alte Korngrenze im Meßbereich befand. Es liegen in dem betrachteten Gebiet auf der Probe lediglich Kleinwinkelkorngrenzen vor. Man erkennt, daß sich der detektierte Winkelbereich von unter einem Grad bis zu etwa acht Grad erstreckt.

Es ist anzumerken, daß sich der Großteil der hier vermessenen Misorientierungen nicht in einem farblichen Kontrast auf einem entsprechenden EBSD–Bild widerspiegelt. Allerdings ist es natürlich technisch möglich, mittels EBSD ermittelte Orientierungsunterschiede auch durch entsprechende Grenzlinien im EBSD–Bild zu vermerken, so daß eine — wenn auch im Vergleich zum TEM nicht so feine —, Substruktur sichtbar wird. Untersucht man im Bereich einer der alten Korngrenzen, dann treten auch höhere Misorientierungen auf [45].

Aus den EBSD–Daten kann man ebenfalls Misorientierungsverteilungen sowie den wachsenden Anteil an Großwinkelkorngrenzen bestimmen. Dieses wurde an der RWTH Aachen an den an der TU Clausthal nach Route  $B_C$  hergestellten ECAP–Proben durchgeführt.

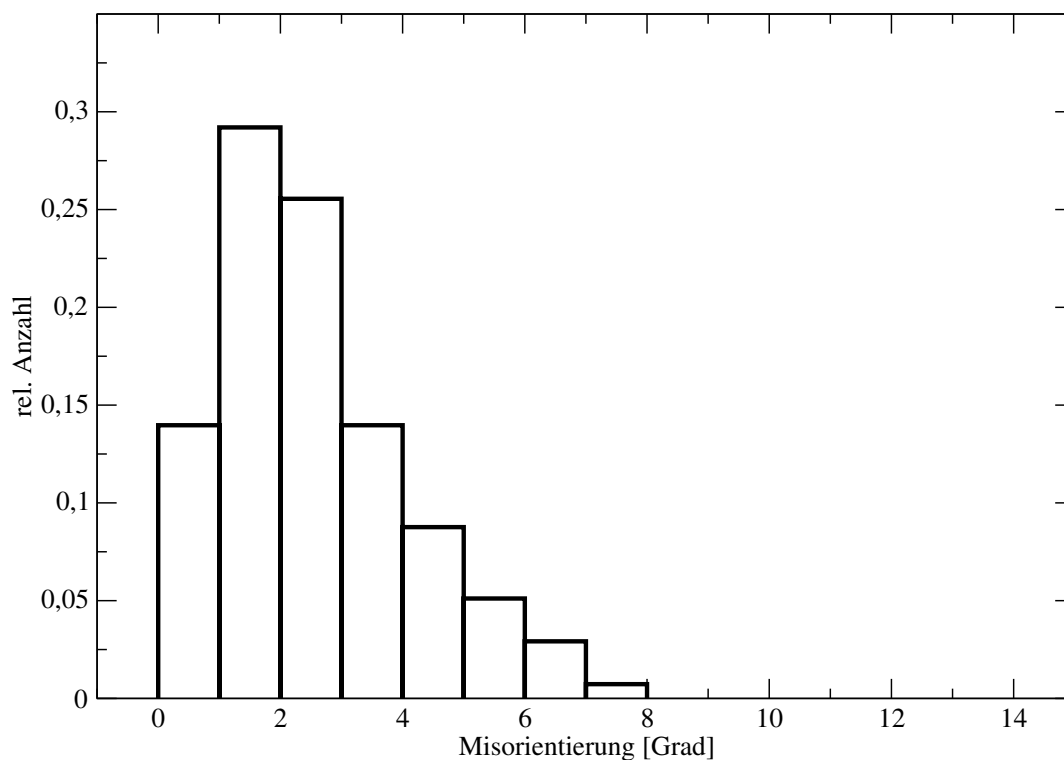


Abbildung 4.9: Misorientierungsverteilung im Bereich von Versetzungszellen an einer Kupferprobe nach einem ECAP-Durchgang [45].

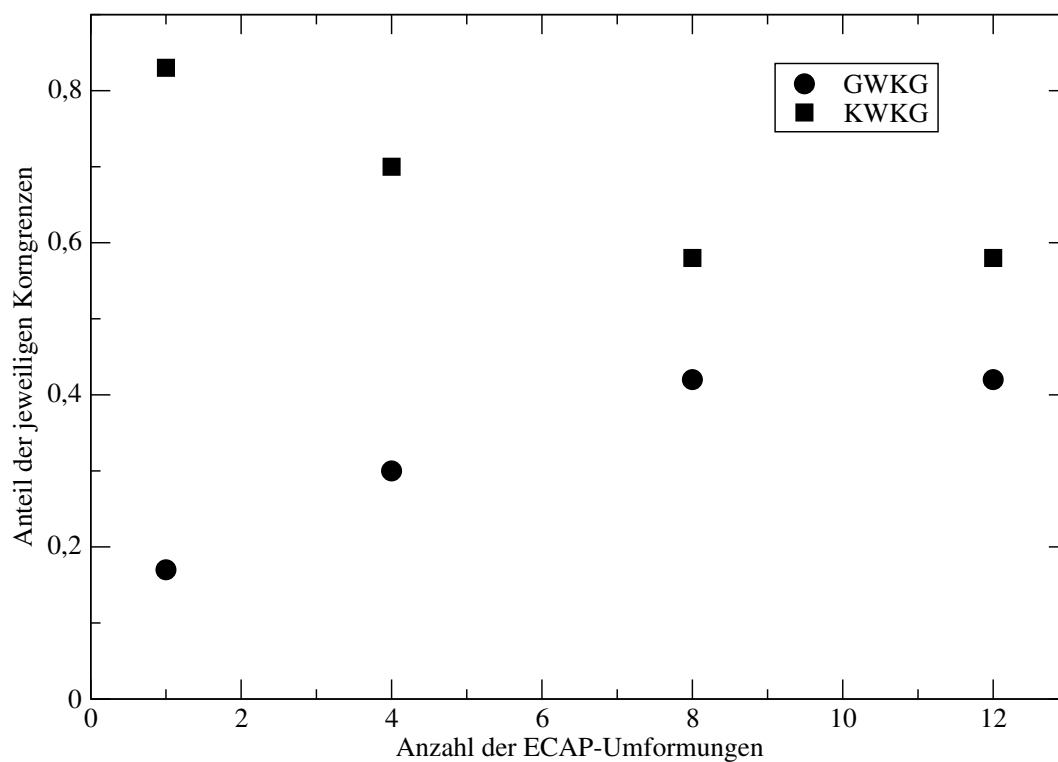


Abbildung 4.10: Relative Anzahl an Großwinkelkorngrenzen (GWKG) und Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) nach verschiedenen ECAP-Durchgängen, gemessen mittels EBSD [61].



Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.10 zusammengefaßt. Man erkennt, daß mit zunehmender ECAP-Umformung der Anteil an Großwinkelkorngrenzen bis hin zu einer Sättigung zunimmt, während entsprechend gegenläufig eine Abnahme des Anteils an Kleinwinkelkorngrenzen zu verzeichnen ist. Dabei ist zu berücksichtigen, daß hier wiederum, wie bei EBSD üblich, diejenigen Kleinwinkelkorngrenzen mit einer sehr geringen Misorientierung nicht berücksichtigt werden. Das bedeutet, daß eine vergleichbare TEM-Analyse, welche allerdings aufgrund des extremen Meßaufwands und des nur geringen betrachtbaren Probenausschnitts zur Zeit nicht realisierbar wäre, ein etwas anderes Verhältnis zugunsten des Anteils an Kleinwinkelkorngrenzen liefern würde.

Eine weitere Methode, die Mikrostruktur exzellent zu charakterisieren, ist die Untersuchung der Verbreiterungen der Intensitätsmaxima bei der Röntgendiffraktometrie. Da am IWW der TU Clausthal für diese Verfahren keine geeigneten Diffraktometer zur Verfügung stehen, wurden diese Studien in Kooperation mit Wissenschaftlern der Lóránt–Eötvös–Universität Budapest durchgeführt. Dort wurde auch eine sehr genaue Analysemethode (MWP, *multiple whole profile fitting*) der Verbreiterungen der Intensitätsmaxima entwickelt [62, 63, 64].

In hochgradig plastisch umgeformten Werkstoffen werden die Gitterverzerrungen primär durch Versetzungen verursacht. Demnach kann die dehnungsinduzierte Verbreiterung der Intensitätsmaxima mit charakteristischen Parametern der Versetzungsstruktur beschrieben werden [65, 66]. In den zugehörigen Gleichungen wird die anisotrope dehnungsinduzierte Verbreiterung durch die Kontrastfaktoren der Versetzungen bestimmt [67, 68, 69]. Da die Größe der Kontrastfaktoren von den im Kristall vorhandenen Gleitsystemen abhängt, erlaubt die Berechnung der Röntgenbeugungsprofile für die Kontrastfaktoren die Bestimmung der Versetzungsstruktur. Auf dieser Grundlage basiert die oben genannte MWP-Methode, bei der die gemessenen Intensitätsprofile durch theoretische Funktionen, welche auf einem Mikrostrukturmodell basieren, angenähert werden. Das hier verwendete Modell setzt voraus, daß die Kristallite kugelförmig sind und deren Größenverteilung einer logarithmischen Normalverteilung — wie ja auch bereits im TEM nachgewiesen — entspricht [70]. Auf diese Weise kann man sowohl Informationen über die Verteilung der Größe der einzelnen Kristallite als auch über die Versetzungsstruktur gewinnen. Unbedingt notwendig für Anwendung dieser Methode ist eine vernachlässigbar geringe instrumentelle Verbreiterung der Intensitätsmaxima. Dazu wurde in diesem Fall ein Doppelkristalldiffraktometer (Nonius FR591) mit einer  $\text{CuK}\alpha_1$ -Quelle eingesetzt.

Nach einem ECAP-Durchgang ergab sich eine flächengewichtete mittlere Kristallitgröße von  $62 \pm 7$  nm [71]. Dieser Wert ändert sich auch nicht wesentlich nach weiteren Preßvorgängen. Es fällt auf, daß diese Größe im Vergleich zu den mittels TEM oder EBSD erhaltenen Werten deutlich zu gering scheint. Allerdings wird bei der Röntgenbeugungsmethode nur die Größe der kohärenten Domänen vermessen, in denen es kaum Störungen oder Misorientierungen im Gitter

gibt. Diese kohärenten Bereiche sind in hochgradig plastisch umgeformten Werkstoffen stets kleiner als die sichtbare Zell- beziehungsweise Korngröße [72].

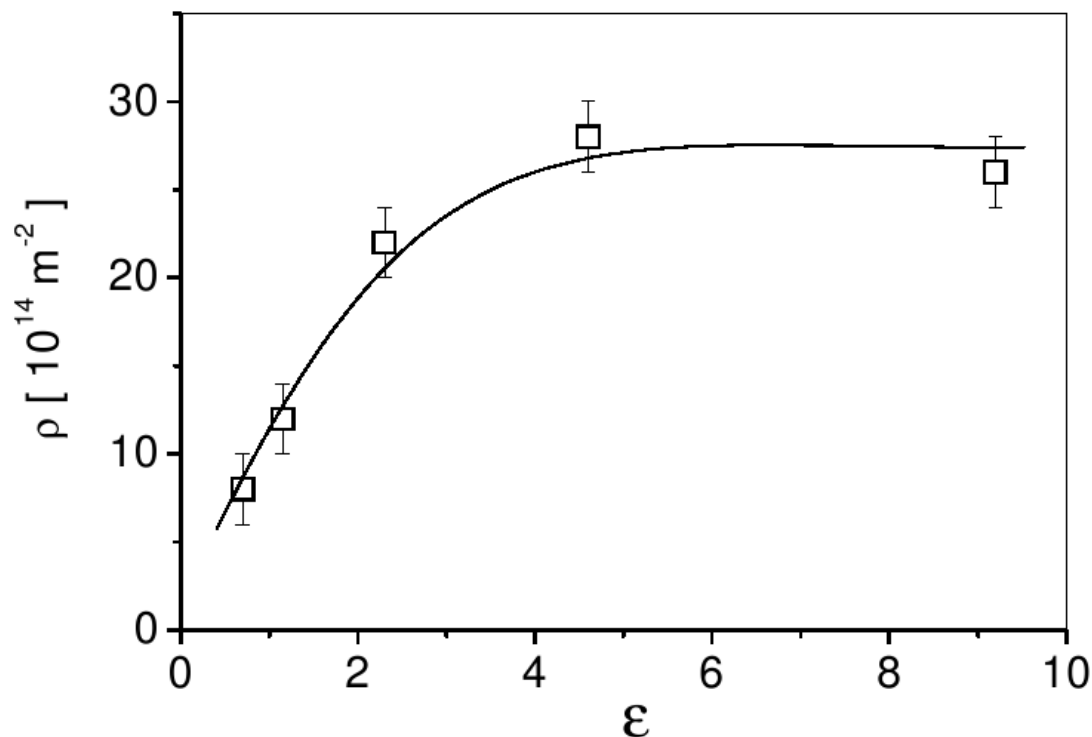


Abbildung 4.11: Versetzungsdichte als Funktion der eingebrachten Dehnung in reinen Kupferproben nach der ECAP-Umformung [71].

Abbildung 4.11 zeigt den mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie ermittelten Verlauf der Versetzungsdichte mit zunehmender Anzahl an ECAP-Durchgängen. Die im Bild angegebene Dehnung ergibt sich aus der Geometrie der ECAP-Matrize und entspricht 1,15 pro Preßvorgang, hier nach Route *C*. Deutlich ist der Anstieg der Versetzungsdichte mit fortschreitender Umformung zu erkennen, bis eine Sättigung bei etwa  $25 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  erreicht wird. Der erste Meßpunkt stammt von einer Probe, welche nicht mit ECAP, sondern im Druckversuch bis zu einer Dehnung von  $\epsilon = 0,7$  umgeformt wurde. Weitere Analysen ergaben, daß die Versetzungen sowohl Stufen- als auch Schraubencharakter aufweisen sowie daß in Bezug auf die Versetzungsstruktur nach vier ECAP-Durchgängen keine weiteren Änderungen mehr auftreten.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß sich durch ECAP nach mehreren Preßvorgängen im Falle von reinem Kupfer eine vollständig neue Mikrostruktur ergibt. Aus dem ursprünglichen grobkörnigen Ausgangsgefüge wird durch die hochgradige plastische Umformung eine ultrafeinkörnige Mikrostruktur erzeugt, welche etwa eine mittlere Korngröße von 200 nm (TEM) aufweist. Diese Mikrostruktur entwickelt sich bei der Umformung, so daß man aus Messungen

der Misorientierungsverteilung auch erkennen kann, daß das neue ultrafeinkörnige Gefüge nicht aus vollkommen zufällig orientierten Körnern besteht, sondern daß sich in dieser Verteilung der Misorientierungen ihre Umformhistorie widerspiegelt [57]. Eine vollkommen zufällige Anordnung der Misorientierungen dagegen würde die bekannte Mackenzie–Verteilung [73] ergeben, welche in ECAP–umgeformten Werkstoffen nicht auftritt.

## 4.2 Thermische Stabilität der Mikrostruktur

Eine eminent wichtige Frage, gerade in Hinblick auf die Anwendung von ultrafeinkörnigem Kupfer, ist die thermische Stabilität der Mikrostruktur. Bedingt durch die geringe Korngröße und die eingebrachte hochgradige plastische Umformung läßt sich vermuten, daß das ECAP–umgeformte Kupfer eine starke Neigung zur Rekristallisation und somit eine recht geringe thermische Stabilität hat. Im folgenden sollen die thermischen Grenzen der Anwendbarkeit derartiger Materialien aufgezeigt werden.

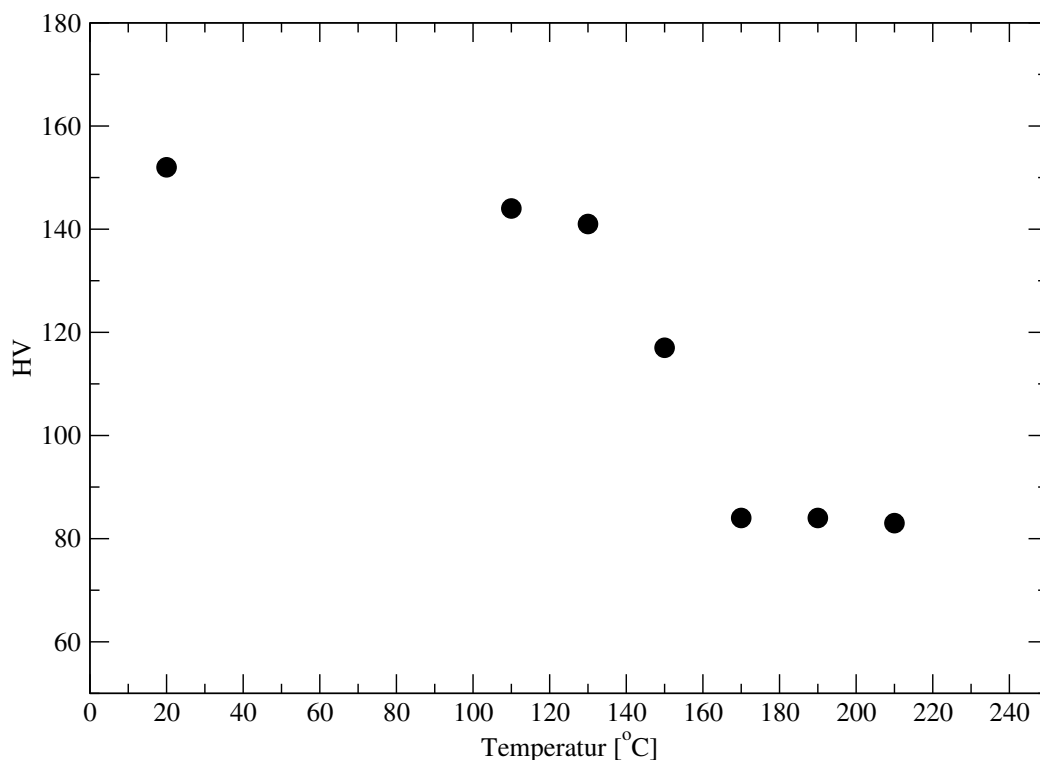


Abbildung 4.12: Verlauf der Mikrohärte nach isochronen Wärmebehandlungen (10 min) an ECAP–umgeformtem Kupfer (acht Durchgänge, Route  $B_C$ ) (nach [74]).

In dieser Arbeit wurden mehrere Methoden zur Untersuchung der thermischen Stabilität eingesetzt. Ein sehr einfaches Verfahren ist es, Änderungen der mechanischen Eigenschaften, ins-

besondere der Härte, als Indikator für beginnende Rekristallisation und den damit verbundenen Eigenschaftsverlust der ultrafeinkörnigen Gefüge zu verwenden. Derartige Versuche wurden an ECAP-Proben durchgeführt, welche nach Route  $B_C$  umgeformt worden waren. Ein typischer Verlauf der Härte bei isochronen Wärmebehandlungen von jeweils 10 Minuten ist in Abbildung 4.12 zu sehen.

Deutlich ist der Härteabfall zu erkennen, wenn es zu einer Änderung der Mikrostruktur kommt. Nach acht ECAP-Durchgängen ist dieses bei einer Temperatur von etwa  $150^\circ\text{C}$  der Fall. Allerdings hängt die thermische Stabilität auch von der Anzahl der Preßvorgänge ab, da sich die feinkörnige Mikrostruktur erst nach mehreren ECAP-Umformungen vollständig ausbildet. Das läßt vermuten, daß bei Proben mit einem geringeren Umformgrad zwar bereits eine ultrafeinkörnige Substruktur mit entsprechenden Änderungen der mechanischen Eigenschaften existiert, diese aber noch über einen deutlich geringeren Hang zur Rekristallisation verfügt. Dieses läßt sich recht einfach durch eine Untersuchung derjenigen Temperatur nachweisen, bei der die jeweilige Härteabnahme der Proben mit unterschiedlichen Umformgraden zu verzeichnen ist.

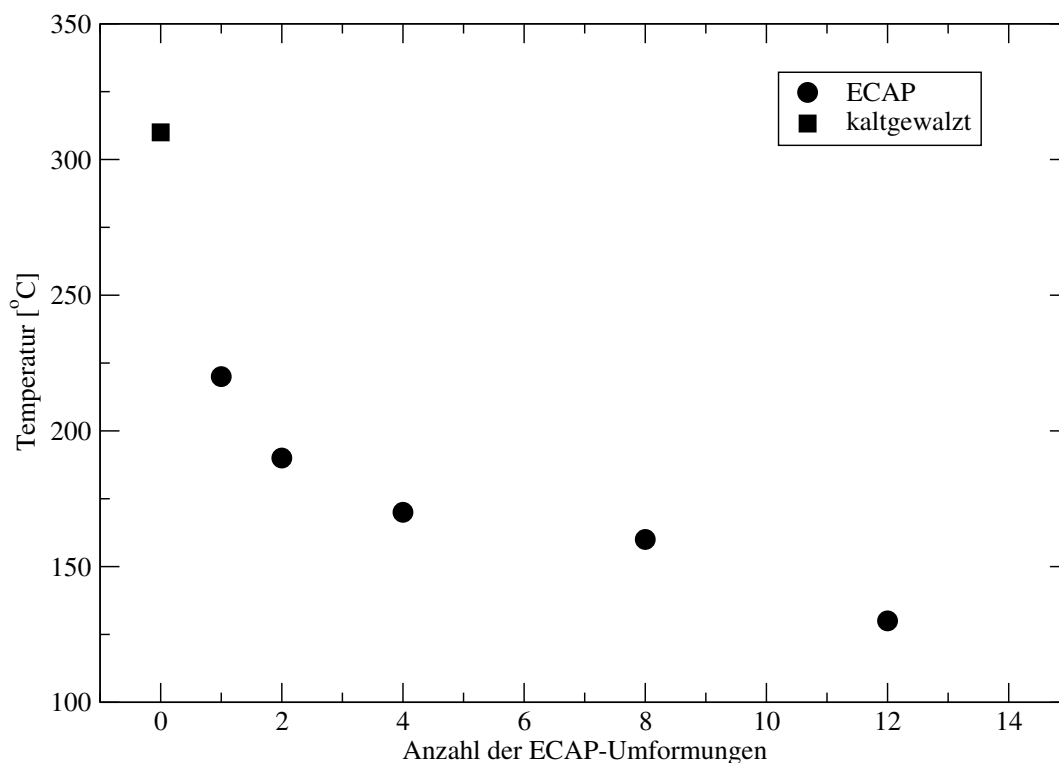


Abbildung 4.13: Härteübergangstemperatur in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP-Umformungen (reines Kupfer) (nach [59]).

Eine derartige Studie ist an nach der Route  $B_C$  an der TU Clausthal hergestellten Proben im

Rahmen einer Forschungs Kooperation an der RWTH Aachen durchgeführt worden. Die Ergebnisse sind in der Abbildung 4.13 zu sehen, wo neben den Werten für ECAP–umgeformte Proben als Vergleich derjenige für das Ausgangsmaterial nach einem Kaltwalzen von 86,9 % dargestellt ist.

Deutlich ist zu erkennen, daß die Temperatur, bei der die Hälfte des auftretenden Härteabfalls zu verzeichnen war (Härteübergangstemperatur), mit zunehmender Anzahl an ECAP–Durchgängen sinkt. Dieses bestätigt eindeutig den oben erwähnten Zusammenhang zwischen der sich beim fortschreitenden ECAP–Umformen weiter ausbildenden Mikrostruktur und dem damit verbundenen Potential zur Rekristallisation.

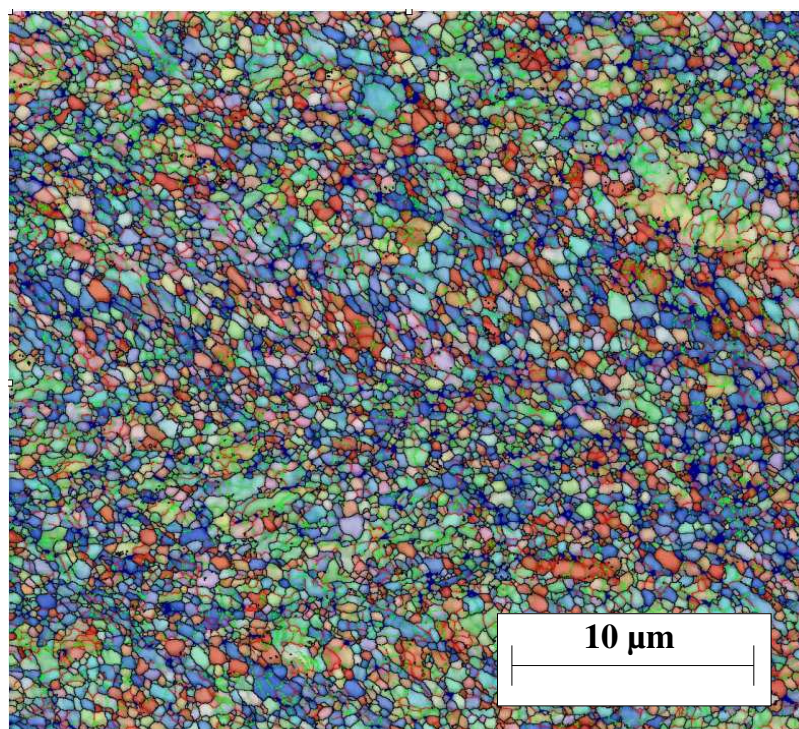


Abbildung 4.14: EBSD–Aufnahme der Mikrostruktur nach einer zehnmütigen Wärmebehandlung bei 110°C [75].

Vergleichende EBSD–Untersuchungen zeigen die Änderung der Mikrostruktur der mit acht ECAP–Durchgängen umgeformten Proben nach isochronen Wärmebehandlungen. In Abbildung 4.14 ist die mittels EBSD aufgenommene Mikrostruktur nach einer Wärmebehandlung bei 110°C zu sehen. Man erkennt weiterhin die ursprüngliche ultrafeinkörnige Mikrostruktur, welche sich im Vergleich zum Zustand direkt nach ECAP nicht verändert hat. Die Korngrößenanalyse ergab eine mittlere Korngröße von 336 nm. Dieser Wert ist, wie bereits in Kapitel 4.1 beschrieben, etwas größer als der mittels TEM zu erwartende Wert. Auch der mit Hilfe von

EBSD ermittelte Anteil der Großwinkelkorngrenzen lag mit 48 % nahe an dem Wert des nicht wärmebehandelten ECAP–umgeformten Kupfers. Somit läßt sich sagen, daß die zehnmütige Wärmebehandlung bei 110°C noch keinen meßbaren Einfluß auf die Mikrostruktur hat.

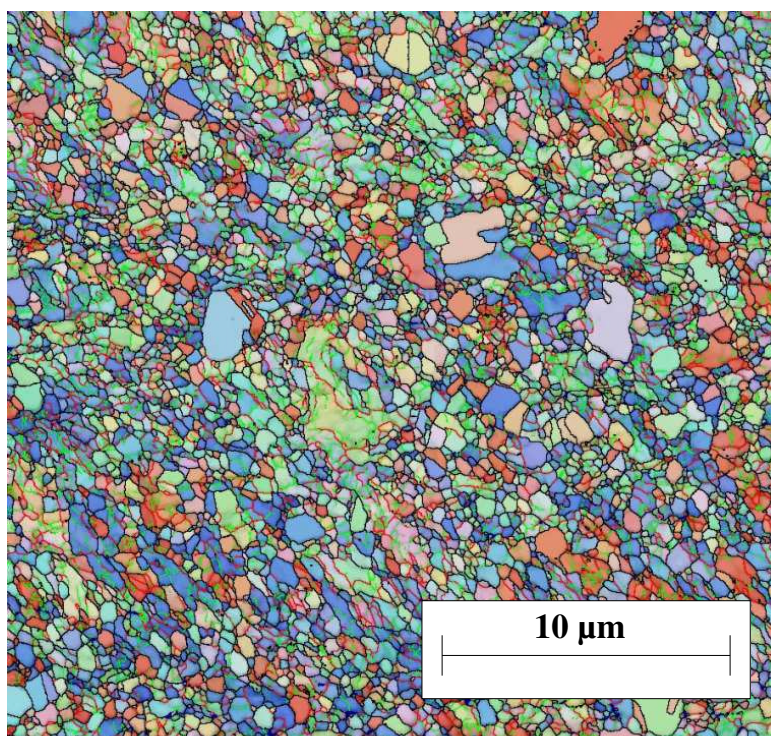


Abbildung 4.15: EBSD–Aufnahme der Mikrostruktur nach einer zehnmütigen Wärmebehandlung bei 150°C [75].

Deutliche Änderungen der Mikrostruktur sind erst bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 150°C zu erkennen, wie aus Abbildung 4.15 ersichtlich wird. Es haben sich erste rekristallisierte Körner mit Korngrößen von über 1 µm gebildet. Die wesentliche Mikrostruktur besteht laut EBSD–Messungen immer noch aus einer ultrafeinkörnigen Matrix mit einer mittleren Korngröße von etwa 300 nm. Der Anteil an Großwinkelkorngrenzen hatte sich im Vergleich zur bei 110°C wärmebehandelten Probe kaum verändert und lag weiterhin bei 48 %. Das bedeutet, daß ein Großteil des Gefüges die ultrafeinkörnige Mikrostruktur beibehalten hat und eine beginnende Bimodalität der Mikrostruktur zu verzeichnen war.

Nach einer zehnmütigen Wärmebehandlung bei 170°C ergibt sich schließlich ein vollkommen anderes Bild, wie in Abbildung 4.16 zu sehen ist. Die Rekristallisation ist weit fortgeschritten und es liegt eine deutlich vergrößerte Kornstruktur, welche auch zahlreiche Zwillinge enthält, vor. Der Anteil an Großwinkelkorngrenzen ist auf über 90 % angewachsen. Dennoch sind immer noch vereinzelt Reste der ursprünglichen ultrafeinkörnigen Mikrostruktur vorhanden, so



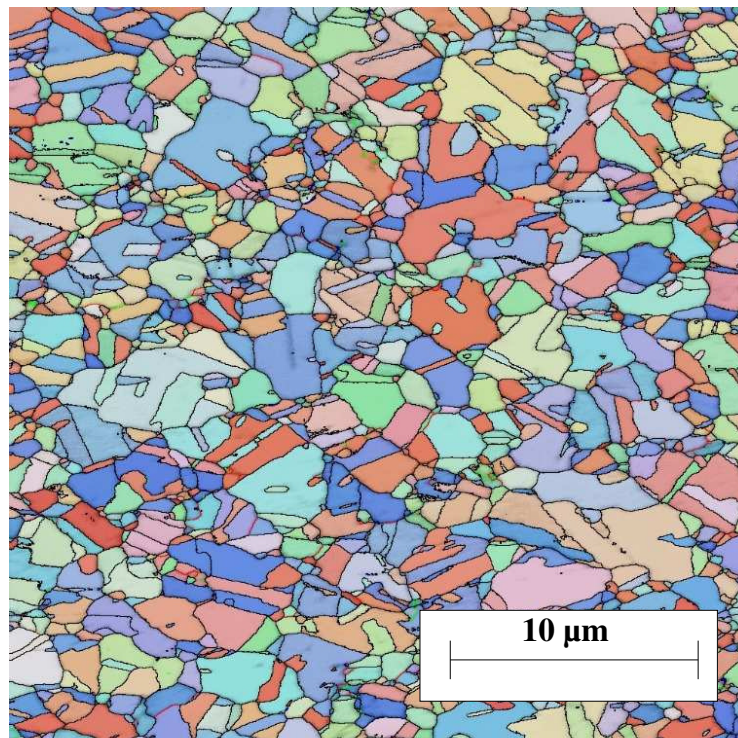


Abbildung 4.16: EBSD–Aufnahme der Mikrostruktur nach einer zehnmütigen Wärmebehandlung bei 170°C [75].

daß man auch diese Mikrostruktur als bimodal bezeichnen kann. Eine weitere Wärmebehandlung würde allerdings schnell zu einer vollständigen Rekristallisation führen.

Es ist klar, daß die thermische Stabilität auch von der Dauer der Wärmebehandlung abhängig ist. Dazu wurde eine transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung an einer einmal ECAP–umgeformten Probe durchgeführt, welche darauf bei 150°C für eine Stunde wärmebehandelt wurde. Danach wurde analog zu dem bei Abbildung 4.4 beschriebenen Verfahren eine Zellgrößenverteilung bestimmt. Auch diese ließ sich noch mit einer logarithmischen Normalverteilung beschreiben, bei der sich die Position des Maximums nicht verschoben hatte. Allerdings war eine deutliche Verbreiterung der Verteilungsfunktion zu erkennen [45]. Es zeigte sich in den TEM–Studien, daß die nach einem ECAP–Durchgang beobachtete lamellare Struktur nach dieser Wärmebehandlung bestehen blieb, es allerdings partiell bereits zu einer Rekristallisation und damit zur Formation einiger größerer Körner kam. Abbildung 4.17 stellt die Variation der Korngrößenverteilung nach der Wärmebehandlung dar.

Eine deutliche Steigerung der thermischen Stabilität läßt sich zum Beispiel durch das Zugelieren weiterer Elemente erreichen. So konnte in einer Kupferlegierung mit 0,44 Gew.–% Chrom und 0,2 Gew.–% Zirkonium ein Beibehalten der ultrafeinkörnigen Struktur bei Wärme-

behandlungen bis 550°C für eine Stunde erreicht werden [76]. Ebenfalls konnte eine signifikante Steigerung der thermischen Stabilität erhalten werden, wenn dem Kupfer lediglich 0,17 Gew.-% Zirkonium zulegiert wurden. Die thermische Degradation setzte bei diesem Material bei ebenfalls zehnmütigen Wärmebehandlungen erst bei etwa 450°C ein [77].

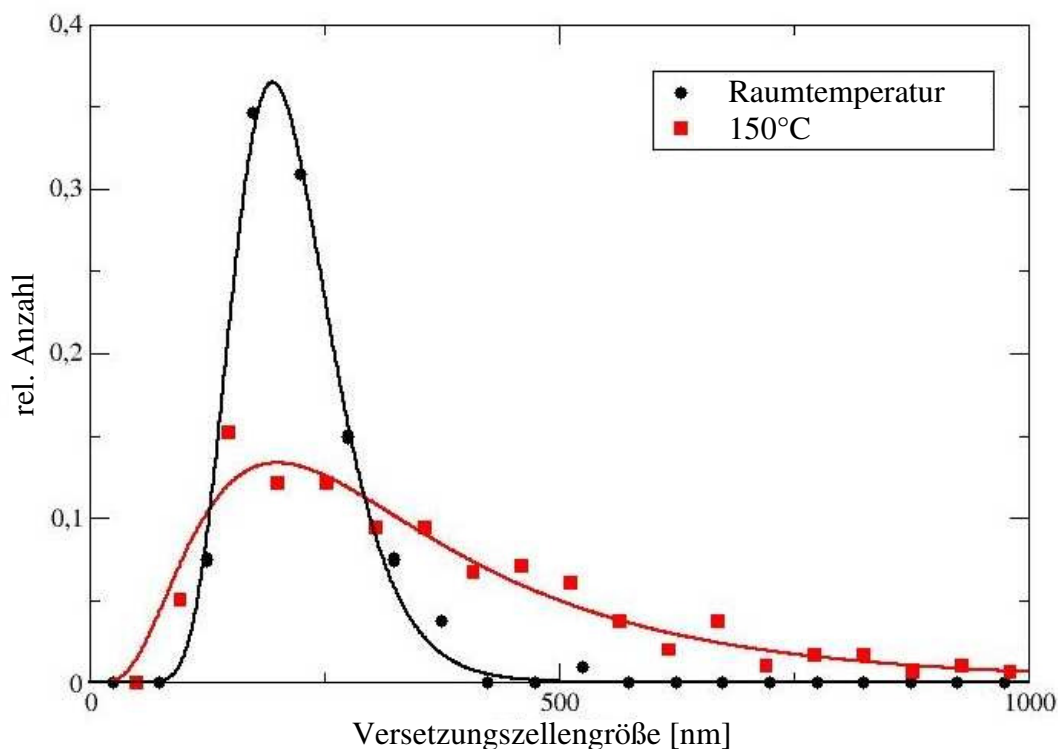


Abbildung 4.17: Einfluß einer einstündigen Wärmebehandlung bei 150°C auf die Korngrößenverteilung einer Probe nach einem ECAP-Durchgang [45].

Eine weitere Methode, die thermische Stabilität zu charakterisieren, ist die Verwendung des DSC-Verfahrens (*differential scanning calorimetry*, dynamische Differenzkalorimetrie). Dabei wird die abgegebene beziehungsweise aufgenommene Wärmemenge einer Probe, hier beim Aufheizen, durch Vergleich mit einer Referenz bestimmt.

Für die Versuche an den an der TU Clausthal hergestellten Proben wurde eine Apparatur der Firma Perkin-Elmer (DSC2) eingesetzt. Es wurden DSC-Profilen von 300 K bis 1000 K bei einer Aufheizrate von 40 K·min<sup>-1</sup> gemessen. Jede ECAP-umgeformte Probe zeigte ein breites exothermes Intensitätsmaximum, welches mit der Freisetzung der gespeicherten Dehnungsenergie während der Erholung der Mikrostruktur zusammenhängt. Die Position des Intensitätsmaximums variiert mit der eingebrachten Dehnung. Sie verschiebt sich mit zunehmendem Umformgrad zu niedrigeren Temperaturen. Diese Ergebnisse, die in Abbildung 4.18 veranschaulicht sind, stimmen mit den Resultaten der Härtemessungen nach isochronen Wärmebehandlungen



überein.

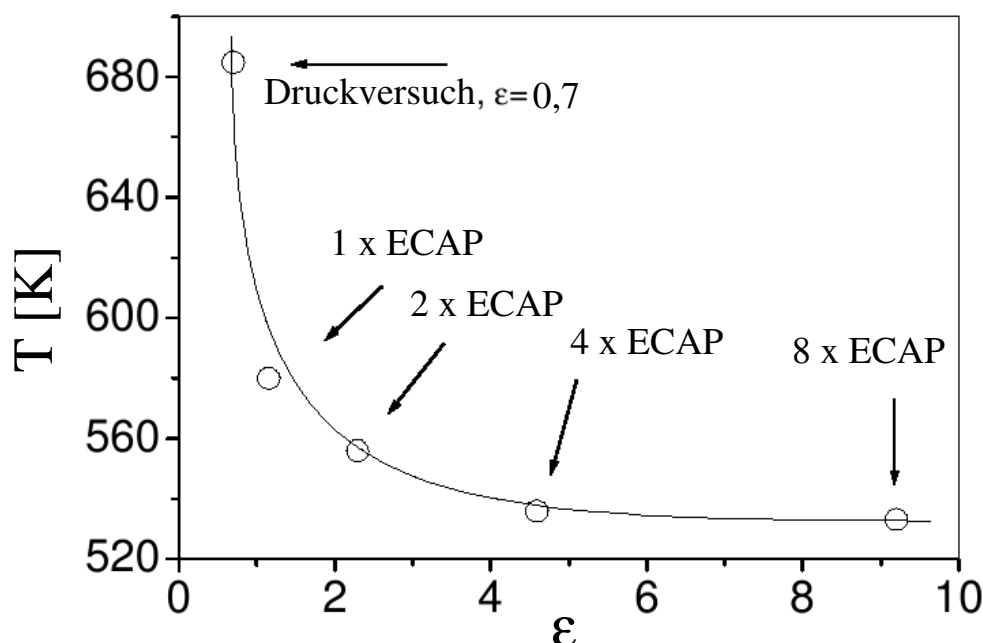


Abbildung 4.18: Abnahme der Temperatur des exothermen DSC-Intensitätsmaximums mit zunehmendem Umformgrad [71].

Verbindet man die DSC-Messungen mit der Röntgenanalyse, so kann man daraus ebenfalls Rückschlüsse auf die Entwicklung der Mikrostruktur bei höheren Temperaturen ziehen. Dazu wurden Proben entsprechend der DSC-Untersuchungen wärmebehandelt, also mit einer Geschwindigkeit von  $40 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$  aufgeheizt und dann bei Erreichen der gewünschten Temperatur mit  $200 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$  abgekühlt. Dazu wurde jeweils der Temperaturbereich um das beim DSC-Experiment auftretende exotherme Intensitätsmaximum ausgewählt. Die Auswertung der Verbreiterung der Röntgenbeugungsintensitätsmaxima ergab die jeweiligen Versetzungsdichten und mittleren Domänengrößen. Diese Ergebnisse, exemplarisch erzielt an einer ECAP-Probe mit acht Preßdurchgängen, sind in der Abbildung 4.19 zusammengetragen.

Man erkennt drei verschiedene Kurvenverläufe in dieser Abbildung. Unten rechts ist die DSC-Kurve mit dem charakteristischen exothermen Intensitätsmaximum zu erkennen. Die Kreise stellen die Versetzungsdichte  $\rho$ , die Quadrate die flächengewichtete mittlere Kristallitgröße  $\langle x \rangle_{area}$  dar. In der Nähe des DSC-Intensitätsmaximums kommt es zu einer deutlichen Abnahme der Versetzungsdichte sowie zu einem starken Anstieg der mittleren Kristallitgröße, was auf eine beginnende Rekristallisation hinweist. Es ist hier noch anzumerken, daß die Auswertung der Profilverbreiterung der Röntgenbeugungsintensitätsmaxima bei einer Temperatur, welche dem Beginn des Intensitätsmaximums der DSC-Kurve entspricht, nicht einem einzelnen theo-

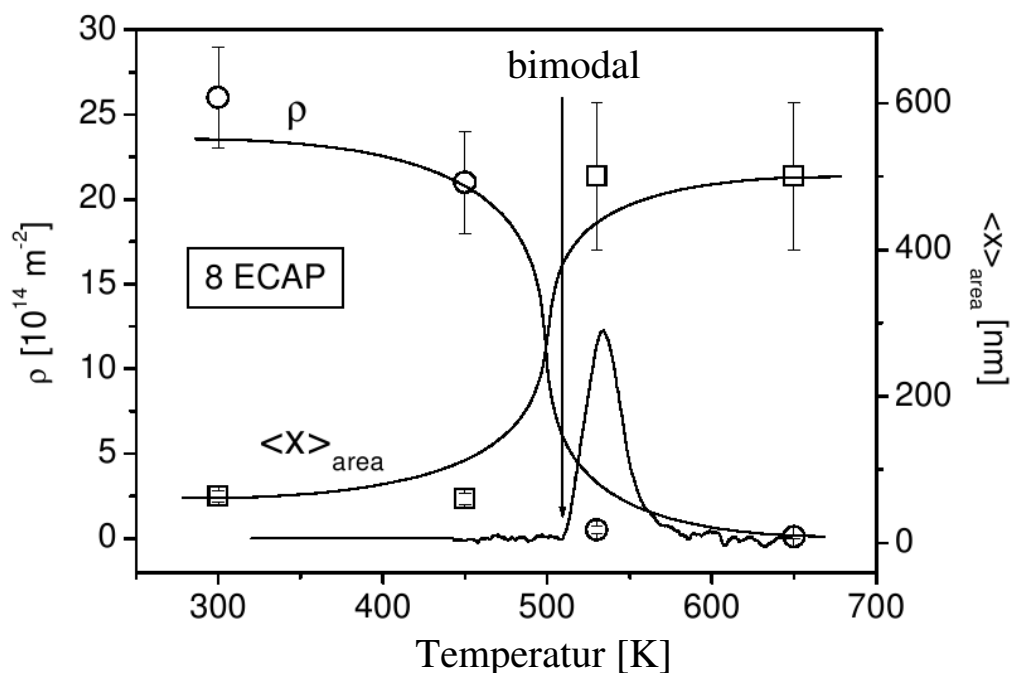


Abbildung 4.19: Versetzungsdichte  $\rho$  und mittlere Kristallitgröße  $\langle x \rangle_{area}$  in Abhängigkeit der Temperatur einer Kupferprobe nach acht ECAP-Durchgängen [71].

retischen Profil zugeordnet werden konnte. Vielmehr scheint es sich dabei um die Überlagerung zweier Kurven zu handeln, welche einer feinen und einer größeren Mikrostruktur entsprechen. Das heißt es liegt also eine bimodale Kristallitgrößenverteilung vor.

Durchgeführte Röntgenbeugungsexperimente nach einer Wärmebehandlung bei derjenigen Temperatur, welche dem Intensitätsmaximum der DSC-Kurve entspricht, ergaben, daß wiederum ein einzelnes theoretisches Profil zum Anpassen an die gemessene verbreiterte Röntgenbeugungskurve verwendet werden konnte. Das deutet auf eine wieder zunehmende Homogenität der Mikrostruktur hin. Allerdings ist diese dann auch bereits deutlich vergrößert, das heißt eine Rekristallisation hat also stattgefunden.

Insgesamt besitzt ECAP-verformtes Kupfer nur eine begrenzte thermische Stabilität, welche mit zunehmendem Umformgrad abnimmt. Insbesondere bei ECAP-umgeformten Proben nach mehreren Durchgängen ist durch die reduzierte thermische Stabilität bei einer Anwendung darauf zu achten, daß nur ein möglichst geringer thermischer Einfluß existiert. Ein Experiment, bei dem eine Probe nach acht ECAP-Durchgängen ein halbes Jahr bei Raumtemperatur gealtert wurde, ergab nach einer EBSD-Analyse allerdings kaum Veränderungen der Mikrostruktur, so daß zumindest eine gewisse Stabilität für Anwendungen bei Raumtemperatur gegeben ist. Bei der beginnenden Rekristallisation tritt, wie durch Röntgenbeugungsexperimente nachgewiesen werden konnte, eine bimodale Mikrostruktur auf. Eine solche Mikrostruktur kann bei der Ein-

stellung mechanischer Kennwerte vorteilhaft sein [78, 79].

