



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN



Diplomarbeit

Mikrostrukturanalysen an gestauchten Doppelkegeln aus EN AW-6061

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines
Diplom-Ingenieurs (Dipl.-Ing. oder DI)

eingereicht an der Technischen Universität Wien
Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Christian Empacher BSc

Mat.Nr.: 01226533

unter der Leitung von

Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Ernst Kozeschnik

und

Robert Kahlenberg MSc

E308 - Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologie

Wien, 7. Jänner 2025

Ich nehme zur Kenntnis, dass ich zur Drucklegung meiner Arbeit
unter der Bezeichnung

Diplomarbeit

nur mit Bewilligung der Prüfungskommission berechtigt bin.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Ich nehme zur Kenntnis, dass die vorgelegte Arbeit mit geeigneten und dem derzeitigen Stand der Technik entsprechenden Mitteln (Plagiat-Erkennungssoftware) elektronisch-technisch überprüft wird. Dies stellt einerseits sicher, dass bei der Erstellung der vorgelegten Arbeit die hohen Qualitätsvorgaben im Rahmen der geltenden Regeln zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis „Code of Conduct“ an der TU Wien eingehalten wurden. Zum anderen werden durch einen Abgleich mit anderen studentischen Abschlussarbeiten Verletzungen meines persönlichen Urheberrechts vermieden.

Wien, 7. Jänner 2025

Abstract

The development of reliable models for industrial processes, such as hot forming, requires an understanding of the microstructural changes in metallic alloys under different deformation conditions. This work aims to extend the understanding of the industrial aluminum alloy EN AW-6061 and investigates the influence of strain rate, temperature and effective plastic strain on the substructure, the fragmentation of iron-rich primary precipitates and the evolution of geometrically necessary dislocations (GNDs).

For this purpose, compression tests are performed on double-cone samples at strain rates of 1 s^{-1} and 50 s^{-1} across six temperatures, ranging from $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ to $550 \text{ }^{\circ}\text{C}$. The special sample geometry allows for the investigation of a wide range of microstructural states with different effective plastic strains. Electron backscatter diffraction (EBSD) in the scanning electron microscope (SEM) enables a detailed analysis of the substructure and the evolution of the GNDs. Images taken with the light microscope and the backscatter detector of the SEM are used for qualitative and quantitative evaluations of the iron-rich primary precipitate fragmentation.

The results show that as the degree of deformation increases, a finer microstructure with strongly localized misorientations develops, while the fragmentation of the iron-rich primary precipitates increases. At elevated temperatures, a distinct subgrain structure is gradually formed and, depending on the strain rate and degree of deformation, the microstructure undergoes partial or complete recrystallization. These findings contribute to a better understanding of microstructural changes during deformation and can aid in the optimization of industrial processes.

Kurzfassung

Die Entwicklung zuverlässiger Modelle für Prozessschritte, wie das industrielle Warmumformen erfordert ein Verständnis der Mikrostrukturänderungen in metallischen Legierungen unter verschiedenen Deformationsbedingungen. Diese Arbeit zielt darauf ab, das Verständnis für die industrielle Aluminiumlegierung EN AW-6061 zu erweitern und untersucht den Einfluss der Dehnrates, Temperatur und effektiven plastischen Dehnung auf die Substruktur, die Fragmentierung der eisenreichen Primärausscheidungen und die Entwicklung der geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs).

Dazu werden Stauchversuche an Doppelkegelproben bei Dehnrates von 1 s^{-1} sowie 50 s^{-1} bei jeweils sechs Temperaturen zwischen 25 °C und 550 °C durchgeführt. Durch die spezielle Probengeometrie kann ein breites Spektrum an Mikrostrukturzuständen mit unterschiedlichen effektiven plastischen Dehnungen untersucht werden. Elektronenrückstreubeugung (EBSD) im Rasterelektronenmikroskop (REM) ermöglicht dabei eine detaillierte Analyse der Substruktur und der Entwicklung der GNDs. Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop und dem Rückstreuelektronendetektor des REM können zudem zur qualitativen und quantitativen Bewertung der Fragmentierung der eisenreichen Primärausscheidungen herangezogen werden.

Die Ergebnisse zeigen, dass mit zunehmendem Verformungsgrad ein feiner werdendes Gefüge mit stark lokalisierten Fehlorientierungen entsteht, während gleichzeitig die Fragmentierung der eisenreichen Primärausscheidungen zunimmt. Bei höheren Temperaturen kommt es sukzessive zur Ausbildung einer definierten Substruktur und in Abhängigkeit von der Dehnrates und dem Verformungsgrad zu einer teilweisen oder vollständigen Rekristallisation des Gefüges. Die hier gewonnenen Erkenntnisse helfen, die Veränderung der Mikrostruktur während der Verformung besser zu verstehen und können zur Optimierung von industriellen Prozessen beitragen.

Danksagung

Ich möchte Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Ernst Kozeschnik meinen Dank aussprechen, dass er mir die Möglichkeit gegeben hat, Mitglied seines Teams zu werden und meine Diplomarbeit am Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologien zu verfassen.

Besonderer Dank gebührt meinem Betreuer Robert Kahlenberg MSc für seine Unterstützung, sein Fachwissen, die Einführung in die relevanten Themen und Untersuchungsmethoden sowie seine stets geduldige Bereitschaft, mir alle Fragen zu beantworten.

Mein Dank gilt Dipl.-Ing. Georg Falkinger von der Austria Metall AG (AMAG) für das Teilen seines Fachwissens während der Diskussionen. Ebenso möchte ich der AMAG rolling GmbH für die Bereitstellung des Probenmaterials und das Thema dieser Diplomarbeit danken.

Ein großes Dankeschön geht an Ing. Richard Gürtenhofer MSc MSc und Ing. Christian Zaruba, die mich in der Metallographie angeleitet und mit ihrem Fachwissen unterstützt haben.

Ich möchte mich bei Dipl.-Ing. Tomasz Wojcik für seine Hilfe und Unterstützung im Umgang mit dem FEG-SEM und EBSD bedanken.

Für die Zusammenarbeit mit der Montanuniversität Leoben möchte ich mich bei Christian Stöckl für die Durchführung der Stauchversuche, Dipl.-Ing. Alexander Wenda für die FEM-Analysen sowie Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Martin Stockinger, dem Leiter des Lehrstuhls für Umformtechnik, für die Kontaktherstellung danken.

Für die BSE-Aufnahmen und die EBSD-Vergleichsmessungen danke ich Dipl.-Ing. Dipl.-Ing. Moritz Theissing BSc vom FELMI-ZFE.

Ich möchte mich bei allen Kolleginnen und Kollegen bedanken, mit denen ich zusammengearbeitet habe, insbesondere für ihre Geduld während ich das FEG-SEM mit meinen EBSD-Messungen belegt habe.

Ein besonderer Dank gilt meinen Eltern, die meine akademische Ausbildung erst ermöglicht haben und mich stets unterstützt haben.

Ein herzliches Dankeschön an meine Frau Qi, die mich immer unterstützt hat und mir in dieser herausfordernden Zeit zur Seite gestanden ist.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Zielsetzung	2
3	Stand der Technik	3
3.1	Legierungsserie 6xxx und EN AW-6061.....	3
3.1.1	Phasen in Al-Mg-Si Legierungen.....	4
3.1.2	Kristallgitter.....	6
3.2	Substrukturentwicklung.....	6
3.2.1	Plastische Verformung.....	6
3.2.2	Versetzungen.....	7
3.2.2.1	Versetzungsbewegung.....	8
3.2.2.2	Versetzungserzeugung.....	10
3.2.2.3	Versetzungshindernisse.....	13
3.2.2.4	Geometrisch notwendige und statistisch gespeicherte Versetzungen.....	14
3.2.3	Verformungsstrukturen.....	15
3.2.4	Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung.....	16
3.2.4.1	Erholung.....	18
3.2.4.2	Rekristallisation.....	19
3.2.4.3	Kornvergrößerung.....	22
3.3	Experimentelle Untersuchungsmethoden.....	24
3.3.1	Elektronenrückstreubeugung im Rasterelektronenmikroskop.....	24
3.3.1.1	EBSD-Datendarstellung.....	28
3.3.2	Rückstreuielektronen.....	31
3.3.3	Lichtmikroskopie.....	31
4	Experimenteller Teil und Methoden	33
4.1	Probenmaterial und Probenherstellung.....	34
4.2	Probengeometrie und Stauchversuch.....	34
4.3	Probenpräparation.....	36
4.4	EBSD-Messungen.....	39
4.4.1	Datenaufbereitung.....	41
4.4.2	Datenauswertung.....	44
4.4.2.1	Geschätzte Versetzungsdichte der GNDs und Kaltverfestigung.....	44
4.4.2.2	Subkorngröße.....	48
4.5	LM-Aufnahmen.....	49
4.5.1	Datenaufbereitung.....	49

4.5.2 Datenauswertung	51
4.6 BSE-Aufnahmen	51
4.6.1 Datenaufbereitung	52
4.6.2 Datenauswertung	52
5 Resultate und Diskussion.....	53
5.1 EBSD-Messungen	53
5.1.1 IPF-Maps.....	53
5.1.2 Substruktur	54
5.1.2.1 Dehnrate 1 s^{-1}	56
5.1.2.2 Dehnrate 50 s^{-1}	58
5.1.3 Subkorngröße.....	60
5.1.4 Geschätzte Versetzungsdichte der GNDs und Kaltverfestigung.....	60
5.2 LM- und BSE-Aufnahmen	65
5.2.1 Qualitative Auswertung der Fragmentierung	67
5.2.2 Fragmentierung in radialer Richtung	68
5.2.3 Korrelation der Fragmentierung und der EPD	72
6 Zusammenfassung und Ausblick	76
7 Literaturverzeichnis	78
8 Abkürzungsverzeichnis	84
9 Symbolverzeichnis	86
10Abbildungsverzeichnis	88
11Tabellenverzeichnis.....	92
12Anhang.....	93
12.1 Probengeometrie	93
12.2 Datenaufbereitung	94
12.3 Datenauswertung.....	96
12.4 IPF-Maps	97
12.4.1 Dehnrate 1 s^{-1}	97
12.4.2 Dehnrate 50 s^{-1}	101
12.5 EPD-Diagramme.....	106
12.6 A-LM- und A-BSE-Aufnahmen	108
12.7 Fragmentierung in radialer Richtung.....	112
12.8 Korrelation der Fragmentierung und der EPD.....	114

1 Einleitung

Die Werkstoffe der Legierungsserie 6xxx, einschließlich der Aluminiumlegierung EN AW-6061, enthalten Magnesium (Mg) und Silicium (Si) als Hauptlegierungselemente und sind mit einem Produktionsvolumen von über 50 % die am häufigsten verwendeten Aluminiumlegierungen [1]. Al-Mg-Si Legierungen bieten gute und schnelle Verarbeitbarkeit sowie Umformbarkeit und werden bspw. zu stranggepressten Profilen, Platten und Blechen verarbeitet [1] [2]. Ihre Festigkeit kann durch eine geeignete Wärmebehandlung, bestehend aus Lösungsglügen und Auslagern, gezielt durch Ausscheidungsverfestigung gesteigert werden [1] [2]. Maßgebende Grundlage dafür ist das im Aluminium gelöste Mg und Si [3].

Das Ziel des Lösungsglühens besteht darin, die β -Mg₂Si Primär- und Sekundärphase vollständig in Lösung zu bringen [4], um anschließend beim Auslagern das gelöste Mg und Si in Form der festigkeitssteigernden β'' -Mg₅Al₂Si₄ Phase auszuscheiden [3] [5]. Werden die β -Mg₂Si Ausscheidungen beim Lösungsglügen nicht vollständig in Lösung gebracht, reduziert sich das Verfestigungspotenzial beim anschließendem Auslagern [4] [6]. Dabei wird die Auflösungskinetik von der Größe, Morphologie und Verteilung der β -Mg₂Si Ausscheidungen beeinflusst [7]. So müssen Legierungen die bspw. große, grobe, ungleichmäßig verteilte β -Mg₂Si Ausscheidungen mit ungünstiger Morphologie aufweisen, bei gegebener Temperatur länger lösungsgeglüht werden, um diese vollständig aufzulösen [7] [8] [9]. Daher ist es entscheidend, die β -Mg₂Si Ausscheidungen gezielt zu kontrollieren, um sowohl das gewünschte Verfestigungspotenzial als auch die Werkstoffeigenschaften nach dem Auslagern zu erzielen. Dies kann bspw. beim Abkühlen nach der Homogenisierung über die Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst werden [9], wobei sich die β -Mg₂Si Ausscheidungen bevorzugt an eisenreichen Phasen oder Dispersoide ausscheiden [10].

Deshalb untersucht diese Arbeit die Entwicklung der Substruktur, sowie der Morphologie und Fragmentierung der eisenreichen Primärphasen in Abhängigkeit von der Dehnrates, der Temperatur und der effektiven plastischen Dehnung. Dazu werden gestauchte Doppelkegelproben verwendet, die bei zwei unterschiedlichen Dehnrates und jeweils sechs verschiedenen Temperaturen gestauch wurden. Charakteristisch für diese Probengeometrie ist die abnehmende Dehnung von der Mitte zum Rand entlang des Probenradius [11]. Dies führt zu einem breiten Spektrum an verschiedenen Dehnungs- sowie Mikrostrukturzuständen innerhalb der Probe [11] [12], sodass an einer einzigen Probe die Mikrostruktur bei verschiedenen Dehnungen untersucht werden kann [12].

2 Zielsetzung

Das Ziel dieser Arbeit besteht darin, ein besseres Verständnis für die Mikrostrukturveränderungen der industriellen Aluminiumlegierung EN AW-6061 während der plastischen Verformung zu erlangen.

Bei der plastischen Verformung eines Werkstoffes verändert sich seine Mikrostruktur, wie bspw. die Substruktur (Subkorn Grenzen, Versetzungsnetzwerke, etc.) oder die Morphologie bestimmter Gefügebestandteile (Körner, Phasen, Ausscheidungen, etc.). Dabei konzentriert sich diese Arbeit auf die Untersuchung der Veränderung der Substruktur, die Fragmentierung der eisenreichen Primärausscheidungen und die Entwicklung der GNDs unter dem Einfluss der Dehnrates, der Temperatur und der effektiven plastischen Dehnung. Durch die Variation dieser Deformationsbedingungen wird ein breites Spektrum an Mikrostrukturveränderungen abgedeckt, um eine Datengrundlage zu schaffen, die für weiterführende Untersuchungen genutzt werden kann. Diese Daten und Erkenntnisse sollen schließlich dazu genutzt werden, bestehende Simulationsmodelle zu validieren und zu verbessern.

3 Stand der Technik

Aluminium (Al), ein silbrig-weißes Leichtmetall, findet in verschiedenen Wirtschaftssektoren sowie im täglichen Alltag breite Anwendung [2]. Neben dem Verkehrssektor, dem größten Einsatzgebiet, wird es unter anderem im Maschinenbau, der Verpackungsindustrie oder der Elektrotechnik verwendet [2]. Dabei bietet Aluminium in den genannten Einsatzbereichen eine Reihe von Vorteilen, z. B. eine geringe Dichte, gute elektrische Leitfähigkeit sowie Wärmeleitfähigkeit, eine gute Umformbarkeit oder eine schützende Oxidschicht [2]. Zu den Nachteilen zählen unter anderem die geringe Härte und ein niedrigerer E-Modul [2].

Reines Aluminium (Primäraluminium) wird aus Aluminiumoxid gewonnen. Im ersten Schritt wird dafür mit dem Bayer-Verfahren Aluminiumoxid aus Bauxit extrahiert [2]. Der Rückstand besteht aus Eisenoxid, Schwermetallen und anderen Elementen - der sog. Rotschlamm [2]. Im zweiten Schritt erfolgt die Gewinnung von reinem Aluminium aus dem Aluminiumoxid durch die Schmelzflusselektrolyse, dem Hall-Héroult-Verfahren [2]. Aufgrund der sehr hohen Schmelztemperatur von 2045 °C wird dem Aluminiumoxid in diesem Verfahren Kryolith beigemischt, dies senkt die Schmelztemperatur des Gemisches auf etwa 950 °C [2]. Somit kann das Gemisch geschmolzen werden, um daraus reines Aluminium zu gewinnen [2].

Um die mechanischen Eigenschaften zu verbessern und weitere Einsatzbereiche zu erschließen werden dem Aluminium verschiedene Legierungselemente hinzugefügt [2]. Dabei zählen die Elemente Kupfer (Cu), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Silicium (Si) und Zink (Zn) zu den wichtigsten Legierungselementen [2]. Grundsätzlich werden Aluminiumlegierungen in zwei Gruppen eingeteilt: Gusslegierungen und Knetlegierungen [2]. Innerhalb dieser wird weiter zwischen aushärtbaren und nicht aushärtbaren Aluminiumlegierungen unterschieden [2]. Bei Letzteren wird die Festigkeit durch die Bildung von Ausscheidungen gesteigert [2]. Der Bereich des Legierungsanteiles von Gusslegierungen liegt typischer Weise zwischen 10 m.% bis 12 m.%, während Knetlegierungen einen Anteil von 1 m.% bis 6 m.% aufweisen [2].

3.1 Legierungsserie 6xxx und EN AW-6061

Werkstoffe der Legierungsserie 6xxx, einschließlich EN AW-6061, zählen zu den aushärtbaren Aluminium-Knetlegierungen und ihre Hauptlegierungselemente sind Mg und Si [1]. Die Al-Mg-Si Legierungen zählen zu den meistverwendeten Aluminiumlegierungen mit einem globalen Produktionsvolumen von mehr als 50 % [1]. Anwendung finden sie bspw. als stranggepresste Profile, Platten oder Bleche [1] [2]. Legierungen der 6xxx Serie, besitzen eine gute Umformbarkeit sowie eine gute Korrosionsbeständigkeit und nach der Warmauslagerung erreichen sie eine Festigkeit von bis zu 310 MPa [1] [2]. Diese Festigkeitssteigerung beruht maßgeblich auf dem Prinzip der Ausscheidungsverfestigung durch β'' - $Mg_5Al_2Si_4$ [2] [5], wobei Aluminiumlegierungen prinzipiell alle Verfestigungsmechanismen zur Verfügung stehen [2]. Dazu zählen neben der

Ausscheidungsverfestigung die Mischkristallverfestigung infolge behinderter Versetzungsbewegung durch gelöstes Mg und Si [7], die Kaltverfestigung über die Versetzungsdichte sowie die Feinkornverfestigung [2].

Die Bezeichnung von Aluminium-Knetlegierungen wird durch die DIN-Norm „DIN EN 573-1:2005-02“ festgelegt [13]. Diese Arbeit untersucht die Aluminium-Knetlegierung mit der Bezeichnung EN AW-6061. Dabei steht „EN“ für Europäische Norm, der Buchstabe „A“ für Aluminium, der Buchstabe „W“ für Knetzeugnisse und die vier Endziffern kennzeichnen die chemische Zusammensetzung [13]. Dabei steht die erste der vier Ziffern für die Legierungsserie und die Hauptlegierungselemente [13]. Die zweite Ziffer bezeichnet die Originallegierung (0) oder mögliche Legierungsabwandlungen (1-9) [13]. Die beiden letzten Ziffern haben keine spezielle Bedeutung, sie dienen lediglich zur Unterscheidung verschiedener Aluminiumlegierungen innerhalb der Legierungsgruppe [13].

Somit ergibt sich für die in dieser Arbeit untersuchten Legierung, laut der DIN-Norm „DIN EN 573-3:2024-03“ [14], eine Zusammensetzung, die in Tabelle 1 angeführt ist.

Tabelle 1: Legierungszusammensetzung von EN AW-6061 laut DIN EN 573-3:2024-03 [14]

Legierungselement	Massenanteil [m.%]	
	Minimum	Maximum
Si Silicium	0.4	0.8
Fe Eisen	0	0.7
Cu Kupfer	0.15	0.4
Mn Mangan	0	0.15
Mg Magnesium	0.8	1.2
Cr Chrom	0.04	0.35
Zn Zink	0	0.25
Ti Titan	0	0.15
Andere	0	Einzeln 0.05
	0	Insgesamt 0.15
Al Aluminium	Rest	Rest

3.1.1 Phasen in Al-Mg-Si Legierungen

In Al-Mg-Si Legierungen sind neben den Hauptlegierungselementen Mg und Si auch andere Elemente wie bspw. Fe oder Mn gemäß Tabelle 1 immer Bestandteil der Legierung [15]. Selbst in geringen Mengen führen sie zur Bildung neuer Phasen [15]. Während des Erstarrungsprozesses aus der Schmelze kristallisiert der aluminiumreiche α -Mischkristall meist in dendritischer Form [16]. Diese Dendriten weisen zu ihren Grenzen hin eine zunehmende Konzentration an gelösten Legierungselementen auf (Mikroseigerung) [16]. Zwischen diesen Grenzen der Dendriten bilden sich aus der

Restschmelze bevorzugt intermetallische eisenreiche (Fe-haltige) Phasen wie $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{FeMn})_3\text{Si}$ und $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, aber auch Mg_2Si (Magnesiumsilicid) - die sog. Primärphasen [16] [17]. Die Art der entstehenden Primärphasen, deren Größe (typisch sind einige μm) und Verteilung variieren je nach Abkühlgeschwindigkeit und dem Verhältnis zwischen Fe und Si, wobei sie üblicherweise keine Kohärenz mit dem α -Mischkristall besitzen [15] [16]. Dieser Gusszustand ist für das Warmumformen jedoch nicht geeignet und wird daher durch das Homogenisieren, einer Wärmebehandlung unterhalb der Schmelztemperatur, optimiert [16].

Beim Homogenisieren werden Mikroseigerungen reduziert [8], Primärphasen umgewandelt, gelöst oder eingeformt (Änderung der Morphologie) und es scheiden sich feine (ca. 100 nm) thermisch stabile Sekundärphasen, die Dispersoide, aus [16] [18]: Während dem Aufheizen auf die Homogenisierungstemperatur bilden sich metastabile Phasen an denen, je nach Legierungszusammensetzung, verschiedene Dispersoide nukleieren [19] [20]. In Al-Mg-Si Legierungen mit Mn bestehen sie in der Regel aus $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{MnFe})_3\text{Si}$ [20]. Größe und Verteilung der Dispersoide im Material hängen hauptsächlich von den Parametern der Homogenisierung ab [20]. Bei kurzen Homogenisierungszeiten und niedrigen Temperaturen bilden sich feine dicht angeordnete Dispersoide, wohingegen bei längeren Zeiten und höheren Temperaturen grobe Dispersoide entstehen [20]. Auch bei hohen Temperaturen bleiben diese Dispersoide unlöslich [16]. Diese hohe thermische Stabilität führt dazu, dass die Dispersoide die Erholung, Rekristallisation sowie das Kornwachstum beeinflussen und auch als Keimstellen für Ausscheidungen dienen können [19]. Im Gegensatz zu den Dispersoiden löst sich Mg_2Si aufgrund der zunehmenden Löslichkeit von Mg und Si bei zunehmender Temperatur auf [16] [18].