## 4.3 Mechanische Eigenschaften

Ein besonders wichtiger Grund für die Herstellung ultrafeinkörniger Werkstoffe sind natürlich die damit verbundenen Verbesserungen der mechanischen Eigenschaften. Bekanntermaßen stellt die Kornfeinung prinzipiell einen Verfestigungsmechanismus dar, welcher nicht mit einer Abnahme der Duktilität verbunden ist. Dieses trifft natürlich nicht direkt auf die mittels ECAP und anderer Verfahren der hochgradigen plastischen Umformung erzeugten Werkstoffe zu, da es sich, wie ja bereits in Kapitel 4.1 gezeigt wurde, um Materialien mit einer Deformationsmikrostruktur handelt.

### 4.3.1 Spannungs–Dehnungs–Verhalten

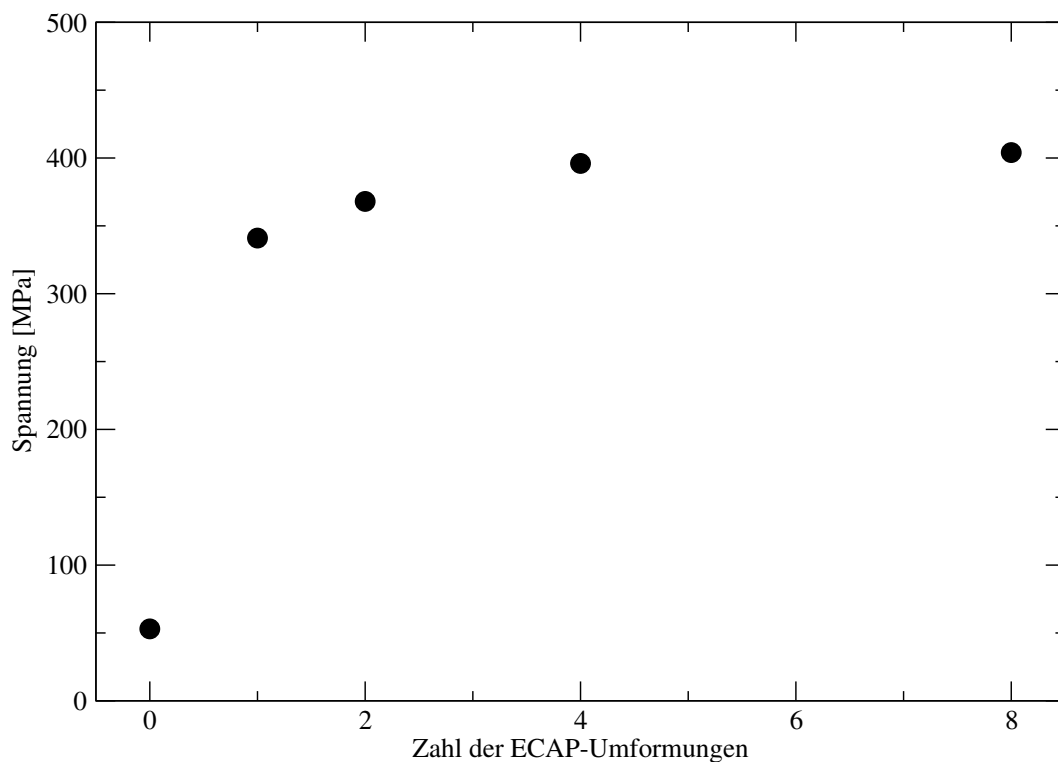


Abbildung 4.20: Änderung der 0,2%–Dehngrenze von reinem Kupfer mit zunehmender ECAP–Umformung (nach [35]).

Auch mittels ECAP umgeformtes Kupfer erweist sich als Werkstoff mit einer extrem hohen Festigkeit (insbesondere einer stark erhöhten 0,2%–Dehngrenze) und dabei reduzierter Duk-

tilität. Die extreme Steigerung der Festigkeit durch hochgradige plastische Umformung ist in Abbildung 4.20 zu erkennen.

Der in der Graphik vorhandene Wert für Kupfer ohne ECAP wurde am Ausgangszustand vor den Preßvorgängen ermittelt. Dieser ist durch eine Wärmebehandlung für zwei Stunden bei 450°C gekennzeichnet. Die außerordentliche Verfestigung des Werkstoffs nach ECAP erreichte Werte von etwa 400 MPa. Auch zeigt sich — wie schon zuvor bei der Bestimmung der Versetzungsdichte —, daß die Festigkeit bei zunehmender ECAP-Umformung eine Sättigung aufweist. Da generell Festigkeit und Versetzungsdichte korreliert sind, war ein derartiges Verhalten zu erwarten. Ähnliche Festigkeiten für reines Kupfer sind auch bei anderen Autoren zu finden [80, 81].

Die Duktilität erweist sich nach den ersten ECAP-Durchgängen als konstant niedrig, was Zugversuche an ECAP-umgeformten Proben bestätigen. Es wurde berichtet, daß die Duktilität nach vielen Preßvorgängen (mindestens 16) wieder deutlich ansteigen kann [82].

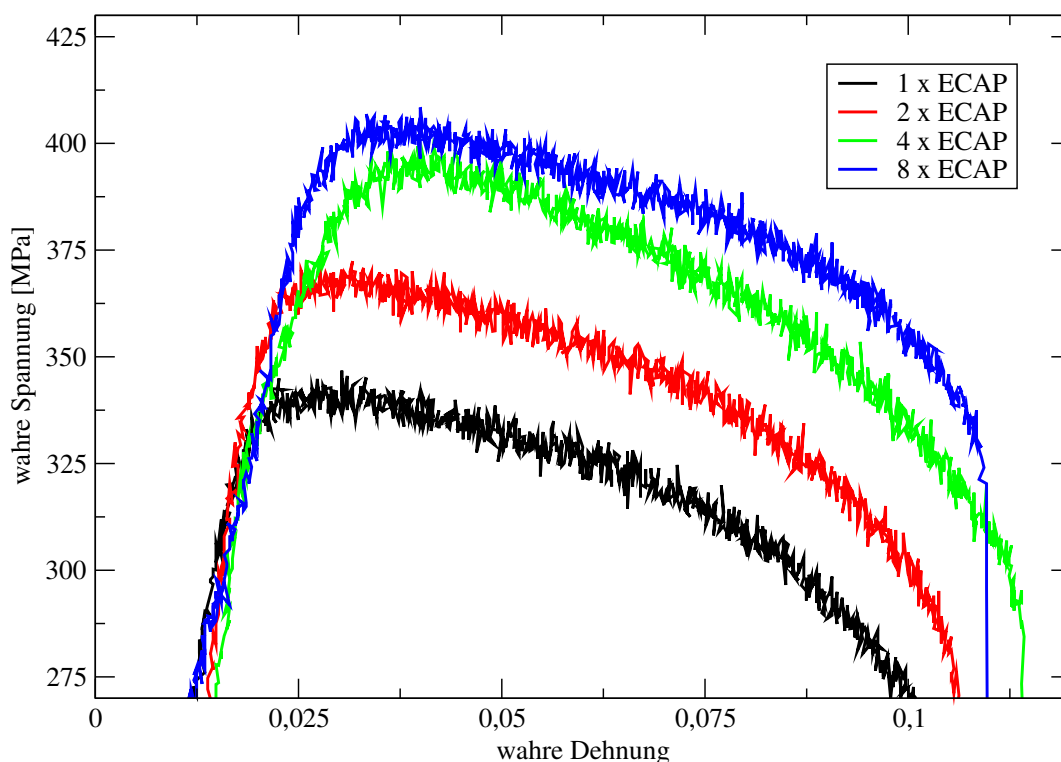


Abbildung 4.21: Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven für ECAP-umgeformtes Kupfer, Route C [35].

Abbildung 4.21 zeigt wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven, welche an ECAP-umgeformten Kupfer ermittelt wurden. Die Verformungsgeschwindigkeit betrug  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Für diese Untersuchungen wurde die Dehnung durch die Querhauptverschiebung gemessen [35]. Wieder ist die

hohe Zugfestigkeit zu erkennen. Auffällig sind die bereits für Kupfer erwähnte geringe Duktilität und die Tatsache, daß die Spannungs–Dehnungs–Kurven keinen Bereich der Verfestigung aufweisen. Direkt nach dem Erreichen der maximalen Festigkeit tritt eine Entfestigung des Werkstoffs auf. Dieser Effekt läßt sich durch die extrem hohe Versetzungsdichte, welche durch die ECAP–Umformung in den Werkstoff eingebracht wurde, erklären.

Für die Anwendung derartiger Werkstoffe kann die geringe Duktilität unerwünscht sein. Eine Strategie zur Verbesserung dieser Eigenschaft kann die in Kapitel 4.2 angesprochene, durch thermische Behandlung erzielbare bimodale Mikrostruktur sein. Dabei stellen anschaulich gesehen die ultrafeinkörnigen Anteile der Mikrostruktur die Träger der Festigkeit dar, während der grobkörnige Anteil für eine Erweiterung der Duktilität verantwortlich ist [78]. Somit kann es eine Möglichkeit sein, durch eine geeignete thermomechanische Route, welche die ECAP–Umformung mit einer passenden Wärmebehandlung kombiniert, gewünschte mechanische Eigenschaften in Bezug auf Festigkeit und Duktilität einzustellen.

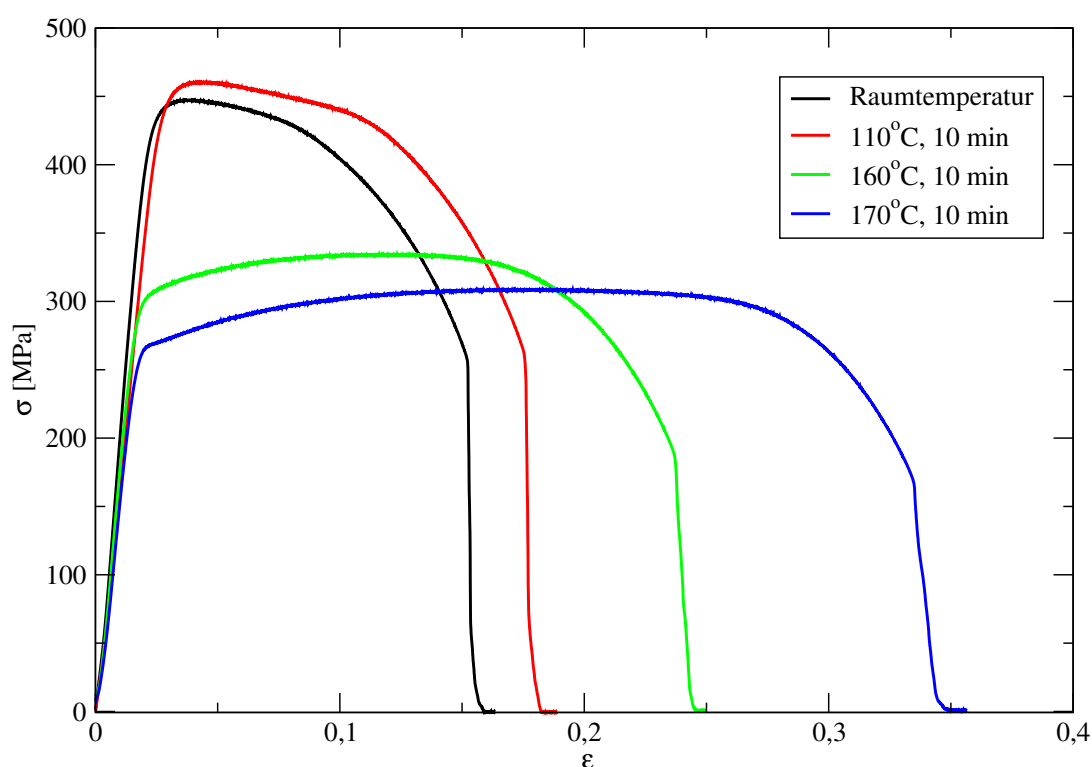


Abbildung 4.22: Spannungs–Dehnungs–Kurven für ECAP–umgeformtes Kupfer (acht Durchgänge, Route  $B_C$ ), nach isochronen Wärmebehandlungen (nach [74]).

Abbildung 4.22 enthält die aufgenommenen Spannungs–Dehnungs–Kurven für ECAP–umgeformtes Kupfer (acht Durchgänge, Route  $B_C$ ) nach einer jeweils zehnmütigen Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen. Deutlich erkennt man, daß man auf diese Weise die

mechanischen Eigenschaften kontrollieren kann. Wie aus den Ergebnissen der thermischen Stabilität zu erwarten war, gibt es kaum Änderungen der mechanischen Eigenschaften nach einer kurzen Wärmebehandlung bei 110°C. Erst bei Temperaturen, welche zu einer Bildung der bimodalen Mikrostruktur führen, kommt es zu einer beträchtlichen Zunahme der Duktilität. So kann nach einer thermischen Behandlung bei 160°C bei einer moderaten Abnahme der Festigkeit eine deutlich erweiterte Bruchdehnung erreicht werden, welche sich durch eine weitere Temperaturerhöhung noch deutlich steigern läßt. Es ist ebenfalls ersichtlich, daß die wärmebehandelten Proben wieder ein Verfestigungsverhalten aufweisen. Die erzielte 0,2%–Dehngrenze von etwa 260 MPa nach einer ECAP–Umformung einschließenden thermomechanischen Behandlung bei 170°C liegt deutlich über den Werten des Ausgangsmaterials, welche sich bei etwa 50 MPa befindet. Es ist sicherlich möglich, durch exakte Temperaturführung eine Optimierung von Festigkeit und Duktilität, je nach Anwendung, zu erreichen.

### 4.3.2 Härte

Die Härte des ECAP–umgeformten Werkstoffs ist natürlich mit der Festigkeit korreliert. Allerdings erlauben die Untersuchungen der Härte als lokale Eigenschaft, Erkenntnisse über die Homogenität der Mikrostruktur zu erhalten. Um diese Informationen zu gewinnen, wurden ECAP–umgeformte Proben nach einem bis zu acht Durchgängen (Route *C*) auf ihre Homogenität mittels Vickershärtemessungen (HV0,5) untersucht. Dabei ist die in Abbildung 3.3 vorgestellte Probenform für die Experimente ausgewählt worden. Abbildung 4.23 zeigt schematisch eine solche Probe und die verwendeten Koordinaten der Messungen.

Die Ergebnisse der Härteuntersuchungen sind in Abbildung 4.24 zusammengefaßt. Deutlich erkennt man nach dem ersten ECAP–Durchgang eine leichte Inhomogenität, insbesondere an der Unterseite der Probe. Diese geringere Härte läßt sich dadurch erklären, daß die Probe beim Pressen durch die ECAP–Matrize den Kanal nicht vollständig ausfüllt, sondern sich eine Lücke zwischen Probe und Kanal im Kanalwinkel ausbildet [83, 84, 85, 86], sofern nicht mit einem entsprechenden Gegendruck durch einen Sekundärstempel gepreßt wird [87]. Die Entstehung dieser Lücke beruht auf der Verfestigung des Kupfers während der ECAP–Umformung. Eine detaillierte Beschreibung dieses Phänomens wird in Kapitel 7 gegeben, welches sich mit der numerischen Simulation des ECAP–Prozesses beschäftigt. Die Asymmetrie zwischen der linken und der rechten Seite nach dem ersten ECAP–Durchgang läßt sich dadurch erklären, daß die Preßmatrize über eine einseitige Extrusion (an der rechten Seite der Probe) verfügte. Diese diente zur Verringerung des Ausgangskanaldurchmessers.

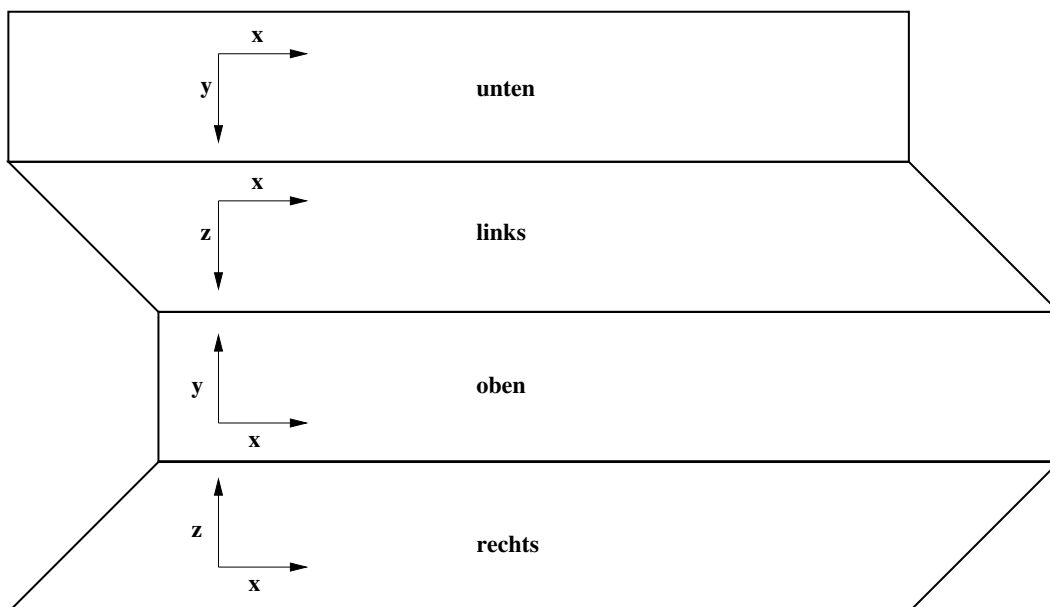


Abbildung 4.23: Schematische Darstellung einer ECAP–umgeformten Kupferprobe mit deren Meßkoordinaten (vgl. Abbildung 3.3).

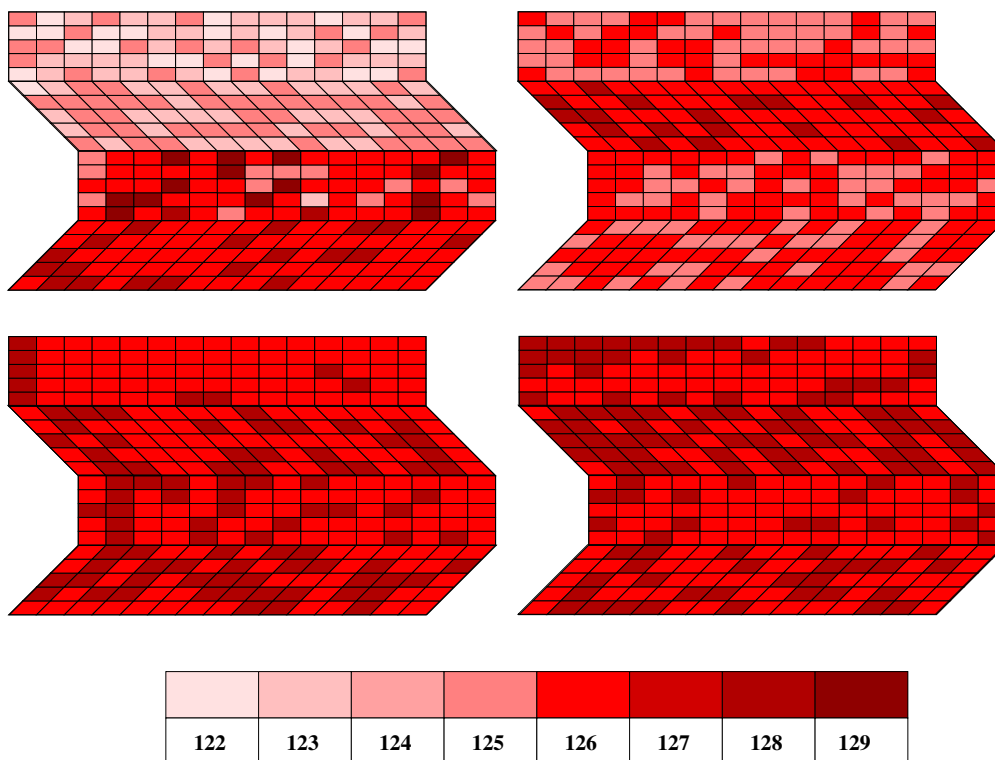


Abbildung 4.24: Ergebnisse der Härtemessungen an ECAP–umgeformten Kupferproben (links oben: ein Preßdurchgänge, rechts oben: zwei Preßdurchgänge, links unten: vier Preßdurchgänge, rechts unten: acht Preßdurchgänge) [35].

Bei dem zweiten und den folgenden Preßvorgängen, bei denen die Probe gemäß Route *C* um jeweils  $180^\circ$  um ihre Längsachse gedreht wurde, wurden die Ober- und die Unterseite der Probe vertauscht. Da sich die eingebrachte Dehnung akkumuliert, wird somit schnell eine homogene Mikrostruktur erreicht, auch wenn die insgesamt eingebrachte Dehnung innerhalb der Probe lokale Differenzen aufweist. Diese Unterschiede kann man gut aus der numerischen Simulation erkennen (Kapitel 7). Wie schon bei der Festigkeit ergibt sich auch für die Härte eine Sättigung nach wenigen ECAP-Umformungen.

Auch im Querschnitt kann man diese Inhomogenität nach einem ECAP-Durchgang sehen [88]. Unter Verwendung eines automatischen Härtetesters (Struers Duramin), welcher es erlaubt, eine Fläche mit einer hohen Dichte an Eindrücken zu vermessen, wurde eine ECAP-Probe nach einem Preßvorgang detailliert untersucht. Das Resultat ist in Abbildung 4.25 dargestellt.

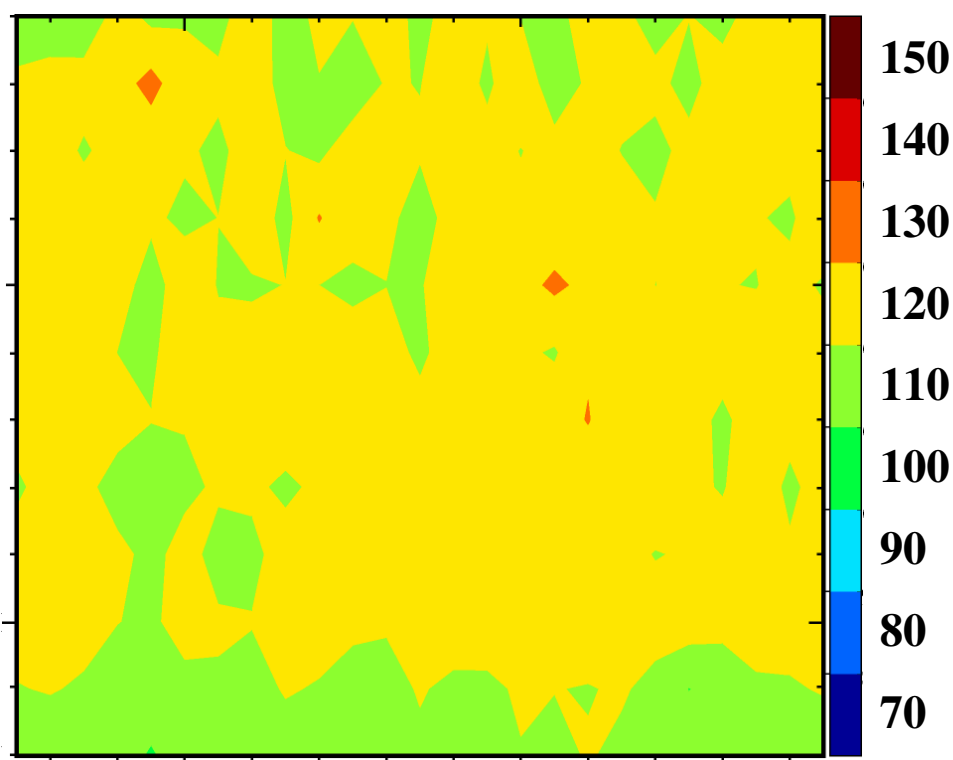


Abbildung 4.25: Ergebnisse der automatischen Härtemessung an einem Querschnitt einer ECAP-umgeformten Kupferprobe nach einem Durchgang [88].

Der rechte Balken gibt die Härtewerte (HV<sub>0,5</sub>) an. Die Probe ist im wesentlichen homogen, weist jedoch über die ganze Breite der Unterseite eine leicht geringere Härte auf. Das bedeutet, daß die Umformung über den Querschnitt von links nach rechts relativ gleichmäßig stattfindet und die Unterschiede zwischen Ober- und Unterseite der Probe sich prozeßbedingt wie bereits beschrieben einstellen. Untersuchungen an mehreren Schnitten durch die Proben ergaben auch



eine laterale Homogenität.

### 4.3.3 Zyklische Beanspruchung

Eine weitere wichtige mechanische Eigenschaft, die aber im Rahmen dieser Arbeit nicht erforscht wurde, ist das Werkstoffverhalten bei zyklischer Beanspruchung. Es existieren mehrere hervorragende Arbeiten auf diesem Gebiet. Insgesamt zeigt sich, daß sich die Lebensdauer, wenn man die Wöhlerkurve betrachtet, im Falle von ultrafeinkörnigem Kupfer im Vergleich zu grobkörnigem Kupfer verbessert [89, 90]. Allerdings kann die thermische wie auch mechanische Instabilität der Mikrostruktur, welche eine hohe Tendenz zur Erholung besitzt, auch ein Nachteil bei zyklischer Beanspruchung sein. So können zyklische Entfestigung, Kornwachstum sowie Dehnungslokalisierung den vorteilhaften Einfluß der ursprünglich ultrafeinkörnigen Struktur wieder rückgängig machen [91]. Es ergab sich, daß dehnungskontrollierte Versuche bei entsprechend hohen plastischen Dehnungsamplituden an ultrafeinkörnigem Kupfer zumeist in kürzeren Lebensdauern als bei grobkörnigem Kupfer resultierten [92, 93]. Je größer die verwendeten Dehnungsamplituden waren, desto stärker verkürzte sich im Verhältnis die Lebensdauer des ultrafeinkörnigen Kupfers.

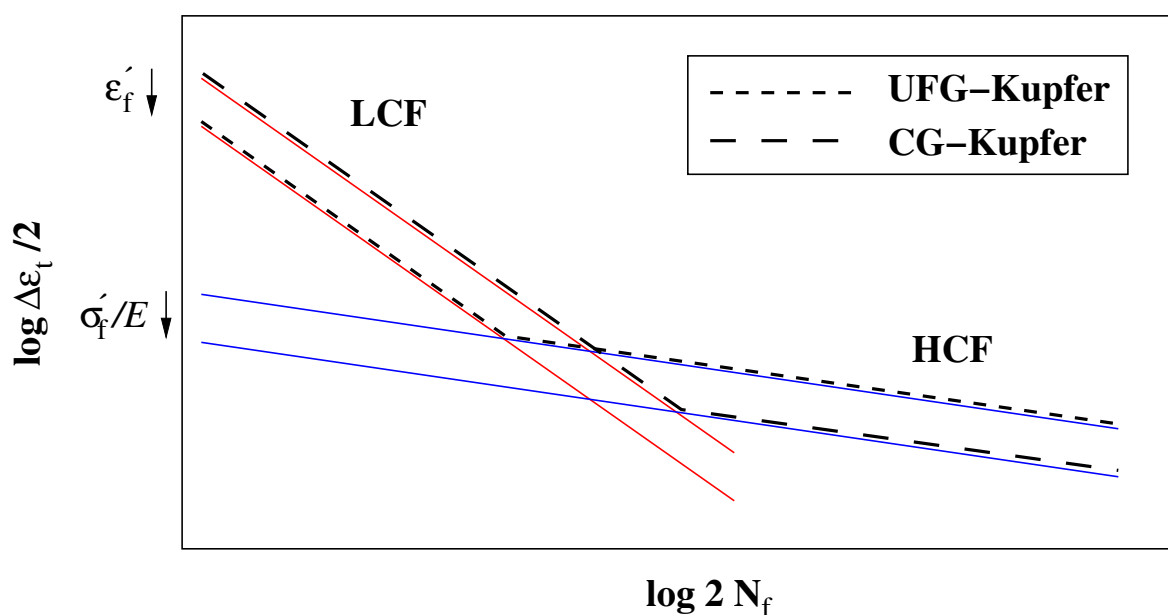


Abbildung 4.26: Ermüdungsverhalten (schematisches Coffin–Manson–Diagramm) für grobkristalline und ultrafeinkörnige Werkstoffe (nach [90]).

Abbildung 4.26 zeigt den Unterschied im Ermüdungsverhalten ultrafeinkörniger (UFG, *ultra-fine grained*) Werkstoffe im Gegensatz zu grobkörnigem (CG, *coarse grained*) Material. Man erkennt, daß im Bereich hoher Dehnungsamplituden (LCF, *low cycle fatigue*) der ultrafeinkörnigen

ge Werkstoff eine kürzere Lebenserwartung, im HCF-Bereich (*high cycle fatigue*), wo es dagegen lediglich zu elastischer Verformung kommt, eine größere Lebensspanne aufweist. Die in der Abbildung dargestellte Relation der Lebenserwartung setzt eine Aufspaltung der gesamten Dehnungsamplitude  $\Delta\epsilon_t/2$  in seine elastischen ( $\Delta\epsilon_{el}/2$ ) und plastischen ( $\Delta\epsilon_{pl}/2$ ) Anteile voraus. Damit ergibt sich:

$$\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} \cdot (2N_f)^b + \epsilon'_f \cdot (2N_f)^c \quad (4.1)$$

Der erste Term gibt die für den HCF-Bereich gültige Basquin-Beziehung wieder, wobei  $\sigma'_f$  den Koeffizienten der elastischen Wechselverformung (*fatigue strength coefficient*),  $E$  den Elastizitätsmodul,  $N_f$  die Zahl der Lastspiele bis zum Bruch und  $b$  den Exponenten des elastischen Anteils der Wöhlerlinie (*fatigue strength exponent*) beschreibt. Der zweite Term entspricht der für den LCF-Bereich geltenden Coffin-Manson-Beziehung und enthält den Koeffizienten der plastischen Wechselverformung (*fatigue ductility coefficient*)  $\epsilon'_f$ , den Exponenten des plastischen Anteils der Wöhlerlinie (*fatigue ductility exponent*)  $c$  sowie  $N_f$ . Die Steigung der in Abbildung 4.26 dargestellten Geraden entspricht den Exponenten  $b$  (blau) und  $c$  (rot).

Die erhöhte Festigkeit nach der ECAP-Umformung sorgt für einen Anstieg von  $\sigma'_f/E$ , wohingegen die Abnahme der Duktilität zu einer Verringerung von  $\epsilon'_f$  führt [82]. Somit ist eine höhere Lebenserwartung im HCF-Bereich und eine niedrigere Lebenserwartung im LCF-Bereich für das ultrafeinkörnige Material im Gegensatz zum grobkörnigen Werkstoff eine direkte Konsequenz. Des weiteren ist auch hier durch eine Wärmebehandlung eine Verbesserung der Ermüdungseigenschaften zu erwarten und bereits nachgewiesen worden [79, 94]. Die Wärmebehandlung führt zu einer Zunahme der Duktilität, was eine Verbesserung des Ermüdungsverhaltens im LCF-Bereich nach sich zieht. Da dieses mit einer Abnahme der Festigkeit verbunden ist, wird dadurch das Verhalten im HCF-Bereich geringfügig gegenüber der ursprünglichen ultrafeinkörnigen Struktur verschlechtert, verhält sich aber noch vorteilhaft im Vergleich zum grobkörnigen Material in diesem Bereich.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß ECAP-umgeformtes Kupfer deutlich verbesserte mechanische Eigenschaften aufweist. Insbesondere läßt sich eine extreme Festigkeitssteigerung durch hochgradige plastische Umformung erreichen. Die dabei erkaufte geringe Duktilität kann man durch eine geeignete Wärmebehandlung wieder deutlich vergrößern, so daß sich durch eine passende thermomechanische Route ein gezielter Zustand im Bereich hoher Festigkeit und hoher Duktilität einstellen läßt.

## 4.4 Weitere Eigenschaften

### 4.4.1 Korrosionsverhalten

Für die Anwendung von Kupfer ist es von eminenter Bedeutung, ob es durch die ECAP-Umformung und die damit verbundene ultrafeinkörnige Struktur zu einer Verschlechterung der Korrosionseigenschaften kommt. Deshalb wurde das Korrosionsverhalten zusammen mit Kollegen aus Prag, Žilina und Ufa untersucht. Dazu wurden an Proben aus reinem Kupfer (99,9 %) acht ECAP-Durchgänge nach Route  $B_C$  durchgeführt. Die Korrosionsmessungen erfolgten mit einer Voltalab 10-PGZ 100 (Radiometer Analytical SAS)-Einheit, welche aus einer konventionellen Zelle mit drei Elektroden besteht. Als Referenzelektrode wurde eine gesättigte Kalomelektrode (SCE, *saturated calomel electrode*) eingesetzt, welche über eine Haber-Luggin-Kapillare mit der eigentlichen Meßzelle verbunden war. Als Gegenelektrode diente ein Platin-Plättchen [95]. Das ultrafeinkörnige Kupferstück wurde als Arbeitselektrode verwendet und mit Teflon so abgedeckt, daß nur eine definierte Fläche ( $20 \text{ mm}^2$ ) dem jeweiligen korrosiven Medium ausgesetzt war. Vor dem Korrosionstest wurden die Proben elektrolytisch poliert, um beschädigte Oberflächenschichten zu vermeiden. Außerdem wurden sie vor der eigentlichen Messung für 10 Minuten in die jeweilige Versuchslösung eingetaucht bis zur Einstellung des Ruhepotentials. Danach wurden die Proben auf ein kathodisches Potential von  $-200 \text{ mV}$  gegenüber der Kalomelektrode gebracht, um mögliche Oxidfilme, welche sich an der Probenoberfläche gebildet haben könnten, zu entfernen.

Es wurden bei Raumtemperatur potentiodynamische Untersuchungen mit einer Geschwindigkeit von  $1 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$  über einen Bereich von  $-200 \text{ mV}$  bis hin zum transpassiven Bereich bei etwa  $1 \text{ V}$  durchgeführt. Das Korrosionspotential  $E_{corr}$  und die Korrosionsstromdichte  $i_{corr}$  wurden aus den einzelnen potentiodynamischen Kurven mit Hilfe der Tafel-Extrapolation bestimmt [96]. Die Korrosionsmedien waren zum einen eine  $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ -Lösung, zum anderen eine 3%ige NaCl-Lösung.

In Abbildung 4.27 sind die typischen Stromdichte-Potential-Kurven an dem grobkörnigen und dem ECAP-umgeformten Kupfer in  $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ -Lösung ( $\text{pH} = 0,17$ ) zu sehen. Beide Proben wiesen ein sehr ähnliches Verhalten auf und zeigten jeweils einen Aktiv-passiv-Übergang (bei dem Passivierungspotential  $E_p$ ) zwischen  $350 \text{ mV}$  und  $450 \text{ mV}$  gegenüber der Kalomelektrode sowie eine Gleichgewichtsanodenstromdichte ( $i_{an}$ ) direkt nach der Passivierung.

Dagegen stellt Abbildung 4.28 die charakteristischen Stromdichte-Potential-Verläufe an dem grobkörnigen und dem ECAP-umgeformten Kupfer in 3%ige NaCl-Lösung ( $\text{pH} = 7,01$ ) dar. Auch hier gibt es keine signifikanten Unterschiede zwischen den beiden Kurven. Es existieren in diesem Fall zwei Passivierungspotentiale. Das erste bei  $E_{p1}$  kann durch einen sich auf der Kupferoberfläche bildenden CuO-Film erklärt werden [98, 99], während das zweite Passivie-

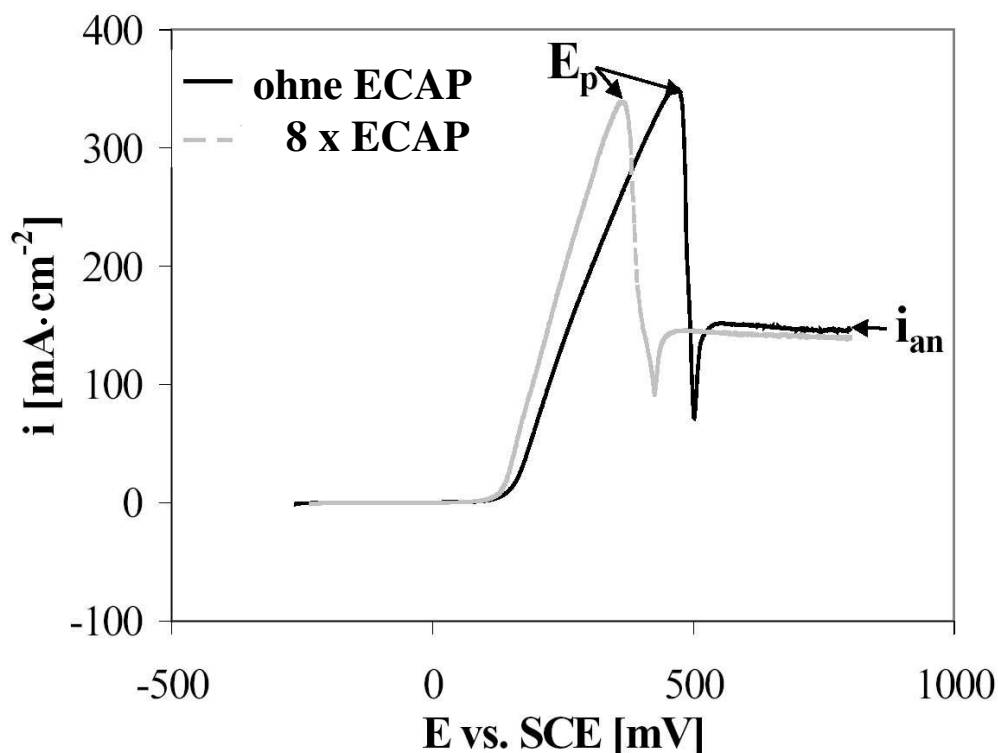


Abbildung 4.27: Potentiodynamische Kurven gemessen an grobkörnigem und mittels ECAP umgeformtem Kupfer in 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Lösung [97].

rungspotential bei  $E_{p2}$  mit der Oxidation zu  $\text{Cu}_2\text{O}_3$  assoziiert werden kann. Es existiert in der Kochsalzlösung keine konstante Anodenstromdichte  $i_{an}$ .

Folgende Korrosionscharakteristika wurden aus den gemessenen Stromdichte–Potential–Kurven ermittelt:

- das Korrosionspotential  $E_{corr}$  als Maß für den Widerstand gegen Korrosion, welches von der Oberflächenbeschaffenheit der Probe abhängt,
- die Korrosionsstromdichte  $i_{corr}$ , welche die Korrosionsgeschwindigkeit in einem gegebenen korrosiven Medium beim Korrosionspotential  $E_{corr}$  beschreibt,
- die Gleichgewichtsanodenstromdichte  $i_{an}$ , welche nach der Passivierung der Oberflächen erreicht wird und die Auflösungsgeschwindigkeit im passivierten Zustand wiedergibt.

Die Ergebnisse der Korrosionsmessungen sind in Tabelle 4.1 zusammengefaßt. Wie man erkennt, bestehen nur marginale Abweichungen in den Korrosionseigenschaften in den ausgewählten korrosiven Medien zwischen dem grobkörnigen und dem ultrafeinkörnigen Kupfer. Allerdings unterscheidet sich das Korrosionsverhalten in 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Lösung und 3%iger

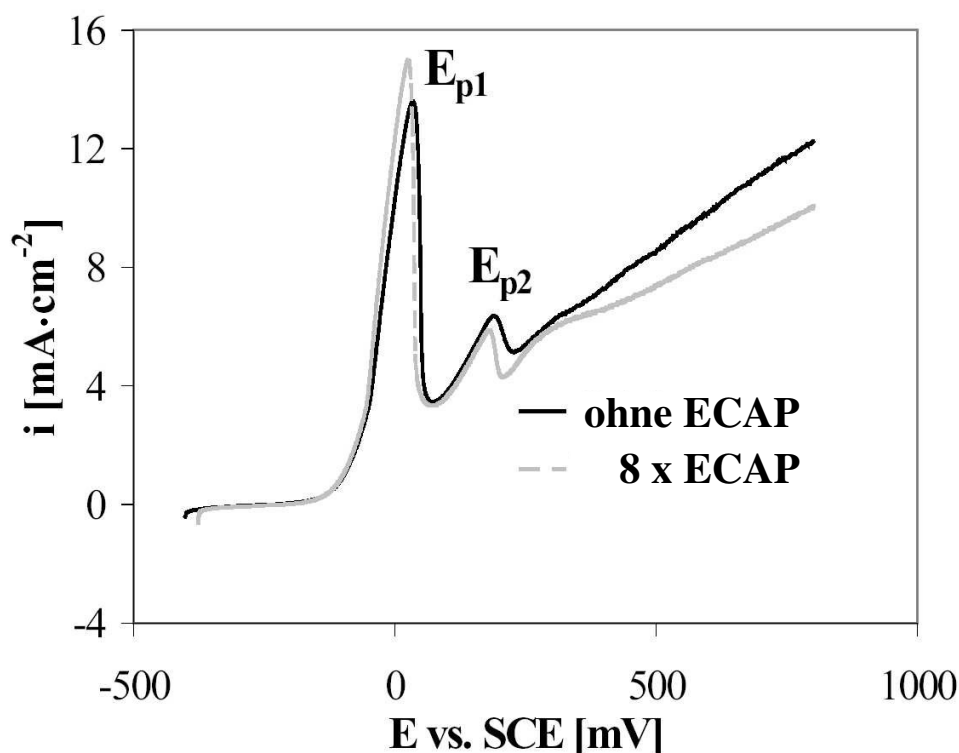


Abbildung 4.28: Potentiodynamische Kurven gemessen an grobkörnigem und mittels ECAP umgeformtem Kupfer in 3%iger NaCl-Lösung [97].

NaCl-Lösung signifikant. Abgesehen von der ähnlichen Korrosionsstromdichte sind alle anderen Kenngrößen im Falle der Kochsalzlösung deutlich niedriger. Das zeigt, daß der Korrosionswiderstand der verwendeten Kupferproben generell in der NaCl-Lösung geringer war als in der  $H_2SO_4$ -Lösung. Dagegen war trotz der annähernd gleichen Korrosionsstromdichte  $i_{corr}$  in den beiden Medien nach der Passivierung eine wesentlich kleinere anodische Auflösungsgeschwindigkeit bei der Kochsalzlösung zu beobachten. Dieser Effekt läßt sich dadurch erklären, daß die Korrosionsprodukte (zum Beispiel  $CuSO_4$  [99]), welche bei der Auflösung in der verdünnten Schwefelsäure an der Probenoberfläche entstehen, eine deutlich höhere Löslichkeit aufweisen. Zusätzlich ist die größere Auflösungsgeschwindigkeit noch durch den deutlich niedrigeren pH-Wert der 1 M  $H_2SO_4$ -Lösung begünstigt.

Ein wesentlicher Unterschied konnte im Korrosionsverhalten des grobkörnigen Kupfers im Vergleich zum hochgradig plastisch umgeformten Kupfer trotzdem festgestellt werden. Zur Überprüfung der Lokalisation des Korrosionsangriffs wurden rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen (Tesla BS343, 15 kV) durchgeführt. Deren Ergebnisse sind in Abbildung 4.29 zu sehen.

Das linke Teilbild zeigt den Angriff der NaCl-Lösung an der Oberfläche der ECAP-umge-

1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	$E_{corr}$ [mV]	$i_{corr}$ [ $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ ]	$i_{an}$ [ $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$ ]	$E_p$ [mV]
ohne ECAP	-79	45	159	470
8 x ECAP	-54	30	142	361
3 % NaCl	$E_{corr}$ [mV]	$i_{corr}$ [ $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ ]	$i_{an}$ [ $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$ ]	$E_{p1}; E_{p2}$ [mV]
ohne ECAP	-234	23	6-12	37; 195
8 x ECAP	-206	30	5-10	27; 185

Tabelle 4.1: Korrosionsdaten für grobkörniges und für mit ECAP umgeformtes Kupfer in 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lösung sowie 3%iger NaCl-Lösung.