Das Lösen der Ausscheidungen bei gegebener Temperatur ist dabei von deren Größe, Morphologie, Volumenanteil und Verteilung im Material abhängig [7] [8] [9]. Denn je kleiner die Ausscheidungen sind, desto größer ist ihr Verhältnis von Oberfläche zu Volumen und umso schneller werden diese aufgelöst [8]. Zudem können Ausscheidungen schneller in Lösung gebracht werden, wenn sie fein und gleichmäßig im Material verteilt sind, ihr Volumenanteil gering ist [9] oder wenn sie eine Morphologie mit hohem Aspektverhältnis aufweisen (runde Formen lösen sich langsamer) [8].

Wenn das Homogenisieren durch eine relativ langsame Abkühlung [10] (langsamer als 10 K/min [4]) abgeschlossen wird, scheiden sich das gelösten Mg und Si wieder größtenteils als kubische $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ Phase aus [10] [15]. Bei schnellerer Abkühlung bleibt ein zunehmender Anteil von Mg und Si in Lösung und der Rest wird in Form feinerer $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ Ausscheidungen oder metastabiler Vorläuferphasen gleichmäßiger ausgeschieden [9]. Dabei nukleieren $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ Ausscheidungen bevorzugt an großen eisenreichen Phasen oder Dispersoiden [10]. Die $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ Phase [7] sowie die Dispersoide sind zum α -Mischkristall inkohärent [19].

Durch anschließendes Lösungsglühen und Auslagern des Werkstoffes kann die $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ Phase wieder gelöst [2] [10] [16] und Mg und Si als $\beta''\text{-Mg}_5\text{Al}_2\text{Si}_4$ ausgeschieden werden [3] [5], womit es zu einer gesteigerten Festigkeit durch Ausscheidungshärtung kommt [2].

3.1.2 Kristallgitter

Aluminium weist eine regelmäßige atomare Struktur mit einem kubisch flächenzentrierten (kfz) Raumgitter auf, bei dem die Atome in der Elementarzelle an den Ecken und den Flächenmittelpunkten angeordnet sind (siehe Abbildung 1) [16]. Diese nebeneinander angeordneten Elementarzellen bilden das Kristallgitter des Aluminiums [1].

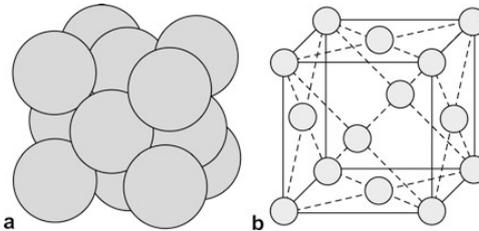


Abbildung 1: Kfz Elementarzelle: (a) Kugeldarstellung, (b) Strichdarstellung [1]

3.2 Substrukturentwicklung

3.2.1 Plastische Verformung

Wird Aluminium einer Belastung ausgesetzt (bspw. im Zugversuch), erfolgt zunächst eine rein elastische Verformung [1]. Das bedeutet, dass der Werkstoff bei Entlastung in diesem Bereich wieder seinen ursprünglichen, unverformten Zustand einnimmt [21]. Mit zunehmender Belastung wird die sog. 0.2 %-Dehngrenze $R_{p0.2}$ erreicht, die den Übergang von elastischer zu plastischer Verformung kennzeichnet und jener Spannung entspricht, die zu einer bleibenden Dehnung von 0.2 % führt [22].

Dabei wird die plastische Verformung durch Kristallbaufehler, den Versetzungen, die sich durch das Kristallgitter bewegen ermöglicht [16]. Einerseits wurden diese Versetzungen bereits durch den Erstarrungsprozess und thermomechanische Weiterverarbeitungsschritte im Werkstoff erzeugt [16]. Andererseits entstehen sie kontinuierlich während der plastischen Verformung im Material und führen zu einer Zunahme der sog. Versetzungsdichte [23].

Durch diesen Anstieg der Versetzungsdichte kommt es dazu, dass sich die Versetzungen gegenseitig bei der Bewegung durch das Material behindern [24]. Dies führt zu einer Verfestigung des Materials, die Kaltverfestigung genannt wird [24]. Folglich ist für das Fortsetzen der plastischen Verformung eine höhere äußere Spannung nötig, um die Versetzungen im Material weiter zu bewegen [24].

Dabei repräsentieren die Versetzungen die im Werkstoff gespeicherte Verformungsenergie, die bspw. jene Triebkraft liefert die für die Erholung und Rekristallisation benötigt wird [23]. Diese gespeicherte Energie ist jedoch nur ein Bruchteil der für die Verformung aufgebrauchten Energie, denn der Großteil wird in Wärme umgewandelt [23]. Nur etwa 1 % der gesamten Verformungsenergie wird im Werkstoff gespeichert [23]. Diese Energie bleibt zudem nur gespeichert, wenn der Werkstoff weit unterhalb der Kelvin Schmelztemperatur T_s gehalten wird, typischerweise bei $T \leq 0.3 \cdot T_s$ [25].

Um die plastische Verformung weiter verstehen zu können, muss die Rolle der Versetzungen näher betrachtet werden. Dies ist besonders wichtig, da diese für die Plastizität und mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffes maßgebend sind [22].

3.2.2 Versetzungen

Versetzungen sind linienförmige bzw. eindimensionale Gitterfehler die durch die Bewegung im Kristallgitter des Werkstoffes die plastische Verformung ermöglichen [16]. Bei Versetzungen wird zwischen Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen unterschieden, wobei Versetzungen im realen Werkstoff in der Regel sowohl Stufen- als auch Schraubenanteile aufweisen [16] [22].

Eine Stufenversetzung lässt sich als eine in einem perfekten Kristall eingeschobene halbe Gitterebene betrachten [16]. Dieses Einschieben führt im umgebenden Kristallgitter der Versetzungslinie zu einem Spannungsfeld und zu einer Verzerrung [16] [22]. Dabei kommt es unterhalb der Versetzungslinie zu einem Zugbereich und oberhalb, dort wo die Halbebene eingeschoben ist, zu einem Druckbereich [22]. Die Verzerrung führt zu einem Anstieg der Energie in diesem Bereich, wobei die Größe und Richtung durch den Burgersvektor b angegeben wird [16]. Wie in Abbildung 2 (a) erkennbar ist, steht dieser Burgersvektor b bei der Stufenversetzung senkrecht auf die Versetzungslinie s [22]. Bei der Schraubenversetzung liegt der Burgersvektor hingegen parallel zur Versetzungslinie, wie es in Abbildung 2 (b) dargestellt ist [22].

Dabei verlaufen Versetzungslinien oft nicht in einer Linie, sondern sind gekrümmt, wodurch sich Versetzungen aus Komponenten einer Stufen- und Schraubenversetzung zusammensetzen [22]. Die Enden der Versetzungen sind dabei andere Gitterfehler, Kristallgrenzflächen oder aber sie sind in sich geschlossen und bilden einen Versetzungsring [22].

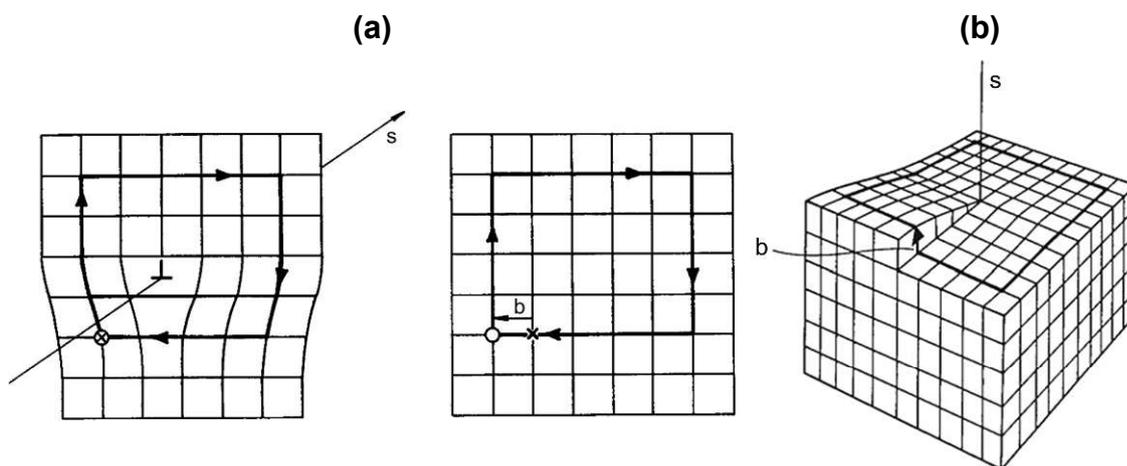


Abbildung 2: Burgersvektor b und Versetzungslinie s einer (a) Stufenversetzung und einer (b) Schraubenversetzung, nach [21]

3.2.2.1 Versetzungsbewegung

Versetzungen bewegen sich im Werkstoff sobald eine bestimmte Mindestschubspannung überschritten wird und ermöglichen dadurch die plastische Verformung des Werkstoffes [16]. Die Mindestschubspannung, die dafür erforderlich ist, spiegelt die Festigkeit des Werkstoffes wieder [16]. Dabei bewegen sich die Versetzungslinien innerhalb bestimmter Gleitebenen schrittweise um ganze Atomabstände in bestimmten Gleitrichtungen durch den Kristall [21] [22]. Jeder Kristall besitzt dabei seine bevorzugten Gleitebenen (GE) und Gleitrichtungen (GR), welche zusammen als Gleitsysteme (GS) bezeichnet werden [24].

Die Gleitebenen sind die Ebenen mit der dichtesten Kugelpackung und die Gleitrichtungen sind die Richtungen bei dem die Atome den kleinsten Abstand zueinander aufweisen [16]. In der kfz Gitterstruktur von Aluminium sind die bevorzugten Gleitebenen die $\{111\}$ Ebenen und die Gleitrichtungen die Würfelflächendiagonalen $\langle 110 \rangle$ [16]. In einem kfz Gitter gibt es insgesamt vier verschiedene Ausrichtungen für die $\{111\}$ Ebenen, eine dieser Ebenen ist in Abbildung 3 durch das grau schraffierte Dreieck hervorgehoben [16]. Jede dieser Ebenen hat drei verschiedene Gleitrichtungen, die in Abbildung 3 durch Pfeile repräsentiert sind [16]. Dadurch ergibt sich ein Gleitsystem mit 12 verschiedenen Gleitmöglichkeiten (GM): $4 \text{ GE} \cdot 3 \text{ GR} = 12 \text{ GM}$ [16]. Somit ist das Kriterium von von-Mises, welches für die plastische Verformung mindestens fünf aktive Gleitmöglichkeiten fordert, erfüllt [16].