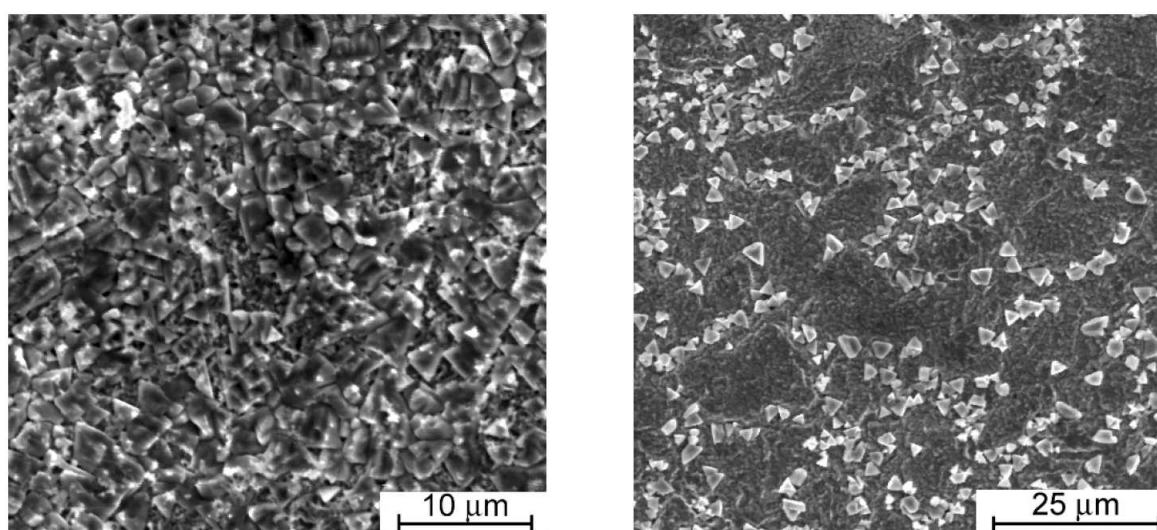


Abbildung 4.29: REM-Aufnahmen der Probenoberflächen nach dem Korrosionstest in der NaCl-Lösung, links: ultrafeinkörniges Kupfer, rechts: grobkörniges Kupfer [97].

formten Probe. Es ist ein homogener und glatter Korrosionsangriff zu erkennen ohne Anzeichen für eine bevorzugte Korrosion an den Korngrenzen. Dagegen offenbart das rechte Bild mit der Oberfläche des grobkörnigen Kupfers einen deutlich heterogenen Korrosionsangriff, bei dem die Korngrenzen signifikant stärker betroffen sind als das Korninnere. Somit erweist sich, daß es bei dem ultrafeinkörnigen Kupfer zu einer deutlich geringeren Lokalisation des Korrosionsangriffs kommt, was für die gesamten Korrosionseigenschaften als vorteilhaft zu werten ist.

#### 4.4.2 Leitfähigkeit

Gerade bei Kupfer ist dessen hohe Leitfähigkeit eine sehr wichtige Eigenschaft, welche beim Legieren in vielen Fällen stark reduziert wird. Es stellte sich die Frage, inwieweit bei der neuen ultrafeinkörnigen Mikrostruktur und den damit verbundenen verbesserten mechanischen Ei-

genschaften auch die Leitfähigkeit erhalten bleibt. Dazu wurden gemeinsame Experimente zur Messung der Wärmeleitfähigkeit mit Kollegen vom Technion in Haifa durchgeführt.

Der eingesetzte Versuchsaufbau verwendet eine stationäre Methode zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit [100]. Dabei wird einer Kupferprobe und einer Referenzprobe (Makor) der gleiche unidirektionale thermische Fluß auferlegt. Dazu wurden die Proben übereinander zwischen eine beheizte und eine gekühlte Platte eingebracht. Um den thermischen Widerstand zwischen den beiden Proben zu minimieren, wurden die Kontaktflächen fein poliert und mit einer leitenden Graphitpaste versehen.

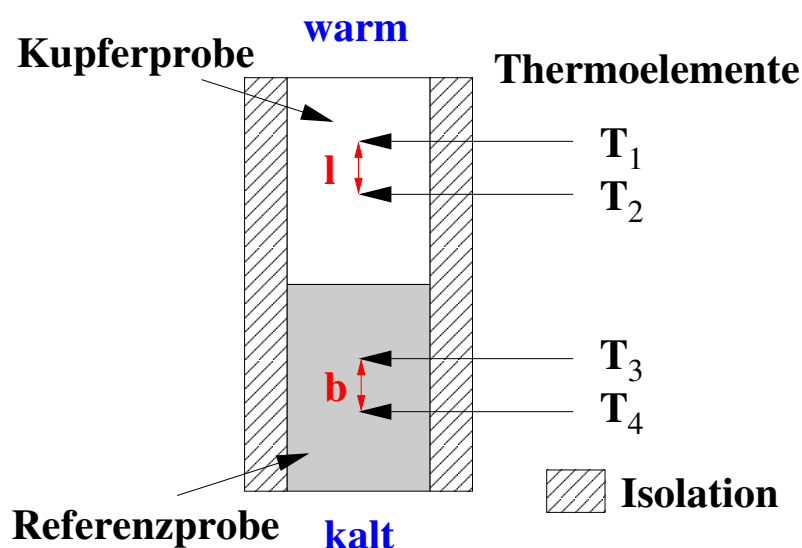


Abbildung 4.30: Schematischer Versuchsaufbau zur Messung der Wärmeleitfähigkeit (nach [53]).

Abbildung 4.30 veranschaulicht die Versuchsanordnung. An denjenigen Stellen der Proben, an denen die vier Thermoelemente angreifen, werden die Temperaturen  $T_n$  ( $n = 1, 2, 3, 4$ ) gemessen. So ergibt sich bei einer bekannten Wärmeleitfähigkeit  $k_{ref}$  der Referenzprobe eine einfache Beziehung zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit  $k$  der Kupferprobe:

$$k \cdot \frac{T_1 - T_2}{l} = k_{ref} \cdot \frac{T_3 - T_4}{b} \quad (4.2)$$

Dabei sind  $l$  und  $b$  die in Abbildung 4.30 markierten Meßlängen zwischen den jeweiligen Thermoelementen. Der Gesamtmeßfehler dieses experimentellen Aufbaus ist geringer als 8 %, was durch Testmessungen an Proben mit aus der Literatur bekannten Wärmeleitfähigkeiten bewiesen wurde [53].

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 4.31 zu sehen. Um die geringe experimentelle Streuung der Meßwerte zu verdeutlichen, wurde jede eingesetzte ECAP–umgeformte Kupferprobe in vier Teile zerlegt und für diese jeweils einzeln die Wärmeleitfähigkeit bestimmt.

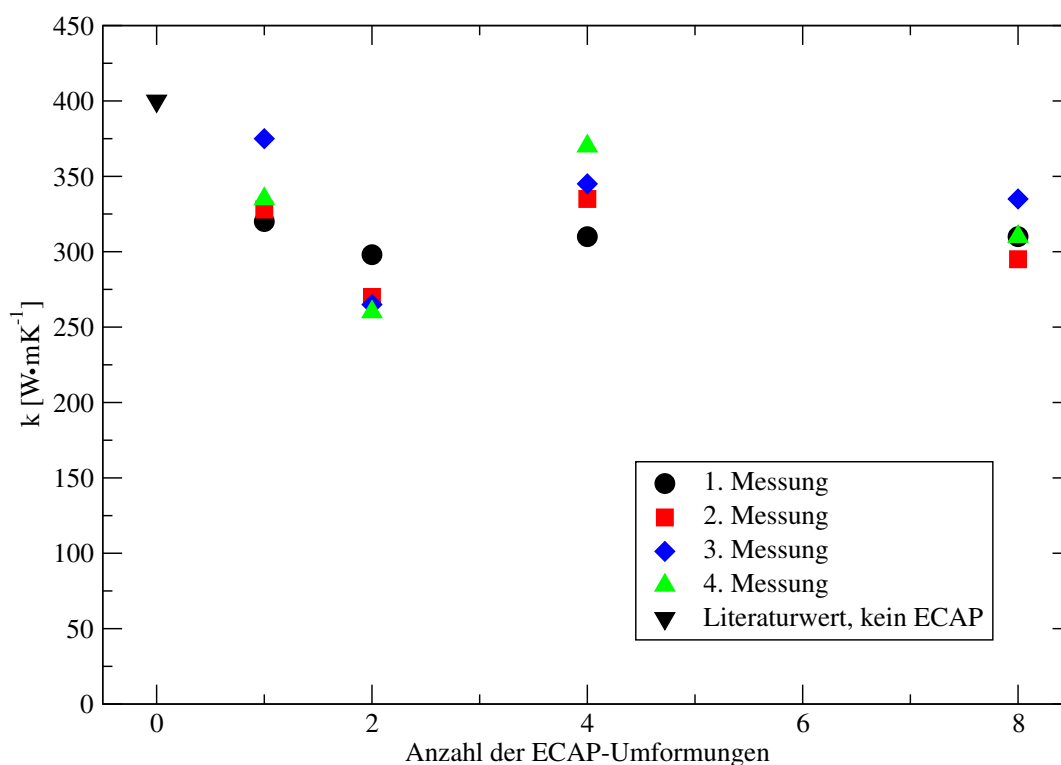


Abbildung 4.31: Ergebnisse der Messungen der Wärmeleitfähigkeit von ECAP–umgeformtem Kupfer (nach [53]).

Die Ergebnisse für diese vier Teilstücke wurden jeweils mit 1. Messung, 2. Messung, 3. Messung sowie 4. Messung gekennzeichnet.

Deutlich ist zu erkennen, daß es durch ECAP nicht zu einer dramatischen Abnahme der Wärmeleitfähigkeit gegenüber dem Literaturwert für grobkörniges Kupfer kommt. Interessant ist, daß die Wärmeleitfähigkeit sich nicht monoton veränderte, sondern daß es ein für alle Proben reproduzierbares Minimum nach zwei ECAP–Durchgängen gab. Eine mögliche Erklärung könnte sein, daß in den verwendeten hochgradig plastisch umgeformten Proben die relative Halbwertsbreite der Zellgrößenverteilungen variiert. Ein derartiges Verhalten konnte durch Messungen der Verteilungen an gleichartig hergestellten Proben (Abbildung 4.4) bestätigt werden. Nach einem Modell für die thermische Leitfähigkeit [53] könnte sich das auf die Elektronenreflektivität und somit direkt auf die ermittelte Leitfähigkeit in der beobachteten Weise auswirken. Es bleibt aus diesen Versuchen festzuhalten, daß ECAP zwar einen Einfluß auf die Wärmeleitfähigkeit besitzt, daß aber die verursachte Abnahme relativ gering ist. Da in Metallen die Wärmeleitfähigkeit und die elektrische Leitfähigkeit miteinander korrelieren (Wiedemann–Franz–Gesetz), sind ähnliche Ergebnisse für die elektrische Leitfähigkeit zu erwarten.



### 4.4.3 Verschleißverhalten

Die Frage der Verschleißbeständigkeit von ECAP–umgeformtem Kupfer wurde bisher in der Literatur überhaupt nicht behandelt. Für die Anwendung dieses Materials ist diese Eigenschaft jedoch von Bedeutung. So wurden erste vorläufige Experimente am IWW zu diesem Thema durchgeführt [101].

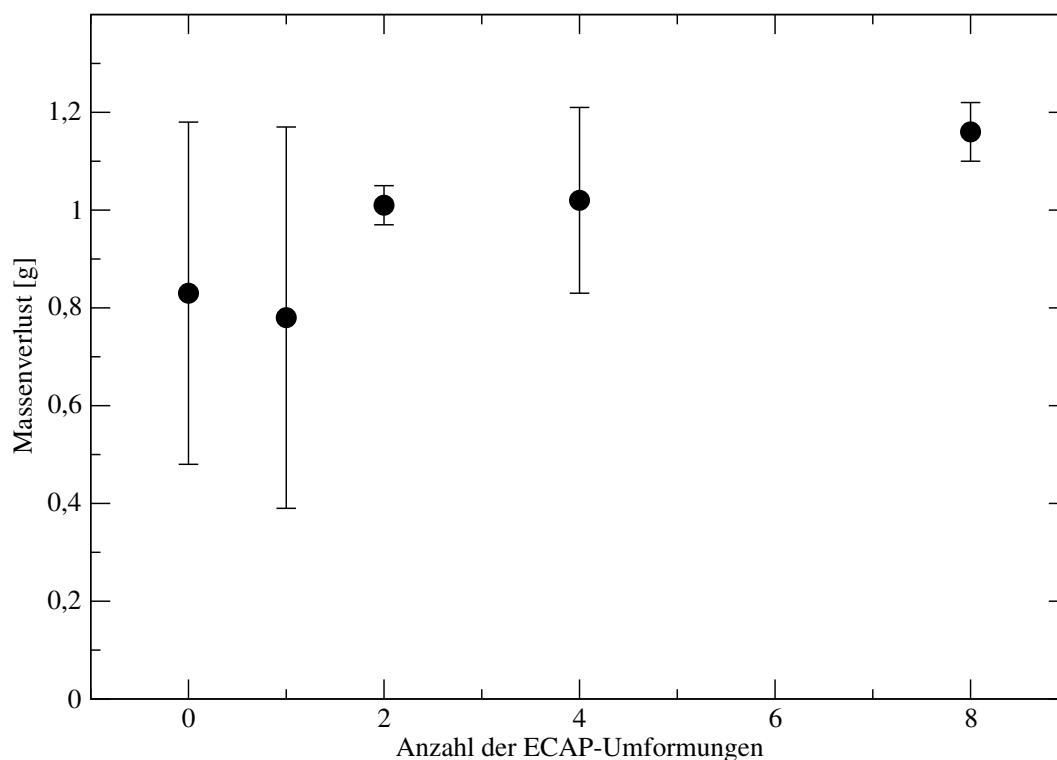


Abbildung 4.32: Massenverluste der Stift–Rolle–Systeme nach jeweils zweistündiger Versuchsdauer (nach [101]).

Dazu wurde ein Stift–Rolle–Versuch verwendet, bei dem die Stifte aus hochgradig plastisch umgeformten Kupferproben mit verschiedenen Umformgraden bestanden. Das Ziel war es, einen Kupfer–Kupfer–Kontakt, wie er in Kupfer–Steckverbindern besteht, nachzustellen. Da mit der ECAP–Apparatur keine ausreichend großen Rollen hergestellt werden konnten, wurde grobkörniges Kupfer als Ausgangsmaterial für die Rollen genommen. Die Versuchsdauer für den Stift–Rolle–Versuch betrug jeweils zwei Stunden, es wurde eine Last von 100 N verwendet, und die Geschwindigkeit der Rolle war  $2 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ .

Die Abbildung 4.32 faßt die Ergebnisse der Versuchsreihe in Form der aufgetretenen Gesamtmassenverluste der Stift–Rolle–Systeme zusammen. Insgesamt liegt der Abbildung eine niedrige Statistik zugrunde, sie soll nur Tendenzen aufzeigen. Die großen Fehlerbalken lassen sich unter anderem auch damit begründen, daß bei einigen Experimenten relativ früh eine starke

Schädigung der Oberfläche der Rollen auftrat und somit ein verstärkter Materialabtrag zu verzeichnen war. Des weiteren blieb zum Teil auch von den Rollen abgetragenes Material an den Stiften haften. Insgesamt zeigte sich, daß der Abtrag im Gesamtsystem bei diesen Versuchen kaum von der Anzahl der ECAP-Umformungen abhing.

Einen Unterschied stellt man allerdings fest, wenn man die Oberflächen der verwendeten Stifte untersucht. Die Oberflächenrauigkeit wurde mittels Weißlichtinterferometrie (Wyko DMEMS NT 1000, Veeco Instruments) am Institut für Tribologie und Reibungstechnik bestimmt. Dazu wurde an jeweils etwa zehn Ausschnitten der entsprechenden Probenoberfläche die Rauigkeit ermittelt. Die Messungen wurden an einer grobkörnigen Kupferprobe und einer Kupferprobe nach acht ECAP-Umformungen nach dem Verschleißtest durchgeführt. Beide Proben wiesen maximale Rißiefen von bis zu  $40 \mu\text{m}$  auf. Allerdings zeigte sich, daß die ECAP-umgeformte Probe in allen betrachteten Ausschnitten eine deutlich geringere Oberflächenrauigkeit aufwies. Mittelt man die gemessenen Oberflächenrauigkeiten der betrachteten Ausschnitte, ergibt sich für das grobkörnige Kupfer ein Wert von  $R_a = 1,31 \mu\text{m}$  und für das ultrafeinkörnige Kupfer ein Wert von  $R_a = 0,84 \mu\text{m}$ . Somit läßt sich feststellen, daß die hochgradig plastisch umgeformten Proben nach den Verschleißtests eine glattere Oberfläche behalten als das grobkörnige Kupfer.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß das Korrosionsverhalten von ultrafeinkörnigem Kupfer in verdünnter Schwefelsäure sowie Kochsalzlösung dem des grobkörnigen Kupfers sehr ähnlich ist. Allerdings kommt es beim ECAP-umgeformten Kupfer nicht zu einer Lokalisation des Korrosionsangriffs, sondern zu einer gleichmäßigen Korrosion, was einen Vorteil gegenüber dem grobkörnigen Kupfer darstellt. Des weiteren wurde gezeigt, daß die Wärmeleitfähigkeit von Kupfer sich durch die hochgradige plastische Umformung nur geringfügig verschlechtert, was für die Anwendung reinen Kupfers relativ wichtig ist. Schließlich konnte angedeutet werden, daß sich das Verschleißverhalten von Kupfer nach der ECAP-Umformung im Stift-Rolle-Versuch nicht verschlechtert. Es wurden nach den Verschleißtests bei den mittels ECAP umgeformten Proben geringere Oberflächenrauigkeiten festgestellt als im Falle des grobkörnigen Kupfers.

# Kapitel 5

## Einfluß von ECAP auf hochreines Aluminium

### 5.1 Einleitung

Hochreines Aluminium wurde im Rahmen dieser Arbeit als Testmaterial für die Simulation des ECAP-Prozesses ausgewählt (vergleiche Kapitel 7). Generell läßt sich Aluminium recht gut mittels ECAP verarbeiten, da es über eine nur geringe Festigkeit sowie, durch die Gitterstruktur bedingt, über eine exzellente Umformbarkeit verfügt.

Durch das große Interesse der Industrie am Werkstoff Aluminium gibt es weltweit inzwischen mehrere Arbeitsgruppen, welche intensiv die Eigenschaften von Aluminiumlegierungen nach der hochgradigen plastischen Umformung untersuchen. Dabei stehen verschiedene Aspekte im Vordergrund. Unter anderem beschäftigt man sich gezielt mit der Eigenschaftsverbesserung bestimmter Aluminiumlegierungen. Dazu gehören insbesondere thermomechanische Routen zur Optimierung der mechanischen Eigenschaften ausscheidungshärtender Legierungen wie der Al-Mg-Si-Legierung 6061 [102, 103]. In diesen Arbeiten wurde gezeigt, daß man durch eine geeignete Wärmebehandlung nach der ECAP-Umformung eine Steigerung insbesondere der Festigkeit erreichen kann. Ähnliche Studien, in denen es auch um den Einfluß der Ausscheidungen auf die mechanischen Eigenschaften ging, wurden in letzter Zeit an der ebenfalls industriell häufig verwendeten Al-Mg-Si-Legierung 6082 durchgeführt [104, 105, 106]. Die Vorgehensweise zum Erzielen von hoher Festigkeit und Duktilität in ausscheidungshärtenden Aluminiumlegierungen wurde vor kurzem sehr gut in [107] beschrieben, wobei eine Aluminiumlegierung mit 10,8 Gew.-% Silber als Testlegierung eingesetzt wurde. Dabei konnte durch ECAP mit nachfolgendem Altern bei 100°C für 100 Stunden gegenüber dem grobkörnigen Material, welches nur lösungsgeglüht und dann unter gleichen Bedingungen gealtert wurde, eine deutliche Stei-

gerung der Zugfestigkeit (von 180 MPa auf 270 MPa) bei leicht verbesserter Duktilität erzielt werden. Die Ursache für eine solche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wird in der Bildung nanoskaliger Ausscheidungen in der Matrix gesehen. Neben diesen Ausscheidungen spielt noch die während der Alterung auftretende Erholung, welche zu einem Abbau der inneren Spannungen führt, sowie die Tatsache, daß bei der Alterungstemperatur kaum eine Kornvergrößerung auftritt, eine entscheidende Rolle für das Einstellen der gewünschten Eigenschaften.

Ein weiteres Thema, welches für die Anwendungen von Aluminiumlegierungen eine wichtige Rolle spielt, ist die Möglichkeit, durch ECAP-Umformung und eventuell geeignete nachfolgende Wärmebehandlung superplastische Zustände erreichen zu können. Insbesondere sind dabei superplastische Eigenschaften bei niedrigen Temperaturen und relativ hohen Dehngeschwindigkeiten interessant. So konnten im Falle der Al-Zn-Mg-Cu-Legierung 7034 bei einer Umformgeschwindigkeit von  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  Bruchdehnungen von über 1000 % realisiert werden [108, 109]. Ebenso ist, wenn auch bei geringeren Verformungsgeschwindigkeiten von  $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , superplastisches Verhalten in einer Al-Mg-Sc-Legierung bei einer niedrigen homologen Temperatur von nur 200°C realisiert worden [110].

Auch über Forschungsergebnisse an technisch reinem Aluminium (Reinheit 99,5 %), welches sich hervorragend als Modellmaterial eignet, sind erste Veröffentlichungen erschienen [111, 112, 113], welche die Evolution der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften beschreiben. Ebenso gibt es erste Arbeiten, die sich mit der Texturentwicklung von reinem Aluminium nach ECAP beschäftigen [114, 115, 116].

## 5.2 ECAP an hochreinem Aluminium

Das als Modellmaterial am IWW eingesetzte Aluminium war, im Gegensatz zu dem in den meisten Studien verwendete technisch reinen Werkstoff, mit einer Reinheit von  $> 99,99 \%$  hochrein. Der deutlich reduzierte Grad an Verunreinigungen stabilisierte das Material bei und nach der ECAP-Umformung thermisch weitaus weniger, als es in Vergleichsstudien der Fall war. Dennoch konnten ähnliche Korngrößen und mechanische Eigenschaften erzielt werden. Die Zunahme der Festigkeit des hochreinen Aluminiums zeigt Abbildung 5.1.

Es war durch die hochgradige plastische Umformung ein starker Anstieg der 0,2%-Dehngrenze von etwa 30 MPa auf über 100 MPa zu verzeichnen. Wie auch beim Kupfer wurde eine schnelle Sättigung der Festigkeit erreicht. Ebenso ist beim hochreinen Aluminium die starke Festigkeitssteigerung mit einer deutlichen Abnahme der Duktilität verbunden. Spannungs-Dehnungs-Kurven hochreinen Aluminiums sind in Abbildung 5.2 zu sehen.

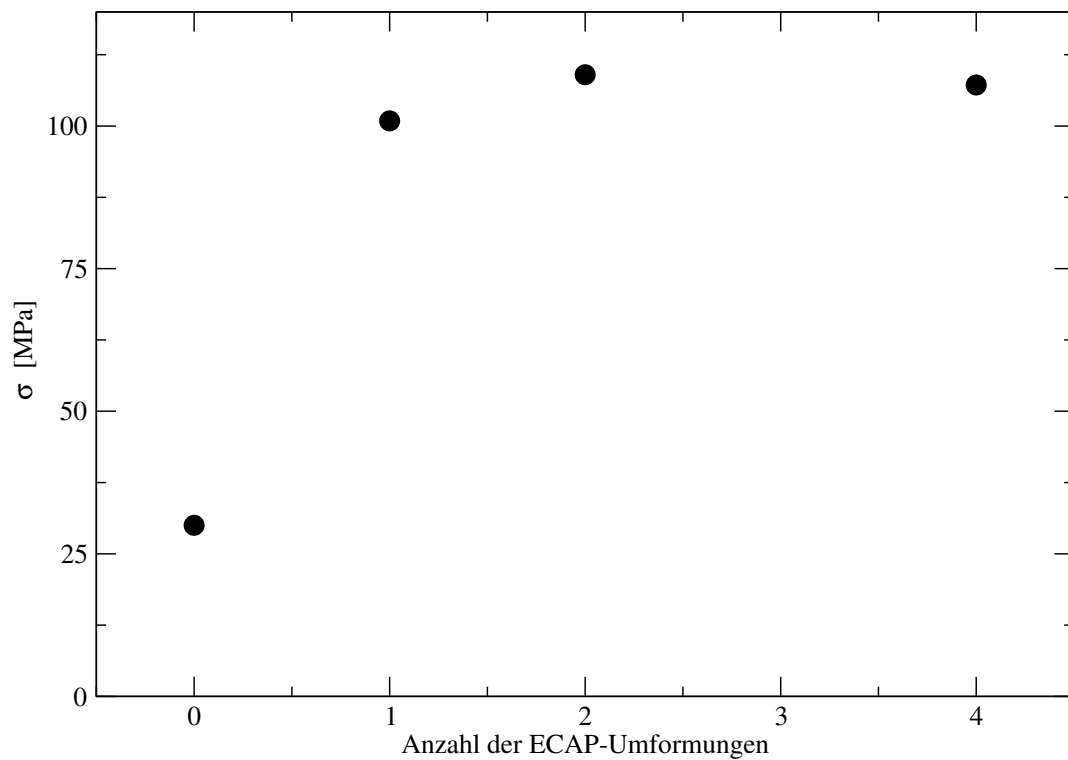


Abbildung 5.1: Einfluß zunehmender ECAP-Umformung auf die 0,2%-Dehngrenze von hochreinem Aluminium.

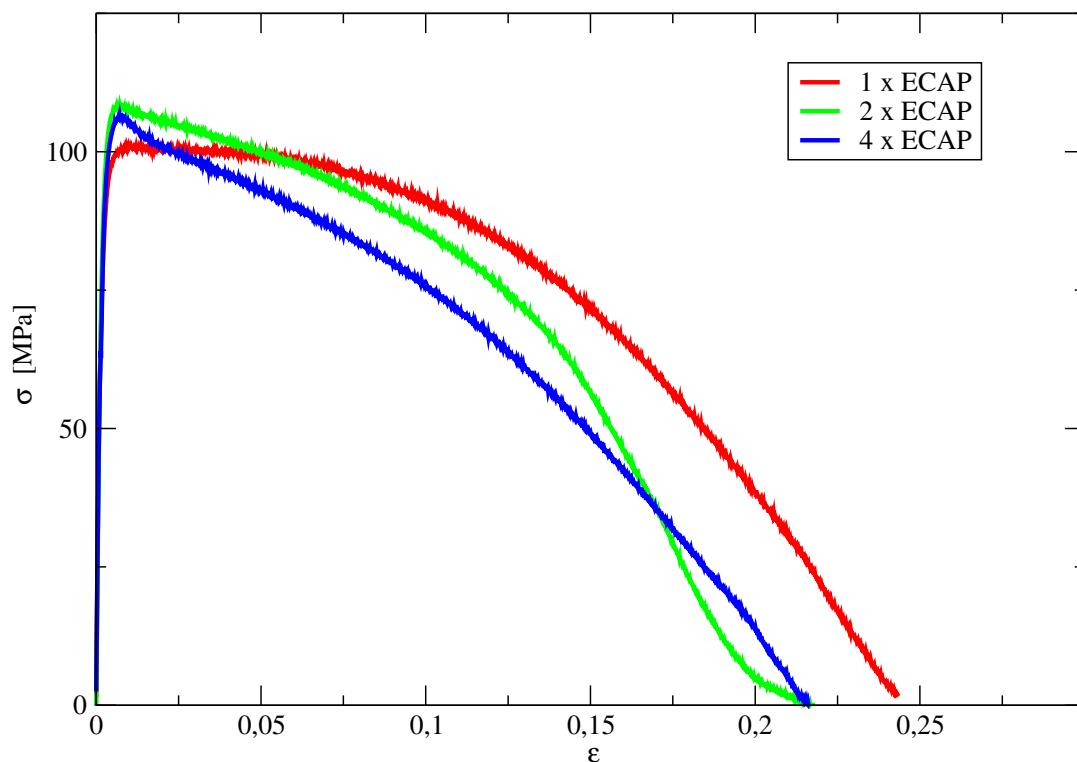


Abbildung 5.2: Spannungs-Dehnungs-Kurven von hochreinem Aluminium nach ECAP ( $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ ) (nach [115]).

Man erkennt ganz klar die für reines Aluminium relativ niedrige Bruchdehnung bei einem signifikanten Zuwachs an Festigkeit. Im Vergleich dazu beträgt die Bruchdehnung im weichgeglühten Zustand etwa 40 %. Auch hier kam es im Zugversuch zu einer Entfestigung nach dem Erreichen der Streckgrenze. Generell sind die Unterschiede im Zugversuch zwischen den verschieden häufig umgeformten ECAP–Proben sehr gering. Bei niedrigerer Dehngeschwindigkeit kann sich die Duktilität, insbesondere bei höheren Umformgraden, noch verbessern (Ergebnisse an Aluminium mit einer Reinheit von 99,5 %) [117, 118].

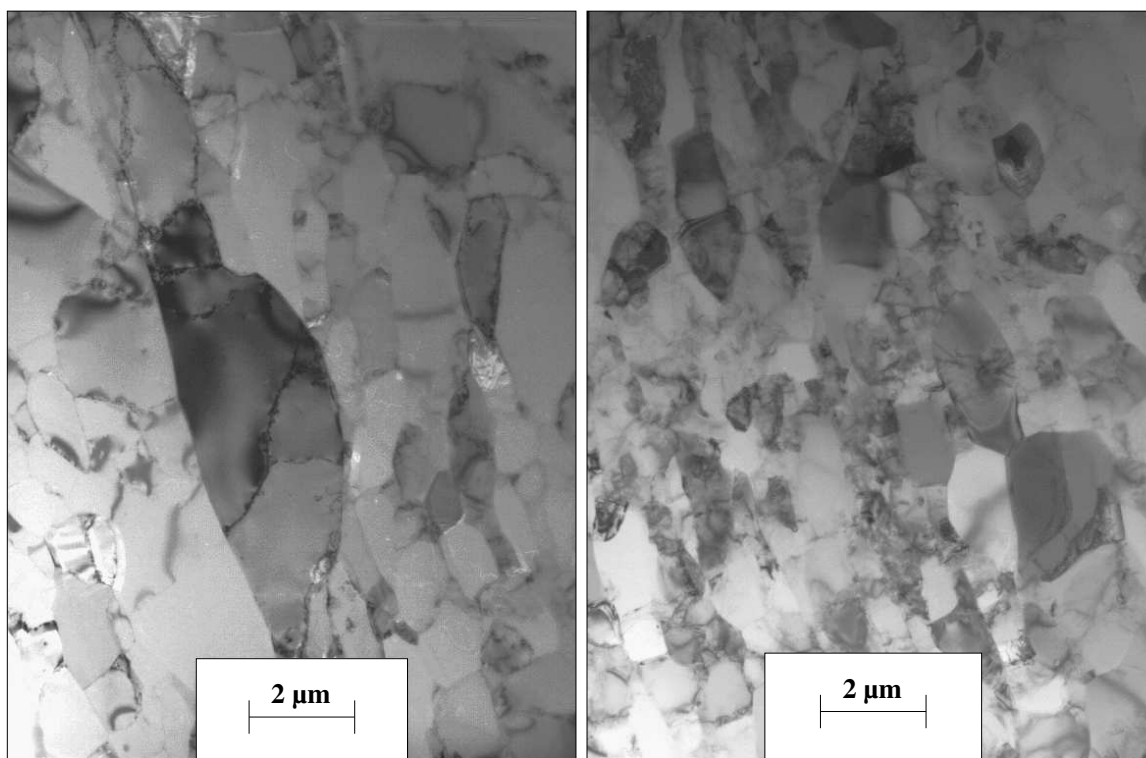


Abbildung 5.3: TEM–Aufnahmen von hochreinem Aluminium nach einer (links) und nach zwei ECAP–Umformungen (rechts), Route *C* [115].

Abbildung 5.3 enthält TEM–Aufnahmen des hochreinen Aluminiums nach der ECAP–Umformung, Route *C*. Aus beiden Bildern wird ersichtlich, daß bereits eine Kornfeinung stattgefunden hat. Allerdings hat sich noch keine ausgeprägte neue Kornstruktur gebildet. Dieses geschieht jedoch nach acht ECAP–Durchgängen, wobei dann aber bereits eine teilweise rekristallisierte Mikrostruktur vorliegt. Der Grund für die beim ECAP–Pressen eintretende dynamische Rekristallisation ist in der hohen Reinheit des verwendeten Werkstoffs zu sehen. Abbildung 5.4, rechts, veranschaulicht diesen Effekt. Es sind klar definierte Korngrenzen sowie Tripelpunkte zu erkennen. Untersuchungen der Misorientierung benachbarter Körner in diesem rekristallisierten Bereich mittels Analyse der Kikuchi–Linien haben ergeben, daß es sich in allen betrachteten

Fällen um Großwinkelkorngrenzen handelt [119]. Nach vier ECAP-Durchgängen (Abbildung 5.4, links), war diese Gefügebildung noch nicht so weit fortgeschritten. Allerdings gab es auch bei dieser Probe schon Bereiche, welche eine beginnende Rekristallisation aufwiesen. Diese Effekte waren an Aluminiumproben mit einer geringeren Reinheit so nicht zu beobachten; auch zeigte sich dort eine wesentlich geringere Korngröße [120].

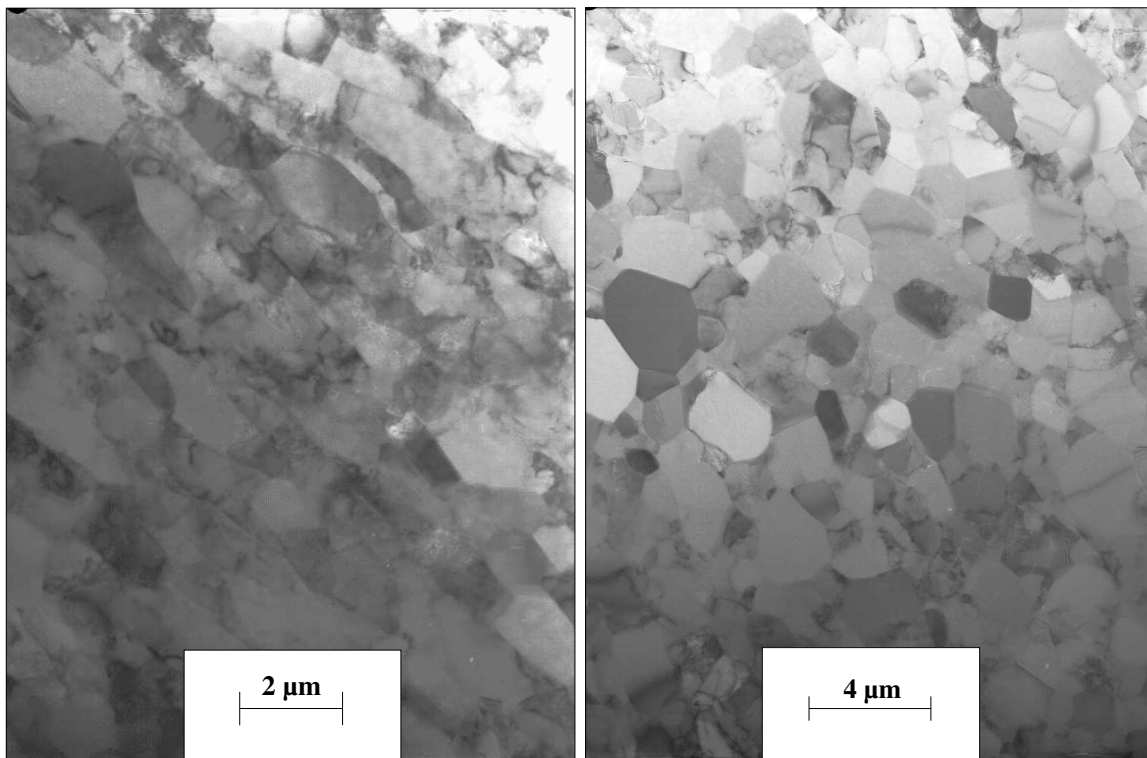


Abbildung 5.4: TEM-Aufnahmen von hochreinem Aluminium nach vier (links) [115] und nach acht ECAP-Umformungen (rechts) [119], Route C.

Die Evolution des Zelldurchmessers nach ECAP für das hochreine Aluminium ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Die Ausgangskorngröße vor der hochgradigen plastischen Umformung betrug etwa 2 mm. Bereits nach einem ECAP-Durchgang ist eine wesentliche Reduktion der Korngröße auf etwa  $1,3 \mu\text{m}$  im Transmissionselektronenmikroskop zu erkennen. Die weiteren ECAP-Umformungen führten zu einer zusätzlichen, geringen Verkleinerung der mittleren Korngröße auf bis zu etwa 750 nm, bei der allerdings eine Sättigung der Kornfeinung erreicht sein sollte. TEM-Aufnahmen nach acht Preßvorgängen haben bestätigt, daß eine bei diesem hochreinen Werkstoff auftretende Rekristallisation wieder zu einer Vergrößerung der Mikrostruktur beiträgt. Da es sich um dynamische Rekristallisation handelt, wird die Korngröße sich allerdings auch bei weiteren ECAP-Umformungen nicht wesentlich ändern, da es dann zu einer Überlagerung der beiden Effekte Kornfeinung und Rekristallisation kommt. Vielmehr wird sich eine Art

Gleichgewichtskorngröße für die verwendeten Prozeßparameter einstellen. Auch hier sei wieder darauf hingewiesen, daß diese bei den Untersuchungen an hochreinem Aluminium deutlich sichtbare Rekristallisation unter ECAP nicht bei weniger reinem Aluminium beobachtet wird. Denn der unreinere Werkstoff verfügt sowohl über eine geringere Neigung zur Erholung als auch über eine signifikant niedrigere Beweglichkeit der Korngrenzen [118].

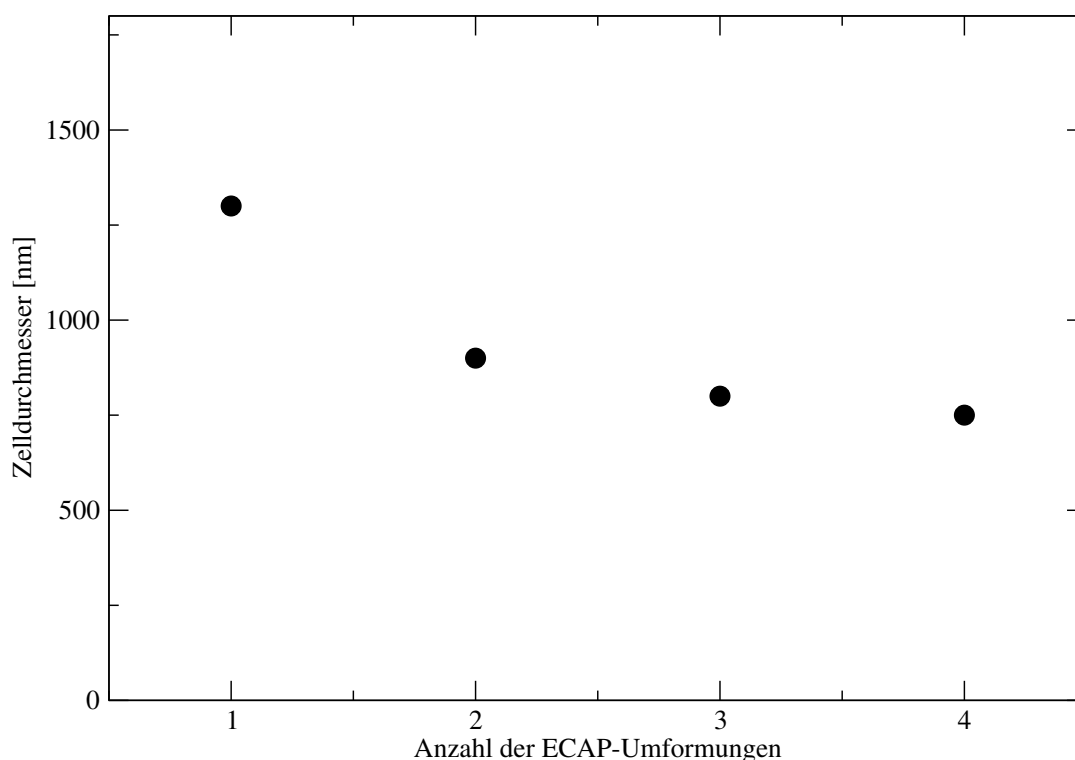


Abbildung 5.5: Evolution der Zellgröße im hochreinen Aluminium mit zunehmender Zahl an ECAP-Umformungen.

Insgesamt läßt sich aus den ECAP-Versuchen an hochreinem Aluminium sagen, das die gleichen Kornfeinungseffekte wie beim Kupfer vorliegen. Allerdings sind die erreichten Korngrößen wesentlich größer, was zum einen zurückzuführen ist auf die hohen Reinheit des verwendeten Aluminiums, zum anderen auch auf die bei Aluminium deutlich höhere Stapelfehlerenergie. Wie bereits erwähnt, dienten die hier durchgeführten Versuche an hochreinem Aluminium lediglich der Verifizierung der später beschriebenen Modelle (Kapitel 7).



# Kapitel 6

## Einfluß von ECAP auf Magnesiumlegierungen

### 6.1 Einleitung

Magnesiumlegierungen sind aufgrund ihrer geringen Dichte und der guten spezifischen Festigkeiten hervorragende Konstruktionswerkstoffe, besonders in der Luft- und Raumfahrt sowie im Automobilbau [121]. Daher sind die Optimierung der mechanischen Eigenschaften beziehungsweise die Möglichkeit der superplastischen Umformbarkeit ein wesentlicher Grund, sich mit hochgradiger plastischer Umformung an diesen Werkstoffen zu beschäftigen.

Die Anwendung eines hochgradigen plastischen Umformprozesses auf diese Materialien ist aufgrund der hexagonalen Gitterstruktur der Magnesiumlegierungen nur unter Verwendung erhöhter Temperaturen möglich [122], um eine Schädigung der Proben bei den Preßvorgängen zu vermeiden. Dieses erklärt sich daraus, daß bei Magnesium erst oberhalb von 225°C neben der bereits bei Raumtemperatur stattfindenden Gleitung der Versetzungen auf den Basisebenen (sowie auftretender pyramidaler Zwillingsbildung [123]) auch zusätzliche pyramidale Gleitebenen aktiviert werden können [124], welche eine rißfreie Umformung zulassen.

Allerdings steht die Kornfeinung in Konkurrenz zu den bei erhöhten Umformtemperaturen leicht ablaufenden Prozessen der Erholung bis hin zur dynamischen Rekristallisation während der Umformung, welche die minimal erreichbare Korngröße begrenzt. Dieses zeigt sich auch an einigen in der Literatur zu findenden Resultaten, in denen nur über eine relativ geringe Kornfeinung mit marginaler Verbesserung der mechanischen Eigenschaften berichtet wird. Häufig werden dabei Korngrößen von über 1  $\mu\text{m}$  beobachtet. Zum Beispiel wurde in [125] dargelegt, daß nach ECAP an reinem Magnesium eine Korngröße von lediglich 130  $\mu\text{m}$  erreicht wurde (Prozeßtemperatur etwa 400°C, Ausgangskorngröße 400  $\mu\text{m}$ ), während eine bei 200°C umge-

formte Legierung mit 0,9 % Aluminium eine finale Korngröße von 17  $\mu\text{m}$  erzielte (Ausgangskorngröße 100  $\mu\text{m}$ ). Diese Verringerung der Korngröße führte in beiden Fällen zu einer Verbesserung der Festigkeit und Duktilität im Vergleich zum jeweiligen Ausgangsmaterial vor der ECAP-Umformung.

Eine wichtige technische Magnesiumknetlegierung ist die Legierung ZK60 (Magnesium mit 6 Gew.-% Zink und 0,5 Gew.-% Zirkonium). Bei diesem relativ hochfesten Werkstoff ist es von Interesse, bei möglichst niedrigen Temperaturen superplastisches Umformverhalten zu realisieren. Mittels ECAP konnte eine Niedrigtemperatursuperplastizität bei 260°C und einer Dehnrates von  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  bei einer mittleren Korngröße von etwa 1  $\mu\text{m}$  erreicht werden [126]. Wird ZK60 bei 200°C hochgradig plastisch umgeformt, so kann eine extreme Superplastizität verwirklicht werden. So wurde bei einer Testtemperatur von 220°C mit einer Dehnrates von  $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  eine Bruchdehnung von 2040 % beobachtet [127, 128]. Es erwies sich, daß man bei erhöhten Prozeßtemperaturen eine bimodale Kornstruktur in dieser Legierung einstellen kann [129], die es auch ermöglicht, nachfolgend ECAP bei Raumtemperatur zur Bildung einer sehr feinen homogenen Mikrostruktur durchzuführen [130].

Es können auch weitere technisch relevante physikalische Eigenschaften mit Hilfe der hochgradigen plastischen Umformung an der Legierung ZK60 optimiert werden. So wurde in [131] gezeigt, daß auf diese Weise die Wasserstoffspeicherkinetik von ZK60 signifikant erhöht werden konnte, was für die Anwendung dieses Werkstoffs als Wasserstoffspeicher für Brennstoffzellen von Bedeutung sein kann.

Eine sehr wichtige Gruppe technischer Magnesiumlegierungen sind Legierungen des Systems Mg–Al–Zn (Bezeichnung: AZ<sub>xy</sub>, *x*: Aluminiumgehalt in Gew.-%, *y*: Zinkgehalt in Gew.-%). ECAP-Experimente an der im Automobilbau vielfach eingesetzten Gußlegierung AZ91 ergaben eine mögliche Kornfeinung von 150  $\mu\text{m}$  auf eine finale Größe von etwa 10  $\mu\text{m}$  [132]. Die dafür notwendige Prozeßtemperatur lag bei 280°C. Unterhalb dieser Temperatur kam es bei den Preßvorgängen zu Rissen innerhalb der Proben. Es wurden eine hohe Versetzungsdichte, zahlreiche Zwillinge sowie Spuren einer dynamischen Rekristallisation in den Proben gefunden.

Wie wichtig es ist, durch eine geeignete Prozeßführung die Preßtemperaturen niedrig zu halten, beschreibt die Arbeit von Mabuchi und Koautoren [133]. Diese konnten einen ECAP-Prozeß bei nur 185°C durchführen, was die Korngröße auf etwa 1  $\mu\text{m}$  verringerte. Ein Vergleich der Fließspannungen mit konventionell extrudiertem Material (Korngröße 1,2  $\mu\text{m}$ ) ergab allerdings niedrigere Werte für das ECAP-umgeformte Material, was die Autoren durch einen Textureffekt erklärten. Allerdings ist die nach ECAP erhaltene Mikrostruktur einer superplastischen Umformung dieser Legierung zugänglich [134, 135]. Bei einer Temperatur von 200°C konnte mit einer geringen Dehnrates von  $6 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  eine maximale Bruchdehnung von 661 % erreicht werden. Das Auftreten von Korngrenzgleiten unter den Versuchsbedingungen wird für diese

superplastischen Eigenschaften verantwortlich gemacht [136].