Allgemein verdanken kfz Werkstoffe ihre gute Verformbarkeit diesen 12 Gleitmöglichkeiten sowie der hohen Packungsdichte von 74 % auf den $\{111\}$ Ebenen [1] [16].

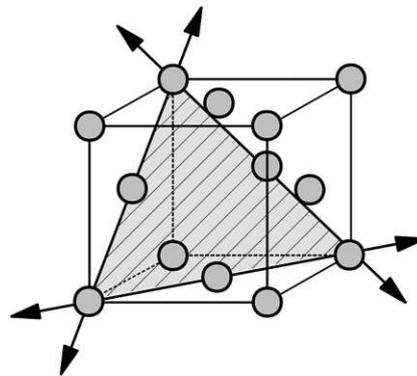


Abbildung 3: Gleitsystem der kfz Elementarzelle [22]

Bei einer Stufenversetzung steht der Burgersvektor senkrecht auf die Versetzungslinie [22] (siehe Abbildung 2 (a)) und die Bewegung ist auf die Gleitebene beschränkt, in der sowohl der Burgersvektor als auch die Versetzungslinie liegt [25]. Jedoch können Stufenversetzungen durch das sog. Klettern ihre derzeitige Gleitebene verlassen und ihr Gleiten auf einer parallelen Gleitebene fortsetzen [22]. Dabei diffundieren Atome über Leerstellen zur Versetzungslinie hin bzw. von ihr weg, womit es zum positiven bzw. negativen Klettern der Versetzung kommt [22] [26]. In diesem Zusammenhang ist anzumerken, dass die Diffusion von Atomen nur über Leerstellen erfolgt, da direkte Platzwechsel zwischen Atomen weitgehend ausgeschlossen sind [26]. Da Diffusion

ein thermisch aktivierter Prozess ist, kommt es bei höheren Temperaturen verstärkt zum Klettern von Stufenversetzungen [22].

Eine Schraubenversetzung, die einen Burgersvektor parallel zur Versetzungslinie besitzt (siehe Abbildung 2 (b)), kann entlang jeder Gleitebene gleiten die durch die Versetzungslinie verläuft und somit ihre Gleitebene wechseln [22]. Dies ermöglicht es ihnen, ihre vorherige Gleitrichtung auf der neuen Gleitebene fortzusetzen [22]. Ein Vorgang, der als Quergleiten bezeichnet wird [22].

Mit diesen beiden Mechanismen, dem Klettern und dem Quergleiten, können Stufen- bzw. Schraubenversetzungen Gleithindernisse überwinden [22].

Das Klettern und Quergleiten wird wesentlich von der Stapelfehlerenergie (SFE) beeinflusst [21]. Die SFE ist dabei jene Energie, die benötigt wird, um einen Stapelfehler (zweidimensionale Fehlstelle) zu erzeugen [16]. Das kfz Aluminium Kristallgitter ist durch die aufgestapelten dichtgepacktesten Gitterebenen in der Reihenfolge von ...ABCABC... aufgebaut [22]. Kommt es zu einem Fehler in dieser Reihenfolge, wie z. B. ...ABCABABC..., wird dieser als Stapelfehler bezeichnet [22]. Dieser Stapelfehler wird durch Versetzungsreaktionen erzeugt, wobei sich eine vollständige Versetzung in zwei Teilversetzungen mit einem Burgersvektor kleiner als ein Gitterabstand aufspaltet [16] [22]. Die Breite dieser Aufspaltung ist dabei umgekehrt proportional zur SFE [16].

Aluminium hat im Vergleich zu anderen metallischen Werkstoffen eine hohe SFE [16]. Dabei begünstigen Werkstoffe mit einer hohen SFE das Klettern und Quergleiten, wodurch Gleithindernisse leichter umgangen werden können [16] [21]. Weiters kann das Quergleiten durch eine hohe SFE bei einer niedrigeren Temperatur stattfinden [23].

Versetzungen sind Störungen des Kristallgitters und verursachen daher Spannungsfelder im Kristallgitter [22]. Treffen zwei Versetzungen mit gleichen Burgersvektor auf einer Gleitebene aufeinander, stoßen sich diese durch die gleichartigen Spannungsfelder gegenseitig ab (siehe Abbildung 4 (a)) [22]. Besitzen die beiden jedoch entgegengesetzte Burgersvektoren mit dem gleichen Betrag, kommt es zur Anziehung und schließlich zur Auslöschung (Annihilation) beider Versetzungen (siehe Abbildung 4 (b)) [22]. Wenn sich diese Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitebenen befinden, können sie sich durch Kombination von Gleiten und Klettern bzw. Quergleiten annihilieren [23].

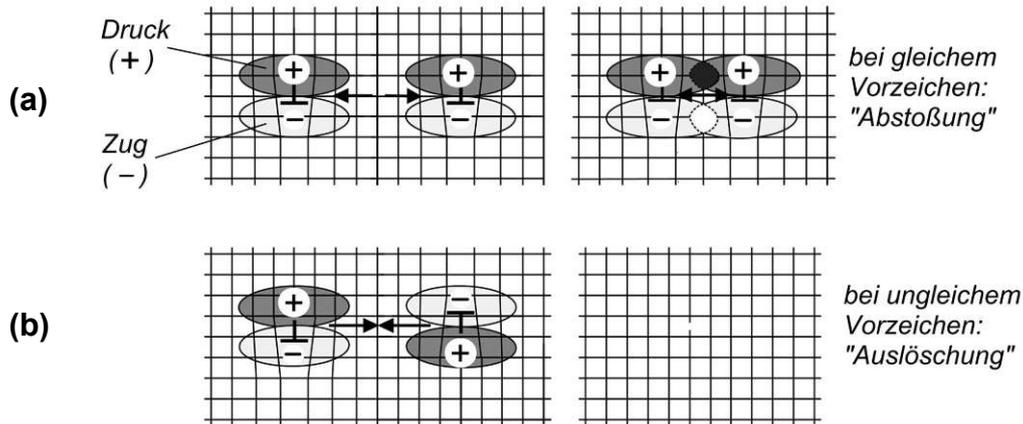


Abbildung 4: (a) Abstoßung und (b) Auslöschung (Annihilation) von Versetzungen [22]

Wenn sich Versetzungen mit unterschiedlichen Vorzeichen bei einem Abstand von nur wenigen Ebenen annähern, bildet sich ein Versetzungsdipol [22], der einer Kette von Leerstellen entspricht (siehe Abbildung 5) [21]. Dieser Dipol hat eine geringere Energie als die beiden einzelnen Versetzungen [21]. Kommt es bspw. zum Klettern einer Stufenversetzung des Dipols, kann es zu einer Annihilation kommen [21].

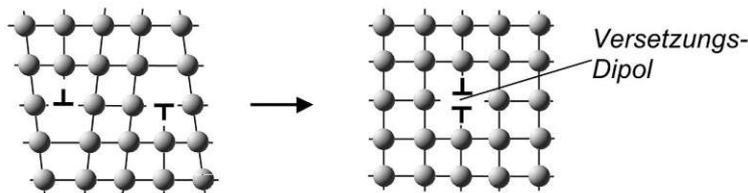


Abbildung 5: Versetzungsdipol [22]

3.2.2.2 Versetzungserzeugung

Bereits während des Herstellungsprozesses von Werkstoffen entstehen bei der Kristallisation aus der Schmelze Versetzungen [25]. Dabei können die verwendeten Keimkristalle oder Keimstellen bereits Versetzungen oder andere Kristallgitterdefekte besitzen [25]. Wenn diese Versetzungen bis zur Oberfläche des Keims reichen, werden sie auch im neu wachsenden Kristall fortgesetzt [25]. Weiters können durch das Kristallwachstum und das Kühlen lokale innere Spannung entstehen, indem benachbarte Bereiche darin behindert werden ihr Volumen zu ändern [25]. Dies führt beim Erreichen eines kritischen Wertes ($G/30$) zur Bildung von Versetzungen [25]. Zudem entstehen weitere Versetzungen an den Grenzflächen von Dendriten, die aufgrund einer falschen Ausrichtung zueinander nicht perfekt zusammenwachsen können [25].

Versetzungen entstehen und vervielfältigen sich auch durch plastische Verformung, wobei mit fortschreitender Verformung kontinuierlich neue Versetzungen über Versetzungsquellen entstehen [23]. Diese Versetzungen entstehen sowohl an Grenzflächen innerhalb des Kristalls, einschließlich Korn- und Phasengrenzen, als auch an verankerten Versetzungen wie bei Frank-Read-Quellen [16]. Dadurch kommt es im

Werkstoff zum Anstieg der Versetzungsdichte ρ [23]. Die Versetzungsdichte ist die Gesamtlänge aller Versetzungslinien je Volumeneinheit, wie in Abbildung 6 durch die Linien im Volumenelement illustriert ist, und besitzt die Dimension m/m^3 bzw. m^{-2} [22]. Bei unverformten Werkstoffen beträgt die Versetzungsdichte etwa $10^9 \text{ m}/\text{m}^3$, wobei dieser Wert durch plastische Verformung auf bis zu $10^{16} \text{ m}/\text{m}^3$ ansteigen kann [22]. Dieser Anstieg führt nicht nur zu einer Zunahme der Festigkeit, sondern auch zu einer Erhöhung der Sprödigkeit [22].

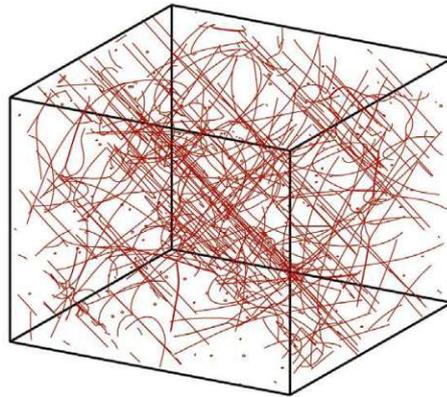


Abbildung 6: Versetzungsdichte: Schematische Darstellung von Versetzungen in einem Volumenelement [27]

Versetzungen können auch durch die unterschiedliche Verformbarkeit von Matrix und vorhandener Partikel erzeugt werden [23]. Während sich die Matrix verformt, bleiben die Partikel weitgehend unverformt [23]. Dadurch entsteht eine lokale Dehnungsinkompatibilität, welche durch das Entstehen von Versetzungen an der Grenzfläche zwischen der Matrix und dem Partikel kompensiert werden muss [23].

Ein Mechanismus bei dem es zu einer Versetzungsvervielfachung kommt ist die in Abbildung 7 dargestellte Frank-Read-Quelle [24]. Dabei werden die Enden einer durch den Kristall laufenden Versetzung von zwei unbeweglichen Hindernissen gehalten [28]. Diese Hindernisse können bspw. harte Partikel, Versetzungsschnittpunkte oder Ausscheidungen sein [25] [29]. Die Versetzung beginnt sich nun durch die anliegende Schubspannung zwischen den Hindernissen auszubeulen [28]. Diese Versetzungsschlinge beult sich immer stärker um die Hindernisse aus bis sich die beiden Auswölbungen treffen und die Schlinge durch Annihilation abgeworfen wird [24].