Wird dem ECAP-Prozeß noch eine Extrusion vorgeschaltet (EX-ECAP, [137, 138]), konnte bei einer ähnlichen Legierung (Magnesium mit 9 Gew.-% Aluminium) eine Korngröße von etwa 700 nm bei einer ECAP-Prozeßtemperatur von 200°C eingestellt werden [139]. Die vorhergehende Extrusion reduzierte die Korngröße von etwa 50  $\mu\text{m}$  (Gußzustand) auf 12  $\mu\text{m}$ . Mit diesem Material wurde nach zwei ECAP-Umformungen bei einer Testtemperatur von 200°C eine maximale Bruchdehnung von 840 % bei einer Dehnrage von  $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  beobachtet.

Ein Bericht über hochgradige plastische Umformungen an AZ61 beinhaltet wiederum einen Prozeß bei der relativ hohen Temperaturen von 275°C. Es wurde dabei eine Korngröße von 8,4  $\mu\text{m}$  mit einem rekristallisierten Gefüge erzielt [103]. Dadurch wurde bei etwa gleicher Zugfestigkeit nach ECAP die Streckgrenze abgesenkt, so daß es zu einer Erhöhung der Bruchdehnung von 32 % auf 55 % kam.

Genauer untersucht wurde die ebenfalls für den Automobilbau sehr wichtige Knetlegierung AZ31. Auch bei diesem Werkstoff ist es von Bedeutung, die Prozeßtemperaturen so niedrig wie möglich zu halten. Laut Berichten in der Literatur wurde diese Legierung bei 300°C hochgradig plastisch umgeformt, wobei nur eine mäßige Kornfeinung von 50  $\mu\text{m}$  auf 25  $\mu\text{m}$  erreicht wurde [141], ohne daß sich die mechanischen Eigenschaften signifikant geändert hätten. Eine Korngröße von ca. 5  $\mu\text{m}$  wurde bei einer Prozeßtemperatur von 270°C gebildet, wobei eine hohe Preßgeschwindigkeit von  $20 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$  vorlag, die Proben also aus dem Wärmeeinflußbereich der Preßmatrize schnell entfernt wurden [142]. Noch feinere Korngrößen ergaben sich bei einer Prozeßtemperatur von 220°C (2,2  $\mu\text{m}$ , [143]) beziehungsweise 200°C (1  $\mu\text{m}$ , [144]).

Zusammenfassend läßt sich nach [145] feststellen, daß die Kornfeinung durch ECAP in AZ31 (und sicherlich auch in verwandten Legierungen) von drei wichtigen Faktoren abhängt. Erstens ist eine regelmäßige Kornstruktur erst nach mehreren Preßvorgängen realisierbar; zweitens ist, wie bereits gesehen, die Effizienz der Kornfeinung bei niedrigen Temperaturen verbessert; und drittens ist es sehr wichtig, vor dem ECAP-Prozeß bereits eine homogene und äquiaxiale Mikrostruktur (auch möglichst feinkörnig) als Ausgangspunkt zu haben. Letzteres erklärt auch, warum manche Autoren sehr hohe Prozeßtemperaturen eingesetzt hatten. Eine hochgradige plastische Umformung war bei einer ungünstigen Ausgangsstruktur nur bei diesen hohen Temperaturen zu verwirklichen, ohne daß die Proben Risse zeigten. Selbstverständlich beeinflussen auch die charakteristischen Merkmale der verwendeten ECAP-Werkzeuge und des durchgeführten Prozesses die erwünschte Absenkung der Prozeßtemperaturen. Damit bietet sich auch die Möglichkeit, bei mehreren ECAP-Umformungen die Prozeßtemperatur schrittweise zu erniedrigen, da sich ja bereits eine äquiaxiale, relativ feinkörnige Mikrostruktur durch die vorherige Umformung gebildet hat [146, 147].

Versuche zu den mechanischen Eigenschaften von AZ31 nach ECAP ergaben zumeist, daß

sich durch die hochgradige plastische Umformung eine erhöhte Festigkeit einstellte, welche sich allerdings wenig von der durch Extrusion erreichbaren Festigkeit unterschied. Allerdings wurde mehrfach ein deutlicher Anstieg der Duktilität bis hin zu dem bereits beschriebenen superplastischen Verhalten beobachtet. Die Ursache dafür wird neben der generellen Kornfeinung auch in der gegenüber der Extrusion veränderten Textur nach der ECAP-Umformung gesehen [148].

Der Schwerpunkt der direkt am IWW durchgeführten Arbeiten an Magnesiumlegierungen liegt bei den Legierungen AS21X (Magnesium mit 2 Gew.-% Aluminium und 1 Gew.-% Silizium sowie einem Zusatz an Seltenen Erden) [149, 150] und AZ31 [38, 151, 152]. Im folgenden sollen einige der an der Legierung AZ31 erzielten Ergebnisse, insbesondere in Hinblick auf die Entwicklung der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften sowie den Einfluß der ECAP-Umformung auf die akustische Emission, dargestellt werden.

## 6.2 ECAP an AZ31

Im Rahmen der an der TU Clausthal erfolgten Studien stand insbesondere die Knetlegierung AZ31 im Vordergrund. Der Ausgangszustand dieses Werkstoffs wurde zum einen durch Preßgießen (*squeeze casting*) [153] eingestellt, was nach den obigen Beschreibungen eine relativ ungünstige Startbedingung für das Erreichen einer feinen Kornstruktur nach ECAP ist, zum anderen wurde EX-ECAP (ECAP nach Extrusion) durchgeführt.

### 6.2.1 Entwicklung der mechanischen Eigenschaften und der Mikrostruktur von AZ31

Nach dem Preßgießen der Legierung AZ31 wurde diese als Ausgangsmaterial für ECAP-Experimente verwendet. Die typische Korngröße dieses Werkstoffs lag bei  $450\ \mu\text{m}$  [151]. Hochgradige plastische Umformungen wurden in einer der in Kapitel 3.3 beschriebenen Matrizen bei einer Temperatur von  $200^\circ\text{C}$  durchgeführt. Dabei wurden Proben mit einer und mit vier ECAP-Umformungen nach Route  $B_C$  hergestellt.

Die Festigkeit wurde durch Druckversuche mit einer Dehnrates von  $10^{-3}\ \text{s}^{-1}$  an zylindrischen Proben mit einem Verhältnis von Höhe zu Durchmesser von 1,5 ermittelt. Dabei wurde die Dehnung durch die Verschiebung des Querhaupts der Universalprüfmaschine bestimmt. Die Druckversuche erfolgten sowohl bei Raumtemperatur als auch bei erhöhten Temperaturen von  $200^\circ$  und  $300^\circ\text{C}$ .

Die Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze der Proben direkt nach dem Preßgießen sowie zusätzlich nach einer beziehungsweise vier ECAP-Umformungen ist in Abbildung 6.1 veranschaulicht.

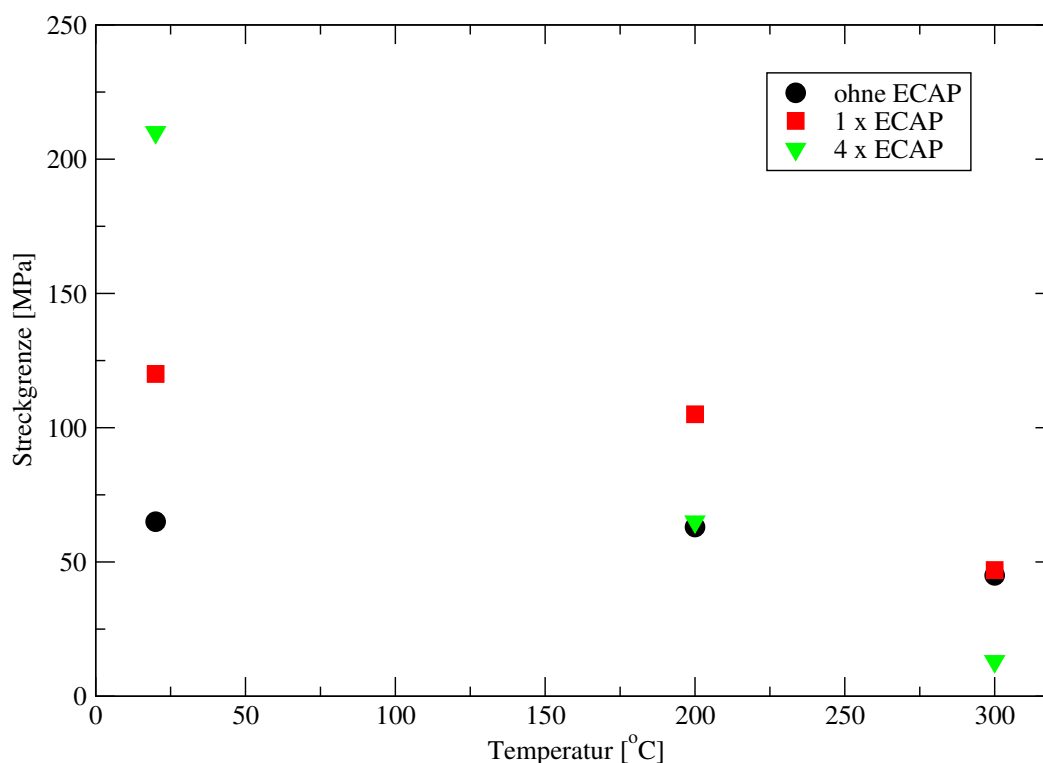


Abbildung 6.1: Abhängigkeit der Streckgrenze von der Temperatur für AZ31 nach reinem Preßgießen ohne weitere Umformung sowie nach Preßgießen und ECAP (nach [38]).

Es zeigte sich, daß für den Ausgangswerkstoff und das Material nach einem ECAP-Durchgang zwei Temperaturbereiche existieren. Bei Temperaturen bis 200°C bleibt die Streckgrenze konstant, sie sinkt erst bei höheren Temperaturen ab. Die Festigkeit der Probe nach einem Preßvorgang ist bei Raumtemperatur deutlich größer als vor der hochgradigen plastischen Umformung. Sie kann durch weitere Umformungen noch deutlich gesteigert werden, wie aus der Abbildung für die Probe nach vier Preßdurchgängen zu erkennen ist. Allerdings fällt bei dieser Probe die Streckgrenze bei erhöhter Temperatur sehr viel stärker ab. Die Erklärung für dieses Verhalten ergibt sich aus der TEM-Analyse der zugehörigen Mikrostrukturen.

Eine typische Mikrostruktur nach einem ECAP-Durchgang ist in Abbildung 6.2 dargestellt. Deutlich ist zu sehen, daß Bereiche mit einer Deformationsstruktur, gepaart mit einer hohen Versetzungsdichte und homogen verteilten Versetzungen, sowie Gebiete mit einer bereits ausgebildeten Versetzungszellenstruktur in Form von parallelen Bändern vorlagen. Somit war die beschriebene Struktur insgesamt betrachtet stark inhomogen, wies aber keine Zeichen von Rekristallisation auf.

Weitere ECAP-Umformungen (insgesamt vier Durchgänge) führten zur Bildung von Körnern mit ausgeprägten Korngrenzen und großen Misorientierungen bezüglich ihrer Nachbarkörner. Es

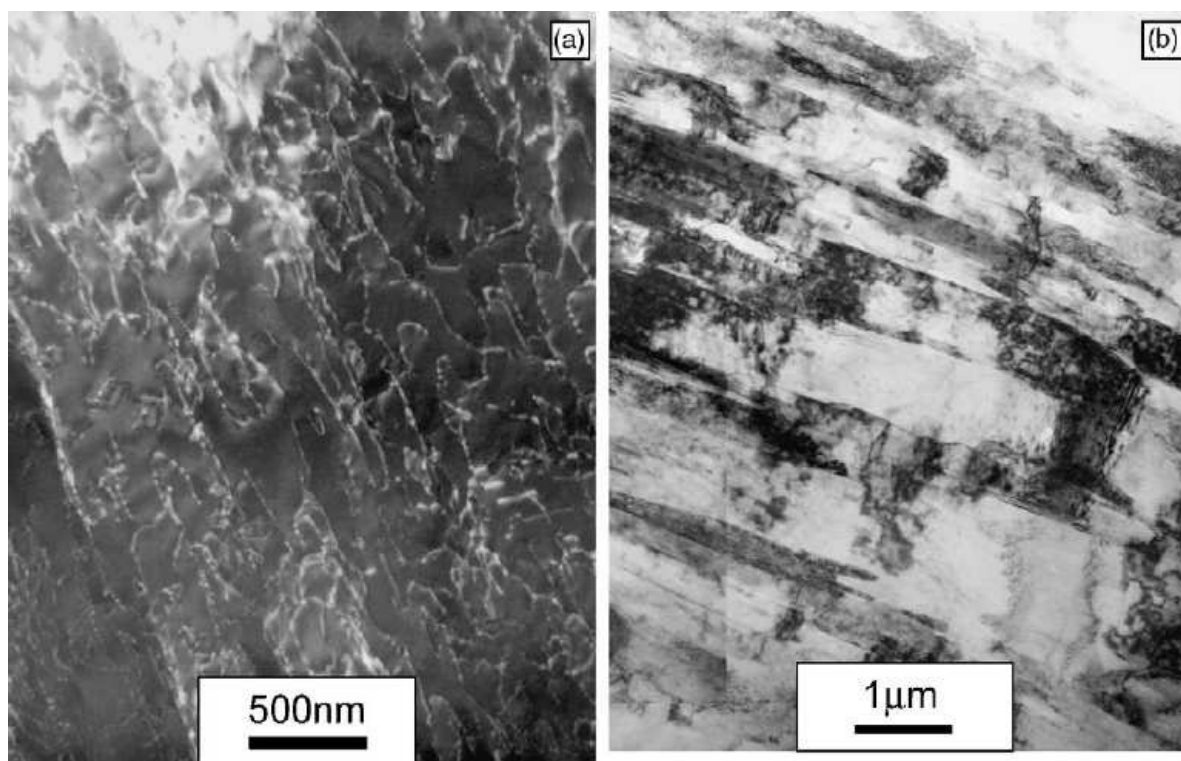


Abbildung 6.2: Mikrostruktur von AZ31 nach einer ECAP–Umformung, links: versetzungsreiche Deformationsstruktur, rechts: Versetzungszellen (aus [154]).

entstand eine Struktur, welche neben größeren Körnern ( $1\ \mu\text{m}$  bis  $3\ \mu\text{m}$  Durchmesser) zahlreiche ultrafeinkörnige Anteile ( $500\ \text{nm}$  bis  $800\ \text{nm}$  Durchmesser) besaß. Einige Körner waren versetzungsarm, während andere eine sehr hohe Versetzungsdichte aufwiesen. Auch gab es immer noch einen geringen Anteil der Mikrostruktur, in welchem ähnliche Deformationsstrukturen wie in der Probe nach einem Preßvorgang zu beobachten waren. Eine typische Mikrostruktur nach vier ECAP–Umformungen ist in Abbildung 6.3 veranschaulicht.

Untersuchungen der Mikrostruktur nach einem Druckversuch bei  $300^\circ\text{C}$  zeigten, daß dynamische Rekristallisation während der Umformung auftrat. Allerdings war der Grad der Rekristallisation bei den Proben nach einem ECAP–Durchgang signifikant niedriger als bei den Proben nach vier ECAP–Umformungen. So wurden nach einem Preßvorgang auch nach einem Druckversuch, bei welchem eine Stauchung von 1 % gewählt wurde, nur relativ wenige rekristallisierte Körner gefunden, während dagegen überwiegend Bereiche mit hoher Versetzungsdichte sowie mit Versetzungszellen vorlagen [154]. Auch erwiesen sich diese Proben nach dem Druckversuch als inhomogen bezüglich der Beobachtungsrichtung, so daß in der longitudinalen Richtung deutlich mehr rekristallisierte Körner mit einem Durchmesser von etwa  $1\ \mu\text{m}$  zu sehen waren. Nach vier ECAP–Umformungen war es hingegen zu einer Rekristallisation beim

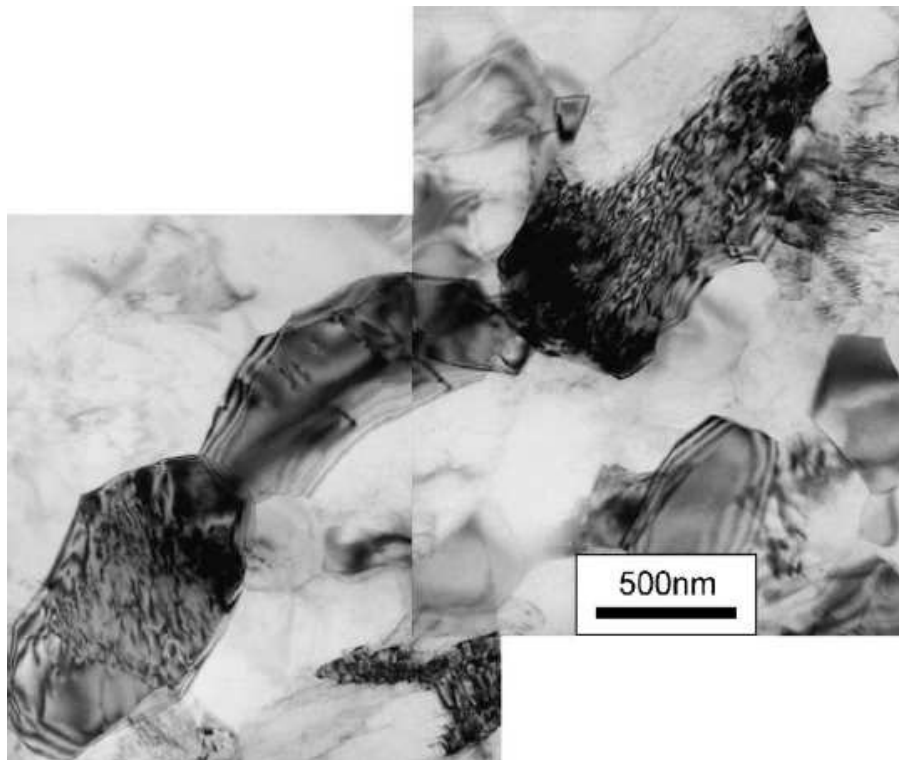


Abbildung 6.3: Mikrostruktur von AZ31 nach vier ECAP–Umformungen (aus [154]).

nachfolgenden Druckversuch gekommen; es lagen ausschließlich rekristallisierte Körner mit Korngrößen von einigen Mikrometern vor, wobei einige wenige Körner eine erhöhte Versetzungsdichte besaßen [154]. Diese Struktur war sehr homogen.

Die Evolution der Mikrostruktur in AZ31 nach Preßgießen, wie sie aus den TEM–Aufnahmen ersichtlich wird, läßt sich wie folgt zusammenfassen: Zunächst führt die ECAP–Umformung zur Entstehung und Anhäufung von Versetzungen im grobkörnigen Material, so daß die Versetzungen zunächst relativ homogen im Werkstoff verteilt sind. Bei weiterer Dehnung bilden sich Versetzungszellen, welche sich zu neuen Körnern weiterentwickeln. Bei den hohen Prozeßtemperaturen und gleichzeitiger hoher Versetzungsdichte kommt es zu einer dynamischen Rekristallisation und somit zu inhomogenen Mikrostrukturen, welche sowohl Bereiche hoher Versetzungsdichte als auch neue rekristallisierte Körner enthalten.

Diese Mikrostrukturen nach ECAP können zur Erklärung der beobachteten Abnahme der Streckgrenze (Abbildung 6.1) in Druckversuchen bei erhöhten Temperaturen herangezogen werden. So findet bei der Probe nach vier ECAP–Umformungen eine starke Rekristallisation und eine Formation von Körnern, welche nur noch eine geringe Versetzungsdichte aufweisen, statt, so daß dieses zu einer überproportionalen Abnahme der Streckgrenze führen kann.

## 6.2.2 Zusammenhang zwischen akustischer Emission und mechanischen Eigenschaften an AZ31

Vergleichend zu den zuvor beschriebenen Untersuchungen der Streckgrenze und der Mikrostrukturentwicklung wurden ebenfalls Experimente zur akustischen Emission (AE) im Druckversuch durchgeführt [155].

Die Messung der akustischen Emission hat sich als Methode zur Bestimmung dynamisch ablaufender Prozesse während der plastischen Umformung etabliert [156, 157]. Die Signale der akustischen Emission stammen von kurzlebigen elastischen Wellen, welche innerhalb des Werkstoffs durch rasche lokalisierte Änderungen der Struktur ausgelöst werden. Typischerweise sind kollektive Versetzungsbewegungen und Zwillingsbildung Quellen starker akustischer Emission [156].

Erste Studien zur akustischen Emission an der Legierung AZ31 veröffentlichten Friesel und Carpenter [158]. In deren Untersuchungen wurden Versetzungsgleiten und die Bildung von Verformungszwillingen als hauptsächliche Quellen der akustischen Emission identifiziert.

Es wurden Druckversuche mit einer in-situ-Erfassung der akustischen Emission durchgeführt. Sie erfolgten an zylindrischen Proben mit einem Verhältnis von Höhe zu Länge von 1,5 mit einer Dehnrates von  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sowohl bei Raumtemperatur als auch bei  $200^\circ\text{C}$  und  $300^\circ\text{C}$ .

Zur gleichzeitigen Ermittlung der akustischen Emission wurde, da bei den Druckversuchen bei erhöhten Temperaturen nicht im Ofen gemessen werden konnte, ein Wellenleiter an der Probe befestigt, welcher den Schall zum außerhalb des Ofens angebrachten Meßkopf leitete. Das AE-Signal wurde dann nach einer Vorverstärkung mit einem kommerziellen AE-System (Dakel XEDO-3) aufgezeichnet. Die Gesamtverstärkung betrug in diesem Meßaufbau 94 dB.

Abbildung 6.4 veranschaulicht die Ergebnisse der Druckversuche bei verschiedenen Temperaturen an AZ31-Proben, welche direkt nach dem Preßgießen untersucht wurden. Hierbei ist die Skalierung der Abszisse für das obere und untere Teilbild identisch. Man erkennt eine Abnahme der Streckgrenze und einen Anstieg der Duktilität, wie es bei höheren Versuchstemperaturen im Druckversuch zu erwarten ist. Die Zählraten der AE-Messungen ergaben ein charakteristisches Maximum nahe der makroskopischen Streckgrenze, welchem eine AE-Aktivität mit langsam abnehmenden Zählraten folgte. Es zeigte sich, daß diese Abnahme bei erhöhten Temperaturen ( $200^\circ\text{C}$  und  $300^\circ\text{C}$ ) deutlich geringer ausfiel als bei Raumtemperatur. Des weiteren wurde die maximale Zählrate bei  $200^\circ\text{C}$  erhalten. Ähnliche Resultate wurden auch schon an der Legierung AM50 beobachtet [159].



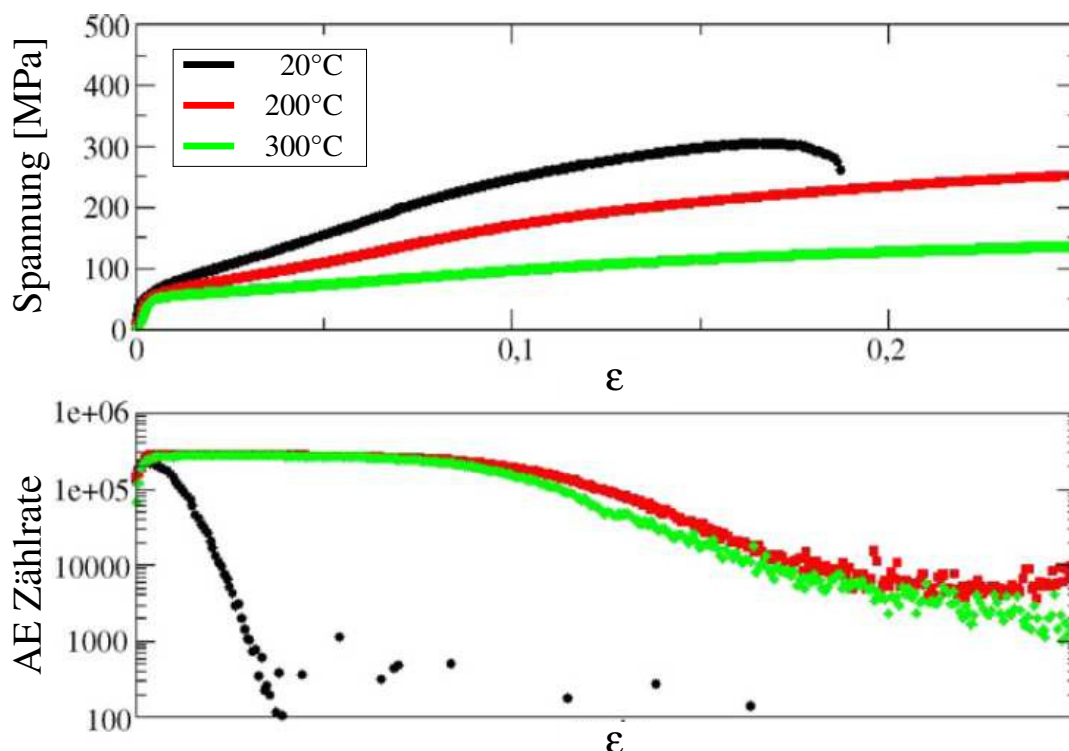


Abbildung 6.4: Vergleich zwischen Druckkurven (wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 direkt nach dem Preßgießen [155].

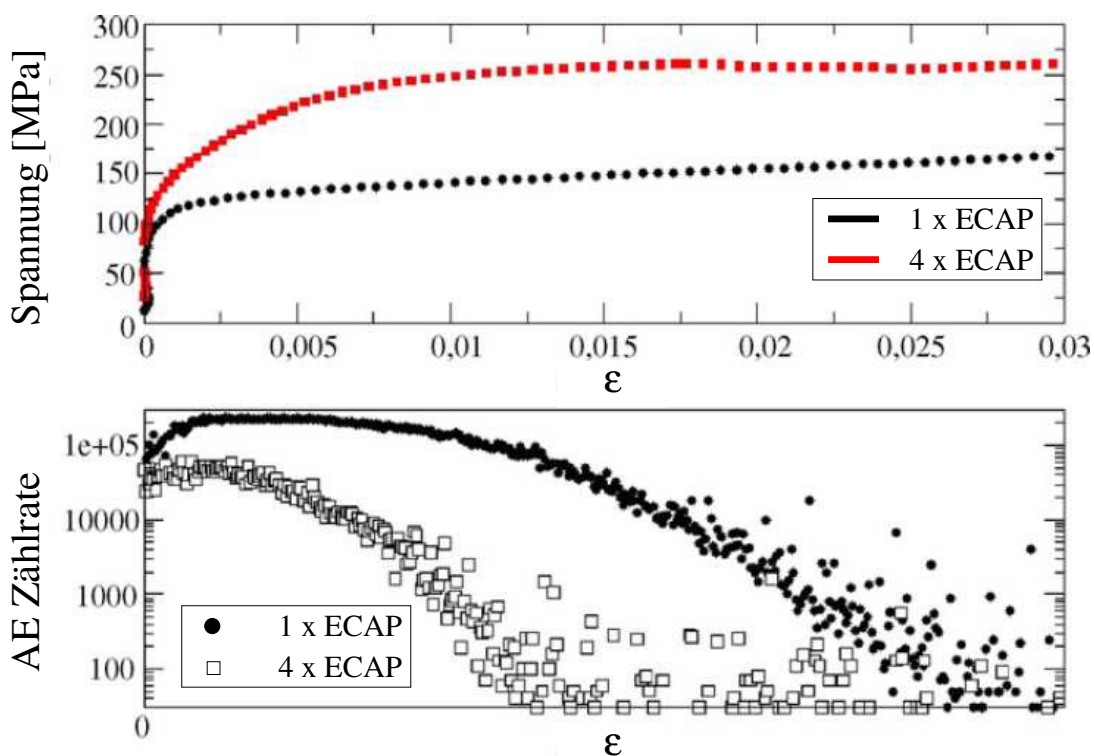


Abbildung 6.5: Vergleich zwischen Druckkurven (Raumtemperatur, wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 nach einer und nach vier ECAP-Umformungen [155].

Abbildung 6.5 faßt die Ergebnisse der Druckversuche bei Raumtemperatur sowie die zugehörige akustische Emission nach einer sowie nach vier ECAP-Umformungen zusammen. Im Vergleich zu dem nicht ECAP-prozessierten Material (Abbildung 6.4) ist die Streckgrenze dieser umgeformten Werkstoffe merklich angewachsen. Die Kurvenform für den Verlauf der akustischen Emission mit zunehmender Dehnung ist nach einem ECAP-Durchgang fast identisch mit derjenigen des Materials direkt nach dem Preßgießen. Dieses kann so interpretiert werden, daß die Mechanismen für die AE in beiden Zuständen gleich sind. Die Probe nach vier ECAP-Umformungen dagegen, welche schon eine ausgebildete ultrafeinkörnige Mikrostruktur aufweist, verfügt über eine um einen Faktor zehn schwächere AE-Zählrate, was den starken Einfluß der Mikrostruktur auf die akustische Emission belegt.

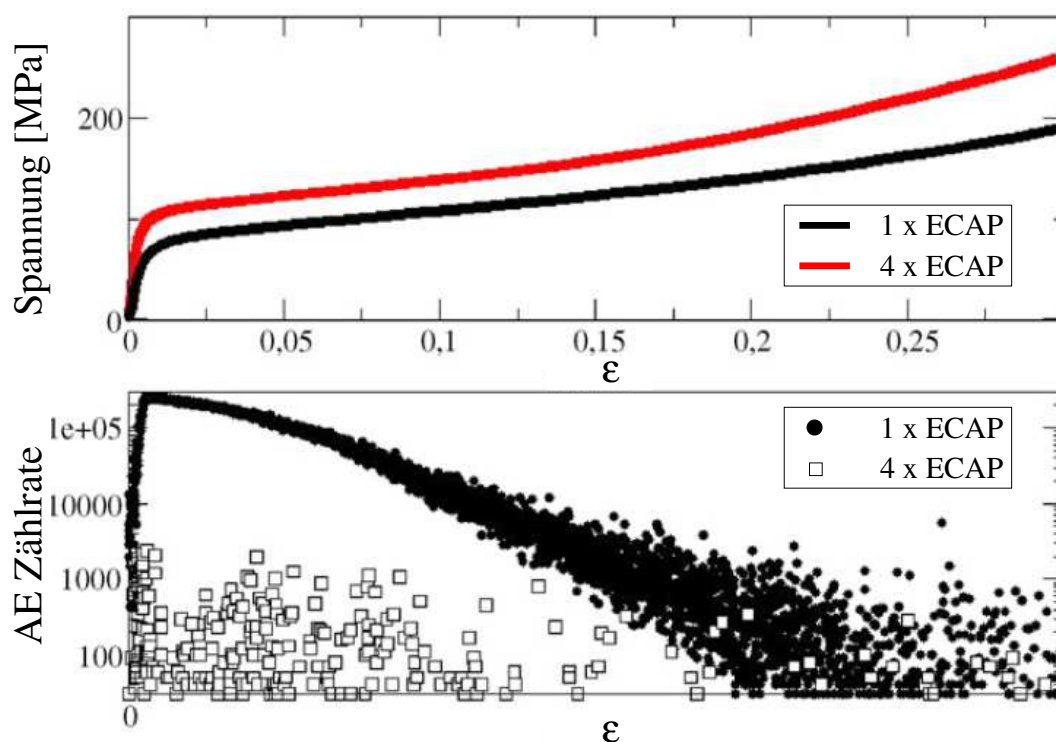


Abbildung 6.6: Vergleich zwischen Druckkurven (200°C, wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 nach einer und nach vier ECAP-Umformungen [155].

Abbildung 6.6 zeigt das AE-Verhalten bei Druckversuchen, welche bei einer Temperatur von 200°C durchgeführt wurden. Auch hier ergab sich für die Probe nach einer ECAP-Umformung ein ähnliches Verhalten wie direkt nach dem Preßgießen. Die akustische Emission nahm im Vergleich zu den Raumtemperaturexperimenten bei steigender Dehnung sehr viel langsamer ab. Dagegen war nach vier Preßvorgängen nur noch eine um mehrere Größenordnungen schwächere

akustische Emission bei 200°C zu beobachten, was auf einen Wechsel im Verformungsmechanismus hindeutet.

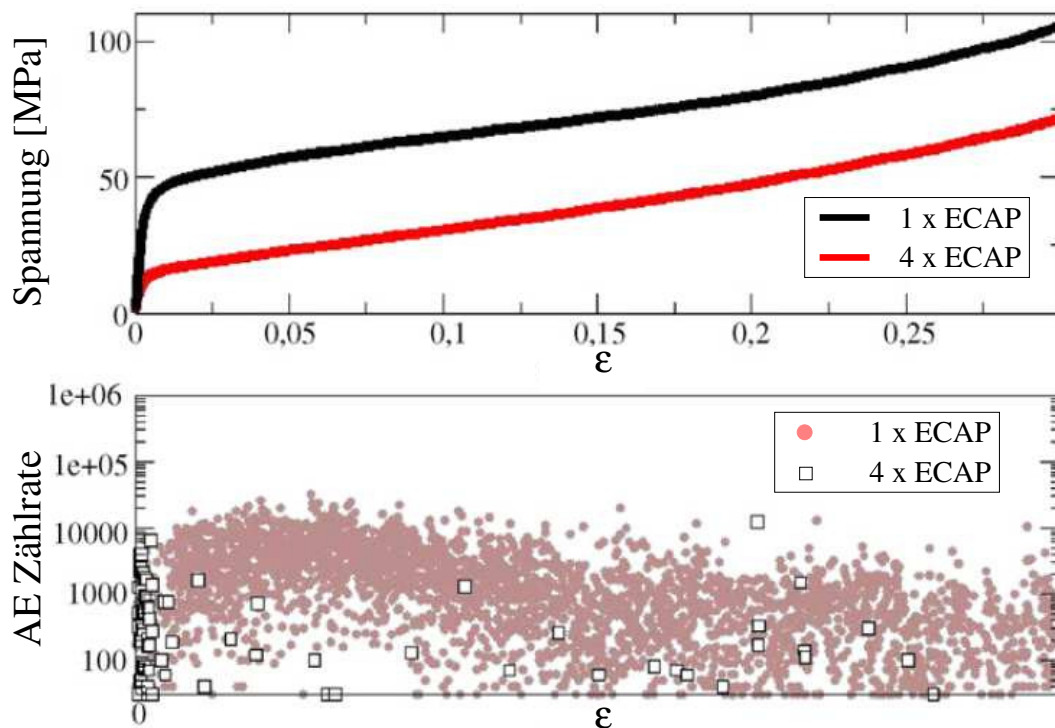


Abbildung 6.7: Vergleich zwischen Druckkurven (300°C, wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 nach einer und nach vier ECAP-Umformungen [155].

In der Abbildung 6.7 ist das ermittelte AE-Verhalten bei Druckversuchen bei 300°C für hochgradig plastisch umgeformte Proben zu sehen. Bei diesen hohen Temperaturen wurde nun, abweichend vom nicht ECAP-prozessierten Material, auch für die Proben nach einem ECAP-Durchgang ein deutlicher Abfall in der AE-Zählrate gemessen. Die Probe nach vier Preßvorgängen wies bei 300°C fast gar keine akustische Emission mehr auf, was den durch die Resultate bei 200°C zu erwartenden Trend bestätigt.

Eine Erklärung für das beschriebene AE-Verhalten bei den verschiedenen Umformbedingungen und Temperaturen im Druckversuch soll im folgenden gegeben werden. Die akustische Emission des Werkstoffs direkt nach dem Preßgießen ist höchstwahrscheinlich auf Lawinen von Versetzungen zurückzuführen, welche nach [156] sowohl durch Versetzungsgleitung als auch durch Zwillingsbildung hervorgerufen werden. Das AE-Zählratenmaximum in der Nähe der Streckgrenze kann mit der Versetzungsmultiplikation, auch begleitet von Zwillingsbildung, in Verbindung gebracht werden. Bei zunehmender Dehnung nimmt die Multiplikation von Wald-

versetzungen dadurch ab, daß die mittlere Weglänge für die Versetzungsbewegung verringert wird. Dieses hat eine Reduktion der akustischen Emission zur Folge. Während der Umformung von grobkörnigen Magnesiumwerkstoffen wird anhaltende Zwillingsbildung beobachtet [160], so daß die AE-Aktivität in AZ31 gegenüber zum Beispiel Aluminiumlegierungen zu höheren Dehngraden hin weniger stark abfällt [156].

Die Zunahme der Zählrate mit steigender Temperatur im Druckversuch wurde nicht nur bei AZ31 festgestellt [159], ist aber immer noch nicht vollständig verstanden. Das Wechselspiel zwischen Versetzungsgleiten und Zwillingsbildung bei gleichzeitiger dynamischer Erholung könnte eine Rolle bei diesem Effekt spielen. Bei 300°C dürfte im Vergleich zu 200°C die Zwillingsbildung geringer werden, während in beiden Fällen kollektive Versetzungsbewegungen noch möglich sind [159]. Bei etwa 200°C beginnt in dieser Legierung auch eine Versetzungsbewegung auf den nichtbasalen Ebenen, welche bei 300°C noch deutlich leichter stattfindet. Daher wird die Zwillingsbildung weniger wichtig. Dieses könnte ein Grund dafür sein, daß insgesamt bei erhöhten Temperaturen diese ausgeprägte akustische Emission zu messen ist, die dann aber bei 300°C wieder leicht abnimmt.

Wurde lediglich eine ECAP-Umformung durchgeführt, waren die AE-Kurven bei Raumtemperatur fast identisch mit denen des nicht ECAP-prozessierten Materials. Da die in Kapitel 6.2.1 dargestellten TEM-Aufnahmen nach einem ECAP-Durchgang vor allem die Entstehung von hochverformten Bereichen und Versetzungszellen aufzeigten, aber noch ein nicht unbeachtlicher Teil der ursprünglichen Mikrostruktur vorhanden war, kann man sich gut vorstellen, daß ein ähnliches Verhalten der akustischen Emission zu erwarten war. Im Gegensatz dazu ergab sich nach vier Preßvorgängen eine vollständig andere Mikrostruktur unter Bildung neuer Körner. Diese feine Kornstruktur verringert die mittlere freie Weglänge für die Versetzungsbewegungen und die Wahrscheinlichkeit für Zwillingsbildung, was eine schwächere akustische Emission nach sich zieht [161]. Damit könnte man die generell beobachtete geringere akustische Emission der Proben nach vier ECAP-Umformungen erklären.

Bei einer Temperatur von 200°C besaß die Probe nach einer ECAP-Umformung immer noch ein der nicht ECAP-prozessierten Probe ähnliches AE-Verhalten. Offenbar trägt der im Werkstoff verbleibende grobkörnige Anteil in ähnlicher Weise zur akustischen Emission bei wie bei der Probe direkt nach dem Preßgießen. Da bei höheren Dehnungen allerdings eine um einen Faktor zehn schwächere akustische Emission bei der Probe nach der einmaligen ECAP-Umformung auftritt, läßt sich vermuten, daß der Einfluß kollektiver Versetzungsbewegungen und/oder von Zwillingsbildung bei den höheren Temperaturen nach ECAP reduziert ist. Nach vier ECAP-Umformungen dagegen ist nur noch eine relativ schwache akustische Emission zu detektieren. Da die Probe nach vier Preßvorgängen eine zum Teil rekristallisierte ultrafeinkörnige Mikrostruktur aufweist, kommt es bei der weiteren Umformung im Druckversuch zu ei-

ner dynamischen Rekristallisation. Diese verringert durch den Abbau von Bereichen mit hoher Spannungskonzentration die mittels AE meßbaren kollektiven Versetzungsbewegungen und die Zwillingsbildung.

Bei 300°C findet dann auch in der Probe nach einem ECAP-Durchgang neben dem Versetzungsgleiten dynamische Rekristallisation während der Druckversuche statt. Durch TEM-Untersuchungen der Mikrostrukturen nach dem Druckversuch konnte keine Zwillingsbildung nachgewiesen werden. Dieses ist in Einklang mit der beobachteten starken Abnahme der akustischen Emission. Nach vier Preßvorgängen mit anschließendem Druckversuch bei 300°C wurde eine vollkommen rekristallisierte Mikrostruktur mit Korngrößen im Mikrometerbereich gefunden. Erwartungsgemäß wurde dann auch hier keine akustische Emission festgestellt.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß mittels AE-Messungen Aussagen über die bei der plastischen Verformung auftretenden Mechanismen zu gewinnen sind. Die Untersuchungen an der Legierung AZ31 bestätigen, daß neben den Effekten der Kornfeinung bei Druckversuchen bei erhöhten Temperaturen auch die dynamische Rekristallisation eine entscheidende Bedeutung bei der Umformung hat.

### 6.2.3 Mikrostruktur von AZ31 nach Extrusion und ECAP (EX-ECAP)

Neben den Studien an AZ31 nach dem Preßgießen wurden auch ECAP-Experimente an dieser Magnesiumlegierung durchgeführt, nachdem sie bei einer Temperatur von 350°C extrudiert worden war [162]. Nach der Extrusion verfügte der Werkstoff über eine mittlere Korngröße von 10  $\mu\text{m}$  bis 20  $\mu\text{m}$  und war somit ein geeignetes Ausgangsmaterial für die ECAP-Umformung. Es wurden anschließend Proben mit bis zu acht ECAP-Durchgängen nach der Route  $B_C$  bei einer Prozeßtemperatur von 200°C umgeformt.

EBSD-Untersuchungen des Ausgangswerkstoffs zeigten eine große Anzahl an Zwillingen, wie sie für Magnesiumlegierungen typisch sind und durch Zugspannungen induziert werden [163]. Bei der Evolution der Mikrostruktur durch ECAP-Umformung ergab sich eine signifikante Abnahme der Zwillinge nach dem vierten ECAP-Durchgang. Abbildung 6.8 enthält die mittels EBSD bestimmten Orientierungen der Kristallite nach der EX-ECAP-Prozedur für die Proben nach zwei und nach vier ECAP-Umformungen.

Es ist eine deutliche Kornfeinung nach zwei ECAP-Durchgängen im Vergleich zum grobkörnigen Ausgangsmaterial zu erkennen. Weiterhin ist an der Farbverteilung eine Vorzugsorientierung klar auszumachen. Die Homogenität der Mikrostruktur ist begrenzt. Die sichtbare Bildung feiner Körner an den Korngrenzen deutet auf dynamische Rekristallisationsprozesse während der ECAP-Umformung hin. Viele dieser sehr feinen Körner sind an Tripelpunkten oder an den immer noch vorhandenen Zwillingsgrenzen zu finden. Ebenfalls liegen zackig geformte



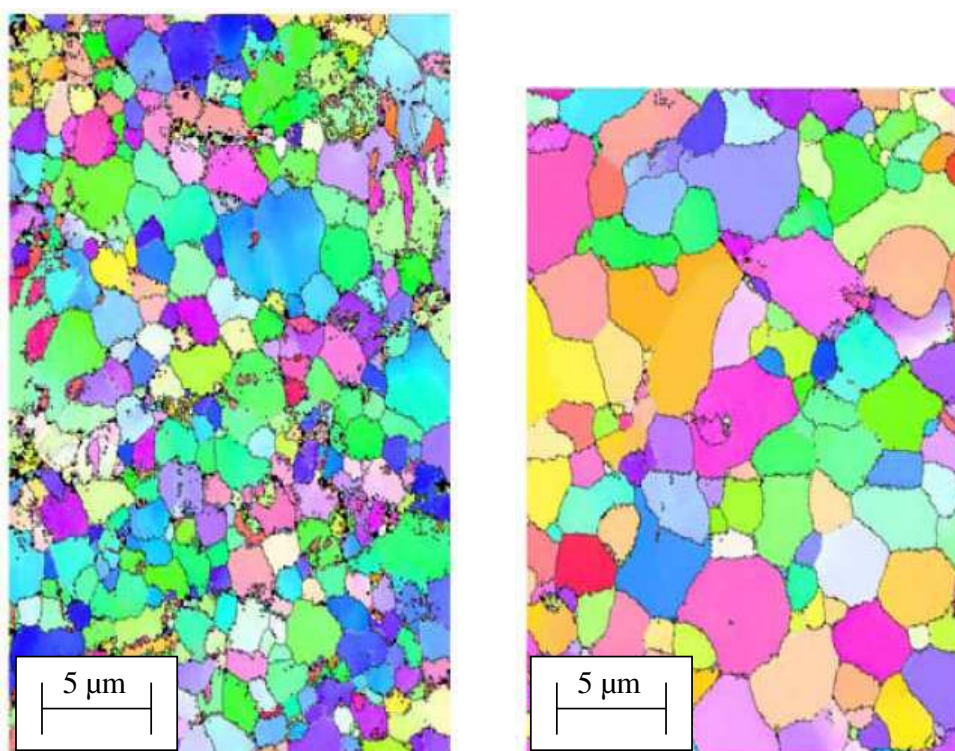


Abbildung 6.8: EBSD–Aufnahmen der AZ31–Proben nach EX–ECAP, links: zwei ECAP–Umformungen, rechts: vier ECAP–Umformungen [162].