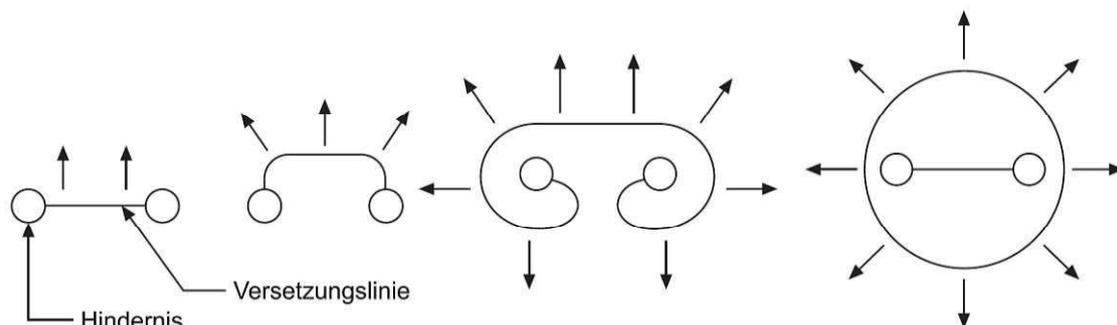


Abbildung 7: Frank-Read-Quelle, nach [29]

Der Orowan-Mechanismus beschreibt hauptsächlich die Dispersionshärtung, führt aber auch zu einer Vervielfachung von Versetzungen [29]. Wie in Abbildung 8 dargestellt, treffen im Kristall gleitende Versetzungen auf harte nicht schneidbare Teilchen die das Weitergleiten auf der Gleitebene behindern [29]. Für die Weiterbewegung ist eine höhere Schubspannung erforderlich, wodurch sich die Versetzung zwischen den Teilchen ausbeult, bis sich die ausgebeulten Schleifen wie bei der Frank-Read-Quelle treffen und Annihilieren [22]. Damit kann sich die Hauptversetzung weiterbewegen und hinterlässt einen Versetzungsring um das Teilchen [22]. Dieser Vorgang wiederholt sich jedes Mal, wenn eine Versetzung auf ein Teilchen trifft, wodurch sich mehrere Versetzungsringe um ein Teilchen bilden können [29]. Jedoch erhöht jeder Versetzungsring das Teilchen umgebende Spannungsfeld, weshalb es für nachfolgende Versetzungen schwieriger wird sich auszubeulen [29].

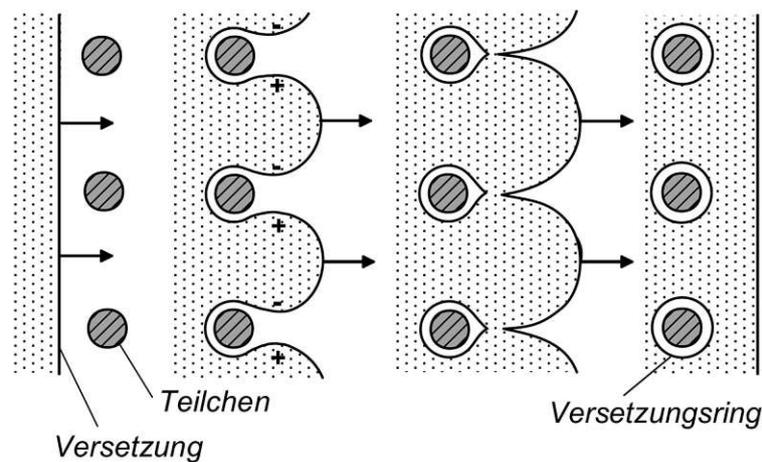


Abbildung 8: Orowan-Mechanismus mit Blick auf die Gleitebene [22]

Auch die Grenzen zwischen einzelnen Körnern können Quellen neuer Versetzungen sein [25]. Dabei können die Versetzungsstrukturen, welche Kleinwinkelkorngrenzen bilden, als eine Art Frank-Read-Quelle wirken [25]. Kleinwinkelkorngrenzen (Subkorngrenzen) sind Grenzen zwischen benachbarten Subkörnern, die einen Orientierungsunterschied von kleiner als 4° bis maximal etwa 10° aufweisen [16] und aus flächig angeordneten Versetzungen bestehen [24]. Außerdem kann das Wandern von Korngrenzen, bei dem ein Korn auf Kosten eines anderen wächst, wie es bei der Rekristallisation der Fall ist, zur Bildung von Versetzungen führen [25]. Diese Versetzungen entstehen dabei durch zufällige Fehlanordnung von Atomen an der Grenzfläche zwischen Gebieten mit hoher und niedriger Versetzungsdichte [25].

3.2.2.3 Versetzungshindernisse

Durch Versetzungshindernisse wird die Gleitbewegung von Versetzungen gehemmt oder behindert, was zu einer höheren Festigkeit führt [29]. Solche Hindernisse können bspw. kleine harte Teilchen, Ausscheidungen, Grenzflächen oder Versetzungen selbst sein [29].

Versetzungen deren Versetzungslinien parallel verlaufen üben anziehende oder abstoßende Kräfte aufeinander aus (siehe Kapitel 3.2.2.1) [30]. Dies kann das gegenseitige Annähern bzw. Entfernen erschweren und somit die Versetzungsbewegung behindern [30].

Versetzungen deren Versetzungslinien nicht parallel verlaufen, können in ihrer Bewegung behindert werden, indem sie sich in anderen Versetzungen verheddern und verfangen [23] [30]. Eine sich bewegende Versetzung (Versetzungslinie) kann dieses Hindernis jedoch überwinden, indem sie die entsprechende Energie aufbringt, um eine andere Versetzung (Versetzungslinien) zu schneiden und ihre Bewegung fortzusetzen [30]. Bei diesem Schneidevorgang entsteht eine Stufe in der schneidenden und geschnittenen Versetzungslinie, die der Richtung und Länge des Burgersvektor b der jeweils anderen Versetzung entspricht [21]. Es wird zwischen zwei Arten von Stufen unterschieden: Abstufungen innerhalb der Gleitebene (engl.: Kinks) und Abstufungen die aus der Gleitebene herausragen (engl.: Jogs) [30]. Schneiden sich Versetzungslinien entsteht an beiden Versetzungen ein Kink (siehe Abbildung 9) oder ein Jog (siehe Abbildung 10), es sei denn, der Burgersvektor b der geschnittenen Versetzung ist parallel zur schneidenden Versetzungslinie - in diesem Fall entsteht an der schneidenden Versetzungslinie keine Stufe [21]. Da also immer mindestens eine Stufe entsteht, kommt es immer zu einer Verlängerung der Versetzungslinie, wodurch die Energie erhöht wird [21].

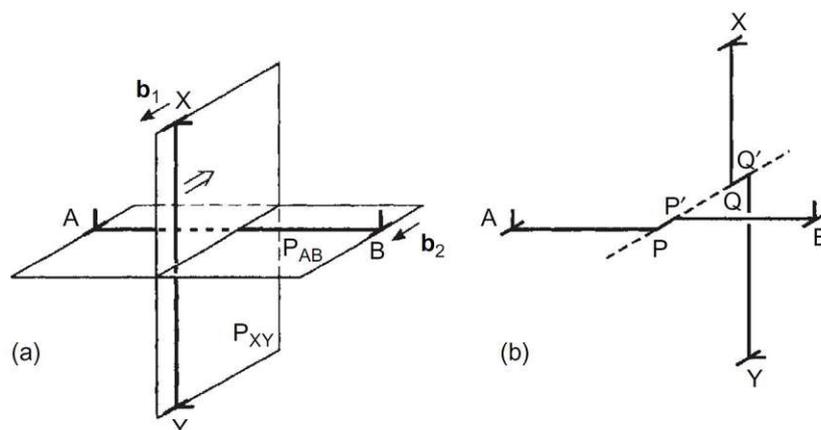


Abbildung 9: Kinke: (a) Versetzung XY mit b_1 auf der Gleitebene P_{XY} bewegt sich in Richtung der auf der Gleitebene P_{AB} liegenden Versetzung AB mit b_2 , (b) XY hat AB geschnitten und die Kinke PP' (Länge b_1) und QQ' (Länge b_2) erzeugt [25]

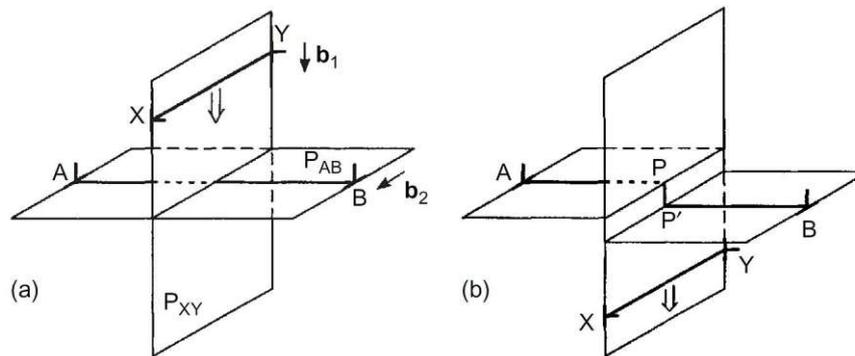


Abbildung 10: Jog: (a) Versetzung XY mit b_1 auf der Gleitebene P_{XY} bewegt sich in Richtung der auf der Gleitebene P_{AB} liegenden Versetzung AB mit b_2 , (b) XY hat AB geschnitten und den Jog PP' in AB (Länge b_1) erzeugt, XY hat keinen Jog/Kinke da b_2 parallel zu XY ist [25]

Grenzflächen, wirken ebenfalls als Hindernisse für die Versetzungsbewegung [29]. Durch den Gitterorientierungsunterschied zwischen den Körnern und dem abstoßenden Spannungsfeld der Korngrenze können sich Versetzungen nicht weiterbewegen und sind blockiert, wodurch es zu einer Ansammlung/Aufstauung von immer mehr Versetzungen kommt [29]. Das Aufstauen führt dazu, dass das durch die Versetzungen erzeugte abstoßende Spannungsfeld immer weiter ansteigt [29]. Erreicht dieses Spannungsfeld einen kritischen Wert, können Versetzungen die sich in unmittelbarer Nähe der Korngrenze befinden diese überwinden und ins nächste Korn gelangen [29].

3.2.2.4 Geometrisch notwendige und statistisch gespeicherte Versetzungen

Die bei der plastischen Verformung entstehenden Versetzungen können in zwei verschiedene Kategorien eingeteilt werden: die statistisch gespeicherten Versetzungen (SSDs, engl.: statistically stored dislocations) und die geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs, engl.: geometrically necessary dislocations) [31]. Die Gesamtversetzungsdichte ρ setzt sich somit aus den jeweiligen Versetzungsdichten der SSDs (ρ_{SSD}) und der GNDs (ρ_{GND}) zusammen [32].

Bei einer ungleichmäßigen plastischen Verformung des Werkstoffes entstehen Bereiche mit Dehnungsgradienten und es kommt zu einer Krümmung bzw. Rotation des Kristallgitters [31] [32] die mit EBSD im REM messbar ist [33]. In diesen Bereichen bilden und sammeln sich GNDs, um die Krümmung und die Kontinuität des Kristallgitters sicherzustellen, wodurch es zu einer Erhöhung der gespeicherten Energie kommt [31] [32]. Dadurch besteht ein Zusammenhang zwischen der Kristallgitterkrümmung bzw. des Dehnungsgradienten und der Versetzungsdichte der GNDs [34], wobei der Summenburgersvektor der GNDs nicht gleich null ist [33]. GNDs stellen zudem Gleithindernisse für die SSDs dar, wodurch die Kaltverfestigung des Werkstoffes zusätzlich erhöht wird [32]. Weiters ist die Versetzungsdichte der GNDs in der Nähe von Korngrenzen in verformten Werkstoffen am Höchsten [35].

SSDs sind Versetzungen, die sich während einer gleichförmigen Verformung in Bereichen ohne Dehnungsgradienten, bspw. zufällig in bereits vorhandenen Versetzungen verheddern, verfangen oder sich als Versetzungsdipole anordnen [34] [35] [36]. Im Gegensatz zu den GNDs ist der Summenburgersvektor von SSDs gleich null und sie liefern daher keinen nennenswerten Beitrag zur Kristallgitterkrümmung im Werkstoff [36].

3.2.3 Verformungsstrukturen

Während der plastischen Verformung bilden sich im Werkstoff verschiedene Substrukturen, die durch die Unterteilung eines Korn in Bereiche mit unterschiedlichen Gitterorientierungen beschrieben werden [37].

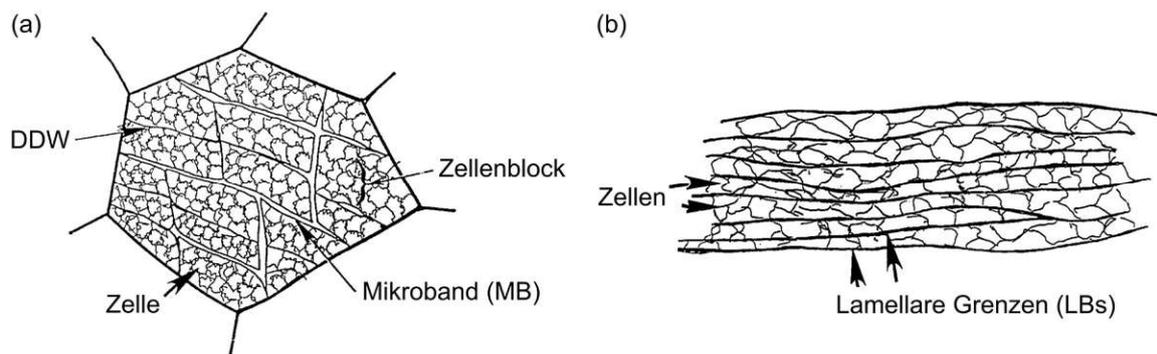


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Substrukturen bei (a) niedriger bis mittlerer und (b) hoher Dehnung, nach [37]

Die kleinste strukturelle Einheit sind gleichachsige (runde) Zellen (siehe Abbildung 11 (a)), die durch Zellengrenzen (CBs, engl.: cell boundaries) voneinander abgegrenzt sind [37]. Die Zellengröße und der Orientierungsunterschied zwischen den Zellen werden durch den Umformgrad beeinflusst: Mit steigendem Umformgrad nimmt die Zellengröße ab, während die Missorientierung, die in der Regel kleiner als 2° ist, zunimmt [21]. Missorientierung beschreibt im Allgemeinen den Unterschied der Kristallorientierung über die Grenze zwischen zwei benachbarten und unterschiedlich orientierten Bereichen (z. B. zwischen zwei Körnern) [23].

Mehrere Zellen bilden Zellblöcke (siehe Abbildung 11 (a)), die bei niedriger bis mittlerer Dehnung von langen Versetzungsgrenzen umgeben sind [37]. Diese Grenzen bestehen aus einwandigen dichten Versetzungswänden (DDWs, engl.: dense dislocation walls) oder doppelwandigen Mikrobanden (MBs, engl.: microbands) [37]. Die MBs haben eine Dicke von einer bis vier kleinen flachgedrückten Zellen, die durch DDWs voneinander getrennt sind [38]. DDWs und MBs können sich gegenseitig und untereinander schneiden [38].

Bei hoher Dehnung werden die Zellblöcke flach zusammengedrückt und von lamellaren Versetzungsgrenzen (LBs, engl.: lamellar boundaries) umschlossen, die die MBs und DDWs ersetzen (siehe Abbildung 11 (b)) [37].

Zellengrenzen werden als zufällige Subkorn Grenzen (IDBs, engl.: incidental dislocation boundaries) bezeichnet [37] und entstehen durch das Verfangen und Verheddern von Versetzungen [36]. DDWs, MBs und LBs zählen zu den geometrisch notwendigen Subkorn Grenzen (GNBs, engl.: geometrically necessary boundaries) [37] und ermöglichen die Gitterrotation [36]. Mit steigender Spannung und Dehnung nimmt die durchschnittliche Missorientierung der GNBs und IDBs zu, während ihr Abstand abnimmt [37]. Diese Veränderungen finden bei den GNBs schneller statt als bei den IDBs [37]. Unter hoher Dehnung können sich GNBs zu Großwinkelkorn Grenzen entwickeln [37], es kommt zu einer Fragmentierung.

Weitere Merkmale die sich durch plastische Verformung bilden können sind Scherbänder [39], wobei diese bei Werkstoffen mit hoher SFE, wie Aluminium, auch Kupfer-Typ (engl.: copper-type) Scherbänder genannt werden [40]. Diese Scherbänder sind schmale, längliche Verformungsbereiche, in denen es durch eine lokalisierte Dehnung zu einer starken Versetzungsbewegung kommt, während sich andere Bereiche des Werkstoffes gleichmäßig verformen [39] [41]. Dabei wird zwischen Makro- und Mikro-Scherbänder unterschieden [39]. Im Gegensatz zu Makro-Scherbändern, die sich über die Korn Grenzen hinweg über mehrere Körner erstrecken können und mehrere hundert Mikrometer dick sein können, beschränken sich Mikro-Scherbänder bei einer Dicke von einigen hundert Nanometern bis ein paar Mikrometer auf eine Region innerhalb eines einzelnen Korns [39]. Die genaue Ursache für die Entstehung von Scherbändern ist noch nicht geklärt [39] [42]. Es ist jedoch bekannt, dass es zur Scherbandbildung kommt, wenn die homogene Verformung und die Bewegung von Versetzungen behindert wird oder eine hohe Spannung benötigt [40]. In solchen Fällen stellt die Bildung von Scherbändern einen alternativen Verformungsmechanismus dar [41]. Laut Literatur [42] verlaufen die Scherbänder beim Walzen in einem Winkel zwischen 20° und 40° zur Walzebene, wobei ein Winkel von 35° am häufigsten ist. Das Auftreten und die Orientierung von Scherbändern ist unter anderem von der Kristallorientierung, Korngröße, Temperatur bei der Verformung, plastischen Dehnung, Lastrichtung und dem Lastfall abhängig [23]. Dabei steigt die Neigung zur Scherbandbildung mit steigender Korngröße und plastischer Dehnung, während bei hohen Temperaturen die Scherbandbildung seltener wird [23].

3.2.4 Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung

Bei der plastischen Verformung steigt die innere Energie des Materials hauptsächlich durch die Speicherung dieser Verformungsenergie durch Versetzungen, wodurch es zu einem signifikanten Anstieg der Festigkeit kommt [21] [37]. Diese gespeicherte Energie in Form von Versetzungen ist die Triebkraft der Erholung und der Rekristallisation [23]. Im Gegensatz dazu ist bei der Kornvergrößerung die Grenzflächenenergie der Körner die Triebkraft [22] [23].

Wird ein plastisch verformter Werkstoff einer Wärmebehandlung unterzogen, kommt es durch thermisch aktivierte Prozesse zur Umordnung, zum Abbau oder zur Annihilation von Versetzungen [23]. Dies führt zu einer Abnahme der Festigkeit, während sich die Verformbarkeit des Werkstoffes verbessert [21]. Die Ursachen für die abnehmende Festigkeit liegen zunächst in den Prozessen der Erholung und Rekristallisation [37]. Bei Erholung und Rekristallisation wird zwischen zwei grundlegenden Arten unterschieden [21]. Laufen die Prozesse während der Verformung ab, wird von dynamischer Rekristallisation bzw. dynamischer Erholung gesprochen [21]. Jene Prozesse, die während einer Glühbehandlung nach der Kaltverfestigung stattfinden, werden als statische Rekristallisation bzw. statische Erholung bezeichnet [21].

Da sowohl die Erholung als auch die Rekristallisation von der im Material gespeicherten Energie angetrieben werden, konkurrieren diese beiden Prozesse miteinander [23]. Die Erholung senkt dabei die Energie im Material und beeinflusst dadurch die Kinetik der nachfolgenden Rekristallisation [23]. Umgekehrt kann nach einer Rekristallisation keine Erholung stattfinden, da alle Verformungsstrukturen im Material verschwunden sind [23].

Die Prozesse der Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung sind in Abbildung 12 schematisch dargestellt und werden in den Kapiteln 3.2.4.1 bis 3.2.4.3 anhand dieser Abbildung erläutert.

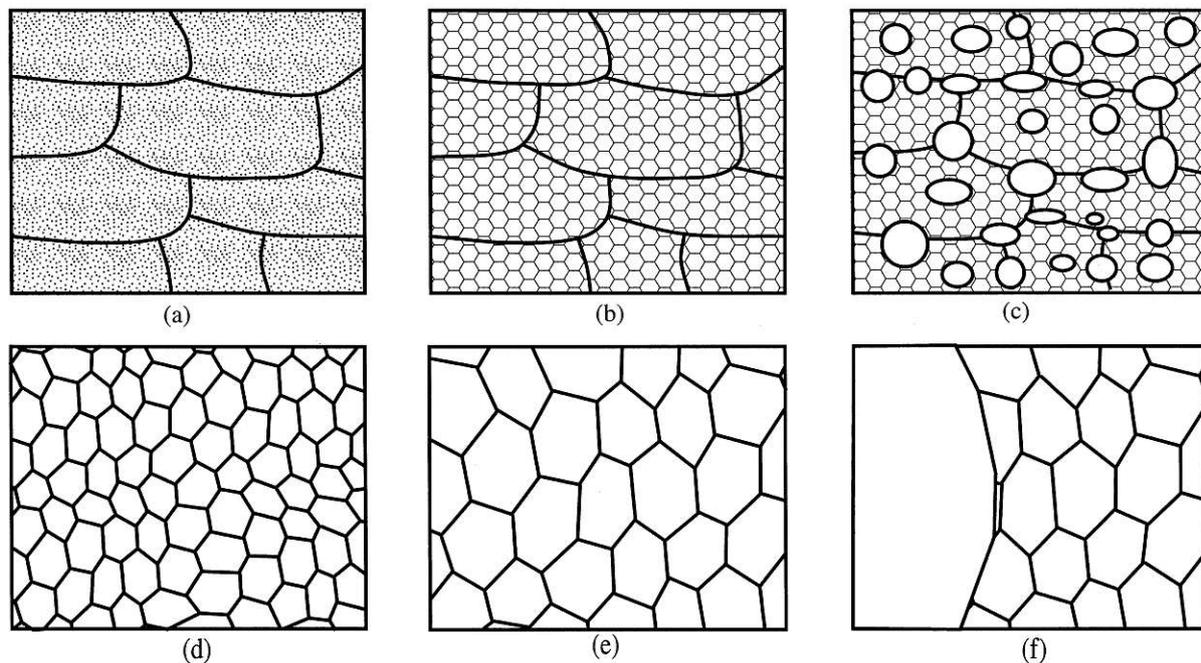


Abbildung 12: Schematische Darstellung der Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung: (a) plastisch verformter Zustand, (b) erholt, (c) teilweise rekristallisiert, (d) vollständig rekristallisiert, (e) Kornvergrößerung, (f) abnormale Kornvergrößerung, nach [23]

3.2.4.1 Erholung

Unter Erholung werden alle Prozesse während des Glühens bei einer erhöhten Temperatur T von $T \geq 0.3 \cdot T_s$ (Schmelztemperatur T_s in Kelvin) verstanden, die in einem verformten Material ablaufen, ohne dass dabei ein neues Gefüge gebildet wird und ohne die Bewegung von Großwinkelkorngrenzen [21] [25] [37]. In erster Linie werden dabei Versetzungen, die in Abbildung 12 (a) als Punkte dargestellt werden, abgebaut und umgeordnet [23]. Das erholte Gefüge wird in Abbildung 12 (b) gezeigt, wobei die entstandenen Subkörner als kleine Hexagone dargestellt sind.