Korngrenzen vor, welche möglicherweise durch das Ausbauchen von Korngrenzen durch dynamische Rekristallisation auftreten. Dieses führt nach Guo und Koautoren [164] zu mikroskopischen Dehnungslokalisierungen in den Gleitlinien nahe der Korngrenzen. Die Autoren nehmen an, daß die miteinander wechselwirkenden Gleitsysteme auf beiden Seiten der Korngrenzen zur Entstehung dieser Zackenlinien beitragen. Dieser Effekt ist auch aus anderen warmverformten Magnesiumlegierungen bekannt wie zum Beispiel aus Systemen, welche Seltene Erden enthalten, (nach Kriechversuchen bei 300°C bis 350°C) [165] und von der Legierung ZK60 [166]. Die beobachteten zackigen Korngrenzen und Farbkontraste innerhalb der Körner, welche auf Bereich geringer Misorientierung hindeuten, deuten an, daß die dynamische Rekristallisation nicht abgeschlossen war.

Nach vier ECAP–Durchgängen dagegen ist eine signifikante Steigerung der mittleren Korngröße auf 3 µm bis 5 µm zu erkennen. Die Körner sind äquiaxial und die Korngrößen variierten kaum. Die zackigen Korngrenzen sind verschwunden und neue Orientierungen der Körner haben sich entwickelt. Somit hat eine deutliche Rekristallisation der Mikrostruktur stattgefunden. Ein ähnliches Bild ergab sich auch für acht ECAP–Durchgänge [162]. Ebenso zeigte sich eine stark reduzierte Anzahl der Zwillinge nach vier ECAP–Umformungen. Die Resultate dieser

mikrostrukturellen Untersuchungen sind kompatibel zu den Ergebnissen, die in Kapitel 6.2.1 vorgestellt wurden. Auch hier entsteht nach der ECAP–Umformung nach einigen Durchgängen eine äquiaxiale, rekristallisierte Mikrostruktur von hoher Homogenität mit einer geringen Korngröße.

# Kapitel 7

## Simulation des ECAP-Prozesses

### 7.1 Allgemeines zur ECAP-Simulation

Eine der wichtigsten Methoden, den mit ECAP verbundenen Umformprozeß zu verstehen, ist die Simulation sowohl des Prozesses selbst als auch der durch den Prozeß erreichbaren mechanischen Eigenschaften, der Evolution der Mikrostruktur sowie der Textur der umgeformten Werkstoffe.

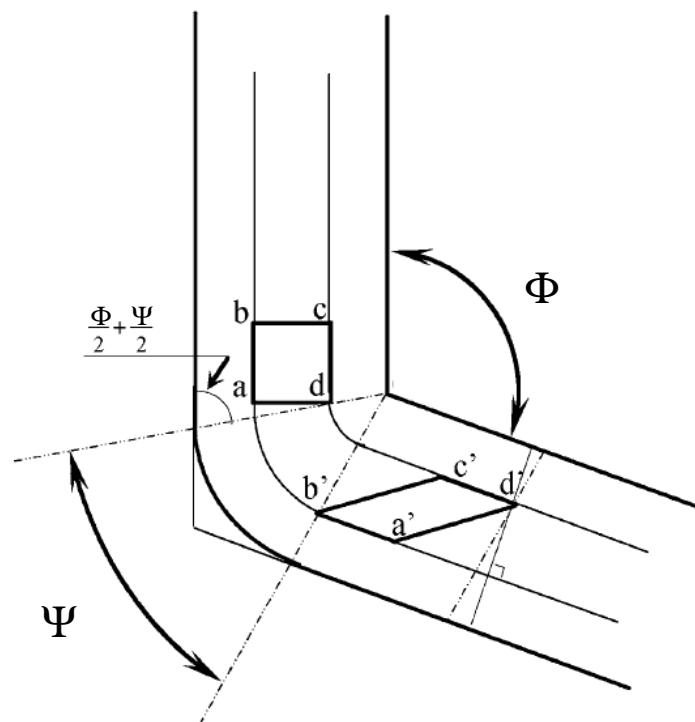


Abbildung 7.1: Der ECAP-Prozeß mit den Winkeln  $\Phi$  und  $\Psi$  nach [167].



Die ersten Modellierungen des Prozesses beschäftigten sich mit der Größe der durch ECAP eingebrachten Scherdehnung. Dazu wurde zunächst ein entsprechender analytischer Ansatz gewählt [167, 168]. Eine typische Veranschaulichung dieses Ansatzes ist in Abbildung 7.1 zu sehen. Dabei stellen die Winkel  $\Phi$  den Schnittwinkel zwischen den beiden ECAP-Kanälen (meistens  $90^\circ$ ) und  $\Psi$  den Winkel im Knie des Kanals (meistens  $0^\circ$  oder  $20^\circ$ ) dar. Nach dem Passieren der Scherzone ändert sich ein kleines quadratisches Element  $abcd$  zu dem eingezeichneten Parallelogramm  $a'b'c'd'$ . Dabei wird vorausgesetzt, daß keine Reibung im Kanal vorliegt. Für den allgemeinen Fall, daß  $\Psi$  einen Wert zwischen  $0$  und  $(\pi - \Phi)$  annehmen kann, ergibt sich eingebrachte Scherdehnung  $\gamma$  zu [167]:

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad (7.1)$$

Liegt nun die häufig verwendete Bedingung von  $\Psi = 0$  vor, vereinfacht sich die Gleichung zu:

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\Phi}{2}\right) \quad (7.2)$$

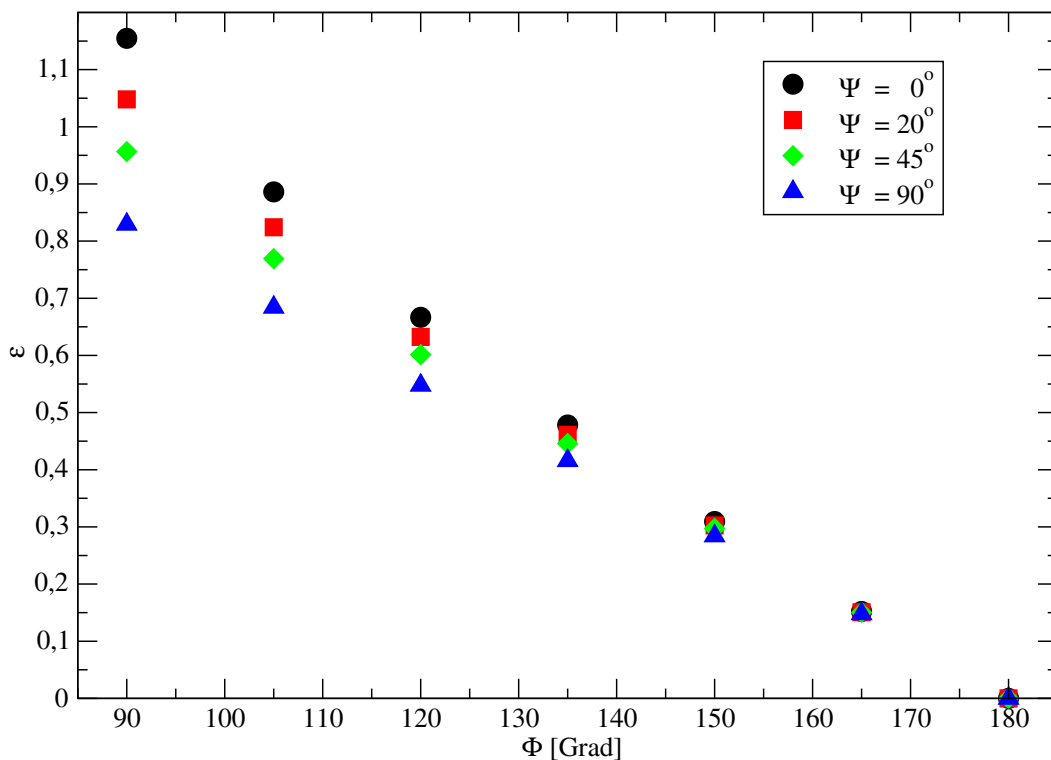


Abbildung 7.2: Theoretisch berechnete Kurve für die Vergleichsdehnung nach einem ECAP-Durchgang in Abhängigkeit von den Winkeln  $\Phi$  und  $\Psi$ .

Damit läßt sich auch die eingebrachte Vergleichsdehnung  $\epsilon_N$  nach  $N$  ECAP-Umformungen allgemein bestimmen zu:

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \cdot \left[ 2 \cdot \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \cdot \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (7.3)$$

Abbildung 7.2 zeigt die berechnete Vergleichsdehnung nach einer ECAP-Umformung in Abhängigkeit von den Winkeln  $\Phi$  und  $\Psi$ . Ähnliche Rechnungen wurden auch in [111] und [169] durchgeführt. Man erkennt, daß der Einfluß des Winkels  $\Psi$  nicht sonderlich groß ist im Vergleich zum Winkel  $\Phi$ . Bei größeren Winkeln  $\Phi$  ist der Einfluß von  $\Psi$  sogar fast vernachlässigbar klein. Bei den üblicherweise eingesetzten Parametern von  $\Phi = 90^\circ$  und  $\Psi = 0^\circ$  bis  $20^\circ$  der Unterschied in der eingebrachten Dehnung nicht besonders groß. Eine experimentelle Bestätigung, daß Gleichung (7.3) geeignet ist, die eingebrachte Dehnung zu beschreiben, wurde durch Versuche mit Knetmasse (wobei aufgrund der großen Reibung am jeweiligen Probenrand nur das Probeninnere betrachtet wurde) [170] und mit mit Gittern markierten reinen Aluminiumproben [83] vorgenommen.

Auch wenn die in Gleichung (7.3) gegebene Formulierung immer wieder zitiert wird, soll darauf hingewiesen werden, daß diese von einigen Wissenschaftlern nicht anerkannt wird [171]. Eine alternative Beschreibung für die Vergleichsdehnung wurde von Goforth [172], basierend auf der Arbeit von Cui [173], vorgeschlagen:

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \cdot \left( 2 \cdot \cot \left( \frac{\Phi + \Psi}{2} \right) + \Psi \right) \quad (7.4)$$

Ein Vergleich dieser beiden Beziehungen [174] beweist allerdings, daß die Unterschiede über einen weiten Bereich von möglichen Preßkanalvariationen maximal 5 % betragen sowie für den häufig verwendeten Wert von  $\Psi = 0$  vollständig verschwinden. Insofern ist die weitverbreitete Formel (7.3) weiterhin für eine Abschätzung der Vergleichsdehnung angemessen.

Eine weitere analytische Lösung mit Hilfe der Gleitlinienanalyse (*slip line analysis*) wurde von Segal [175] durchgeführt. Er erhielt für den reibungslosen Fall eines ECAP-Werkzeugs mit  $\Phi = 90^\circ$  und  $\Psi = 0^\circ$  das gleiche Ergebnis wie oben. Zusätzlich bestimmte Segal noch die zu erwartende Kraft  $P$  auf den Preßstempel zu:

$$P = 2 \cdot k \cdot \cot \left( \frac{\Phi}{2} \right) + \sigma_2 \quad (7.5)$$

Die weiteren Größen dieser Formel sind die Fließspannung  $k$  des Materials unter Scherbedingung sowie der im Kanal erzeugte Gegendruck  $\sigma_2$ . Auch diese Betrachtung vernachlässigt den Einfluß der Reibung.

Segal gelang auch eine einfache analytische Lösung, welche die Reibung mit in die Gleichungen einbezieht. Es zeigte sich dabei, daß dann keine einfache Scherbedingung mehr vorliegt.

Des Weiteren vereinfachen alle bisher genannten Analysen, indem sie die bei der ECAP–Umformung auftretende Verfestigung vernachlässigen, welche einen starken Einfluß auf das Ausfüllen des Kanals hat [85]. Diesen Effekt kann man jedoch in die Simulation miteinbeziehen, indem man Modelle aufstellt, welche die Fließlinien beinhalten. Diese sind auch wichtig, um die Textur nach der ECAP–Umformung vorhersagen zu können. Teilweise wird dieses mit Hilfe experimenteller Daten ermöglicht, so daß zum Beispiel in einer Arbeit der notwendige Deformationsgradient dadurch bestimmt wurde, daß Proben einer Aluminiumlegierung mit 0,13 Gew.–% Magnesium mit einem eingeritzten Gitter versehen wurden [114].

Analytische Fließfunktionen, welche mit Ergebnissen von Finite–Elemente–Simulationen übereinstimmen, wurden von Beyerlein [176, 177] und Tóth [178, 179] gefunden. Üblicherweise findet die ECAP–Umformung nicht, wie bei den zu Beginn des Kapitels vorgestellten vereinfachten Darstellungen als eine reine einfache Scherung an einer Ebene statt. Vielmehr liegt eine plastische Umformzone vor, in welcher komplexe Deformationszustände auftreten können. Dadurch kommt es auch zu einem inhomogenen Umformzustand, welcher innerhalb der Probe von oben nach unten variieren kann. Experimentell wurde dieses bereits in Kapitel 4.3.2 am Beispiel einer Kupferprobe nach einem ECAP–Umformschritt nachgewiesen. Es kommt dabei auch zu Inhomogenitäten der Mikrostruktur, lokaler mechanischer Eigenschaften und der Textur [176, 180].

Es existieren mehrere Studien, welche Finite–Elemente–Methoden zur Ermittlung des Umformverhaltens, insbesondere der Homogenität der Dehnungsverteilung nach der ECAP–Umformung, einsetzen. Erste Versuche in diesem Bereich wurden an der Modellierung von Aluminium von Prangnell und Koautoren unternommen [181]. Bei diesen Simulationen wurde bereits der Effekt der Reibung berücksichtigt und beobachtet, daß sich eine inhomogene Dehnungsverteilung, insbesondere in der Nähe der Wände der Preßmatrizen, ausbilden kann. Dabei können im Extremfall sogar tote Zonen entstehen, in denen sich das Metall von der Preßmatrize bei dem Kanalwinkel abhebt. Diese Resultate wurden durch die Arbeit von Semiatin und Koautoren bestätigt [182]. Hierbei wurde bereits das Verfestigungsverhalten des Werkstoffs miteinbezogen. Die Autoren zeigten auch, daß eine ECAP–Matrize mit einem beweglichen Boden im Ausgangskanal, eine Idee von Segal [183], vorteilhaft für eine homogene Dehnungsverteilung ist. Weitere Veröffentlichungen beschäftigten sich mit der Änderung der Probenform und der damit vorhandenen Dehnungsverteilung nach ECAP, sowohl in zweidimensionalen [184] als auch in dreidimensionalen [185] FEM–Simulationen. Ebenso gibt es Studien, in denen der Einfluß der Werkzeuggeometrie auf das Verformungsverhalten unter Verwendung einfacher FEM–Modelle

untersucht wird [186, 187]. Auch hier wird bewiesen, daß eine homogene Deformation unter reibungslosen Bedingungen erzielt wird. Die Inhomogenitäten an der Unterseite der Proben werden bei einem größeren Winkel  $\Psi$  verstärkt, da dann kaum mehr eine einfache Scherumformung, sondern ebenfalls eine überlagerte Biegeumformung vorliegt.

Eine wichtige Frage bei der Modellierung des ECAP-Prozesses ist nicht nur die Bestimmung des Umformgrades, sondern auch die Ermittlung des Temperaturanstiegs innerhalb der Proben bei der hochgradigen plastischen Umformung. Dieser ist im Versuch nur schwer in Erfahrung zu bringen, da dazu ein Thermoelement während der Umformung direkt in die Probe eingebracht werden muß. Es liegt tatsächlich eine experimentelle Arbeit vor, bei der dieses an Aluminiumwerkstoffen gelungen ist [188]. Bei langsamen Umformgeschwindigkeiten ( $0,18 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ) wurde an reinem Aluminium fast keine Temperaturzunahme gemessen. Diese stieg bei  $18 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$  auf etwa 30 K an. Der größte Temperaturzuwachs wurde bei einer Aluminiumlegierung mit 3 Gew.-% Magnesium bei  $18 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$  mit bis zu 90 K erreicht. Die Daten aus [188] werden zum Vergleich mit den Modellierungen herangezogen [189, 190, 191]. Alle Simulationen weisen eine sehr gute Übereinstimmung mit den vorhandenen experimentellen Daten auf, welche eine stärkere Erwärmung mit zunehmender Zugfestigkeit des jeweiligen Werkstoffs prognostizieren. Eine Extrapolation für Werkstoffe mit höheren Festigkeiten als die im Versuch verifizierten Aluminiumwerkstoffe ist in [86] zu finden. Dort wird bei einer Zugfestigkeit von 500 MPa eine maximale Erwärmung (bei  $18 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ) von bis zu etwa 175 K vorhergesagt. Allerdings zeigte sich auch, daß der Temperaturanstieg für geringe Umformgeschwindigkeiten ( $0,18 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ) unterhalb von 25 K bleibt. Das bedeutet auch, daß der ECAP-Prozeß, wie er am IWW der TU Clausthal betrieben wird (Geschwindigkeiten bis etwa  $10 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ), zu einer vernachlässigbaren Probenerwärmung führt.

## 7.2 Konstitutives Modell für die hochgradige plastische Umformung

Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Modell beruht auf den grundlegenden Studien zum Verfestigungsverhalten von Kocks und Mecking [192, 193] sowie den weiterführenden Untersuchungen von Estrin [194, 195]. Ein vor kurzem erschienener Übersichtsartikel [39] über das Verfestigungsverhalten im Falle von kubisch-flächenzentrierten Werkstoffen, basierend auf den obigen Arbeiten, betont die weiterhin vorhandene Aktualität der grundlegenden Modellvorstellungen.

Um diese Modelle für die Simulation der hochgradigen plastischen Umformung einsetzen zu können, wurde eine dreidimensionale Erweiterung der obigen Modellvorstellungen [196, 197],

die geeignet ist für die Beschreibung der Verfestigung bis zu Stufe V, entwickelt.

Eine kurze Zusammenfassung des verwendeten versetzungsdichtebasierten konstitutiven Modells soll im folgenden gegeben werden.

Die Versetzungsdichte wird in diesem Modell als skalare interne Variable angesehen. Die Evolution der Versetzungsdichte mit zunehmender Dehnung beschreibt das Verfestigungsverhalten des jeweils simulierten Werkstoffs. Sieht man sich die Mikrostruktur von reinem Kupfer nach einem ECAP-Durchgang an (vergleiche Abbildung 4.2), so ist zu erkennen, daß zwei Bereiche vorliegen, welche getrennt betrachtet werden können. Die Versetzungszellen bestehen aus einem versetzungsarmen Zellinneren mit einer Versetzungsdichte  $\rho_c$  und aus versetzungsreichen Zellwänden, welche über eine Versetzungsdichte  $\rho_w$  verfügen. Die gesamte Versetzungsdichte  $\rho_t$  kann mit Hilfe einer Mischungsregel aus den Werten für die beiden einzelnen Bereiche erhalten werden nach:

$$\rho_t = f \cdot \rho_w + (1 - f) \cdot \rho_c \quad (7.6)$$

Hierbei ist  $f$  der Volumenanteil der Zellwände. Es wurde an Kupfer gezeigt, daß dieser Volumenanteil der Zellwände mit steigender Dehnung abnimmt [198, 199]. In [196] wurde zur Abschätzung folgende Entwicklung von  $f$  mit größer werdender Dehnung vorgeschlagen:

$$f = f_\infty + (f_0 - f_\infty) \cdot \exp(-\gamma_r / \tilde{\gamma}_r) \quad (7.7)$$

Dabei stellt  $f_\infty$  den Sättigungswert des Volumenanteils für hohe Dehnungen,  $f_0$  den Anfangswert,  $\gamma_r$  die wirksame Scherdehnung und  $\tilde{\gamma}_r$  die Änderungsrate von  $f$  mit zunehmender wirksamer Scherdehnung  $\gamma_r$  dar. Typischerweise hängt die mittlere Versetzungszellengröße  $d$  mit der Versetzungsdichte zusammen. Dieser Zusammenhang läßt sich wie folgt beschreiben:

$$d = K / \sqrt{\rho_t} \quad (7.8)$$

$K$  ist die in der Modellierung verwendete Proportionalitätskonstante. Die Gleichung (7.7) impliziert eine starke Verringerung des Volumenbruchteils der Zellwände. Nach Gleichung (7.8) nimmt jedoch die mittlere Zellgröße mit wachsender Versetzungsdichte ab. Das würde zu einem größeren Volumenanteil der Zellwände führen, falls die Zellwände nicht mit steigender Dehnung schärfer werden. Diese aus der Modellvorstellung abgeleitete geringere Zellwandstärke wurde inzwischen experimentell an Kupfer bestätigt [42].

Nun ist noch die Entwicklung der Versetzungsdichte mit zunehmender Dehnung von Bedeutung. Dabei wird die Evolution für die Versetzungsdichte innerhalb der Zellwände  $\dot{\rho}_w$  und innerhalb der Versetzungszellen  $\dot{\rho}_c$  getrennt betrachtet. Für  $\dot{\rho}_w$  gilt:

$$\dot{\rho}_w = \frac{6 \cdot \beta^* \cdot \dot{\gamma}_c \cdot (1-f)^{\frac{2}{3}}}{b \cdot d \cdot f} + \frac{\sqrt{3} \cdot \beta^* \cdot \dot{\gamma}_c \cdot (1-f) \cdot \sqrt{\rho_w}}{f \cdot b} - k_0 \cdot \left( \frac{\dot{\gamma}_w}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} \cdot \dot{\gamma}_w \cdot \rho_w \quad (7.9)$$

Hierbei ist  $b$  der Burgers-Vektor,  $\dot{\gamma}_c$  die Scherrate im Zellinneren,  $\dot{\gamma}_w$  die Scherrate innerhalb der Zellwände und  $\dot{\gamma}_0$  eine Referenzscherrate. Des Weiteren werden der Geometriefaktor  $\beta^*$  ebenso wie  $k_0$  als konstant angesehen. Der Parameter  $n$  hängt mit der Dehnratenempfindlichkeit des Annihilationsprozesses zusammen und ist umgekehrt proportional zur absoluten Temperatur. Zusätzlich steigt  $n$  mit der Stapelfehlerenergie.

Der erste Term der Gleichung (7.9) beschreibt die wachsende Versetzungsdichte in den Zellwänden durch Versetzungen, welche aus dem Zellinneren kommen und Teil der Zellwände werden. Der zweite Term stellt ebenfalls eine Zunahme der Versetzungsdichte  $\rho_w$  dar, wobei in diesem Fall an der Grenze zwischen Zellwand und Zellinnerem Versetzungen durch Frank-Read-Quellen generiert werden. Schließlich beschreibt der dritte Term eine Abnahme von  $\rho_w$  durch Quergleiten von Versetzungen, welche sich annihilieren können.

Die Evolution der Versetzungsdichte im Zellinneren läßt sich durch eine ähnliche Gleichung, welche dieselben Effekte beinhaltet, bestimmen:

$$\dot{\rho}_c = \alpha^* \cdot \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\sqrt{\rho_w}}{b} \cdot \dot{\gamma}_w - \beta^* \cdot \frac{6 \cdot \dot{\gamma}_c}{b \cdot d \cdot (1-f)^{1/3}} - k_0 \cdot \left( \frac{\dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} \cdot \dot{\gamma}_c \cdot \rho_c \quad (7.10)$$

Bei  $\alpha^*$  handelt es sich um einen weiteren Geometriefaktor, der als konstant betrachtet wird. Die in Gleichung (7.10) enthaltenen Versetzungsmechanismen sind wie folgt auf die jeweiligen Terme zu verteilen: Der erste Term beschreibt die Entstehung von Versetzungen durch Frank-Read-Quellen an der Grenzfläche, welche zu einer Erhöhung von  $\rho_c$  beitragen, der zweite Term den Verlust an Versetzungen im Zellinneren, welche in die Zellwände wandern, und der dritte Term wiederum die Annihilation von Versetzungen durch Quergleiten, welche ebenfalls zu einer Verringerung von  $\rho_c$  führt.

Um nun die ECAP-Umformung modellieren zu können, werden kinetische Gleichungen für die Scherspannungen benötigt. Diese beruhen auf den Grundlagen, welche in [195] dargelegt sind. Die kinetischen Gleichungen stellen eine Verknüpfung zwischen der wirksamen Scherspannung  $\tau^r$  und der wirksamen plastischen Scherrate  $\dot{\gamma}^r$  her. Auch hier werden zunächst beide Bereiche (Zellwand und Zellinneres) getrennt betrachtet, so daß zwei unterschiedliche skalare wirksame Scherspannungen  $\tau_w^r$  und  $\tau_c^r$  definiert werden können.

Für die Zellwand gilt:

$$\tau_c^r = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_c} \cdot \left( \frac{\dot{\gamma}_c^r}{\dot{\gamma}_0} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (7.11)$$

Hierbei ist  $\alpha$  eine Konstante (typischerweise 0,25),  $G$  der Schermodul und  $m$  die Dehnratenempfindlichkeit. Die entsprechende Formel für das Zellinnere lautet:

$$\tau_w^r = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_w} \cdot \left( \frac{\dot{\gamma}_w^r}{\dot{\gamma}_0^r} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (7.12)$$

Wie schon bei der Beschreibung der gesamten Versetzungsdichte  $\rho_t$  ergibt sich die gesamte wirksame Scherspannung mit Hilfe einer Mischungsregel:

$$\tau^r = f \cdot \tau_w^r + (1 - f) \cdot \tau_c^r \quad (7.13)$$

Um eine Kompatibilität der einzelnen Dehnraten entlang der Grenzflächen zwischen Zellinnerem und Zellwänden zu gewährleisten, wird folgende Relation verwendet:

$$\dot{\gamma}_c^r = \dot{\gamma}_w^r = \dot{\gamma}^r \quad (7.14)$$

Anschaulich läßt sich das so interpretieren: Die durch die höhere Versetzungsdichte stärker verfestigten Zellwände dienen als eine Art Gerüst, in welches das weniger feste Zellinnere eingebettet ist. Bei der Umformung folgt das Zellinnere der Verformung der Zellwände. Damit liegt eine vollständige Beschreibung des Verfestigungsmodells, mit dem man auch die Evolution der Mikrostruktur verfolgen kann, vor.

Soll zusätzlich noch die Texturentwicklung untersucht werden, muß dieses Modell mit kristallplastischen Vorstellungen verknüpft werden wie zum Beispiel in [197]. Normalerweise werden bei der Verformung verschiedene Gleitsysteme mit jeweils unterschiedlichen wirksamen Scherspannungen aktiviert. Der Einfachheit halber kann man annehmen, daß die Versetzungszellen innerhalb eines betrachteten Kornes identisch sind, und Misorientierungen zwischen diesen Zellen vernachlässigen. Lediglich die Orientierung des makroskopischen Kornes ist von Bedeutung. Unter der Annahme eines identischen Scherwiderstands auf allen Gleitsystemen wurde in [197] folgende Gleichung für die wirksame Scherdehnrates  $\dot{\gamma}^r$ , welche die mechanische Antwort der Versetzungszellen auf eine angelegte Spannung wiedergibt, aufgestellt:

$$\dot{\gamma}^r = \left[ \sum_{s=1}^N \dot{\gamma}_s^r \frac{m+1}{m} \right]^{\frac{m}{1+m}} \quad (7.15)$$

Hierbei ist  $N$  die Anzahl der Gleitsysteme und  $\dot{\gamma}_s^r$  die wirksame Dehnrates auf dem  $s$ -ten Gleitsystem. Für die Berechnung der Textur setzte Baik [41, 115, 200] das klassische Taylor-Modell, welches die gleiche homogene Deformation für jedes Korn fordert (FC, *full constraints*), ein [201]. Die Bestimmung der Dehnrates in den jeweils aktiven Gleitsystemen wurde durch eine zufällige Auswahl durch lineare Programmierung [202] realisiert. Für die Textursimulationen wurden jeweils 300 Körner verwendet [115].

### 7.3 FEM-Implementation des Modells

Um den ECAP-Prozeß als Ganzes simulieren zu können, wurde das in Kapitel 7.2 beschriebene versetzungsdichtenbasierte Modell in eine benutzerdefinierte Routine (UMAT) des Finite-Elemente-Programms *ABAQUS* [203] implementiert.

Die FE-Modellierung wird folgendermaßen durchgeführt: Mit den gegebenen Materialparametern wird zum Zeitpunkt  $t$  die Matrix der Verformungsinkremente für jedes Element ermittelt. Aus den Dehnungsinkrementen ergeben sich die wirksamen Scherdehnungen  $\dot{\gamma}_s^r$  für alle Gleitsysteme  $s$  für jedes Korn. Daraus läßt sich mit Gleichung (7.15) die skalare wirksame Scherdehnung  $\dot{\gamma}^r$  berechnen, welche wiederum dazu benötigt wird, mit Hilfe der Gleichungen (7.9) und (7.10) die Evolution der Versetzungsdichten im Zellinneren und innerhalb der Zellwände zu bestimmen. Die erhaltenen Versetzungsdichten werden in die kinetischen Gleichungen (7.11) und (7.12) eingesetzt. Nachfolgend führt die Anwendung der Mischungsregel dann zur skalaren wirksamen Scherspannung  $\tau^r$ . Ebenso bekommt man die Versetzungszellengröße aus der gesamten Versetzungsdichte  $\rho_t$  nach Gleichung (7.8). Die Vergleichsspannung  $\sigma$  ist aus den nun bekannten Größen nach folgender Relation zugänglich:

$$\tau^r \cdot \dot{\gamma}^r = \sigma \cdot \dot{\epsilon} \quad (7.16)$$

Die Vergleichsdehnrate  $\dot{\epsilon}$  ergibt sich aus den FE-Berechnungen.

Zusätzlich kann zur Verfolgung der Textur aus den Verformungsinkrementen die Rotation der einzelnen Körner ermittelt und als aktualisierter Datensatz dem nächsten FE-Rechenschritt wieder zugeführt werden.

Die einzelnen Parameter, welche bei der Modellierung des ECAP-Prozesses von Kupfer verwendet wurden, sind in Tabelle 7.1 zusammengefaßt. Neben den zitierten Literaturdaten wurden einige Parameter entweder durch geeignete Annahmen (typische Größen) oder durch eine Anpassung der Simulation (Optimierung) an experimentelle Werte gewonnen. Dabei ist anzumerken, daß die Modellierung kaum von den angenommenen Anfangswerten für  $\rho_w^{t=0}$  und  $\rho_c^{t=0}$  abhängt. Die optimierten Parameter  $\alpha^*$ ,  $\beta^*$  und  $k_0$  wurden bei einer Simulation des ECAP-Prozesses von Aluminium erhalten, so daß die errechneten Werte für Fließspannung und Versetzungsdichten möglichst nahe bei den empirischen Werten liegen [115]. Ebenso ergab die Anpassung der ermittelten Versetzungsdichte an die gemessene Zellgrößen den Parameter  $K$ .

Mehrfache ECAP-Umformungen wurden wie folgt simuliert: Nach einem ECAP-Durchgang wurden die in der homogenen Probenmitte bestimmten Vergleichsspannungen und -dehnungen, Versetzungsdichten, Materialparameter und Kornrotationen abgespeichert und dienten als Startwerte für einen zweiten ECAP-Durchgang. Für diesen wurde das gleiche initiale FEM-Netz eingesetzt, wobei die aus der Probenmitte gewonnenen Daten homogen über das neue Netz ver-



Parameter	Wert	Quelle
$\rho_w^{t=0}$	$1,0 \cdot 10^{-13} \text{ m}^{-2}$	Annahme
$\rho_c^{t=0}$	$1,0 \cdot 10^{-14} \text{ m}^{-2}$	Annahme
$f_0$	0,25	[197]
$f_\infty$	0,06	[197]
$\tilde{\gamma}^r$	3,2	[197]
$\dot{\gamma}_0$	1,0	Annahme
$m$	250	[195]
$n$	50	[195]
$\alpha$	0,25	[195]
$G$	42,1 GPa	[204]
$b$	$2,56 \cdot 10^{-10} \text{ m}$	[204]
$K$	10	Optimierung
$\alpha^*$	0,0654	Optimierung
$\beta^*$	0,0123	Optimierung
$k_0$	9,2	Optimierung

Tabelle 7.1: Parameter für die ECAP–Simulation von Kupfer.

teilt wurden. Das führt dazu, daß die Modellierung an den Endstücken der jeweiligen Proben bei der Berechnung mehrerer ECAP–Durchgänge von der Realität abweicht. Da aber vor allem die Evolution der Mikrostruktur, der mechanischen Eigenschaften und der Textur im Vordergrund stand, welche aus der homogenen Probenmitte zugänglich sind, ist diese Art der Simulation vollkommen hinreichend. Auch soll hier nochmals darauf hingewiesen werden, daß im praktischen ECAP–Prozeß häufig die Probenenden speziell deformiert werden, wie bereits in Kapitel 3.2 beschrieben wurde. Insofern ist meistens auch für die praktische Anwendung nur der homogene Mittelteil der Probe verwendbar.

Abbildung 7.3 zeigt das initiale FEM–Netz (links) und ein verformtes FEM–Netz nach der ECAP–Umformung (rechts). Des weiteren verdeutlicht die Graphik die soeben beschriebene Prozedur der Datenaktualisierung. Die aus der Mitte des rechten FEM–Netzes erhaltenen Daten werden wieder in das links dargestellte initiale Netz eingesetzt. Die typischen ECAP–Routen werden dabei durch eine entsprechende positionelle Umstellung der für die einzelnen Elemente ermittelten Werte erreicht. So werden zum Beispiel für die Route  $C$  die Oberseite und die Unterseite durch eine Übertragung der Daten vertauscht. Auf diese Weise kann auch der Einfluß der jeweiligen ECAP–Prozeßroute insbesondere auf die Variation der Textur berücksichtigt werden. Die Auswirkungen der Prozeßroute auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften

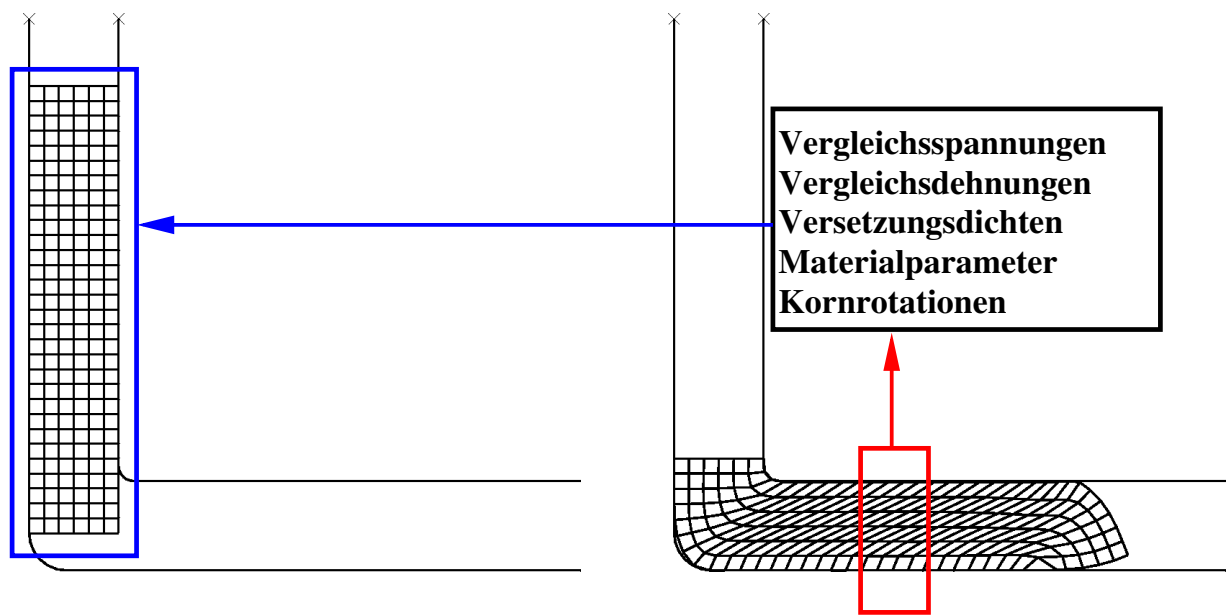


Abbildung 7.3: Schematische Darstellung der Datenaktualisierung bei der Simulation mehrfacher ECAP-Umformungen.

erweisen sich bei dieser Simulation, insbesondere nach mehreren ECAP-Durchgängen, als eher gering. Wesentliche Unterschiede sind vor allem in der Homogenität der eingebrachten Dehnungen festzustellen, wie noch in Kapitel 7.5 ausgeführt wird. Da die Dehnungen nach mehreren Durchgängen relativ hoch sind, gibt es dann nur einen fast vernachlässigbaren makroskopischen Einfluß auf die Eigenschaften und die Mikrostruktur.

## 7.4 Simulation der Dehnung nach ECAP

Am Anfang von Kapitel 7 wurden analytische Formeln vorgestellt, welche die in das ECAP-umgeformte Werkstück eingebrachte Dehnung beschreiben. Diese geben, wie bereits erwähnt, eine gute Abschätzung für eine Größenordnung, wie stark der Umformgrad der Proben nach dem ECAP-Versuch ist. Eine genauere Betrachtung allerdings kommt nicht um die FEM-Simulation herum. Insbesondere das in Kapitel 7.2 beschriebene Modell eignet sich gut, das Verfestigungsverhalten auch bei sehr hohen Umformgraden zu berechnen und somit derartige Simulationen durchzuführen.

In Abbildung 7.4 ist das verformte FEM-Netz und die eingebrachte Dehnung für reines Kupfer nach einem ECAP-Durchgang dargestellt, wobei bei der Berechnung die Reibung nicht berücksichtigt wurde. Die Kanalgeometrie war so gewählt, daß  $\Psi \approx 0$  gilt. Es wurde lediglich ein minimaler Radius in der unteren Preßmatrizenecke verwendet, um auftretende numerische

Schwierigkeiten zu vermeiden.

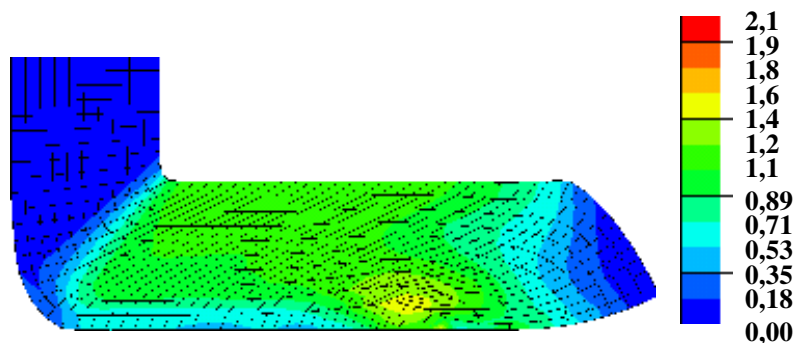


Abbildung 7.4: Eingebachte Dehnung und verformtes FEM-Netz für reines Kupfer nach einem ECAP-Durchgang.

Sehr gut sind hier schon einige Charakteristika des ECAP-Prozesses zu erkennen. Zum einen ist der zuerst in den Preßkanal eingedrungene Teil der Probe kaum umgeformt. Das läßt sich relativ leicht dadurch erklären, daß der erste Teil der Probe sich bereits zu Beginn des Prozesses wieder außerhalb des Umformbereichs befindet und dann lediglich vom nachfolgenden Probenmaterial in den Ausgangskanal der Preßmatrize gedrückt wird. Zum anderen ist auch deutlich an der auf der linken Seite abgerundeten Kontur des deformierten FEM-Netzes zu sehen, daß es nicht zu einer vollständigen Ausfüllung des Kanals, sondern zu der bereits prognostizierten Bildung einer Lücke zwischen Kanal und Probe [85, 86] kommt. Damit verkoppelt ergibt sich bei der Umformung, wie bereits in Kapitel 4.3.2 erwähnt, ein Gradient der mechanischen Eigenschaften insbesondere zur Probenunterseite hin, der dadurch bedingt ist, daß es sich eben in diesem Fall nicht um eine Scherung an einer Ebene, sondern um eine fächerförmige Umformzone handelt.

Nun hängt es von der jeweils eingesetzten weiteren ECAP-Umformung ab, wie homogen sich die Dehnung und damit auch die Eigenschaften in der Probe verteilen. So führt die Prozeßroute  $A$ , bei der die Probe nicht gedreht wird, stets dazu, daß an der Unterseite der Probe bei jeder ECAP-Umformung eine niedrigere Dehnung eingebracht wird. Da das Material bei der ECAP-Umformung allerdings verfestigt, ist der Effekt pro Pressung bei einer höheren Anzahl an ECAP-Durchgängen geringer. Die Differenz der eingebrachten Dehnung zwischen Probenmitte und unterem Probenrand nach mehreren ECAP-Durchgängen ist von der verwendeten Prozeßroute abhängig. Dazu wurden Simulationen von bis zu acht ECAP-Umformungen nach den Routen  $A$ ,  $B_C$  und  $C$  mit den in Tabelle 7.1 angegebenen Parametern für Kupfer durchgeführt, wobei die Reibung vernachlässigt wurde. Man kann einen Parameter  $\eta$ , welcher ein Maß für die Abweichung der eingebrachten Dehnung an der Probenunterseite und somit für die Homogenität der Probe sein soll, folgendermaßen definieren:

$$\eta = \frac{\epsilon_{Mitte} - \epsilon_{Rand}}{N} \quad (7.17)$$

Dabei sind  $\epsilon_{Mitte}$  und  $\epsilon_{Rand}$  die jeweiligen Vergleichsdehnungen in der Probenmitte beziehungsweise am unteren Probenrand sowie  $N$  die Anzahl der ECAP-Durchgänge.

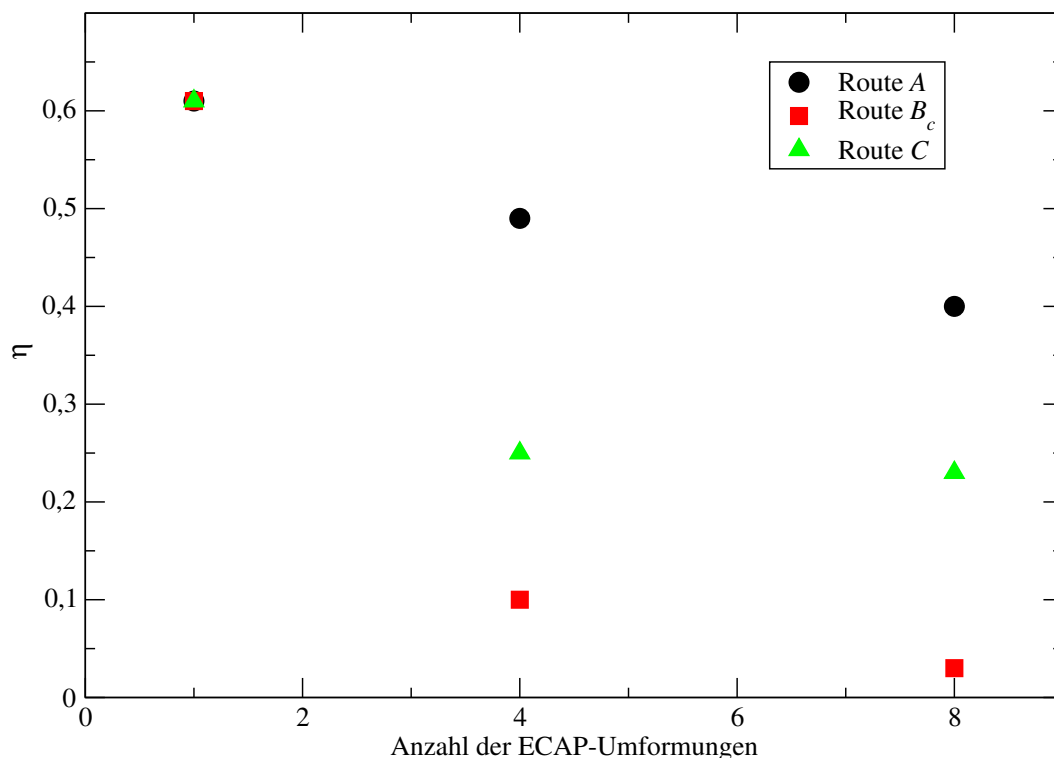


Abbildung 7.5: Abhängigkeit von  $\eta$  von der Anzahl der ECAP-Umformungen für die Routen  $A$ ,  $B_C$  und  $C$ .

Man erkennt in Abbildung 7.5 deutlich die sehr viel größere Homogenität der eingebrachten Dehnungen bei Anwendung der Route  $B_C$ , was sich in der starken Abnahme von  $\eta$  widerspiegelt. Es gibt dort nach einigen ECAP-Umformungen nur noch geringe Differenzen innerhalb der Probe. Die Route  $C$  mit ihrer jeweiligen  $180^\circ$ -Drehung führt zu einer systematischen Erniedrigung der eingebrachten Dehnung in der Ober- und Unterseite der Probe. Da im Gegensatz zu Route  $A$  jedoch nur in jedem zweiten Durchgang dieselbe Seite der Probe unten ist, ergibt sich nach mehreren ECAP-Durchgängen für  $\eta$  folgende Abhängigkeit von der Prozessroute:

$$\eta_{B_C} < \eta_C < \eta_A \quad (7.18)$$

Ein zusammenfassendes Bild erhält man, wenn man die jeweilige eingebrachte Vergleichsdehnung gegen den relativen Abstand von der Probenunterseite aufträgt wie in Abbildung 7.6.

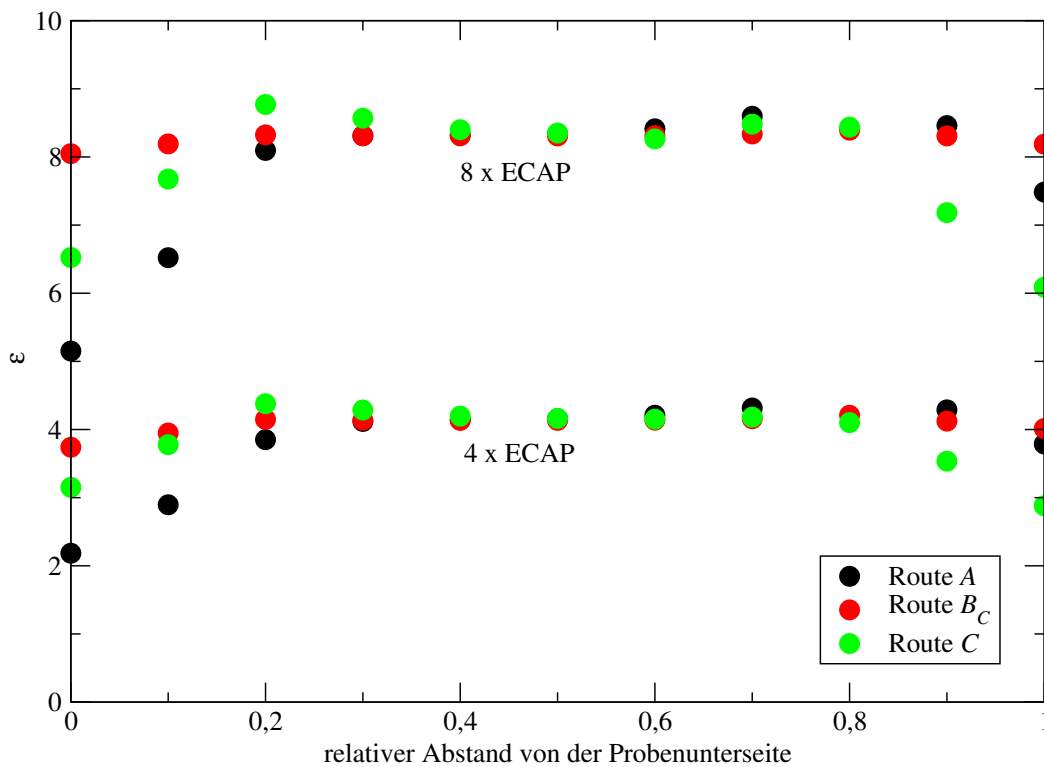


Abbildung 7.6: Homogenität der Dehnungsverteilung in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP–Umformungen für die Routen  $A$ ,  $B_C$  und  $C$ .

Es ist gut zu sehen, daß bei allen drei ECAP–Prozeßrouten in der Probenmitte ein Plateau mit jeweils gleicher eingebrachter Vergleichsdehnung existiert. Allerdings zeigt sich auch deutlich der Unterschied zwischen den verschiedenen Routen, wenn man die zugehörigen Probenränder unten (links im Bild) und oben (rechts im Bild) betrachtet. Insbesondere fällt bei der Route  $C$ , bedingt durch die  $180^\circ$ –Drehung nach jeder ECAP–Umformung, der bereits erwähnte Abfall der Dehnung sowohl an der Probenoberseite als auch an der Probenunterseite auf. Bei Route  $A$  liegt dagegen, wie bereits aus dem Verlauf von  $\eta$  zu vermuten war, ein extremer Abfall der eingebrachten Dehnung an der Unterseite vor. Lediglich bei der Route  $B_C$  bildet sich eine hervorragende Homogenität über den ganzen Probenquerschnitt heraus.

Jedoch wirkt sich die Variation der eingebrachten Dehnung über die Probenquerschnitte gar nicht so stark auf die mechanischen Eigenschaften und die Mikrostruktur aus, wenn man die verschiedenen Prozeßrouten miteinander vergleicht. Dieses wird in Kapitel 7.5 noch ausführlicher behandelt.

## 7.5 Simulation der Entwicklung von Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften

Das in Kapitel 7.2 beschriebene Modell erlaubt es, die Entwicklung sowohl der Zellgröße als auch der Festigkeit des Werkstoffs mit fortschreitender ECAP-Umformung vorherzusagen. Dazu wurden Rechnungen an Kupfer und an Aluminium durchgeführt. Die zugehörigen experimentellen Ergebnisse wurden bereits in den Kapiteln 4 und 5 dargestellt.

Zunächst soll am Beispiel des Kupfers ausführlich die Evolution der die Mikrostruktur beeinflussenden Größen erläutert werden.

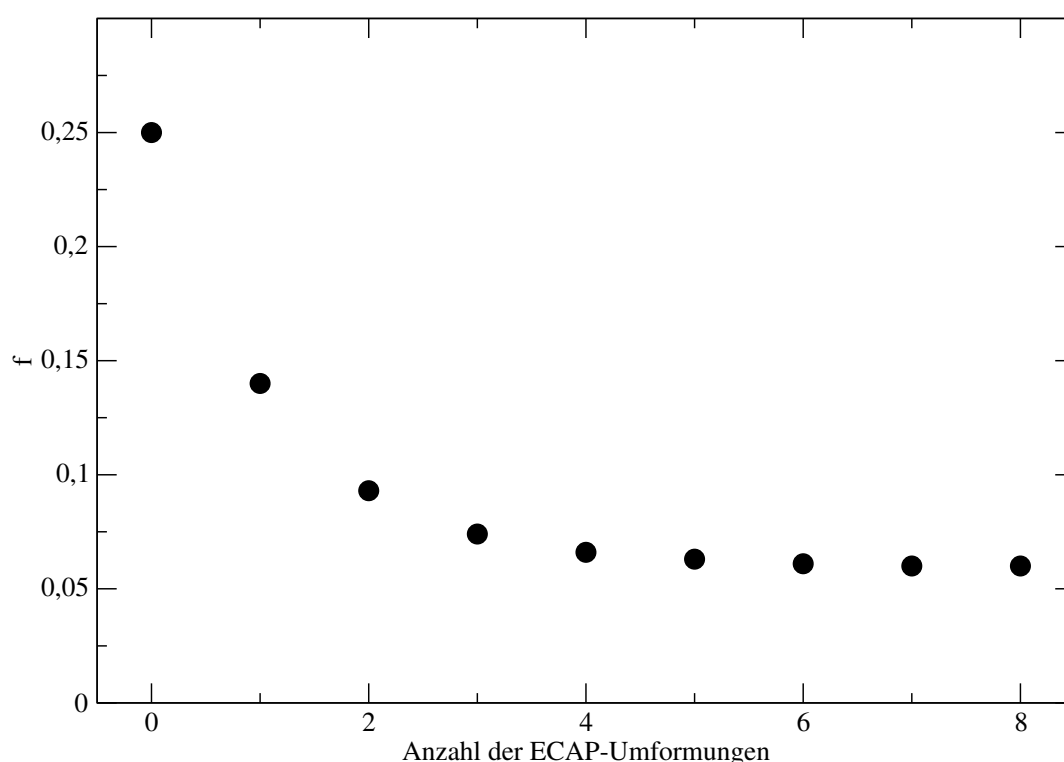


Abbildung 7.7: Entwicklung des Volumenanteils der Zellwände  $f$  von reinem Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen.

Abbildung 7.7 zeigt die nach der Modellgleichung (7.7) bestimmte Entwicklung des Volumenanteils der Zellwände. Ganz klar ist zu erkennen, daß es bereits nach einem ECAP-Durchgang zu einer sehr starken Abnahme von  $f$  kommt, wie sie aus der zugrundeliegenden Formel zu erwarten ist. Das bedeutet auch, daß bei der ECAP-Umformung, insbesondere nach mehreren Preßvorgängen, die gesamte Versetzungsdichte  $\rho_t$  im wesentlichen von der Versetzungsdichte innerhalb der Versetzungszellen  $\rho_c$  dominiert wird.

Abbildung 7.8 veranschaulicht diesen Effekt. Deutlich ist schon nach dem ersten ECAP-

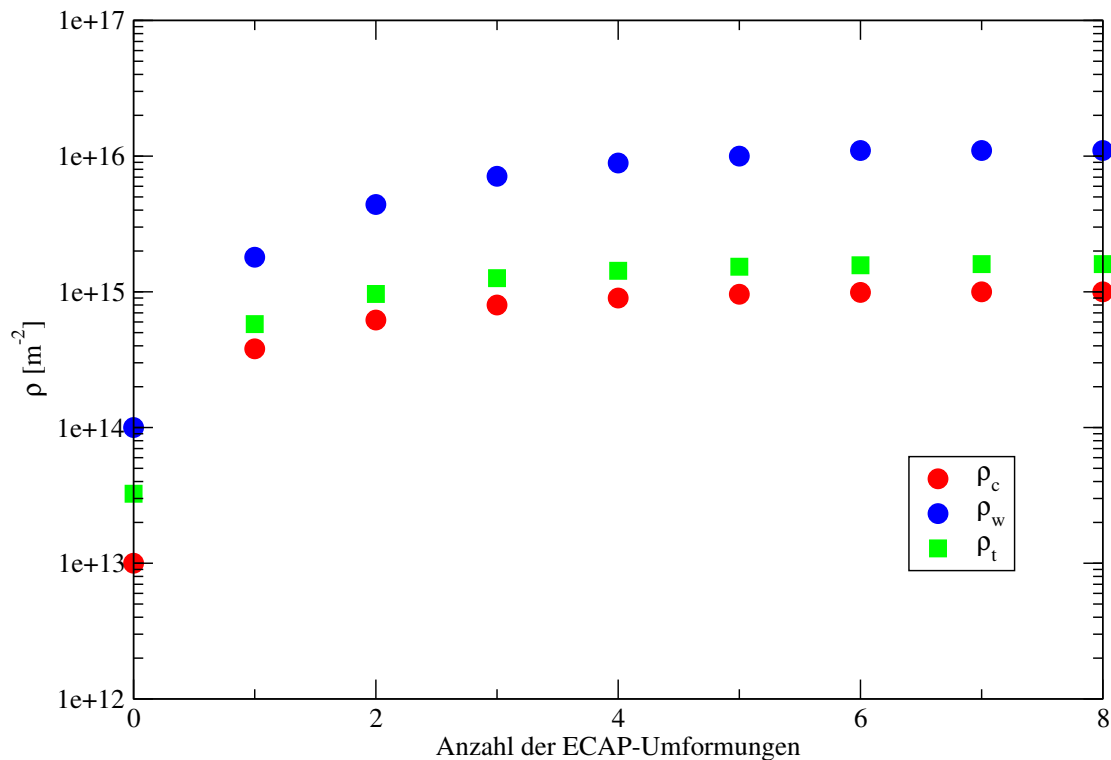


Abbildung 7.8: Entwicklung der Versetzungsdichten von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen.

Durchgang ein starker Anstieg der Versetzungsdichten sowohl innerhalb der Zellen als auch in den Zellwänden zu verzeichnen. Der Wert für die gesamte Versetzungsdichte weicht nicht sehr stark von derjenigen für  $\rho_c$  ab. Es erweist sich, daß die Versetzungsdichte sowohl innerhalb der Zellen als auch innerhalb der Zellwände schnell einen Sättigungswert erreicht, was darauf beruht, daß sich die modellmäßig erfaßten Mechanismen zur Generierung und zur Annihilation der Versetzungen dann in einem Gleichgewicht befinden. Dieses Resultat stimmt sehr gut mit den mittels Röntgenbeugung an reinem Kupfer erhaltenen Ergebnissen [71] (vergleiche Abbildung 4.11) überein. Dieses gilt vor allem für den experimentell ermittelten Sättigungswert der Versetzungsdichte ( $2,5 \cdot 10^{-15} \text{ m}^{-2}$ ).

Da die Versetzungsdichte nach Gleichung (7.8) mit dem mittleren Versetzungszellendurchmesser korreliert, kann so die Evolution der mittleren Zellgröße direkt verfolgt und mit den experimentellen Ergebnissen der TEM-Untersuchungen (vergleiche Kapitel 4.1) verglichen werden. Die gute Annäherung der Simulation an die gemessenen Daten insbesondere nach mehreren ECAP-Durchgängen ist aus Abbildung 7.9 zu erkennen. Sowohl die in den Versuchen auftretende Kornfeinung als auch die Sättigung des mittleren Zelldurchmessers nach mehreren Preßvorgängen werden durch die Modellierung passend wiedergegeben.

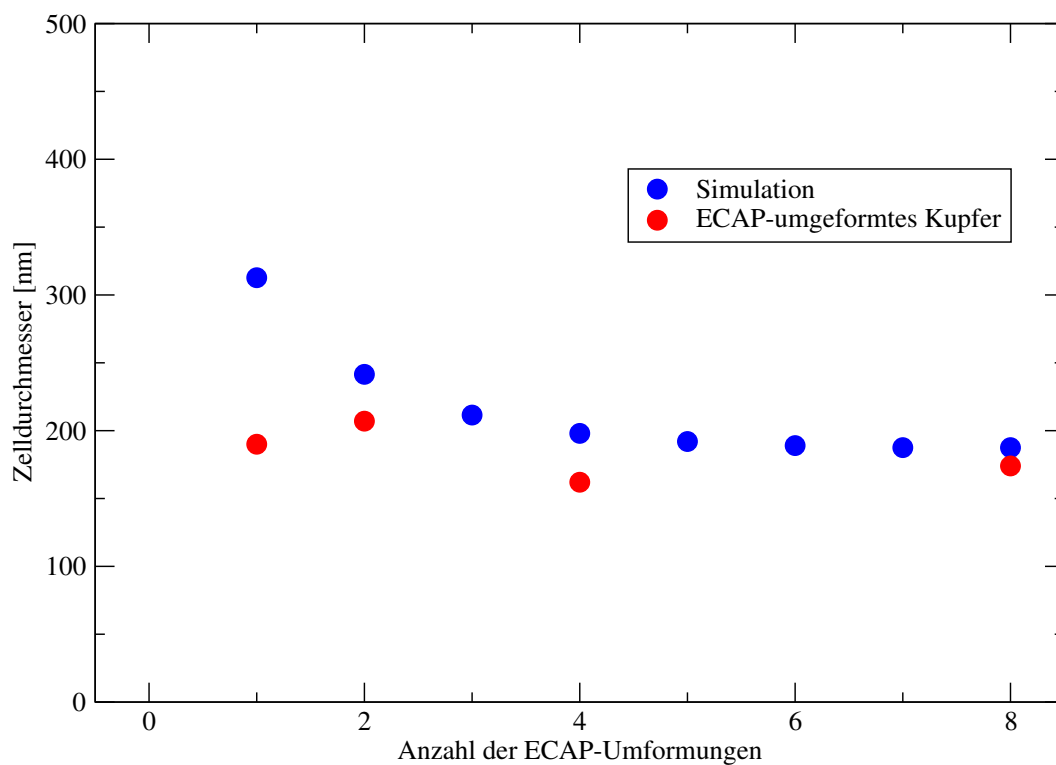


Abbildung 7.9: Entwicklung der Zellgröße von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen.

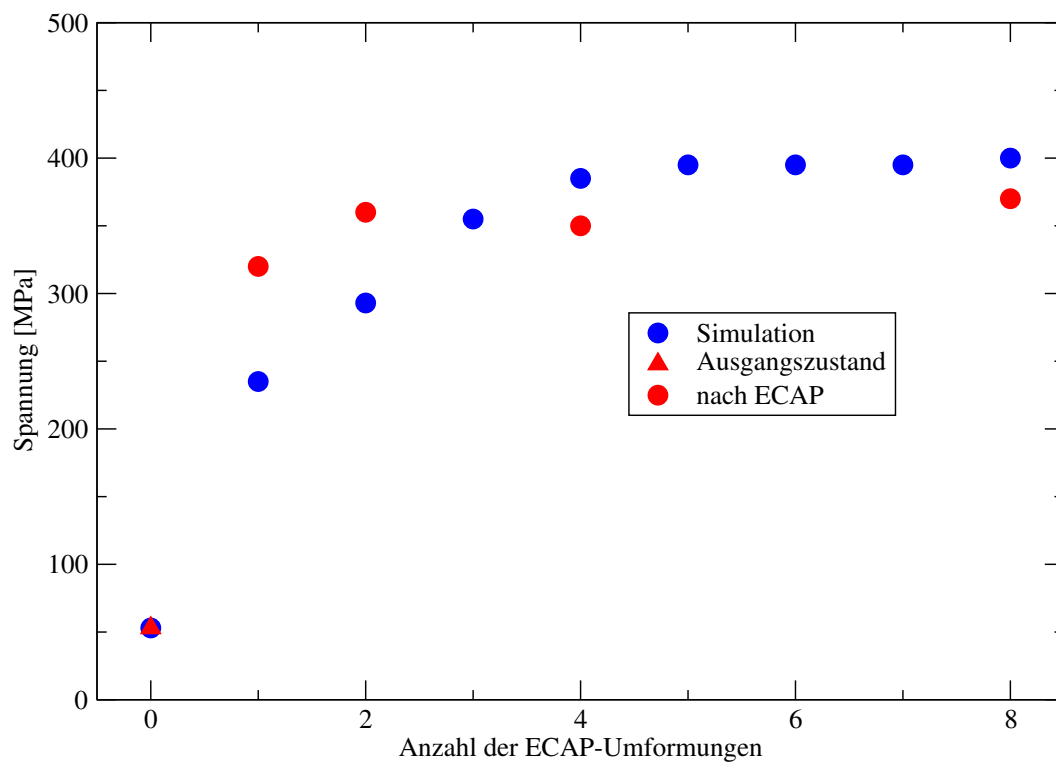


Abbildung 7.10: Entwicklung der Streckgrenze von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen.



Ist die Entwicklung der Versetzungsdichten bekannt, kann mit Hilfe der kinetischen Gleichungen (7.11) und (7.12) sowie mittels des weiteren in den Kapiteln 7.2 und 7.3 beschriebenen Vorgehens die Festigkeit nach der ECAP-Umformung prognostiziert werden. Abbildung 7.10 stellt die Veränderung der Streckgrenze von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen dar. Auch hier zeigt sich, wie bereits in Kapitel 4 für die Versuchsergebnisse beschrieben, eine schnelle Sättigung der Eigenschaften. Die Vorhersage des Modells bezüglich der Größe der Sättigungsspannung ist ebenfalls sehr gut in Einklang mit den experimentellen Resultaten.

Das in Kapitel 7.2 dargelegte Modell ist nicht nur für die Simulation von ECAP an Kupfer geeignet. Die gute Übereinstimmung von gemessenen und berechneten Ergebnissen konnte auch an Aluminium [115] und an IF-Stahl [200] bestätigt werden. Vergleichende Auftragungen für Aluminium sind in den Abbildungen 7.11 und 7.12 zu sehen.

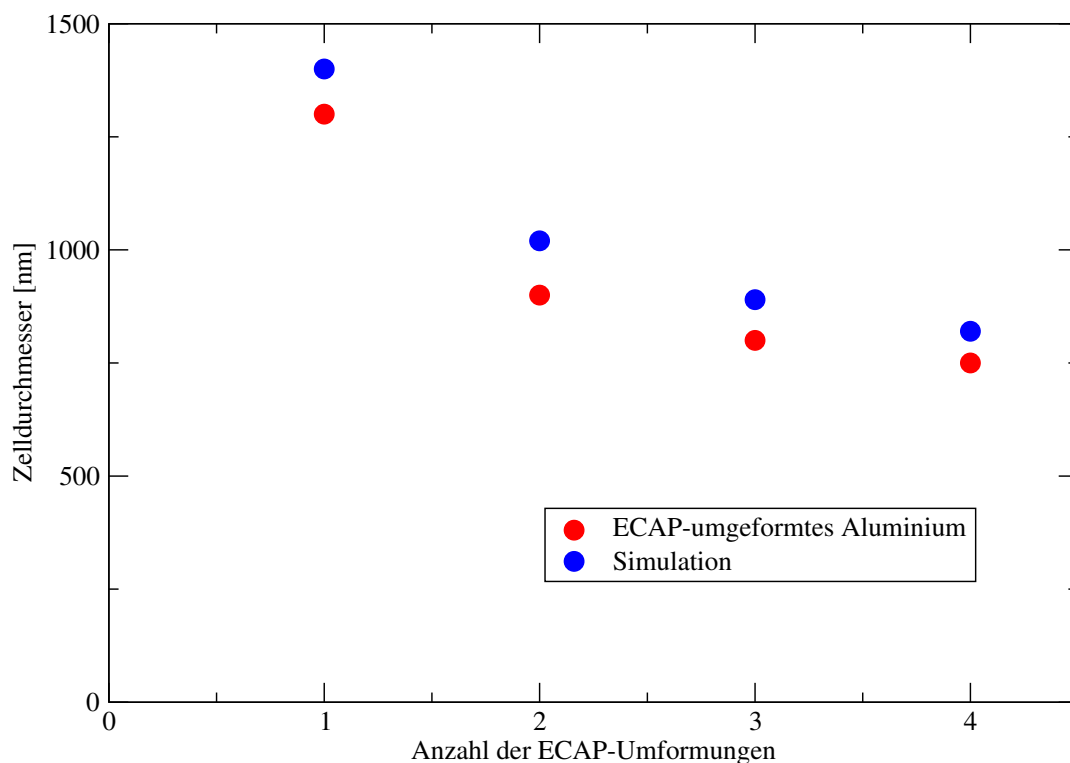


Abbildung 7.11: Entwicklung der Zellgröße von Aluminium mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen.

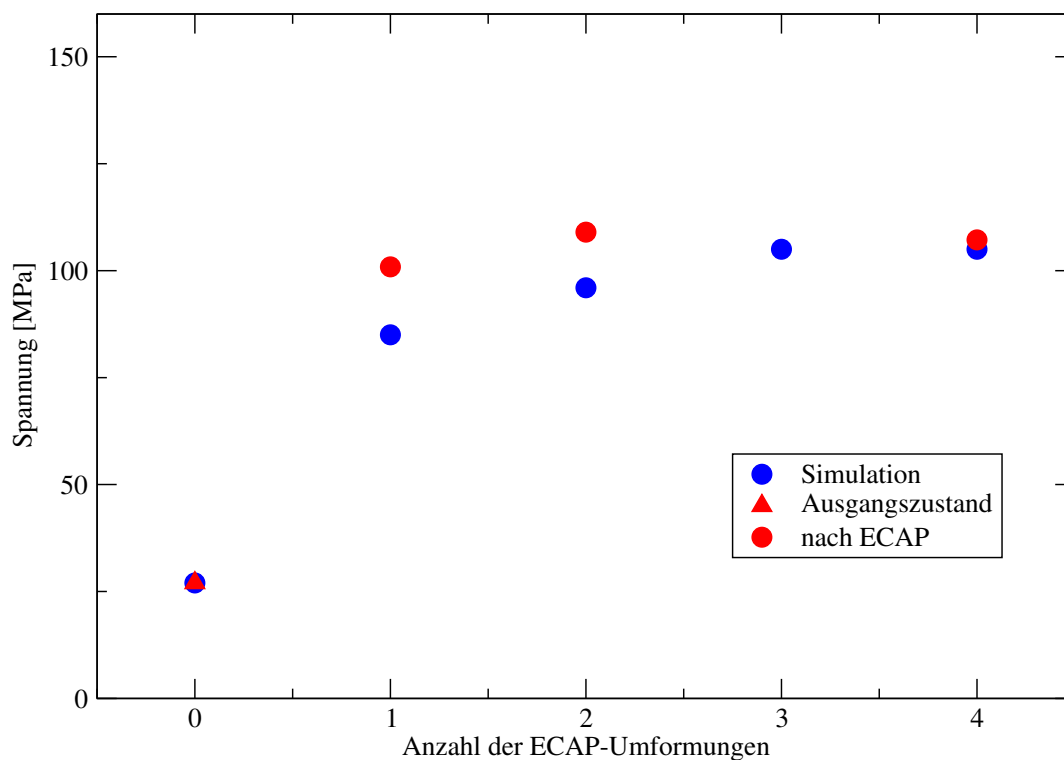


Abbildung 7.12: Entwicklung der Streckgrenze von Aluminium mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen.

## 7.6 Entwicklung der Misorientierung

Ein Aspekt, der in der bisher vorgestellten Modellierung nicht enthalten ist, ist die Evolution der Misorientierung benachbarter Versetzungszellen. So ist bei der Entwicklung der Größe der Versetzungszellen mit steigendem ECAP-Umformgrad schnell eine Sättigung erreicht. Allerdings entsteht nach dem ersten ECAP-Durchgang eher eine von Kleinwinkelkorngrenzen geprägte Versetzungszellenstruktur, welche sich nach mehreren weiteren Preßdurchgängen zu der gewünschten äquiaxialen Mikrostruktur ausbilden kann (vergleiche Kapitel 4.1).

Ein möglicher einfacher Ansatz, eine solche Evolution der Misorientierung zu beschreiben, besteht darin, eine entsprechende empirische Gleichung einzuführen [205]. Diese basiert darauf, daß auf experimentellem Wege eine Relation zwischen der mittleren Misorientierung  $\Theta_{AV}$  und der eingebrachten Dehnung  $\epsilon$  aufgestellt werden kann [48]. Die als Ausgangspunkt betrachtete Mikrostruktur entspricht der Abbildung 4.2, auf der zwei verschiedene Typen von versetzungsbasierten Grenzen zu erkennen sind [32, 206], nämlich die in Kapitel 4.1 bereits erwähnten dichten (DDWs) und feinen Versetzungswände (IDBs). Für die DDWs sind die sogenannten geometrisch notwendigen Versetzungen verantwortlich; diese Grenzen werden daher auch als GNBs (*geometrically necessary boundaries*, vergleiche auch Kapitel 2.2) bezeichnet. Der durchschnitt-

liche Misorientierungswinkel für die beiden Typen von Versetzungswänden unterscheidet sich, da die zugrundeliegenden Mechanismen für ihre jeweilige Bildung und Entwicklung differieren. Generell besitzen die GNBs im Vergleich zu den IDBs größere Misorientierungen.

Bei den IDBs ist, wie schon zuvor behandelt, das statistische Einfangen von Versetzungen derjenige Mechanismus, welcher bei zunehmender Dehnung des Werkstoffs zu einer leichten Misorientierung benachbarter Zellen führt. Die GNBs dagegen entwickeln sich, wenn in benachbarten Regionen verschiedene Gleitsysteme vorliegen oder wenn bei demselben Gleitsystem unterschiedliche Scheramplituden und/oder große lokale Dehnungsunterschiede vorhanden sind [52].

Nach [48] ergibt sich eine allgemeine Beziehung zwischen der mittleren Misorientierung der IDBs  $\Theta_{AV_{IDB}}$  und der Dehnung:

$$\Theta_{AV_{IDB}} = k_{IDB} \cdot \epsilon^{\frac{1}{2}} \quad (7.19)$$

In dieser empirischen Formel ist  $k_{IDB}$  die mittlere Misorientierung bei  $\epsilon = 1$ , welche in umgeformten Mikrostrukturen mittels EBSD oder TEM gemessen werden kann. Nach [51] gilt Gleichung (7.19), sofern sich die mittlere Größe der Versetzungszellen bei der Dehnung nicht ändert. Wie bereits gezeigt wurde, trifft dieses bei der ECAP–Umformung zu.

Für den Fall von GNBs kann ebenfalls eine empirische Relation definiert werden, welche aber über einen anderen Exponenten verfügt [47]. Diese lautet:

$$\Theta_{AV_{GNB}} = k_{GNB} \cdot \epsilon^{\frac{2}{3}} \quad (7.20)$$

Diese Relation ist nur für niedrigere Umformgrade gültig; bei höheren beträgt der Exponent 0,8 [51], was in dieser Arbeit eingesetzt wurde.

Für die Simulation der Misorientierung ist also die Kenntnis der Werte von  $k_{IDB}$  und  $k_{GNB}$  notwendig. In Abbildung 4.9 wurde an reinem Kupfer die Misorientierungsverteilung der IDBs bestimmt. Da es sich um eine Probe nach einem ECAP–Durchgang handelt, welche durch die Matrizengeometrie ( $\Phi = 90^\circ$ ,  $\Psi = 20^\circ$ ) einen Wert von  $\epsilon \approx 1$  besitzt, kann man diese Daten nutzen, um  $k_{IDB}$  für Kupfer zu erhalten:

$$k_{IDB} = 0,0445 \text{ rad} \quad (7.21)$$

Dieser Wert entspricht einem Winkel von  $2,55^\circ$ .

Leider konnte mittels TEM kein statistisch signifikanter Wert für  $k_{GNB}$  ermittelt werden, da die jeweiligen Bildausschnitte dieses nicht zuließen. Für die Modellierung wird daher ein aus der Literatur abgeschätzter Wert verwendet [50]. Es ergibt sich:

$$k_{GNB} = 0,1047 \text{ rad} \quad (7.22)$$

Dieses stimmt mit einem Misorientierungswinkel von  $6^\circ$  überein.

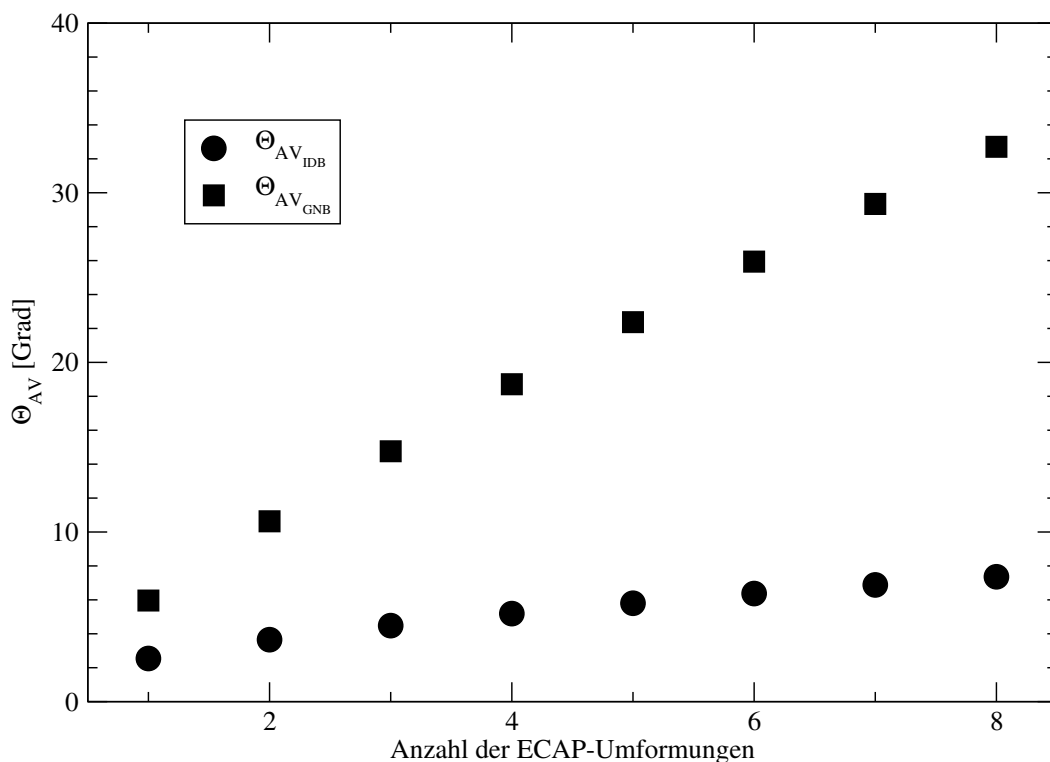


Abbildung 7.13: Berechnete Evolution der mittleren Misorientierungswinkel  $\Theta_{AV_{IDB}}$  und  $\Theta_{AV_{GNB}}$  mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen [205].

Abbildung 7.13 faßt die berechneten Ergebnisse der Misorientierungen sowohl für die IDBs als auch für die GNBs bei zunehmender ECAP-Umformung zusammen. Nach acht Preßvorgängen beträgt  $\Theta_{AV_{IDB}}$  etwa  $7^\circ$ ,  $\Theta_{AV_{GNB}}$  hingegen annähernd  $32^\circ$ . Experimentelle Resultate an Nickel [50] ergaben, daß bei hohen Umformgraden mit  $\epsilon \approx 4,5$  immer noch das Potenzgesetz für die GNBs galt, obwohl sich bereits eine bimodale Verteilung der Misorientierungswinkel gebildet hatte. Das bedeutet, daß bei großer Dehnung die Anzahl von Korngrenzen mit einem großen Misorientierungswinkel wächst, während immer noch zahlreiche Kleinwinkelkorngrenzen in der Misorientierungsverteilung der GNBs vorhanden sind.

Eine sehr intensive TEM-Studie von Mishin und Koautoren [60] an einer Kupferprobe mit einer Reinheit von 99,86 %, welche mit einer ECAP-Matrize ( $\Phi = 90^\circ$ ,  $\Psi = 0^\circ$ ) acht Mal umgeformt wurde, ergab eine bimodale Verteilung von Misorientierungswinkeln mit einem Anteil von 71 % Kleinwinkelkorngrenzen. Diese Verteilung schließt die IDBs und die GNBs ein. Die aus den publizierten Daten von Mishin extrahierte Verteilung von Misorientierungen ist

in Abbildung 7.14 zu sehen.

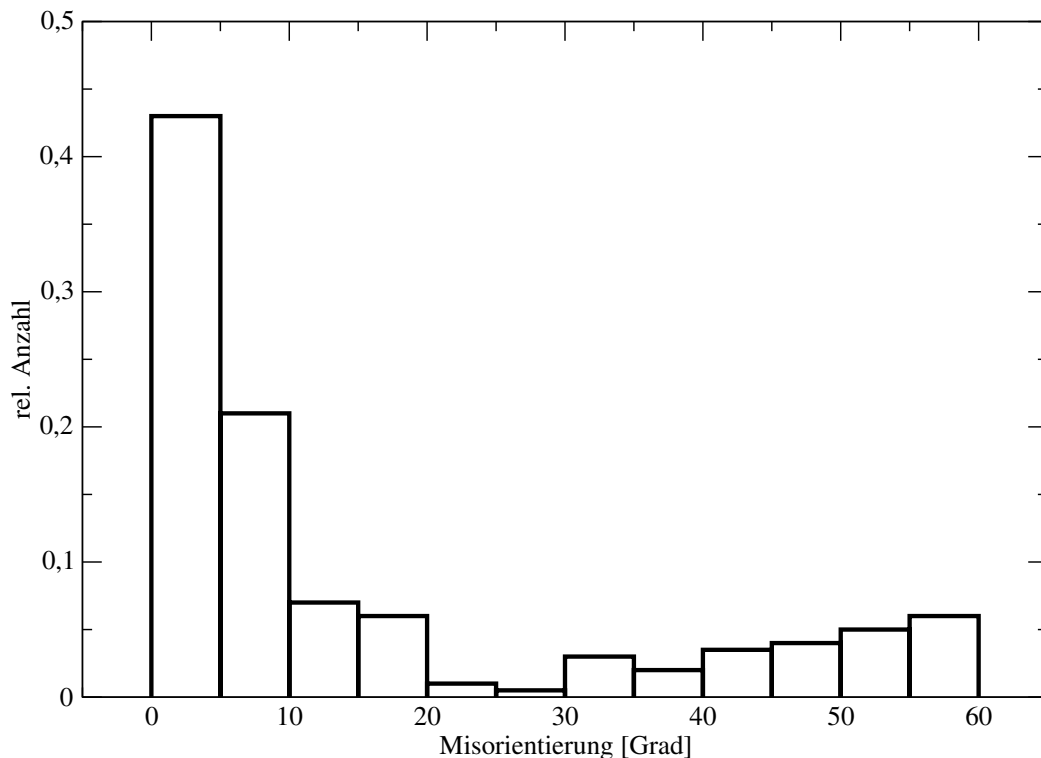


Abbildung 7.14: Verteilung der Misorientierungen einer Kupferprobe nach acht ECAP-Durchgängen, konstruiert mit Hilfe von Daten aus [60].

Berechnet man die gesamte mittlere Misorientierung  $\Theta_{AV}$  nach acht ECAP-Durchgängen, erhält man einen Wert von  $\Theta_{AV} = 15,8^\circ$ . Damit liegt eine Größe vor, die einen Vergleich mit dem Ergebnis der Modellierung ermöglicht. Unter der Annahme, daß die IDBs bei der Auswertung etwa doppelt so häufig vertreten waren wie die GNBS (eine Abschätzung aus den in [60] veröffentlichten TEM-Aufnahmen), bekommt man für die modellmäßige Beschreibung:

$$\Theta_{AV} = \frac{2}{3} \cdot \Theta_{AV_{IDB}} + \frac{1}{3} \cdot \Theta_{AV_{GNB}} \quad (7.23)$$

Wird diese Gleichung auf die in Abbildung 7.13 dargestellten berechneten Ergebnisse für acht ECAP-Umformungen angewandt, ergibt sich ein Wert von  $\Theta_{AV} = 16,0^\circ$ . Auch wenn methodisch bedingt die statistischen experimentellen Daten für die Evolution der Misorientierung noch zu gering sind, läßt sich zumindest aus dieser Abschätzung schließen, daß man bei ECAP-Umformungen mit bis zu acht Durchgängen dieses empirische Verfahren für die Vorhersage der Misorientierung verwenden kann.

Es sei darauf hingewiesen, daß diese Relation für höhere Dehnungen irgendwann ihre Gültigkeit verliert, da nur eine maximale Misorientierung von  $62,8^\circ$  in kubischen Systemen existiert

[47]. Auch begrenzt die beobachtete immer stärker werdende Bimodalität der Verteilung der geometrisch notwendigen Grenzen die Anwendbarkeit der obigen Gleichung.

Ein weiterer Ansatz zur Entwicklung der Misorientierung wurde von Estrin und Koautoren vor kurzer Zeit veröffentlicht [207]. Hierbei werden die in Kapitel 7.2 beschriebenen Gleichungen zur Evolution der Versetzungsdichte dahingehend erweitert, daß berücksichtigt wird, daß die Versetzungsdichte  $\rho_w$  innerhalb der Zellwände aus zwei Teilen besteht. Zum einen handelt es sich um geometrisch notwendige Versetzungen, welche zu einer Misorientierung beitragen (Versetzungsdichte  $\rho_w^g$ ), und zum anderen um solche, welche einfach statistisch verteilt sind und keinen Beitrag zur Misorientierung leisten (Versetzungsdichte  $\rho_w^s$ ). Damit läßt sich der Misorientierungswinkel  $\Theta$  benachbarter Zellen abschätzen zu:

$$\Theta = \arctan \left( b \cdot \sqrt{\rho_w^g} \right) \cong b \cdot \sqrt{\rho_w^g} \quad (7.24)$$

Dabei wird vorausgesetzt, daß ein bestimmter als konstant angenommener Bruchteil  $\xi$  der in die Zellwände laufenden Versetzungen eine Zunahme der Misorientierung bewirkt. Somit ergibt sich analog Gleichung (7.9) der Beitrag der in die Zellwände laufenden Versetzungen zu:

$$\dot{\rho}_w^g = \xi \cdot \frac{6 \cdot \beta^* \cdot \dot{\gamma}_c \cdot (1-f)^{\frac{2}{3}}}{b \cdot d \cdot f} \quad (7.25)$$

Es wird dabei davon ausgegangen, daß es innerhalb einer Zellwand zu einer lokalen Ausbildung der Misorientierung kommen kann, obwohl im allgemeinen die Anzahl der Versetzungen mit Burgersvektoren unterschiedlicher Vorzeichen gleich groß ist.

Zur Vereinfachung der Schreibweise wird eine neue Größe  $\chi$  wie folgt eingeführt:

$$\chi = 6 \cdot \beta^* \cdot \xi \cdot \frac{b}{d} \cdot \frac{(1-f)^{\frac{2}{3}}}{f} \quad (7.26)$$

Nimmt man analog zu Gleichung (7.14) eine Kompatibilität der Dehnraten an, so gilt:

$$\dot{\gamma}_c dt = d\gamma_c = d\gamma \quad (7.27)$$

Wenn man nun Relation (7.24) nach der Zeit ableitet und dann mit den Gleichungen (7.25), (7.26) und (7.27) kombiniert, kann die Entwicklung der Misorientierung für IDBs ermittelt werden zu:

$$\frac{d\Theta}{d\gamma} = \frac{\chi}{2} \cdot \frac{1}{\Theta} \quad (7.28)$$

Bei der Integration dieser Gleichung ist zu berücksichtigen, daß  $f$  und  $d$  von der Dehnung abhängig sind. Allerdings wurde ja bereits gezeigt, daß diese Größen bei hohen Dehnungen

rasch einen Sättigungswert erreichen. Somit ergibt sich für den Fall der Sättigung nach Integration:

$$\Theta^2 = \Theta_0^2 + \xi \cdot \gamma \quad (7.29)$$

Hierbei ist  $\Theta_0^2$  eine Integrationskonstante und entspricht einem Anfangswert für  $\Theta$ . Auch diese Lösung besitzt einen wurzelförmigen Verlauf, was mit den experimentellen Beobachtungen in [48] übereinstimmt. Beziehung (7.29) verliert ebenfalls bei höheren Dehnungen ihre Gültigkeit, da sie ein unbegrenztes Wachstum der Misorientierung enthält. Dieses Problem könnte man mit einer passenden Erweiterung, welche die Annihilation von Versetzungen berücksichtigt, umgehen.

Neben der analytischen Lösung lassen sich diese Gleichungen durch die leichte Änderung der Evolutionsgleichungen für die Versetzungsdichte sehr gut in das FEM-Modell implementieren. Beide Lösungen sagen etwas geringere Misorientierungen voraus, als experimentell für IDBs gefunden wurden [207]. Eine Erklärung dafür könnte sein, daß das vorliegende Modell alle beliebigen Burgersvektoren zuläßt, während die Zahl der Gleitsysteme bei einfacher Scherung, wie sie bei ECAP vorkommt, deutlich reduziert ist. Dieses würde zu einer Erhöhung der Versetzungsdichte geometrisch notwendiger Versetzungen in denjenigen Zellwänden, welche normal zur Scherrichtung angeordnet sind, führen [208] und somit eine größere Misorientierung ergeben.

Insgesamt stellt das von Estrin und Koautoren vorgestellte Modell der Misorientierungsentwicklung [207] eine wichtige Erweiterung zu dem in Kapitel 7.2 eingeführten konstitutiven Modell dar.

## 7.7 Prozeßmodellierung

Es ist nicht nur möglich, die mechanischen Eigenschaften, die Mikrostruktur und die Texturevolution mit dem verwendeten Modell vorherzusagen, sondern dieses auch für die Simulation des ECAP-Prozesses selbst einzusetzen. Da das Verfestigungsverhalten gerade bei hohen Dehnungen vom Modell sehr gut beschrieben wird, ist es geeignet, die in der ECAP-Matrize stattfindende Umformung zu simulieren und auch den Einfluß der ECAP-Matrize mit ihren spezifischen Charakteristika auf die Homogenität der resultierenden Proben zu untersuchen [87]. Diese Eigenheiten können einerseits die Kanalgeometrie betreffen, wie zum Beispiel eine Extrusion im Ausgangskanal zum Ausgleich der elastischen Rückfederung der Proben, wie sie in Kapitel 3.1 erläutert wurde, oder unterschiedliche Winkel  $\Psi$ . Andererseits umfassen sie auch kontrollierte Prozeßbedingungen wie zum Beispiel den Gegendruck, welcher von einem Sekundärstempel ausgeübt wird.

So kann ein Kanal mit  $\Psi = 0$  für eine maximale Scherdehnung pro ECAP-Umformung normalerweise ideal sein, allerdings kommt es bei verfestigenden Werkstoffen zu der bereits in Kapitel 7.4 erwähnten Bildung einer Lücke im Kanalwinkel, so daß die theoretisch erreichbare maximale Scherdehnung nicht erzielt wird. Ein Sekundärstempel könnte diesen Effekt wieder ausgleichen mit dem zusätzlichen Vorteil, potentiellen Schädigungen der Probe bei der Umformung vorzubeugen [209].

Die in diesem Kapitel vorgestellten Modellierungen wurden für ECAP-Umformungen an Kupfer erstellt, wobei für die Proben ein Kantenlängenverhältnis von 5:1 angenommen wurde, welches in der ECAP-Praxis häufig zur Anwendung kommt. Die simulierte Preßgeschwindigkeit betrug  $3 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . Die Berechnungen wurden sowohl ohne Reibung als auch mit einem geringen Reibungskoeffizienten von 0,05 ausgeführt, wobei sich nur marginale Unterschiede in den Resultaten ergaben.

Zunächst soll der Einfluß des Winkels  $\Psi$  für den verfestigenden Werkstoff Kupfer veranschaulicht werden. Abbildung 7.15 zeigt eine Simulation des ersten ECAP-Durchgangs mit Werten des Winkels  $\Psi$  von (a)  $0^\circ$ , (b)  $16^\circ$ , (c)  $35^\circ$  und (d)  $74^\circ$ . Das Ausmaß der eingebrachten Scherdehnung läßt sich anhand der Legende rechts im Bild ablesen.

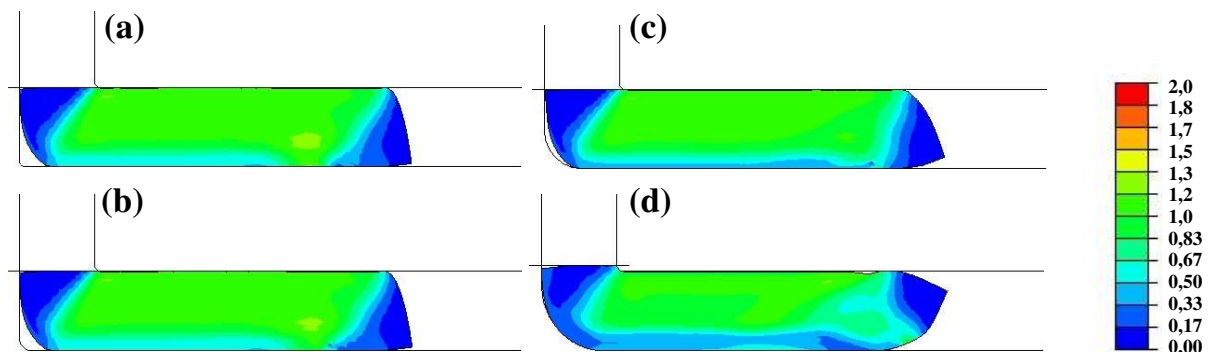


Abbildung 7.15: Simulation des Einflusses des Winkels  $\Psi$  auf die ECAP-Umformung [87].