Die Erholung ist ein thermisch aktivierter Prozess, der vor der Rekristallisation stattfindet, ohne Inkubationszeit abläuft und sich bereits bei kurzen Glühzeiten Veränderungen im Werkstoff zeigen [21]. Es kommt zu einer nahezu einheitlichen Änderung der Mikrostruktur im gesamten Werkstoff (homogen) [23]. Diese Veränderungen lassen jedoch im Laufe der Zeit nach [21], da die Versetzungsdichte im Werkstoff (Triebkraft) durch die Erholung mit fortschreitender Zeit immer weiter abnimmt [23]. Durch die Erholungsprozesse können die Materialeigenschaften sowie die Mikrostruktur nur teilweise wieder in den Zustand vor der plastischen Verformung zurückversetzt werden [23].

Während der Erholung kommt es zur Ausheilung und Umlagerung von Kristallgitterfehlern [43]. Leerstellen (nulldimensionaler Gitterfehler) können ausheilen, indem sie zu Grenzflächen (z. B. Korngrenzen) wandern oder sich an Stufenversetzungen anlagern [24]. Weiters kommt es durch die thermisch aktivierten Vorgänge, dem Quergleiten von Schraubenversetzungen sowie dem Klettern von Stufenversetzungen, zu der in Abbildung 13 dargestellten Annihilation (Ausheilung durch Auslöschung) und Umordnung von Versetzungen [21] [24]. Die nach der Annihilation verbleibenden Versetzungen ordnen sich in energetisch günstigeren Versetzungsstrukturen in Form von Kleinwinkelkorngrenzen (Kleinwinkelsubkorngrenzen) an [24] [37]. Dieser Vorgang des Umordnens wird als Polygonisation bezeichnet, wodurch der Kristall in energetisch günstige Subkörner unterteilt wird [24].

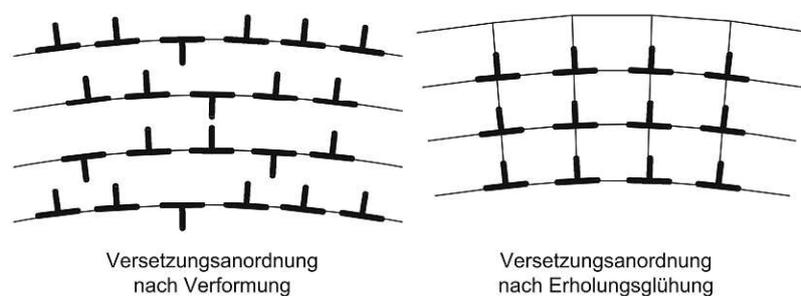


Abbildung 13: Annihilation und Polygonisation [24]

Ist der Werkstoff vor dem Glühen sehr stark verformt oder ist die Bewegung der Korngrenzen stark behindert (z. B. durch Ausscheidungen), kann eine sehr starke Erholung eintreten, bei der sich nicht nur Kleinwinkel- sondern auch Großwinkelkorngrenzen bilden [21]. Dies führt zu einem völlig neuen Gefüge, welches ohne die Bewegung von Großwinkelkorngrenzen entsteht, und wird als in-situ Rekristallisation oder kontinuierliche Rekristallisation bezeichnet [21].

In Werkstoffen mit einer hohen SFE, läuft die dynamische Erholung bei einer hohen Temperatur sehr schnell durch das Klettern und dem Quergleiten von Versetzungen ab [23]. Dadurch ist die dynamische Erholung in der Regel der einzige Entfestigungsvorgang der stattfindet [23].

3.2.4.2 Rekristallisation

Rekristallisation (Rexx) folgt auf die Erholung und führt während einer Wärmebehandlung verformter Werkstoffe zu einer Gefügeneubildung [21]. Bei Aluminium ist die Rekristallisation die einzige Möglichkeit, ein komplett neues Gefüge mit einer neuen Kornstruktur, Korngröße, Kornform und Kornorientierung bilden zu können [37]. Dabei bildet sich eine neue versetzungsarme Kornstruktur durch die aufeinanderfolgenden thermisch aktivierten Prozesse der Keimbildung und des Keimwachstums [21] [23], wobei dies als das Bilden und Bewegen von Großwinkelkorngrenzen angesehen werden kann [21]. Dieser Vorgang wird als primäre Rekristallisation bezeichnet, wobei in der Literatur auch von der diskontinuierlichen Rekristallisation die Rede ist [21]. Die Triebkraft der primären Rekristallisation ist die in Form von Versetzungen gespeicherte Verformungsenergie [21].

Die Rekristallisation beginnt dabei an bereits im Werkstoff vorhandenen Keimen [37], wobei ein wachstumsfähiger Keim drei Bedingungen erfüllen muss [21]. Erstens muss der Keim einen kritischen Keimradius r_{krit} erreichen, um bei einer Glüh Temperatur T_G von $T_G < T_S$ stabil zu sein und unter Abnahme der Energie G wachsen zu können [21]. Zweitens muss eine Bewegungsrichtung durch einen Versetzungsdichtegradienten oder lokal größere Subkörner vorhanden sein [21]. Drittens muss die Grenzfläche des Keims eine große Missorientierung zum benachbarten Material besitzen, um eine ausreichend hohe Mobilität der Grenzfläche zu gewähren [21] [37]. Zur Erfüllung dieser drei Bedingungen, müssen die Versetzungen jedoch durch Erholungsprozesse neu angeordnet werden [21]. Dies erfordert Zeit, wodurch die Keimbildung erst nach der sog. Inkubationszeit abgeschlossen ist [21] [26].

Typische bevorzugte Keimbildungsstellen (siehe Abbildung 12 (c)), die allesamt eine hohe lokale Missorientierung besitzen, sind: Großwinkelkorngrenzen, stark verformte Bereiche rund um große Partikel/Primärphasen und innerhalb von Scherbändern [16] [37].

Nachdem die drei Bedingungen erfüllt sind, beginnt das Keimwachstum auf Kosten der Verformungsstruktur bzw. der alten Körner [21], indem sich die Korngrenzen des Keimes in das versetzungsreiche Gebiet hinein bewegen [22]. Dabei nimmt die Korngrenze die Atome auf und bildet damit auf der Rückseite ein versetzungsarmes Gitter [22] mit der von dem Keim vorgegebenen Kristallorientierung [37]. Dieses Kornwachstum setzt sich fort, bis die neu gebildeten Körner miteinander zusammenstoßen (siehe Abbildung 12 (d)) [23]. Da die Bedingungen für die Keimbildung und das Keimwachstum im Gefüge zu unterschiedlichen Zeiten erreicht werden, beginnen diese Prozess nicht homogen im ganzen Werkstoff gleichzeitig, sondern verlaufen inhomogen [23].

Bei der Rekristallisation werden zwei Ziele verfolgt [37]. Das erste Ziel besteht darin, die Verformbarkeit (Duktilität) von Werkstoffen, die durch plastische Verformung unterhalb der halben Schmelztemperatur ($0.5 \cdot T_S$) verfestigt wurden, wiederherzustellen [37]. Das zweite Ziel besteht darin die Kornstruktur des Endproduktes aktiv zu steuern [37]. Dabei wird die primäre Rekristallisation durch folgende Parameter beeinflusst: Umformgrad φ , Glühtemperatur T_G , Glühzeit t_G , Ausgangskorngröße des verformten Gefüges d_0 , Legierungselemente und Zweitphasen [26].

Ein Werkstoff rekristallisiert, sobald ein Mindestumformgrad und eine Mindesttemperatur erreicht wird [26]. Entscheidend dafür ist, dass der durch die plastische Verformung erreichte Umformgrad φ bei einer gegebenen Glühtemperatur und -zeit einen kritischen Wert φ_{krit} übersteigt ($\varphi > \varphi_{\text{krit}}$) [22]. Die plastische Verformung stellt dabei die nötige Anzahl an Keimstellen bereit und liefert die notwendige Triebkraft für das Keimwachstum, wobei beide Werte mit zunehmendem Umformgrad ansteigen [23]. Unterhalb des kritischen Umformgrades kann es nur zu Erholung kommen [26]. Der kritische Umformgrad hängt vom Werkstoff, der Ausgangskorngröße ($d_0 \downarrow = \varphi_{\text{krit} \downarrow}$), der Aufheizzeit t_{AG} auf T_G ($t_{AG} \uparrow = \varphi_{\text{krit} \uparrow}$, durch Erholung) und der Glühtemperatur ($T_G \uparrow = \varphi_{\text{krit} \downarrow}$) ab (\uparrow : Zunahme, \downarrow : Abnahme) [26].

Rekristallisation ist ein thermisch aktivierter Prozess, dessen Geschwindigkeit somit temperaturabhängig ist [24] und oberhalb der sog. Rekristallisationstemperatur T_R abläuft ($T_G > T_R$) [1]. Dabei ist T_R jene Temperatur in der ein kaltverformter Werkstoff mit einem bestimmten Umformgrad innerhalb eines Betrachtungszeitraumes von etwa einer Stunde vollständig rekristallisiert [43]. Diese Temperatur liegt höher als jene für Erholung [21] und beträgt für reine Metalle etwa das 0.4 bis 0.5 fache der Schmelztemperatur in Kelvin ($T_R = 0.4 \dots 0.5 \cdot T_S$) [1]. Für Reinaluminium mit einer Schmelztemperatur von 660 °C ergibt sich somit eine Rekristallisationstemperatur von etwa 150 °C [1]. Bei Aluminiumlegierungen gilt hingegen etwa $T_R = 0.6 \cdot T_S$ [26]. Unterhalb der T_R wird das Verformen von Werkstoffen als Kaltumformen und oberhalb als Warmumformen bezeichnet [43].

Die Rekristallisationstemperatur hängt vom Umformgrad ab und nimmt mit steigendem Umformgrad ab ($\varphi \uparrow = T_R \downarrow$) [23] [26]. Dies resultiert aus der Zunahme der Keimstellen und der Triebkraft für das Keimwachstum [23]. Ebenso verringert sich die T_R mit

abnehmender Ausgangskorngröße ($d_0 \downarrow = T_R \downarrow$) [26], da dadurch mehr Keimbildungsstellen verfügbar sind [23]. Bei plastischer Verformung bei höheren Temperaturen T reduziert jedoch die dynamische Erholung die Triebkraft, wodurch die T_R ansteigt ($T \uparrow = T_R \uparrow$) [23].