Deutlich ist in Teilbild (a) die beschriebene Entstehung der Lücke im Kanalwinkel sowie eine reduzierte Dehnung an der Probenunterseite zu erkennen. Die Teilbilder (b) und (c) weisen im Vergleich zu (a) sehr ähnliche Resultate in Bezug auf das Umformverhalten auf. Überlagert man die Konturen der jeweils simulierten Proben dieser drei Teilbilder, so ist praktisch kein Unterschied bei der Ausbildung der Lücke zu sehen. Es gibt eine leichte Variation am zuerst in den Preßkanal eingeführten Probenende, welche dadurch erklärt werden kann, daß die Probe gerade bei größeren Winkeln  $\Psi$  zu Beginn des Prozesses um den Kanalwinkel gebogen wird, bevor das für den ECAP-Prozeß übliche Fließen einsetzt. Insgesamt gesehen wäre diese Differenz zwischen den einzelnen Proben noch geringer, wenn das Verhältnis von Länge zu Probenquerschnitt gesteigert würde.



Die etwas niedrigere Dehnung an der Unterseite der in Teilbild (c) dargestellten Probe gegenüber den Proben, welche bei kleineren Winkeln  $\Psi$  simuliert wurden, beruht darauf, daß die Probe die Kanaloberfläche innerhalb des Kanalwinkels früher berührt. Dieser Kontakt zwingt der Probe eine Bewegung entlang dieses Winkels auf, bevor sie sich durch ihre Verfestigung von der Kanalwand abheben kann. Insgesamt bedeutet dieses Ergebnis, daß die Unterschiede zwischen den einzelnen Proben im ersten ECAP-Durchgang marginal sind, sofern ausreichend Verfestigung im Werkstoff vorliegt.

Ist allerdings der Winkel  $\Psi$  zu groß, wie in Teilbild (d) veranschaulicht, kommt es zu einer vollständigen Ausfüllung des Kanals, wobei die Probe notwendigerweise der Kanalgeometrie folgen muß. Die bei dieser Umformung auftretende Biegung führt zu einer deutlichen Reduktion der eingebrachten Dehnung und zu einer starken Deformation des zuerst in den Kanal eingeführten Probenteils.

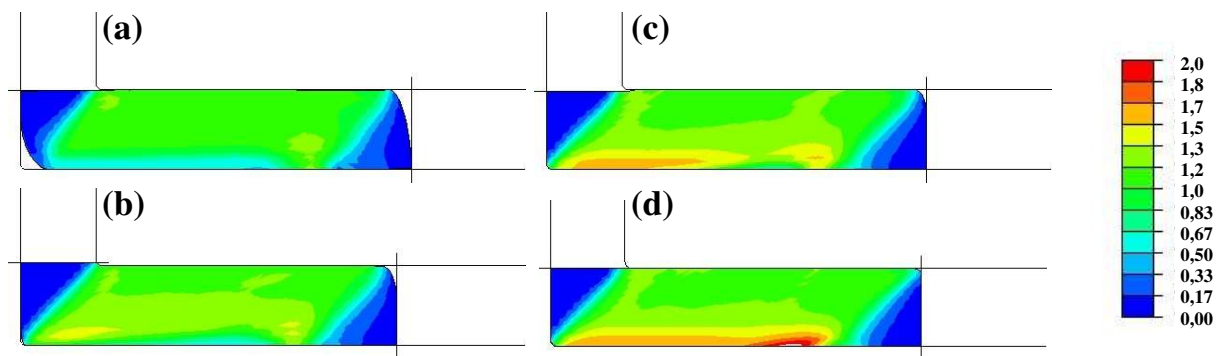


Abbildung 7.16: Simulation des Einflusses des Gegendrucks auf die ECAP-Umformung [87].

Abbildung 7.16 zeigt den Einfluß eines durch einen Sekundärstempel aufgebrauchten Gegendrucks auf den ECAP-Prozeß. Der Gegendruck nimmt bei der Modellierung Werte von (a) 2,8 MPa, (b) 28 MPa, (c) 56 MPa sowie (d) 112 MPa an. Im Falle des geringen Gegendrucks (a) ist nur ein minimaler Effekt auszumachen, der zu einer leichten Verkleinerung der Lücke im Kanalwinkel und somit zu einer leichten Steigerung der Dehnung an der Probenunterseite führt. Bei einem Gegendruck von 28 MPa dagegen ist, wie aus Teilbild (b) ersichtlich, eine fast vollständige Unterdrückung der Lücke erreicht. Damit ist eine homogenere Dehnungsverteilung nach einer ECAP-Umformung möglich. Auch ist deutlich eine Scherung nur an einer Ebene und nicht in einer ausgedehnten Scherzone zu erkennen. Bei noch größeren Gegendrücken (vergleiche Teilbilder (c) und (d)) kommt es — eventuell durch den erhöhten hydrostatischen Druck in der Umformzone — zu einer Dehnungsüberhöhung am unteren Probenende. Um bei einem starken Gegendruck eine homogene Dehnungsverteilung nach einem Preßvorgang zu erzeugen, kann man den Winkel  $\Psi$  vergrößern [210].

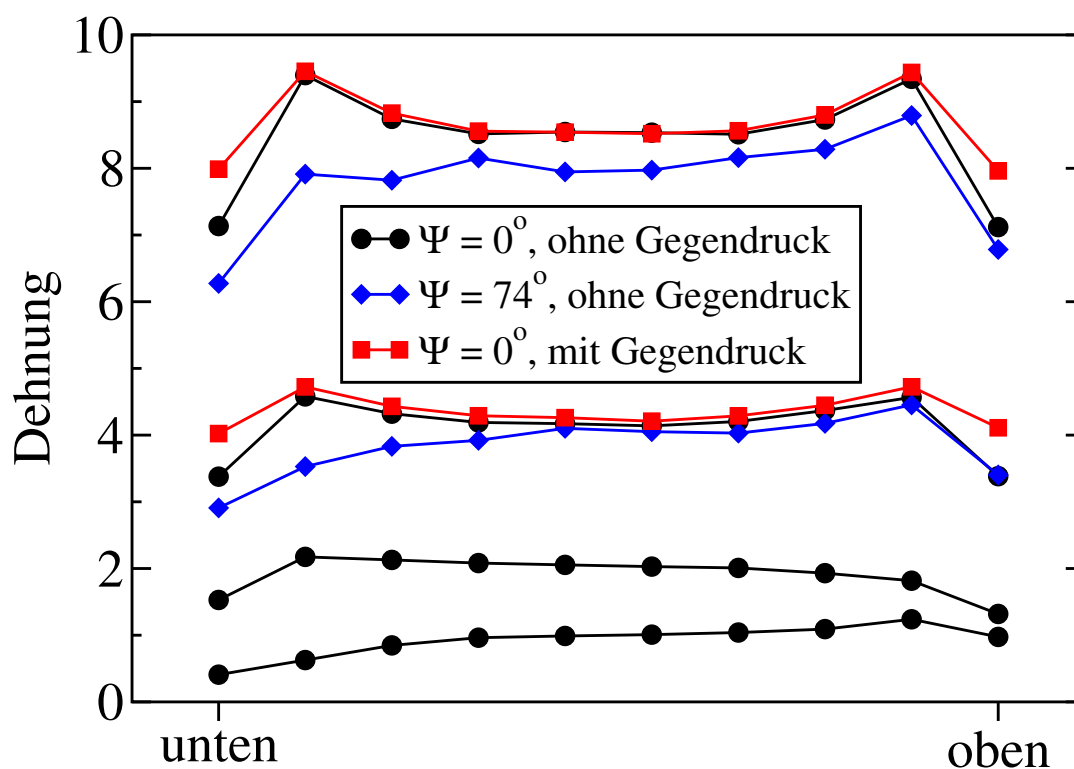


Abbildung 7.17: Entwicklung der Homogenität der Dehnungen in der Probe für bis zu acht ECAP-Umformungen der Route *C* unter verschiedenen Prozeßbedingungen [87].

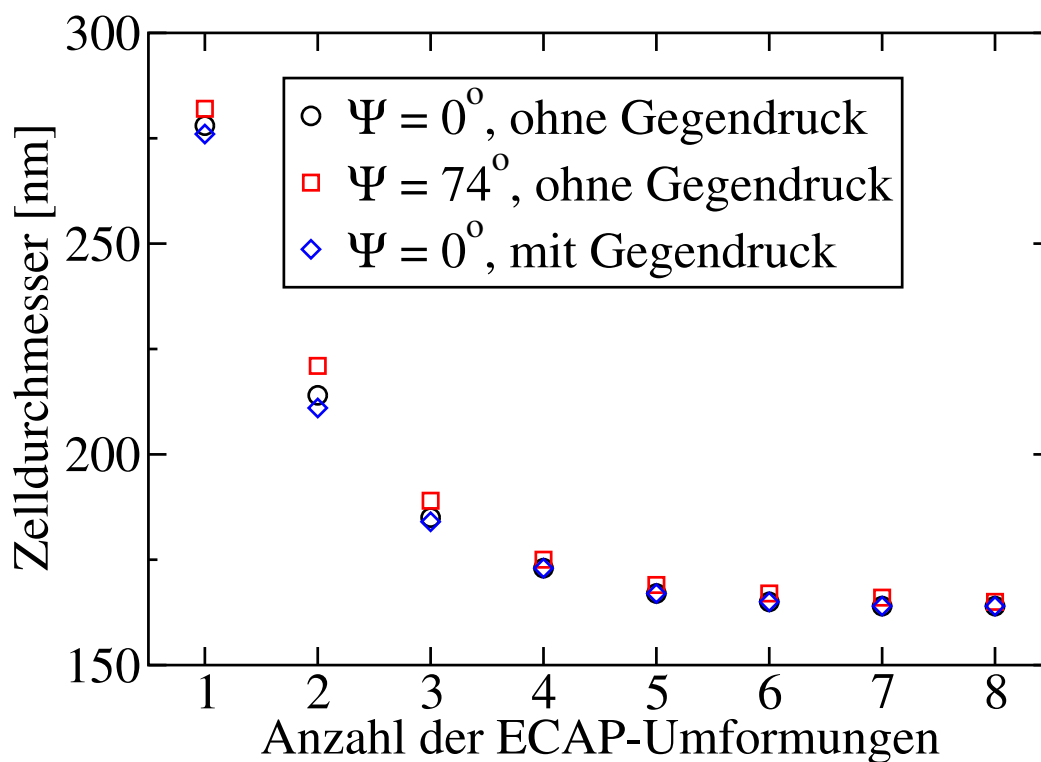


Abbildung 7.18: Evolution der Versetzungszellgröße mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen der Route *C* unter verschiedenen Prozeßbedingungen [87].

Da die Verfestigung des Werkstoffs ab dem zweiten ECAP–Durchgang sehr gering ist, wird die Dehnungsverteilung nach mehreren ECAP–Umformungen wieder homogener. Dieses verdeutlicht Abbildung 7.17, in der die berechneten Dehnungsverteilungen in Abhängigkeit vom Abstand von der Probenunterseite aufgetragen sind und zwar von unten nach oben für einen, zwei, vier und acht ECAP–Durchgänge.

Zunächst sollen die Ergebnisse der Modellierung für  $\Psi = 0^\circ$  ohne und mit Gegendruck (hier 112 MPa) gegenübergestellt werden. Für diese beiden simulierten Zustände ist bereits nach vier Umformungen eine homogene Dehnungsverteilung in der Probenmitte erzielt. Wie außerdem zu sehen ist, führt der hohe Gegendruck auch zu einer gleichmäßigeren Verteilung an den Probenrändern.

Zum Vergleich ist in Abbildung 7.17 noch die Evolution der Dehnungsverteilung für eine Preßmatrize mit  $\Psi = 74^\circ$  eingetragen. Man erkennt, daß nach vier und vor allem nach acht ECAP–Umformungen die gesamte eingebrachte Dehnung geringer ist als in den zuvor beschriebenen Fällen mit  $\Psi = 0^\circ$ . Des weiteren ist die Dehnungsverteilung auch nach mehreren Preßvorgängen deutlich inhomogener.

Abbildung 7.18 stellt die berechnete Effizienz der Kornfeinung für die drei unterschiedlichen Prozeßbedingungen, die bei Graphik 7.17 eingeführt wurden, dar. Übereinstimmend mit der Simulation des Dehnungsverhaltens zeigt sich für die Geometrie mit  $\Psi = 0^\circ$  eine minimal wirkungsvollere Reduktion der mittleren Zellgröße. Da die Sättigung in der Zellgröße allerdings bei zunehmender Dehnung rasch erreicht wird, kann natürlich auch ein Preßwerkzeug mit  $\Psi = 74^\circ$  dazu verwendet werden, eine ultrafeinkörnige Mikrostruktur zu erzeugen.

Der Einfluß einer Verringerung der Ausgangskanaldimensionen ist in Abbildung 7.19 veranschaulicht. In der Modellierung wurde der Ausgangskanaldurchmesser von 6 mm jeweils um 0,5 mm verjüngt. Dieses geschieht über unterschiedliche Extrusionslängen, nämlich (a) 0 mm (Der Kanal wird auf der gesamten Länge verkleinert.), (b) 20 mm, (c) 12 mm und (d) 1 mm.

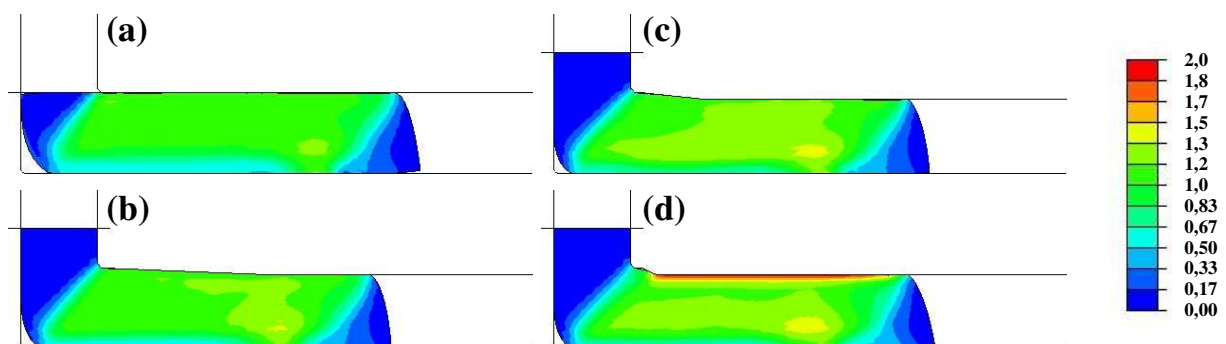


Abbildung 7.19: Simulation eines ECAP–Durchgangs bei verschiedenen reduzierenden Kanalgeometrien [87].

Es erweist sich, daß im Falle einer großen Extrusionslänge das Verhalten der Probe demjenigen einer Probe in einer Preßmatrize mit gleich breiten Eingangs- und Ausgangskanälen gleicht. Wird die Verjüngung zu kurz, kommt es zu Inhomogenitäten. Günstigerweise kann durch eine Extrusion der Abfall der eingebrachten Dehnung an der Probenunterseite reduziert werden. Dieser Effekt läßt sich erklären, wenn man die Bildung der Lücke zwischen Probe und Preßmatrize im Kanal betrachtet.

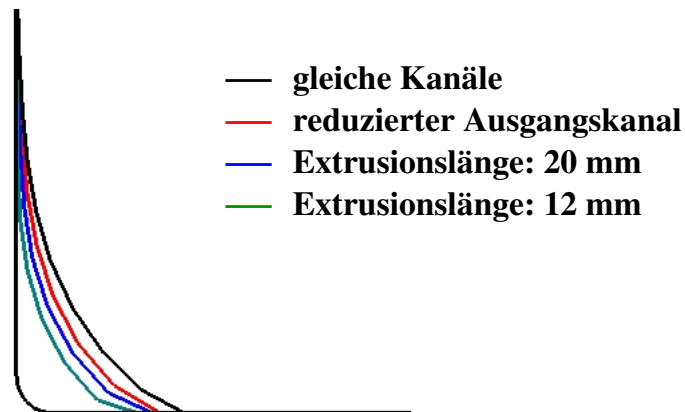


Abbildung 7.20: Größe der Lücke im Kanalwinkel für verschiedene Extrusionslängen bei einer Extrusionstiefe von 0,5 mm [87].

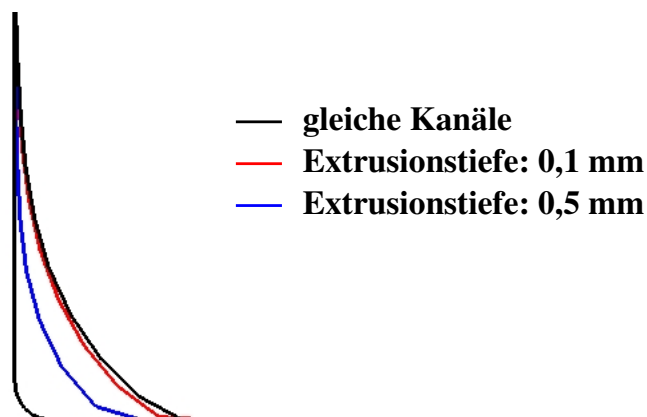


Abbildung 7.21: Größe der Lücke im Kanalwinkel für verschiedene Extrusionstiefen bei einer Extrusionslänge von 1 mm [87].

In Abbildung 7.20 ist der Verlauf des jeweiligen Probenrands im Kanalwinkel zu sehen, wobei die Reduktion des Ausgangskanaldurchmessers immer 0,5 mm betrug. Ganz klar ist zu erkennen, daß im Falle einer üblichen Matrize ohne Extrusion die größte Lücke — und somit

die geringste Dehnung am unteren Probenrand — auftritt. Zudem führt eine Verkürzung der Extrusionslänge zu einer Verkleinerung der Lücke zwischen Probe und Kanalwinkel.

Um die Auswirkungen der Extrusionstiefe zu untersuchen, wurden Modellierungen mit der kurzen Extrusionslänge von 1 mm durchgeführt. Die simulierten Extrusionstiefen waren 0,5 mm und 0,1 mm. Das Ergebnis dieser Rechnungen bezüglich der Ausbildung der Lücke im Kanalwinkel ist in Abbildung 7.21 dargestellt.

Deutlich sichtbar ist der starke Einfluß der größeren Extrusionstiefe auf die Verkleinerung der Lücke. Die geringe Extrusionstiefe von 0,1 mm — welche bei ECAP-Versuchen real häufig verwendet wird — zeigt dagegen einen marginalen Einfluß auf die Kanallücke und somit auch auf die Homogenität der Dehnung nach der ECAP-Umformung. Somit beweist diese Simulation, daß solche kleinen Reduktionen in der Praxis problemlos eingesetzt werden können, um die Proben ohne eine weitere Bearbeitung dem wiederholten ECAP-Prozeß zu unterwerfen.

# Kapitel 8

## Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde gezeigt, daß hochgradige plastische Umformung, vor allem durch Equal Channel Angular Pressing (ECAP), eine vielversprechende Methode zur Beeinflussung der Mikrostruktur und zur Verbesserung der mechanischen und auch physikalischen Eigenschaften von Werkstoffen ist. Die wesentlichen Vorteile eines solchen Prozesses zur Herstellung von ultrafeinkörnigen Werkstoffen bestehen darin, daß die äußeren Probenabmessungen dabei nur unwesentlich verändert werden und daß extrem große Umformgrade realisiert werden können.

An verschiedenen Werkstoffen wurde das Potential dieses Umformverfahrens demonstriert. So konnte in Kupfer (Reinheit 99,9 %), welches über eine Ausgangskorngröße von etwa 20  $\mu\text{m}$  verfügte, eine Kornfeinung auf etwa 200 nm bis 300 nm erzielt werden. Damit verbunden war eine extreme Steigerung der 0,2%-Dehngrenze von etwa 50 MPa auf Werte von etwa 400 MPa bei einer gleichzeitigen Abnahme der Duktilität. Es wurde gezeigt, daß letztere durch eine geeignete thermomechanische Route (hochgradige plastische Umformung durch ECAP gefolgt von einer Wärmebehandlung) wieder deutlich erhöht werden konnte bei einer nur geringfügig reduzierten Festigkeit. So kann man durch das gezielte Beeinflussen der Mikrostruktur, hier der Einstellung eines bimodalen Gefüges, optimierte Werkstoffeigenschaften verwirklichen. Neben der Entwicklung einer homogenen und äquiaxialen Mikrostruktur wurde auch demonstriert, daß sich diese Strukturänderung kaum auf die thermische Leitfähigkeit und auf das Korrosionsverhalten auswirkt. Durch die Ultrafeinkörnigkeit konnte ein gleichmäßiger Abtrag bei der Korrosion erreicht werden, während im Falle des grobkörnigen Materials eine Korrosion vor allem an den Korngrenzen zu erkennen war. Des weiteren wurde nach der ECAP-Umformung die thermische Stabilität von Kupfer ermittelt. Diese verringerte sich mit zunehmendem Umformgrad, so daß nach acht ECAP-Umformungen der Werkstoff nur bei Temperaturen von weniger als 150°C einsetzbar war. Ein Zulegieren von kleinen Mengen an Zirkonium führte zu einer beachtlichen Steigerung der thermischen Stabilität auf etwa 450°C [77], wie in einer Zusammenarbeit mit der RWTH Aachen festgestellt werden konnte.

ECAP-Umformungen an hochreinem Aluminium erfolgten lediglich als Modellversuche, um die Resultate mit Simulationsrechnungen vergleichen zu können. Auch hier wurde eine extreme Kornfeinung bei gleichzeitiger Zunahme der mechanischen Festigkeit erzielt.

Untersuchungen an der Magnesiumlegierung AZ31 wurden durchgeführt, um die Anwendbarkeit des ECAP-Prozesses auf technische Legierungen zu demonstrieren. Erschwerend kommt bei der Umformung von Magnesiumlegierungen hinzu, daß diese aufgrund ihres hexagonalen Gitters erhöhte Umformtemperaturen benötigen. Damit bewegt man sich beim ECAP-Prozeß im Spannungsfeld von dynamischer Rekristallisation als gegenläufigem Prozeß zur Kornfeinung durch Versetzungsakkumulation. Auf diese Weise ist die erreichbare Korngröße nach dem ECAP-Prozeß stark von den verwendeten Prozeßbedingungen und der Ausgangskorngröße abhängig. Gelingt es, die Versuchstemperaturen niedrig zu halten, so lassen sich auch in diesen Legierungen Korngrößen von unterhalb  $1\ \mu\text{m}$  realisieren. Interessant ist, daß man die ECAP-Umformung in diesen Materialien insbesondere zur Steigerung der Duktilität einsetzen kann [162]. Deutlich konnten die Experimente an AZ31 den Einfluß der dynamischen Rekristallisation auf die Entwicklung der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften belegen. Weitergehende Untersuchungen mit in-situ-Messungen der akustischen Emission bei der Durchführung von Druckversuchen bei verschiedenen Temperaturen ergaben Informationen über die bei der Umformung innerhalb des Werkstoffs ablaufenden Vorgänge.

Ein wichtiges Ziel der Arbeit war es, neben den experimentellen Resultaten zur Kornfeinung den Umformprozeß auch mittels moderner konstitutiver Modelle beschreiben und Vorhersagen über die Evolution der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften treffen zu können. Dieses wurde durch die Verwendung neuester konstitutiver Modelle ermöglicht, welche in der Lage sind, das Verfestigungsverhalten der Materialien auch bei hochgradiger plastischer Umformung treffend zu beschreiben. Die aus der FEM-Modellierung abgeleiteten Prognosen zeigten eine sehr gute Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen, welche an Aluminium und Kupfer erzielt wurden. Miteinbezogen wurde bei den Simulationen auch die Entwicklung der Misorientierung zwischen benachbarten Versetzungszellen, welche zur Evolution der neuen ultrafeinkörnigen Mikrostruktur führt.

Des weiteren wurde eine Prozeßmodellierung durchgeführt, welche die Verfestigung bei der hochgradigen plastischen Umformung im ECAP-Prozeß berücksichtigt. Daraus lassen sich Rückschlüsse über die notwendigen Parameter bei der Herstellung von Preßwerkzeugen ziehen.

Wie neu und auch attraktiv dieses Forschungsgebiet ist, beweist ein Blick in das Literaturverzeichnis. Etwa 75 % der in dieser Arbeit zitierten Fachliteratur stammt aus den letzten Jahren. Die Zahl der Veröffentlichungen aus dem Fachgebiet der hochgradigen plastischen Umformung wächst weiterhin ungebremst an.

Viele aktuelle Studien beschäftigen sich mit der Verbesserung der superplastischen Eigen-

schaften insbesondere von Aluminium- und Magnesiumlegierungen. Die ultrafeinkörnige Mikrostruktur erlaubt es in diesen Werkstoffen, hohe Umformgrade bei relativ großen Dehnraten zu realisieren. Ein weiteres vielversprechendes Forschungsgebiet im Bereich der hochgradigen plastischen Umformung liegt darin, die Ausscheidungskinetik sowie sämtliche Prozesse, bei denen die erzielbaren deutlich erhöhten Diffusionsraten vorteilhaft sind, zu steuern. Ebenso werden in letzter Zeit immer mehr Arbeiten an technischen Legierungen, auch im Bereich der Stähle, begonnen. Auch hier sind interessante Effekte durch die gezielte Beeinflussung der Mikrostruktur zu erwarten.

Der Umformprozeß kann ebenfalls in seiner Größe variiert werden. So wird am IWW an der Verkleinerung des ECAP-Prozesses geforscht [211], um zum Beispiel miniaturisierte Drähte oder Fasern mit verbesserten Eigenschaften herstellen zu können. Erste Ergebnisse dazu sind bereits publiziert [212, 213]. Auch wurde eine ECAP-Matrize mit einem Kanaldurchmesser von nur einem Millimeter realisiert und an Aluminium erprobt [214].

Für die großtechnische industrielle Anwendung des ECAP-Prozesses oder verwandter hochgradiger plastischer Umformverfahren steht eine entsprechende Vergrößerung der Proben beziehungsweise eine kontinuierliche Methode noch aus. Erste Ansätze gibt es mit ECAP-ähnlichen Prozessen wie ECAP-Conform [11] sowie Walzprozessen mit einer nachfolgenden ECAP-Umformung [215, 216]. Ein wichtiges Ziel für die Zukunft ist also die Entwicklung eines industriereifen Massenprozesses der hochgradigen plastischen Umformung.



# Literaturverzeichnis

- [1] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev und I.V. Alexandrov, „Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation“, *Prog. Mater. Sci.* **45** (2000) 103–189.
- [2] C.C. Koch, „Top–down synthesis of nanostructured materials: mechanical and thermal processing methods“, *Rev. Adv. Mater. Sci.* **5** (2003) 91–99.
- [3] M.A. Meyers, A. Mishra und D.J. Benson, „Mechanical properties of nanocrystalline materials“, *Prog. Mater. Sci.* **51** (2006) 427–556.
- [4] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy und V.I. Kopylov, „Plastic working of metals by simple shear“, *Russian Metall. (Metally)* **1** (1981) 99–105.
- [5] T.C. Lowe und Y.T. Zhu, „Commercialization of nanostructured metals produced by severe plastic deformation processing“, *Adv. Eng. Mater.* **5** (2003) 373–378.
- [6] R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu und T.C. Lowe, „Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation“, *J. Mater. Res.* **17** (2002) 5–8.
- [7] R.Z. Valiev, „Paradoxes of severe plastic deformation“, *Adv. Eng. Mater.* **5** (2003) 296–300.
- [8] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya und S. Tanigawa, „Ultra–fine grained bulk steel produced by accumulative roll–bonding (ARB) process“, *Scripta Mater.* **40** (1999) 795–800.
- [9] Y. Saito, H. Utsunomiya, H. Suzuki und A. Sakai, „Improvement in the r–value of aluminum strip by a continuous shear deformation process“, *Scripta Mater.* **42** (2000) 1139–1144.
- [10] J.C. Lee, H.K. Seok und J.Y. Suh, „Microstructural evolutions of the Al strip prepared by cold rolling and continuous equal channel angular pressing“, *Acta Mater.* **50** (2002) 4005–4019.

- [11] G.I. Raab, R.Z. Valiev, T.C. Lowe und Y.T. Zhu, „Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform“, *Mater. Sci. Eng.* **A382** (2004) 30–34.
- [12] Y. Beygelzimer, D. Orlov und V. Varyukhin, „A new severe plastic deformation method: twist extrusion“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, M.J. Saran und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials II“, TMS, Warrendale 2002, S. 297–306.
- [13] A.K. Ghosh und W. Huang, „Multipass severe deformation process to fabricate sheets and resulting microstructure“, in: R.S. Mishra, S.L. Semiatin, C. Suryanarayana, N.N. Thadhani und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials“, TMS, Warrendale 2000, S. 173–184.
- [14] J.Y. Huang, Y.T. Zhu, H. Jiang und T.C. Lowe, „Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening“, *Acta Mater.* **49** (2001) 1497–1505.
- [15] T.C. Lowe und R.Z. Valiev, „The use of severe plastic deformation techniques in grain refinement“, *JOM* **56** (2004) 64 ff.
- [16] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „The process of grain refinement in equal–channel angular pressing“, *Acta Mater.* **46** (1998) 3317–3331.
- [17] T.G. Langdon, M. Furukawa, M. Nemoto und Z. Horita, „Using equal channel angular pressing for refining grain size“, *JOM* **52** (2000) 30–33.
- [18] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „The shearing characteristics associated with equal–channel angular pressing“, *Mater. Sci. Eng.* **A257** (1998) 328–332.
- [19] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „Review: Processing of metals by equal–channel angular pressing“, *J. Mater. Sci.* **36** (2001) 2835–2843.
- [20] Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „Microstructural characteristics of ultrafine–grained aluminum produced using equal–channel angular pressing“, *Metall. Mater. Trans.* **A29** (1998) 2245–2252.
- [21] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „The evolution of homogeneity and grain refinement during equal–channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP“, *Mater. Sci. Eng.* **A398** (2005) 66–76.

- [22] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „Principles of grain refinement in processing by ECAP“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L. Semiatin und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials IV“, TMS, Warrendale 2006, S. 11–16.
- [23] Y. Fukuda, K. Oh–Ishi, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „The application of equal channel angular pressing to an aluminium single crystal“, *Acta Mater.* **52** (2004) 1387–1395.
- [24] M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „Factors influencing the shearing patterns in equal–channel angular pressing“, *Mat. Sci. Eng.* **A332** (2002) 97–109.
- [25] M.A. Meyers, J.C. LaSalvia, V.F. Nesterenko, Y.J. Chen und B.K. Kad, „Dynamic Recrystallization in High–Strain–Rate Deformation“, in: T.R. McNelley (ed.), „Recrystallization and Related Phenomena“, Proceedings of 3<sup>rd</sup> Int. Conf. of Recrystallization and Related Phenomena (ReX’96), Monterey 1997, S. 279–286.
- [26] M.A. Meyers, V.F. Nesterenko, J.C. LaSalvia und Q. Xue, „Shear localization in dynamic deformation of materials: microstructure evolution and self–organization“, *Mater. Sci. Eng.* **A317** (2001) 204–225.
- [27] A. Mishra, V. Richard, F. Grégori, R.J. Asaro und M.A. Meyers, „Microstructural evolution in copper processed by severe plastic deformation“, *Mater. Sci. Eng.* **A410–411** (2005) 290–298.
- [28] N. Hansen und D. Juul Jensen, „Development of microstructure in FCC metals during cold work“, *Phil. Trans. R. Soc. Lond.* **A357** (1999) 1447–1469.
- [29] F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia und C. Harris, „Developing stable fine–grain microstructures by large strain deformation“, *Phil. Trans. R. Soc. Lond.* **A357** (1999) 1663–1681.
- [30] D.J. Lloyd und D. Kenny, „The structure and properties of some heavily cold worked aluminium alloys“, *Acta Mater.* **28** (1980) 639–649.
- [31] F.J. Humphreys und M. Hatherly, „Recrystallization and related phenomena“, Pergamon, Oxford 1995.
- [32] D. Kuhlmann–Wilsdorf und N. Hansen, „Geometrically necessary, incidental and sub-grain boundaries“, *Scripta Metall. Mater.* **25** (1991) 1557–1562.

- [33] P. Imgrund, „Equal–Channel Angular Pressing sowie die damit verbundene Entwicklung des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften von Kupfer“, Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld 2001.
- [34] J.W.C. Dunlop, „Deformation behaviour in equal channel angular pressing“, thesis: B. Eng. (Materials), University of Western Australia, Perth, Australien 2001.
- [35] R.J. Hellmig, S.C. Baik, M.H. Seo, H.S. Kim und Y. Estrin, „Effect of equal channel angular pressing on microstructure and tensile properties of pure copper“, *Problems of materials science* **33** (2003) 168–174.
- [36] N.A.S. Webster, „Equal Channel Angular Pressing and Solid–state bonding“, thesis: B. Eng. (Materials), University of Western Australia, Perth, Australien, 2002.
- [37] M. Anhalt, „Equal Channel Angular Pressing als Verschweißungsprozeß im Vergleich zum Kaltwalzplattieren“, Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld 2003.
- [38] M.V. Popov, „Ultrafeinkörnige Magnesiumlegierung AZ31: Herstellung mittels des ECAP–Verfahrens und mechanische Eigenschaften“, Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld 2004.
- [39] U.F. Kocks und H. Mecking, „Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case“, *Prog. Mater. Sci.* **48** (2003), 171–273.
- [40] S.C. Baik, R.J. Hellmig, Y. Estrin und H.S. Kim, „Modeling of deformation behavior of copper under equal channel angular pressing“, *Z. Metallkd.* **94** (2003) 754–760.
- [41] S.C. Baik, Y. Estrin, R.J. Hellmig, H.T. Jeong, H.G. Brokmeier und H.S. Kim, „Modeling of texture evolution in copper under equal channel angular pressing“, *Z. Metallkd.* **94** (2003) 1189–1198.
- [42] F.H. Dalla Torre, R. Lapovok, J. Sandlin, P.F. Thomson, C.H.J. Davies und E.V. Pereloma, „Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes“, *Acta Mater.* **52** (2004) 4819–4832.
- [43] L. Kommel, I. Hussainova und O. Volubueva, „Strength and plasticity of nanocrystalline copper“, *ДЕФОРМАЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ МАТЕРИАЛОВ (Deformation and Fracture of Materials)* **11** (2005) 17–23.

- [44] A.A. Gazder, F. Dalla Torre, C.F. Gu, C.H.J. Davies und E.V. Pereloma, „Microstructure and texture evolution of bcc and fcc metals subjected to equal channel angular extrusion“, *Mater. Sci. Eng.* **A415** (2006) 126–139.
- [45] R.J. Hellmig, S.C. Baik, J.R. Bowen, Y. Estrin, D. Juul Jensen, H.S. Kim und M.H. Seo, „Evolution of mechanical and microstructural properties of ECAP deformed copper“, in: M.J. Zehetbauer und R.Z. Valiev (eds.), „Nanomaterials by Severe Plastic Deformation“, Wiley–VCH, Weinheim 2004, S. 257–262.
- [46] B. Mingler, H.P. Karnthaler, M.J. Zehetbauer und R.Z. Valiev, „TEM investigation of multidirectionally deformed copper“, *Mater. Sci. Eng.* **A319** (2001) 242–245.
- [47] D.A. Hughes und N. Hansen, „High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms“, *Acta Mater.* **45** (1997) 3871–3886.
- [48] D.A. Hughes, Q. Liu, D.C. Chrzan und N. Hansen, „Scaling of microstructural parameters: Misorientations of deformation induced boundaries“, *Acta Mater.* **45** (1997) 105–112.
- [49] D.A. Hughes und N. Hansen, „High angle boundaries and orientation distributions at large strains“, *Scripta Metall.* **33** (1995) 315–321.
- [50] D.A. Hughes und N. Hansen, „Microstructure and strength of Nickel at large strains“, *Acta Mater.* **48** (2000) 2985–3004.
- [51] N. Hansen, X. Huang und D.A. Hughes, „Microstructural evolution and hardening parameters“, *Mater. Sci. Eng.* **A317** (2001) 3–11.
- [52] D.A. Hughes, „Microstructure evolution, slip patterns and flow stress“, *Mater. Sci. Eng.* **A319** (2001) 46–54.
- [53] O.V. Gendelman, M. Shapiro, Y. Estrin, R.J. Hellmig und S. Lekhtmakher, „Grain size distribution and heat conductivity of copper processed by equal channel angular pressing“, *Mater. Sci. Eng.* **A434** (2006) 88–94.
- [54] J.R. Bowen, P.B. Prangnell und F.J. Humphreys, „Microstructural evolution during formation of ultrafine grain structures by severe deformation“, *Mat. Sci. Tech.* **16** (2000) 1246–1250.
- [55] J.R. Bowen, P.B. Prangnell und F.J. Humphreys, „Microstructural evolution of the deformed state during severe deformation of an ECAE processed Al–0.13 %Mg alloy“, *Mat. Sci. Forum* **331–3** (2000) 545–550.

- [56] F.J. Humphreys und I. Brough, „High resolution electron backscatter diffraction with a field emission gun scanning electron microscope“, *Int. J. of Microscopy* **195** (1999) 6–9.
- [57] J.R. Bowen, O.V. Mishin, P.B. Prangnell und D. Juul Jensen, „Orientation correlations in aluminium deformed by ECAP“, *Scripta Mater.* **47** (2002) 289–294.
- [58] O.V. Mishin, X. Huang, J.R. Bowen und D. Juul Jensen, „Assessment of microstructural characterisation of heavily deformed materials by electron microscopy“, in: A.R. Dinesen, D. Eldrup, D. Juul Jensen, S. Linderøth, T.B. Pedersen, N.H. Pryds, A. Schrøder Pedersen und J. Wert (eds.), *Proceedings of the 22<sup>nd</sup> Risø Symposium on Materials Science*, Risø National Laboratory, Roskilde 2001, S. 335–340.
- [59] M. Witting, S. Bhaumik, X. Molodova und G. Gottstein, „Microstructure evolution during annealing of ECAP–Cu“, Vortrag, Treffen der Forschergruppe 544, Clausthal 2004.
- [60] O.V. Mishin, D. Juul Jensen und N. Hansen, „Microstructures and boundary populations in materials produced by equal channel angular extrusion“, *Mater. Sci. Eng.* **A342** (2003) 320–328.
- [61] X. Molodova, persönliche Mitteilung.
- [62] T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik und A. Borbély, „Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystal“, *J. Appl. Cryst.* **34** (2001) 298–310.
- [63] G. Ribárik, T. Ungár und J. Gubicza, „MWP–fit: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions“, *J. Appl. Cryst.* **34** (2001) 669–676.
- [64] T. Ungár, „Microstructural parameters from X–ray diffraction peak broadening“, *Scripta Mater.* **51** (2004) 777–781.
- [65] M.A. Krivoglaz, „Theory of X–Ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals“, Plenum Press, New York 1996.
- [66] M. Wilkens, „Determination of density and distribution of dislocations on deformed single crystals from broadened X–ray diffraction profiles“, *Phys. Stat. Sol.* **A2** (1970) 359–370.

- [67] R. Kuzel Jr. und P. Klimanek, „X-ray-diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. 2. The case of elastic-anisotropy applied to hexagonal crystals“, *J. Appl. Cryst.* **21** (1988) 363–368.
- [68] R. Kuzel Jr. und P. Klimanek, „X-ray-diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. 3. Experimental results for plastically deformed zirconium“, *J. Appl. Cryst.* **22** (1989) 299–307.
- [69] T. Ungár und A. Borbély, „The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis“, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 3173–3175.
- [70] J. Gubicza, N.H. Nam, L. Balogh, R.J. Hellmig, V.V. Stolyarov, Y. Estrin und T. Ungár, „Microstructure of severely deformed metals by X-ray peak profile analysis“, *J. Alloys Comp.* **378** (2004) 248–252.
- [71] L. Balogh, J. Gubicza, R.J. Hellmig, Y. Estrin und T. Ungár, „Thermal stability of the microstructure of severely deformed copper“, *Z. Kristallographie* **381–386** (2006) Suppl. 23.
- [72] T. Ungár, G. Tichy, J. Gubicza und R.J. Hellmig, „Correlation between subgrains and coherently scattering domains“, *Powder Diffraction* **20** (2005) 366–375.
- [73] J.K. Mackenzie, „2<sup>nd</sup> paper on statistics associated with the random disorientation of cubes“, *Biometrika* **45** (1958) 229–240.
- [74] A. Springer, „Verbesserung der Duktilität von ECAP-Kupfer“, Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld 2006.
- [75] R.J. Hellmig, M. Janeček, B. Hadzima, O.V. Gendelman, M. Shapiro, X. Molodova, A. Springer und Y. Estrin, „A portrait of copper processed by ECAP“, *Mater. Trans.* **49** (2008) 31–37.
- [76] A. Vinogradov, V. Patlan, Y. Suzuki, K. Kitagawa und V.I. Kopylov, „Structure and properties of ultra-fine grain Cu-Cr-Zr alloy produced by equal-channel angular pressing“, *Acta Mater.* **50** (2002) 1639–1651.
- [77] X. Molodova, A. Khorashadizadeh, G. Gottstein, M. Winning und R.J. Hellmig, „Thermal stability of ECAP processed pure Cu and CuZr“, *Int. J. Mater. Res.* **98** (2007) 269–275.

- [78] Y.M. Wang, M.W. Chen, F.H. Zhou und E. Ma, „High tensile ductility in a nanostructured metal“, *Nature* **419** (2002) 912–915.
- [79] H. Mughrabi, H.W. Höppel, M. Kautz und R.Z. Valiev, „Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation“, *Z. Metallkd.* **94** (2003) 1079–1083.
- [80] F.H. Dalla Torre, E.V. Pereloma und C.H.J. Davies, „Strain rate sensitivity and apparent activation volume measurements on equal channel angular extruded Cu processed by one to twelve passes“, *Scripta Mater.* **51** (2004) 367–371.
- [81] S. Han, C. Lim, C. Kim und S. Kim, „The microstructure Evolution during the Equal Channel Angular Pressing Process and Its Relationship with the Tensile Behavior of Oxygen-Free Copper“, *Metall. Mater. Trans.* **A36** (2005) 467–470.
- [82] H.W. Höppel und R.Z. Valiev, „On the possibilities to enhance the fatigue properties of ultrafine-grained metals“, *Z. Metallkd.* **93** (2002) 641–648.
- [83] A. Shan, I.G. Moon, H.S. Ko und J.S. Park, „Direct observation of shear deformation during equal channel angular pressing of pure aluminum“, *Scripta Mater.* **41** (1999) 353–357.
- [84] S.L. Semiatin, V.M. Segal, R.E. Goforth, N.D. Frey und D.P. DeLo, „Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures“, *Metall. Mater. Trans.* **A30** (1999) 1425–1435.
- [85] H.S. Kim, M.H. Seo und S.I. Hong, „On the die corner gap formation in equal channel angular pressing“, *Mater. Sci. Eng.* **A291** (2000) 86–90.
- [86] H.S. Kim, P. Quang, M.H. Seo, S.I. Hong, K.H. Bo, H.R. Lee und D.M. Nghiep, „Process Modelling of Equal Channel Angular Pressing for Ultrafine Grained Materials“, *Mater. Trans.* **45** (2004) 2172–2176.
- [87] R.J. Hellmig, „Influence of die features on the ECAP process“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L. Semiatin und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials IV“, TMS, Warrendale 2006, S. 29–34.
- [88] Y. Estrin, R.J. Hellmig, S.C. Baik, H.S. Kim, H.G. Brokmeier und A. Zi, „Microstructure and texture development in copper and aluminium under ECAP: new experimental results and modeling“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.Z. Valiev, S.L. Semiatin,



- D.H. Shin und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials III“, TMS, Warrendale 2004, S. 247–253.
- [89] A. Vinogradov und S. Hashimoto, „Multiscale phenomena in fatigue of ultra-fine grain materials — an overview“, *Mater. Trans.* **42** (2001) 74–84.
- [90] H. Mughrabi, H.W. Höppel und M. Kautz, „Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation“, *Scripta Mater.* **51** (2004) 807–812.
- [91] L. Kunz, P. Lukáš, M. Svoboda und O. Bokůvka, „Fatigue behaviour of ultrafine-grained copper“, *Mater. Eng. (Materiálové inžinierstvo)* **12** (2005) 2–6.
- [92] S.R. Agnew und J. Weertman, „Cyclic softening of ultrafine grain copper“, *Mater. Sci. Eng. A* **244** (1998) 145–153.
- [93] S.R. Agnew, A.Y. Vinogradov, S. Hashimoto und J.R. Weertman, „Overview of fatigue performance of Cu processed by severe plastic deformation“, *J. Electronic Mater.* **28** (1999) 1038–1044.
- [94] H.W. Höppel, M. Kautz, C. Xu, M. Murashkin, T.G. Langdon, R.Z. Valiev und H. Mughrabi, „An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys“, *Int. J. Fatigue* **28** (2006) 1001–1010.
- [95] M. Janeček, B. Hadzima, R.J. Hellmig und Y. Estrin, „The influence of microstructure on the corrosion properties of Cu polycrystals prepared by ECAP“, *Metallic Materials (Kovove Mater.)* **43** (2005) 258–271.
- [96] B. Hadzima, P. Palček, M. Chalupová und R. Čanády, „Cathodic anticorrosive protection of magnesium alloy AZ91“, *Metallic Materials (Kovove Mater.)* **41** (2003) 257–269.
- [97] B. Hadzima, M. Janeček, R.J. Hellmig, Y. Kutnyakova und Y. Estrin, „Microstructure and corrosion behaviour of ultrafine-grained copper“, *Mater. Sci. Forum* **503–504** (2006) 883–888.
- [98] F. King, „Corrosion of copper in alkaline chloride environments“, *Tech. Report TR-02–25*, SKB, Stockholm 2002.
- [99] H.P. Leckie, „Anodic polarization behavior of copper“, *J. Electrochem. Soc.* **117** (1970) 1478 ff.

- [100] E.Y. Litovsky und M. Shapiro, „Gas pressure and temperature dependences of thermal conductivity of porous ceramic materials. Part 1. Refractories and ceramics with porosity below 30 %“, *J. Am. Ceram. Soc.* **75** (1992) 3425–3439.
- [101] S. Claußen, „Untersuchung des Verschleißverhaltens von ECAP–Kupfer“, Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld 2006.
- [102] J.K. Kim, H.G. Jeong, S.I. Hong, Y.S. Kim und W.J. Kim, „Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminium alloy after equal channel angular pressing“, *Scripta Mater.* **45** (2001) 901–907.
- [103] W.J. Kim, J.K. Kim, T.Y. Park, S.I. Hong, D.I. Kim, Y.S. Kim und J.D. Lee, „Enhancement of Strength und Superplasticity in a 6061 Al Alloy Processed by Equal–Channel–Angular–Pressing“, *Metall. Mater. Trans.* **A33** (2002) 3155–3164.
- [104] G. Angella, P. Bassani, A. Tuissi und M. Vedani, „Aging Behaviour and Mechanical Properties of a Solution Treated and ECAP Processed 6082 Alloy“, *Mater. Trans.* **45** (2004) 2282–2287.
- [105] I. Gutierrez–Urrutia, M.A. Muñoz–Morris und D.G. Morris, „The effect of coarse second–phase particles and fine precipitates on microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al alloy“, *Mater. Sci. Eng.* **A394** (2005) 399–410.
- [106] M. Cabibbo, E. Evangelista und M. Vedani, „Influence of Severe Plastic Deformation on Secondary Phase Precipitation in a 6082 Al–Mg–Si Alloy“, *Metall. Mater. Trans.* **A36** (2005) 1353–1364.
- [107] Z. Horita, K. Ohashi, T. Fujita, K. Kaneko und T.G. Langdon, „Achieving High Strength and High Ductility in Precipitation–Hardened Alloys“, *Adv. Mater.* **17** (2005) 1599–1602.
- [108] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „Using ECAP to achieve grain refinement, precipitate fragmentation and high strain rate superplasticity in a spray–cast aluminium alloy“, *Acta Mater.* **51** (2003) 6139–6149.
- [109] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „Influence of ECAP on precipitate distributions in a spray–cast aluminium alloy“, *Acta Mater.* **53** (2005) 749–758.

- [110] S. Ota, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „Low-Temperature Superplasticity in Aluminium Alloys Processed by Equal-Channel Angular Pressing“, *Mater. Trans.* **43** (2002) 2364–2369.
- [111] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing“, *Acta Mater.* **45** (1997) 4733–4741.
- [112] S.D. Terhune, D.L. Swisher, K. Oh-Ishi, Z. Horita, T.G. Langdon und T.R. McNelly, „An Investigation of Microstructure and Grain-Boundary Evolution during ECA Pressing of Pure Aluminum“, *Metall. Mater. Trans.* **A33** (2002) 2173–2184.
- [113] P.L. Sun, P.W. Kao und C.P. Chang, „Effect of Deformation Route on Microstructure Development in Aluminum Processed by Equal Channel Angular Extrusion“, *Metall. Mater. Trans.* **A35** (2004) 1359–1368.
- [114] A. Gholinia, P. Bate und O.B. Prangnell, „Modelling texture development during equal channel angular extrusion of aluminium“, *Acta Mater.* **50** (2002) 2121–2136.
- [115] S.C. Baik, Y. Estrin, H.S. Kim und R.J. Hellmig, „Dislocation density-based modeling of deformation behavior of aluminium under equal channel angular pressing“, *Mater. Sci. Eng.* **A351** (2002) 86–97.
- [116] S. Li, I.J. Beyerlein, D.J. Alexander und S.C. Vogel, „Texture evolution during equal channel angular extrusion: Effect of initial texture from experiment to simulation“, *Scripta Mater.* **52** (2005) 1099–1104.
- [117] H.W. Höppel, J. May, P. Eisenlohr und M. Göken, „Strain-rate sensitivity of ultrafine-grained materials“, *Z. Metallkd.* **96** (2005) 566–571.
- [118] J. May, H.W. Höppel und M. Göken, „Strain rate sensitivity of ultrafine-grained aluminium processed by severe plastic deformation“, *Scripta Mater.* **53** (2005) 189–194.
- [119] J. Moiseev und A. Melchior, „Equal-Channel Angular Pressing sowie die damit verbundene Entwicklung des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften von Aluminium“, Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld 2002.
- [120] P.L. Sun, P.W. Kao und C.P. Chang, „Characteristics of submicron grained structure formed in aluminum by equal channel angular extrusion“, *Mater. Sci. Eng.* **A283** (2000) 82–85.

- [121] A. Stalmann, W. Sebastian, H. Friedrich, S. Schumann und K. Dröder, „Properties and processing of magnesium wrought products for automotive applications“, *Adv. Eng. Mater.* **3** (2001) 969–974.
- [122] K. Ishikawa, H. Watanabe und T. Mukai, „High temperature compressive properties over a wide range of strain rates in an AZ31 magnesium alloy“, *J. Mater. Sci.* **40** (2005) 1577–1582.
- [123] P. Klimanek und A. Pötzsch, „Microstructure Evolution under Compressive Plastic Deformation of Magnesium at Different Temperatures and Strain Rates“, *Mater. Sci. Eng.* **A324** (2002) 145–150.
- [124] B.L. Mordike und T. Ebert, „Magnesium: Properties — applications — potential“, *Mater. Sci. Eng.* **A302** (2001) 37–45.
- [125] A. Yamashita, Z. Horita und T.G. Langdon, „Improving the Mechanical Properties of Magnesium and a Magnesium Alloy through Severe Plastic Deformation“, *Mater. Sci. Eng.* **A300** (2001) 142–147.
- [126] V.N. Chuvil'deev, T.G. Nieh, M.Yu. Gryaznov, A.N. Sysoev und V.I. Kopylov, „Low-temperature superplasticity and internal friction in microcrystalline Mg alloys processed by ECAP“, *Scripta Mater.* **59** (2004) 861–865.
- [127] R. Lapovok, R. Cottam, P.F. Thomson und Y. Estrin, „Extraordinary superplastic ductility of magnesium alloy ZK60“, *J. Mater. Res.* **20** (2005) 1375–1378.
- [128] R. Lapovok, P.F. Thomson, R. Cottam und Y. Estrin, „Processing routes leading to superplastic behaviour of magnesium alloy ZK60“, *Mater. Sci. Eng.* **A410–411** (2005) 390–393.
- [129] R. Lapovok, P.F. Thomson, R. Cottam und Y. Estrin, „The effect of grain refinement by warm equal channel angular extrusion on room temperature twinning in magnesium alloy ZK60“, *J. Mater. Sci.* **40** (2005) 1699–1708.
- [130] R. Lapovok, P.F. Thomson, R. Cottam und Y. Estrin, „The Effect of Warm Equal Channel Angular Extrusion on Ductility and Twinning in Magnesium Alloy ZK60“, *Mater. Trans.* **45** (2004) 2192–2199.
- [131] V. Skripnyuk, E. Rabkin, Y. Estrin und R. Lapovok, „Equal Channel Angular Pressing as a Means of Improving the Hydrogen Adsorption/Desorption Properties of Alloy ZK60“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.Z. Valiev, S.L. Semiatin, D.H. Shin und

- T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials III“, TMS, Warrendale 2004, S. 53–58.
- [132] K.N. Braszczyńska–Malik und L. Froyen, „Microstructure of AZ91 alloy deformed by equal channel angular pressing“, *Z. Metallkd.* **96** (2005) 913–917.
- [133] M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, C.E. Wen, Y. Chino, M. Nakamura, T. Asahina, H. Iwasaki, T. Aizawa und K. Higashi, „The Grain Size Dependence of Strength in Extruded AZ91 Magnesium Alloy“, in: K.U. Kainer (ed.), „Magnesium Alloys and their Applications“, VCH–Wiley, Weinheim 2000, S. 280–284.
- [134] M. Mabuchi, H. Iwasaki und K. Higashi, „Low Temperature Superplasticity of Magnesium Alloys Processed by ECAE“, *Mater. Sci. Forum* **243–245** (1997) 547–552.
- [135] M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase und K. Higashi, „Low Temperature Superplasticity in AZ91 Magnesium Alloy Processed by ECAE“, *Scripta Mater.* **36** (1997) 681–686.
- [136] M. Mabuchi, M. Nakamura, K. Ameyama, H. Iwasaki und K. Higashi, „Superplastic Behavior of Magnesium Alloy Processed by ECAE“, *Mater. Sci. Forum* **304–306** (1999) 67–72.
- [137] Z. Horita, K. Matsubara, K. Makii und T.G. Langdon, „A two–step processing route for achieving a superplastic forming capability in dilute magnesium alloys“, *Scripta Mater.* **47** (2002) 255–260.
- [138] Y. Miyahara, K. Matsubara, Z. Horita und T.G. Langdon, „Grain Refinement and Superplasticity in a Magnesium Alloy Processed by Equal–Channel Angular Pressing“, *Metall. Mater. Trans.* **A36** (2005) 1705–1711.
- [139] K. Matsubara, Y. Miyahara, Z. Horita und T.G. Langdon, „Developing superplasticity in a magnesium alloy through a combination of extrusion and ECAP“, *Acta. Mater.* **51** (2003) 3073–3084.
- [140] W.J. Kim, C.W. An, Y.S. Kim und S.I. Hong, „Mechanical properties and microstructures of an AZ61 Mg Alloy produced by equal channel angular pressing“, *Scripta Mater.* **47** (2002) 39–44.
- [141] S.R. Agnew, G.M. Stoica, L.J. Chen, T.M. Lillo, J. Macheret und P.K. Liaw, „Equal Channel Angular Processing of Magnesium Alloys“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon,

- R.S. Mishra, S.L. Semiatin, M.J. Saran und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials II“, TMS, Warrendale 2002, S. 643–652.
- [142] L. Yuanyuan, Z. Datong, C. Weiping, L. Ying und G. Guowen, „Microstructure evolution of AZ31 magnesium alloy during equal channel angular extrusion“, *J. Mater. Sci. Lett.* **39** (2004) 3759–3761.
- [143] W.J. Kim und H.T. Jeong, „Grain-Size Strengthening in Equal-Channel-Angular-Pressing Processed AZ31 Mg Alloys with a Constant Texture“, *Mater. Trans.* **46** (2005) 251–258.
- [144] T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe und K. Higashi, „Ductility Enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure“, *Scripta Mater.* **45** (2001) 89–94.
- [145] Y. Miyahara, K. Adachi, Y. Maehara, Z. Horita und T.G. Langdon, „Effect of Microstructures on Tensile Properties of AZ31 Mg Alloy Processed by ECAP“, *Mater. Sci. Forum* **488–489** (2005) 473–476.
- [146] S. Kamado, T. Ashie, H. Yamada, K. Sanbun und Y. Kojima, „Improvement of Tensile Properties of Wrought Magnesium Alloys by Grain Refining“, *Mater. Sci. Forum* **350–351** (2000) 65–71.
- [147] H.K. Kim und W.J. Kim, „Microstructural instability and strength of an AZ31 Mg alloy after severe plastic deformation“, *Mater. Sci. Eng.* **A385** (2004) 300–308.
- [148] H.K. Lin, J.C. Huang und T.G. Langdon, „Relationship between texture and low temperature superplasticity in an extruded AZ31 Mg alloy processed by ECAP“, *Mater. Sci. Eng.* **A402** (2005) 250–257.
- [149] T.T. Lamark, R.J. Hellmig und Y. Estrin, „Mechanical Properties of ECAP processed magnesium alloy AS21X“, *Mater. Sci. Forum* **503–504** (2006) 889–894.
- [150] T.T. Lamark, laufende Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld.
- [151] M.G. Krieger, „Equal Channel Angular Pressing der Magnesiumlegierung AZ31 und die damit verbundene Gefügeentwicklung und das resultierende mechanische Verhalten im Druckversuch“, Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld 2003.

- [152] Z. Zúberová, „Effect of the manufacturing routes on the properties of magnesium alloy AZ 31“, Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal–Zellerfeld 2008.
- [153] H. Hu, „Squeeze casting of magnesium alloys and their composites“, *J. Mater. Sci.* **33** (1998) 1579–1589.
- [154] M. Janeček, M. Popov, M.G. Krieger, R.J. Hellmig und Y. Estrin, „Mechanical properties and microstructure of a Mg alloy AZ31 prepared by equal–channel angular pressing“, *Mater. Sci. Eng.* **A462** (2007) 116–120.
- [155] R.J. Hellmig, T.T. Lamark, M.V. Popov, M. Janeček, Y. Estrin und F. Chmelík, „Influence of equal–channel angular pressing on the acoustic emission behaviour of magnesium alloy AZ31 under compression“, *Mater. Sci. Eng.* **A462** (2007) 111–115.
- [156] C.R. Heiple und S.H. Carpenter, „Acoustic emission produced by deformation of metals and alloys – a review: part I“, *J. Acoustic Emiss.* **6** (1987) 177–204.
- [157] T.T. Lamark, F. Chmelík, Z. Trojanová, Y. Estrin und P. Lukáč, „Cyclic deformation of a magnesium alloy investigated by the acoustic emission technique“, *J. Alloys Comp.* **378** (2004) 202–206.
- [158] M. Friesel und S.H. Carpenter, „Determination of the source of acoustic emission generated during the deformation of magnesium“, *J. Acoustic Emiss.* **3** (1984) 11–17.
- [159] K. Máthis, F. Chmelík, Z. Trojanová, P. Lukáč und J. Lendvai, „Investigation of some magnesium alloys by use of the acoustic emission technique“, *Mater. Sci. Eng.* **A387–389** (2004) 331–335.
- [160] M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer und D. Atwell, „Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg–3Al–1Zn“, *Acta Mater.* **52** (2004) 5093–5103.
- [161] N. Kiesewetter und P. Schiller, „The Acoustic Emission From Moving Dislocations in Aluminum“, *Phys. Stat. Sol.* **A38** (1976) 569–576.
- [162] Y. Estrin, S.B. Yi, H.G. Brokmeier, Z. Zúberová, S.C. Yoon, H.S. Kim und R.J. Hellmig, „Microstructure, texture and mechanical properties of the magnesium alloy AZ31 processed by ECAP“, *Int. J. Mater. Res.* **99** (2007) 50–55.

- [163] S.B. Yi, S. Zaeferrer und H.G. Brokmeier, „Mechanical behaviour and microstructural evolution of magnesium alloy AZ31 in tension at different temperatures“, *Mater. Sci. Eng.* **A424** (2006) 275–281.
- [164] Q. Guo, H.G. Yan, H. Zhang, Z.H. Chen und Z.F. Wang, „Behaviour of AZ(31) magnesium alloy during compression at elevated temperatures“, *Mater. Sci. and Technol.* **21** (2005) 1349–1354.
- [165] L.L. Rokhlin, „Magnesium Alloys Containing Rare Earth Metals: Structures and Properties“, *Advances in Metallic Alloys*, Taylor & Francis, London 2003.
- [166] A. Galiyev, R. Kaibyshev und G. Gottstein, „Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60“, *Acta Mater.* **49** (2001) 1199–1207.
- [167] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials“, *Scripta Mater.* **35** (1996) 143–146.
- [168] R.Z. Valiev und T.G. Langdon, „Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement“, *Prog. Mater. Sci.* **51** (2006) 881–981.
- [169] K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-Ishi, M. Furukawa, Z. Horita und T.G. Langdon, „Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60 degrees die“, *Acta Mater.* **52** (2004) 2497–2507.
- [170] Y. Wu und I. Baker, „An experimental study of equal channel angular extrusion“, *Scripta Mater.* **37** (1997) 437–442.
- [171] J.R. Bowen, „The formation of ultra-fine grained model aluminium and steel alloys“, *Doktorarbeit*, Universität Manchester, Manchester 2000.
- [172] R.E. Goforth, K.T. Hartwig und L.R. Cornwell, „Severe plastic deformation of materials by equal channel angular extrusion (ECAE)“, in: T.C. Lowe und R.Z. Valiev (eds.), „Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation“, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht 2002, S. 3–12.
- [173] H.J. Cui, „Computational modeling of equal channel angular extrusion“, *Doktorarbeit*, Texas A & M University, College Station 1998.
- [174] T. Aida, K. Matsuki, Z. Horita und T.G. Langdon, „Estimating the equivalent strain in equal-channel angular pressing“, *Scripta Mater.* **44** (2001) 575–579.



- [175] V.M. Segal, „Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation“, *Mater. Sci. Eng.* **A271** (1999) 322–333.
- [176] I.J. Beyerlein, „Heterogeneity in Texture Development in Single Pass Equal Channel Angular Extrusion“, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.Z. Valiev, S.L. Semiatin, D.H. Shin und T.C. Lowe (eds.), „Ultrafine Grained Materials III“, TMS, Warrendale 2004, S. 185–192.
- [177] I.J. Beyerlein und C.N. Tomé, „Analytical modeling of material flow in equal channel angular extrusion (ECAE)“, *Mater. Sci. Eng.* **A380** (2004) 171–190.
- [178] L.S. Tóth, „Texture evolution in severe plastic deformation by equal channel angular extrusion“, *Adv. Eng. Mater.* **5** (2003) 308–316.
- [179] L.S. Tóth, R.A. Massion, L. Germain, S.C. Baik und S. Suwas, „Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field“, *Acta Mater.* **52** (2004) 1885–1898.
- [180] S. Li, I.J. Beyerlein, C.T. Necker, D.J. Alexander und M. Bourke, „Heterogeneity of deformation texture in equal channel angular extrusion of copper“, *Acta Mater.* **52** (2004) 4859–4875.
- [181] P.B. Prangnell, C. Harris und S.M. Roberts, „Finite element modelling of equal channel angular extrusion“, *Scripta Mater.* **37** (1997) 983–989.
- [182] S.L. Semiatin, D.P. DeLo und E.B. Shell, „The effect of material properties and tooling design on deformation and fracture during equal channel angular extrusion“, *Acta Mater.* **48** (2000) 1841–1851.
- [183] V.M. Segal, R.E. Goforth und K.T. Hartwig, U.S.–Patent Nr. 5400633, 1995.
- [184] J.H. Lee, I.H. Son und Y.T. Im, „Finite Element Investigation of Equal Channel Angular Extrusion Process“, *Mater. Trans.* **45** (2004) 2165–2171.
- [185] D.P. DeLo und S.L. Semiatin, „Finite–Element Modeling of Nonisothermal Equal–Channel Angular Pressing“, *Metall. Mater. Trans.* **A30** (1999) 1391–1402.
- [186] J.W. Park und J.Y. Suh, „Effect of die shape on the deformation behaviour in equal–channel angular pressing“, *Metall. Mater. Trans.* **A32** (2001) 3007–3014.
- [187] C.J. Luis Pérez, „On the correct selection of the channel die in ECAP processes“, *Scripta Mater.* **50** (2004) 387–393.

- [188] D. Yamaguchi, Z. Horita, M. Nemoto und T.G. Langdon, „Significance of adiabatic heating in equal-channel angular pressing“, *Scripta Mater.* **41** (1999) 791–796.
- [189] H.S. Kim, „Prediction of Temperature Rise in Equal Channel Angular Pressing“, *Mater. Trans.* **42** (2001) 536–538.
- [190] S.L. Semiatin, P.B. Berbon und T.G. Langdon, „Deformation heating and its effect on grain size evolution during equal channel angular extrusion“, *Scripta Mater.* **44** (2001) 135–140.
- [191] Q.X. Pei, B.H. Hu, C. Lu und Y.Y. Wang, „A finite element study of the temperature rise during equal channel angular pressing“, *Scripta Mater.* **49** (2003) 303–308.
- [192] U.F. Kocks, „Laws for work-hardening and low-temperature creep“, *J. Eng. Mater. Technol.* **98** (1976) 76–85.
- [193] H. Mecking und U.F. Kocks, „Kinetics of flow and strain-hardening“, *Acta Metall.* **29** (1981) 1865–1875.
- [194] Y. Estrin und H. Mecking, „A unified phenomenological description of work-hardening and creep based on one-parameter models“, *Acta Metall.* **32** (1984) 57–74.
- [195] Y. Estrin, „Dislocation-Density-Related Constitutive Modeling“, in: A.S. Krausz und K. Krausz (eds.), „Unified Constitutive Laws of Plastic Deformation“, Academic Press, New York 1995, S. 69–106.
- [196] Y. Estrin, L.S. Tóth, A. Molinari und Y. Bréchet, „A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation“, *Acta Mater.* **46** (1998) 5509–5522.
- [197] L.S. Tóth, A. Molinari und Y. Estrin, „Strain hardening at large strains as predicted by dislocation based polycrystal plasticity model“, *J. Eng. Mater. Technol.* **124** (2002) 71–77.
- [198] M. Müller, M. Zehetbauer, A. Borbély und T. Ungár, „Dislocation density and long range internal stresses in heavily cold worked Cu measured by x-ray line broadening“, *Z. Metallkunde* **86** (1995) 827–831.
- [199] M. Müller, M. Zehetbauer, A. Borbély und T. Ungár, „Stage IV work hardening in cell forming materials. 1. Features of the dislocation structure determined by X-ray line broadening“, *Scripta Mater.* **35** (1996) 1461–1466.

- [200] S.C. Baik, Y. Estrin, H.S. Kim, H.T. Jeong und R.J. Hellmig, "Calculation of Deformation Behavior and Texture Evolution during Equal Channel Angular Pressing of IF Steel Using Dislocation-Based Modeling of Strain Hardening", *Mater. Sci. Forum.* **408** (2002) 697–702.
- [201] G.I. Taylor, „Plastic strain in metals“, *J. Inst. Met.* **62** (1938) 307–324.
- [202] P. van Houtte, „Adaption of the Taylor Theory to the Typical Substructure of Cold Rolled FCC Metals“, in: „ICOTOM 6“, Iron Steel Inst. Japan, Tokio 1981, S. 428–437.
- [203] ABAQUS/standard, Version 6.5, Hibbitt, Karlsson und Sørensen, Inc., 2004.
- [204] E.A. Brandes, „Smithells Metals Reference Book“, 6<sup>th</sup> Edition, Butterworths, London 1983.
- [205] R.J. Hellmig, H.S. Kim und Y. Estrin, „Introducing misorientation evolution into ECAP modeling: A possible approach“, *Trans. Indian Inst. Met.* **58** (2005) 1107–1111.
- [206] N. Hansen, „Cold deformation microstructures“, *Mater. Sci. Technol.* **6** (1990) 1039–1047.
- [207] Y. Estrin, L.S. Tóth, Y. Bréchet und H.S. Kim, „Modelling of the evolution of dislocation cell misorientation under severe plastic deformation“, *Mater. Sci. Forum* **503–504** (2006) 675–680.
- [208] T. Ungár, L.S. Tóth, J. Illy und I. Kovacs, „Dislocation-structure and work-hardening in polycrystalline OFHC copper rods deformed by torsion and tension“, *Acta Metall.* **34** (1986) 1257–1267.
- [209] R.Ye. Lapovok, „The role of back-pressure in equal channel angular extrusion“, *J. Mater. Sci.* **40** (2005) 341–346.
- [210] G.I. Raab, „Metal flow at equal channel angular pressing with backpressure“, *Mater. Sci. Forum* **503–504** (2006) 739–744.
- [211] A. Zi, „Thermal stability of severely deformed aluminium and copper“, Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld 2008.

- [212] Y. Estrin, E. Rabkin, R.J. Hellmig, M. Kazakevich und A. Zi, „New Applications of the SPD concept:  $\mu$ SPD“, in: Y.T. Zhu und V. Varyukhin (eds.), „Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation“, Springer, Dordrecht 2006, S. 39–46.
- [213] Y. Estrin, E. Rabkin, R.J. Hellmig, M. Kazakevich und A. Zi, „Severe plastic deformation by solid state infiltration“, *Mater. Sci. Eng.* **A410** (2005) 165–168.
- [214] A. Zi, Y. Estrin, R.J. Hellmig, M. Kazakevich und E. Rabkin, „Downscaling equal channel angular pressing“, *Solid State Phen.* **114** (2006) 265–269.
- [215] J.C. Lee, H.K. Seok, J.H. Han und Y.H. Chung, „Controlling the textures of the metal strips via the continuous confined strip shearing (C2S2) process“, *Mater. Res. Bull.* **36** (2001) 997–1004.
- [216] J.Y. Suh, J.H. Han, K.H. Oh und J.C. Lee, „Effect of deformation histories on texture evolution during equal- and dissimilar-channel angular pressing“, *Scripta Mater.* **49** (2003) 185–190.

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Prinzip des ECAP-Prozesses. . . . .	5
2.2	Schematische Darstellung der vier üblichen ECAP-Prozeßrouten $A$ , $B_A$ , $B_C$ und $C$ . . . . .	6
2.3	Schematische Darstellung der Scherverformung eines Würfelements bei einem ECAP-Durchgang nach [19]. $X$ , $Y$ und $Z$ stellen die Bezugsebenen, die hellgraue Fläche die Scherebene dar. . . . .	7
2.4	Einfluß der verschiedenen Prozeßrouten auf die Verformung eines Würfelements nach [18]. . . . .	8
2.5	Simplifizierte Darstellung der Mikrostrukturevolution nach [21]. Oben: Route $B_C$ , ein ECAP-Durchgang (links), zwei ECAP-Durchgänge (rechts); unten: Route $C$ , ebenfalls ein beziehungsweise zwei ECAP-Durchgänge. . . . .	9
2.6	Links: Regellose Versetzungsanordnung, rechts: Formation von Versetzungsstellen (nach [26]). . . . .	10
2.7	Bildung langgestreckter Subkörner (links), Aufbrechen der langgestreckten Subkörner (rechts) (nach [26]). . . . .	10
2.8	Entwicklung der Mikrostruktur bei zunehmender Dehnung [29], (a) Ausgangsstruktur mit Korndurchmesser $D_0$ , (b) Bildung von Subkörnern und Kornteilung, (c) Ausrichtung der Großwinkelkorngrenzen, (d) Bänderstruktur, (e) Aufbrechen der Bänder durch Teilchen einer zweiten Phase. . . . .	11
3.1	Zeichnung des den Preßkanal enthaltenden Teils der ECAP-Matrize, welche zunächst in Clausthal eingesetzt wurde. . . . .	14
3.2	ECAP-Matrize, eingebaut in Universalprüfmaschine. . . . .	15
3.3	Verformung der Enden von Kupferproben nach ECAP, wenn diese durch nachfolgendes Pressen einer weiteren Probe aus dem Kanal geschoben werden. $x$ markiert die Preßrichtung [35]. . . . .	16
3.4	Funktionsweise einer ECAP-Matrize mit T-förmigem Kanal. . . . .	16

3.5	Von John Dunlop und Nathan Webster entwickelte beheizbare ECAP–Matrize mit T–förmigem Kanal. . . . .	17
3.6	Foto einer geöffneten Preßmatrize der neueren Generation [38]. . . . .	18
3.7	Foto einer geöffneten Preßmatrize der neueren Generation mit verlängertem Eingangskanal. . . . .	19
4.1	Lichtmikroskopische Aufnahmen von konventionellem Kupfer (99,9 % Reinheit) nach der Wärmebehandlung (links) und nach zwölf ECAP–Durchgängen der Route $B_C$ (rechts). . . . .	21
4.2	TEM–Aufnahme einer Cu–Probe (99,9 % Reinheit, senkrecht zur Preßrichtung) nach einem ECAP–Durchgang [45]. . . . .	22
4.3	TEM–Aufnahme einer Cu–Probe (99,9 % Reinheit, senkrecht zur Preßrichtung) nach acht ECAP–Durchgängen, Route $C$ . . . . .	23
4.4	Mittlerer Zelldurchmesser in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP–Durchgänge (reines Kupfer, Route $C$ ) [35]. . . . .	24
4.5	EBSD–Aufnahme einer Kupferprobe nach vier ECAP–Durchgängen der Route $B_C$ [59]. . . . .	25
4.6	Orientierungen (zu den Abbildungen 4.5 und 4.7) [59]. . . . .	25
4.7	EBSD–Aufnahme einer Kupferprobe nach acht ECAP–Durchgängen der Route $B_C$ [59]. . . . .	26
4.8	EBSD–Aufnahme einer Kupferprobe (senkrecht zur Preßrichtung) nach einem ECAP–Durchgang. . . . .	27
4.9	Misorientierungsverteilung im Bereich von Versetzungszellen an einer Kupferprobe nach einem ECAP–Durchgang [45]. . . . .	28
4.10	Relative Anzahl an Großwinkelkorngrenzen (GWKG) und Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) nach verschiedenen ECAP–Durchgängen, gemessen mittels EBSD [61]. . . . .	28
4.11	Versetzungsdichte als Funktion der eingebrachten Dehnung in reinen Kupferproben nach der ECAP–Umformung [71]. . . . .	30
4.12	Verlauf der Mikrohärtigkeit nach isochronen Wärmebehandlungen (10 min) an ECAP–umgeformtem Kupfer (acht Durchgänge, Route $B_C$ ) (nach [74]). . . . .	31
4.13	Härteübergangstemperatur in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP–Umformungen (reines Kupfer) (nach [59]). . . . .	32
4.14	EBSD–Aufnahme der Mikrostruktur nach einer zehnminütigen Wärmebehandlung bei 110°C [75]. . . . .	33

4.15	EBSD–Aufnahme der Mikrostruktur nach einer zehnminütigen Wärmebehandlung bei 150°C [75]. . . . .	34
4.16	EBSD–Aufnahme der Mikrostruktur nach einer zehnminütigen Wärmebehandlung bei 170°C [75]. . . . .	35
4.17	Einfluß einer einstündigen Wärmebehandlung bei 150°C auf die Korngrößenverteilung einer Probe nach einem ECAP–Durchgang [45]. . . . .	36
4.18	Abnahme der Temperatur des exothermen DSC–Intensitätsmaximums mit zunehmendem Umformgrad [71]. . . . .	37
4.19	Versetzungsdichte $\rho$ und mittlere Kristallitgröße $\langle x \rangle_{area}$ in Abhängigkeit der Temperatur einer Kupferprobe nach acht ECAP–Durchgängen [71]. . . . .	38
4.20	Änderung der 0,2%–Dehngrenze von reinem Kupfer mit zunehmender ECAP–Umformung (nach [35]). . . . .	39
4.21	Wahre Spannungs–Dehnungs–Kurven für ECAP–umgeformtes Kupfer, Route C [35]. . . . .	40
4.22	Spannungs–Dehnungs–Kurven für ECAP–umgeformtes Kupfer (acht Durchgänge, Route $B_C$ ), nach isochronen Wärmebehandlungen (nach [74]). . . . .	41
4.23	Schematische Darstellung einer ECAP–umgeformten Kupferprobe mit deren Meßkoordinaten (vgl. Abbildung 3.3). . . . .	43
4.24	Ergebnisse der Härtemessungen an ECAP–umgeformten Kupferproben (links oben: ein Preßdurchgang, rechts oben: zwei Preßdurchgänge, links unten: vier Preßdurchgänge, rechts unten: acht Preßdurchgänge) [35]. . . . .	43
4.25	Ergebnisse der automatischen Härtemessung an einem Querschnitt einer ECAP–umgeformten Kupferprobe nach einem Durchgang [88]. . . . .	44
4.26	Ermüdungsverhalten (schematisches Coffin–Manson–Diagramm) für grobkristalline und ultrafeinkörnige Werkstoffe (nach [90]). . . . .	45
4.27	Potentiodynamische Kurven gemessen an grobkörnigem und mittels ECAP umgeformtem Kupfer in 1 M $H_2SO_4$ –Lösung [97]. . . . .	48
4.28	Potentiodynamische Kurven gemessen an grobkörnigem und mittels ECAP umgeformtem Kupfer in 3%iger NaCl–Lösung [97]. . . . .	49
4.29	REM–Aufnahmen der Probenoberflächen nach dem Korrosionstest in der NaCl–Lösung, links: ultrafeinkörniges Kupfer, rechts: grobkörniges Kupfer [97]. . . . .	50
4.30	Schematischer Versuchsaufbau zur Messung der Wärmeleitfähigkeit (nach [53]). . . . .	51
4.31	Ergebnisse der Messungen der Wärmeleitfähigkeit von ECAP–umgeformtem Kupfer (nach [53]). . . . .	52
4.32	Massenverluste der Stift–Rolle–Systeme nach jeweils zweistündiger Versuchsdauer (nach [101]). . . . .	53

5.1	Einfluß zunehmender ECAP–Umformung auf die 0,2%–Dehngrenze von hochreinem Aluminium. . . . .	57
5.2	Spannungs–Dehnungs–Kurven von hochreinem Aluminium nach ECAP ( $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ ) (nach [115]). . . . .	57
5.3	TEM–Aufnahmen von hochreinem Aluminium nach einer (links) und nach zwei ECAP–Umformungen (rechts), Route <i>C</i> [115]. . . . .	58
5.4	TEM–Aufnahmen von hochreinem Aluminium nach vier (links) [115] und nach acht ECAP–Umformungen (rechts) [119], Route <i>C</i> . . . . .	59
5.5	Evolution der Zellgröße im hochreinen Aluminium mit zunehmender Zahl an ECAP–Umformungen. . . . .	60
6.1	Abhängigkeit der Streckgrenze von der Temperatur für AZ31 nach reinem Preßgießen ohne weitere Umformung sowie nach Preßgießen und ECAP (nach [38]).	65
6.2	Mikrostruktur von AZ31 nach einer ECAP–Umformung, links: versetzungsreiche Deformationsstruktur, rechts: Versetzungszellen (aus [154]). . . . .	66
6.3	Mikrostruktur von AZ31 nach vier ECAP–Umformungen (aus [154]). . . . .	67
6.4	Vergleich zwischen Druckkurven (wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 direkt nach dem Preßgießen [155]. . . . .	69
6.5	Vergleich zwischen Druckkurven (Raumtemperatur, wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 nach einer und nach vier ECAP–Umformungen [155]. . . . .	69
6.6	Vergleich zwischen Druckkurven (200°C, wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 nach einer und nach vier ECAP–Umformungen [155]. . . . .	70
6.7	Vergleich zwischen Druckkurven (300°C, wahre Spannung in Abhängigkeit von der wahren Dehnung) und der zugehörigen akustischen Emission an AZ31 nach einer und nach vier ECAP–Umformungen [155]. . . . .	71
6.8	EBSD–Aufnahmen der AZ31–Proben nach EX–ECAP, links: zwei ECAP–Umformungen, rechts: vier ECAP–Umformungen [162]. . . . .	74
7.1	Der ECAP–Prozeß mit den Winkeln $\Phi$ und $\Psi$ nach [167]. . . . .	76
7.2	Theoretisch berechnete Kurve für die Vergleichsdehnung nach einem ECAP–Durchgang in Abhängigkeit von den Winkeln $\Phi$ und $\Psi$ . . . . .	77
7.3	Schematische Darstellung der Datenaktualisierung bei der Simulation mehrfacher ECAP–Umformungen. . . . .	86



7.4	Eingebrachte Dehnung und verformtes FEM-Netz für reines Kupfer nach einem ECAP-Durchgang. . . . .	87
7.5	Abhängigkeit von $\eta$ von der Anzahl der ECAP-Umformungen für die Routen $A$ , $B_C$ und $C$ . . . . .	88
7.6	Homogenität der Dehnungsverteilung in Abhängigkeit von der Anzahl der ECAP-Umformungen für die Routen $A$ , $B_C$ und $C$ . . . . .	89
7.7	Entwicklung des Volumenanteils der Zellwände $f$ von reinem Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen. . . . .	90
7.8	Entwicklung der Versetzungsdichten von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen. . . . .	91
7.9	Entwicklung der Zellgröße von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen. . . . .	92
7.10	Entwicklung der Streckgrenze von Kupfer mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen. . . . .	92
7.11	Entwicklung der Zellgröße von Aluminium mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen. . . . .	93
7.12	Entwicklung der Streckgrenze von Aluminium mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen. . . . .	94
7.13	Berechnete Evolution der mittleren Misorientierungswinkel $\Theta_{AV_{IDB}}$ und $\Theta_{AV_{GNB}}$ mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen [205]. . . . .	96
7.14	Verteilung der Misorientierungen einer Kupferprobe nach acht ECAP-Durchgängen, konstruiert mit Hilfe von Daten aus [60]. . . . .	97
7.15	Simulation des Einflusses des Winkels $\Psi$ auf die ECAP-Umformung [87]. . . . .	100
7.16	Simulation des Einflusses des Gegendrucks auf die ECAP-Umformung [87]. . . . .	101
7.17	Entwicklung der Homogenität der Dehnungen in der Probe für bis zu acht ECAP-Umformungen der Route $C$ unter verschiedenen Prozeßbedingungen [87]. . . . .	102
7.18	Evolution der Versetzungszellengröße mit zunehmender Anzahl an ECAP-Umformungen der Route $C$ unter verschiedenen Prozeßbedingungen [87]. . . . .	102
7.19	Simulation eines ECAP-Durchgangs bei verschiedenen reduzierenden Kanalgeometrien [87]. . . . .	103
7.20	Größe der Lücke im Kanalwinkel für verschiedene Extrusionslängen bei einer Extrusionstiefe von 0,5 mm [87]. . . . .	104
7.21	Größe der Lücke im Kanalwinkel für verschiedene Extrusionstiefen bei einer Extrusionslänge von 1 mm [87]. . . . .	104

# Tabellenverzeichnis

4.1	Korrosionsdaten für grobkörniges und für mit ECAP umgeformtes Kupfer in 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Lösung sowie 3%iger NaCl-Lösung. . . . .	50
7.1	Parameter für die ECAP-Simulation von Kupfer. . . . .	85

# Danksagung

Ein besonderer Dank geht an Prof. Dr. Juri Estrin, der diese Arbeit stets mit sehr viel Interesse verfolgte, immer ein offenes Ohr hatte und alle nur erdenklichen Hilfen zur Förderung zur Verfügung stellte. Ohne sein großes Engagement wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen.

Ebenso möchte ich mich ganz herzlich bei den wissenschaftlichen Mitarbeitern des IWW bedanken, die mit mir am Lehrstuhl für Physikalische Werkstoffkunde geforscht haben. Neben dem wunderbaren Arbeitsklima und der großen Hilfsbereitschaft auch in vielen kleinen Dingen trugen sie durch zahlreiche Anregungen zum Gelingen dieser Arbeit bei. Zuvorderst ist Torbjørn Lamark zu nennen, der durch seine Hilfsbereitschaft, Freundschaft und seine hervorragenden theoretischen sowie praktischen Fähigkeiten eine Art Seele der Arbeitsgruppe war. Viel Dank bin ich jedoch auch Dr. Zuzana Zúberová, Aikaterini Zi, Gabriele Vidrich, Dr. Stephan Schaare, Prof. Dr. Werner Riehemann, Dr. Mikhail Popov, Dr. Agnieszka Mielczarek, Dr. Markus Krieger und Ingi Kim schuldig.

Weitere wichtige Unterstützung kam durch alle, die im Laufe der letzten sechs Jahre ihre Studienarbeiten oder Teile ihrer Abschlusarbeiten in der Arbeitsgruppe „Hochgradige plastische Umformung“ durchgeführt haben. In chronologischer Reihenfolge sind dies Dr. Philipp Imgrund, Dr. John Dunlop, Nathan Webster, Arthur Melchior, Juri Moiseev, Felix Meyer, Dr. Mathias Anhalt, Stephan Sickmann, Laura Vadan, André Springer und Sabine Claußen.

Für die Herstellung von weiteren ECAP-Proben ist Simeon Parth, Andrey Kishchenko und Anastasia Belozerova zu danken.

Für seine Hilfestellungen und Ideen vor allem im praktischen Bereich danke ich dem technischen Personal des IWW. Im einzelnen sind dies Gerd Neuse, Uwe Hanke, Peter König, Dieter Brinkmann, Franziska Jörn, Jörg Schumann, Kai Holland, Jürgen Stottmeister, Hans-Günter Bonitz sowie allen Auszubildenden des IWW im Laufe der vergangenen sechs Jahre.

Des weiteren möchte ich Dr. Sangbong Yi und Prof. Dr. Heinz-Günter Brokmeier für die gemeinsamen Arbeiten an AZ31 herzlich danken.

Ein weiterer Dank geht an alle Mitarbeiter der Forschergruppe 544, denn es war eine schöne und fruchtbare Zusammenarbeit mit vielen interessanten und persönlichen Begegnungen. Besonders hervorheben möchte ich die enge Kooperation mit der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. Gottstein von der RWTH Aachen, insbesondere mit Xenia Molodova, die mir immer geholfen und viele Fragen beantwortet sowie einige Bilder für diese Arbeit zur Verfügung gestellt hat, und mit

Priv.-Doz. Dr. Myrjam Winning, welche auch immer mit Rat und Tat zur Seite stand.

Außerdem möchte ich für die enge Zusammenarbeit im Bereich Röntgendiffraktometrie und die vielen Messungen und Diskussionen den Kollegen von der Lóránt–Eötvös–Universität Budapest danken. Dieses sind vor allem Prof. Dr. Tamás Ungár, Prof. Dr. Jenő Gubicza und Levente Balogh.

Für die Experimente zur thermischen Leitfähigkeit bin ich Dr. Oleg Gendelman und Prof. Dr. Michael Shapiro vom Technion in Haifa zu Dank verpflichtet.

Einen wesentlichen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit haben Dr. Seung Chul Baik, Prof. Dr. Hyoung Seop Kim und Dr. Min Hong Seo geleistet. Durch ihre Einführung in die Simulation mit *ABAQUS* sowie ihre Hilfestellungen und stete Diskussionsbereitschaft bei allen Fragen zur Modellierung der hochgradigen plastischen Umformung haben sie mir sehr geholfen, die in dieser Arbeit vorgestellten Simulationen durchzuführen.

Auch möchte ich Dr. Dorte Juul Jensen und Dr. Jacob Bowen dafür danken, daß sie mir am Risø National Laboratory die Möglichkeit gaben, am dortigen TEM zu forschen, und daß sie mir sowohl bei der praktischen Durchführung als auch bei der Auswertung der Ergebnisse wertvolle Hilfe leisteten.

Ein sehr großer Dank geht an Dr. Miloš Janeček von der Karlsuniversität Prag, der mich immer sehr unterstützt hat und alle Fragen insbesondere zur Transmissionselektronenmikroskopie beantworten konnte. Auch hat er mit zahlreichen TEM–Aufnahmen im Rahmen der gemeinsamen Studien zur vorliegenden Arbeit beigetragen. Ebenfalls ein großer Dank gebührt Prof. Dr. František Chmelík von der Karlsuniversität Prag, der mir sehr viel bei der Messung und Interpretation der akustischen Emission an AZ31 geholfen hat.

Für die Untersuchung des Korrosionsverhaltens möchte ich Dr. Branislav Hadzima von der Universität Žilina und Yulia Kutnyakova von der UFA State Aviation Technical University danken.

Für die Einrichtung des Stift–Rolle–Versuchs zur Ermittlung des Verschleißverhaltens bin ich Dr. Rolf Reiter vom ISAF der TU Clausthal zu Dank verpflichtet. Auch möchte ich Stefan Swoboda vom ITR der TU Clausthal für die Bestimmung der Oberflächenrauigkeiten mittels Weißlichtinterferometrie danken.

Ein riesiger Dank geht an meine liebe Frau Andrea, die mich während dieser Arbeit stets unterstützt und auch meine manchmal wechselnden Launen immer ertragen hat. Auch danke ich ihr für die vielen Anmerkungen und Verbesserungsvorschläge bei der Korrektur dieser Arbeit sowie dafür, daß sie mir bei der Niederschrift den Rücken freigehalten hat.

## Bisher sind erschienen:

Band	Verfasser / Titel
1/01	Thorsten Anke Bake Hardening von warmgewalzten Mehrphasenstählen
1/02	Günther Lange Beitrag zum Umformverhalten von dreischichtigen austenitischen Sandwichverbunden mit polymerer Kernschicht
1/03	Mohamed Soliman Phase Transformation and Mechanical Properties of New Austenite-Stabilised Bainite Steels
3/01	Markus Krieger Mechanical properties and bake hardening behaviour of cold rolled dual phase steels subjected to advanced galvanising process routes
3/02	Mikhail Popov Enhancement of mechanical properties of different Magnesium alloys due to grain refinement by severe plastic deformation processing
3/03	Udo Brück Mikrostrukturen und Eigenschaften ultrahochfester Leichtbaustähle auf der Basis Fe-Mn-Al-C
3/04	Ralph Jörg Hellmig Hochgradige plastische Umformung durch Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

## Band X / yy

- X:    1   Metallurgie und Werkstoffumformung  
      2   Polymerwerkstoffe und Werkstofftechnik  
      3   Werkstoffkunde und Werkstofftechnik  
      4   Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe

yy:    fortlaufende Nummer