Die Abhängigkeit der rekristallisierten Korngröße d_R von der Glüh Temperatur und dem Umformgrad bei konstanter Glühzeit lässt sich im Rekristallisationsdiagramm in Abbildung 14 zeigen [21]. Es ist jedoch zu beachten, dass dieses Schaubild nicht die Korngröße nach vollständiger Rekristallisation zeigt, sondern nach einer gewissen Glühzeit [21].

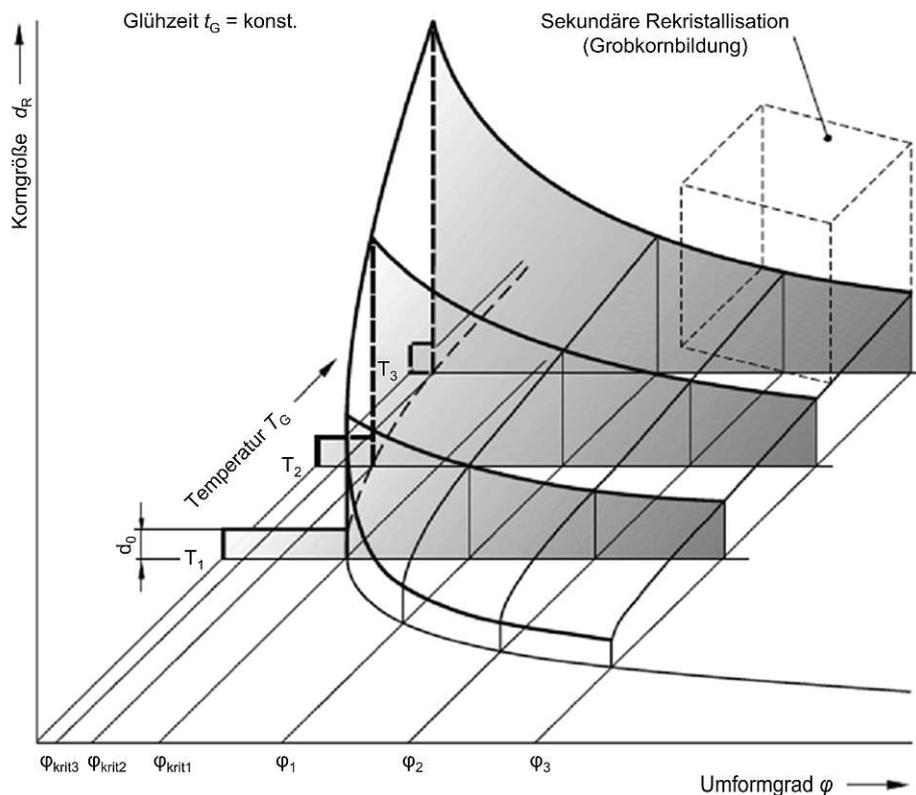


Abbildung 14: Schematisches Rekristallisationsdiagramm, nach [43]

Dabei ist die rekristallisierte Korngröße von der durch den Umformgrad bestimmten Keimbildungsgeschwindigkeit KBG und Keimwachstumsgeschwindigkeit KWG abhängig, wobei die KBG stärker zunimmt als die KWG und sich dadurch die d_R verringert ($\varphi \uparrow = KBG \uparrow \uparrow \ \& \ KWG \uparrow = d_R \downarrow$) [21]. Dies gilt in gleicher Weise auch für eine kleine Ausgangskorngröße ($d_0 \downarrow = d_R \downarrow$) [21]. Damit führt ein leichtes Überschreiten des kritischen Umformgrades zu einem grobkörnigen ($\varphi \approx \varphi_{krit} = d_R \uparrow$) und ein deutliches Überschreiten zu einem feinen Gefüge ($\varphi \gg \varphi_{krit} = d_R \downarrow$) [22].

Die rekristallisierte Korngröße zeigt entweder keine oder nur eine sehr schwache Abhängigkeit von der Glüh Temperatur, wobei dies mit den thermischen Aktivierungsenergien von KBG und KWG zusammenhängt [26]. Für Aluminium überwiegt die Aktivierungsenergie der KBG , wodurch es bei höheren Glüh Temperaturen zu einer

kleineren Rekristallisationskorngröße kommt (Al: $T_G \uparrow = d_R \downarrow$) [21]. Dieser Umstand ist in einem Rekristallisationsdiagramm jedoch nicht erkennbar [26], denn durch die Temperaturabhängigkeit der Rekristallisation [24] führt eine ansteigende Glühtemperatur zu einer Abnahme der Zeit für die Rekristallisation t_R ($T_G \uparrow = t_R \downarrow$) [22]. Diese Abnahme von t_R und die konstante Glühzeit im Rekristallisationsdiagramm, führen bei höheren Glühtemperaturen bereits zu einer beginnenden Kornvergrößerung, wodurch sich der Wert der d_R erhöht [21] [26].

Ebenfalls reduziert sich die t_R durch einen hohen Umformgrad (hohe Keimanzahl und Triebkraft) ($\varphi \uparrow = t_R \downarrow$) [22] sowie für eine abnehmende Ausgangskorngröße ($d_0 \downarrow = t_R \downarrow$) [26].

Trifft die sich bewegende Korngrenze auf gelöste Fremdelemente (Legierungselemente) oder Zweitphasen Teilchen (Verunreinigungen, Ausscheidungen, nicht gelöste Teilchen) wird die Bewegung der Korngrenze grundsätzlich behindert und verzögert die Rekristallisation [26] [43]. Durch einen abnehmenden Teilchenabstand λ_T wird die Bewegung der neu gebildeten Korngrenzen immer stärker behindert und kann bei ausreichend kleinem Abstand bis zur Unterdrückung der Rekristallisation führen ($\lambda_T \downarrow = T_R \uparrow, t_R \uparrow$) [26]. Dieser Effekt ist insbesondere bei kleinen Teilchen, die in der Regel einen geringeren Abstand zueinander haben, von Bedeutung [26].

Auch durch gelöste Fremdatome mit einer Konzentration c wird die Bewegung der Korngrenzen behindert und führt bei einer gegebenen Glühtemperatur zu einer längeren Rekristallisationszeit ($c \uparrow = t_R \uparrow$ ($T_G = \text{konst.}$)) oder zu einer höheren Rekristallisationstemperatur bei gleichbleibender Glühzeit ($c \uparrow = T_R \uparrow$ ($t_G = \text{konst.}$)) [26].

Bei sehr groben ($> 1 \mu\text{m}$) Zweitphasen der Teilchengröße d_T nimmt die Rekristallisationstemperatur, -zeit und -korngröße mit dem Durchmesser ab ($d_T \uparrow = T_R \downarrow, t_R \downarrow \& d_R \downarrow$) [26]. Mit zunehmender Teilchengröße steigt die GND-Versetzungsdichte in der Umgebung der Teilchen an, um die Kontinuität des verformten Werkstoffes aufrechtzuerhalten, wodurch zusätzliche Keimbildungsstellen entstehen [26].

3.2.4.3 Kornvergrößerung

Durch die primäre Rekristallisation ist ein Gefüge mit versetzungsfreien aneinandertoßenden Körner entstanden [23]. Wird das Glühen nach der Rekristallisation fortgesetzt, setzt sich das Wachstum der Körner fort und es kommt zu einer Kornvergrößerung [21]. Dabei wachsen größere Körner auf Kosten kleinerer Nachbarkörner [26]. Die treibende Kraft dahinter ist die Minimierung der in den Korngrenzen gespeicherten Energie [23], indem die gesamte Korngrenzfläche minimiert wird [22]. Diese Triebkraft ist jedoch im Vergleich zu der bei der Rekristallisation sehr gering [22].

Bei der Kornvergrößerung wird zwischen zwei Arten unterschieden: normale und abnormale Kornvergrößerung [37]. Bei der normalen Kornvergrößerung wachsen alle Körner im Gefüge gleichermaßen schnell und erreichen eine ähnliche Größe (siehe

Abbildung 12 (d) zu (e)) [37]. Wohingegen bei abnormaler Kornvergrößerung manche Körner schneller wachsen als andere und unverhältnismäßig groß werden (siehe Abbildung 12 (f)) [37]. Abnormale Kornvergrößerung wird auch als sekundäre Rekristallisation bezeichnet und ist unerwünscht, da sie zu einer Verringerung der Festigkeit führt [21]. Der Prozess der Kornvergrößerung endet (theoretisch), sobald ein Korn die kleinste Abmessung der Probe bzw. Bauteils erreicht hat, wie z. B. der Blechdicke [21].

Der Mechanismus, der der Kornvergrößerung zugrunde liegt, kann durch ein Modell in dem die Körner als Polygone beschrieben werden veranschaulicht werden [21]. Dabei ist ein Gleichgewicht der Korngrenzanordnung nur dann möglich, wenn die Körner sechseckig sind, gerade Korngrenzen besitzen und der Öffnungswinkel an den Knotenpunkten, an denen sich drei Körner treffen, etwa 120° betragen (siehe Abbildung 15 (a)) [21]. Weicht die Eckenanzahl des Korns von sechs ab, so kann das Kräftegleichgewicht an den Knotenpunkten nur durch eine gekrümmte Korngrenze erfüllt werden [21]. Dabei besitzen große Körner mit mehr als sechs Ecken konvex gekrümmte Korngrenzen (siehe Abbildung 15 (b)), während Körner mit weniger als sechs Ecken konkav gekrümmte Korngrenzen besitzen (siehe Abbildung 15 (c)) [21]. Zum Minimieren der Korngrenzenergie bzw. Korngrenzfläche strebt die Korngrenze immer eine gerade Form an, wodurch sich die gekrümmte Korngrenze in Richtung des Krümmungsmittelpunktes bewegt [21] [26]. Diese Korngrenzenbewegung verursacht an den beteiligten Knotenpunkten eine Abweichung vom Gleichgewichtswinkel [21]. Um das Gleichgewicht wieder herzustellen muss es an diesen Ecken auch zu einer Bewegung der Korngrenze kommen [21]. Dies führt zu aufeinanderfolgende Bewegungen der Korngrenzen, die die Größe der Körner verändern [21]. Da größere Körner im Mittel eine größere Anzahl an konvexen Seitenflächen besitzen als kleinere, wachsen diese, während kleinere Körner zulasten der Größeren verschwinden [21]. Die Atome des Korns in das die Korngrenze hineinwandert lösen sich ab und lagern sich auf der anderen Seite des wachsenden Korns an [26].

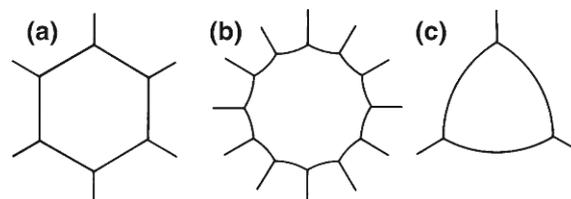


Abbildung 15: Schematische Darstellung des Mechanismus der Kornvergrößerung mit (a) geraden, (b) konvex und (c) konkav gekrümmten Korngrenzen [21]

3.3 Experimentelle Untersuchungsmethoden

3.3.1 Elektronenrückstreubeugung im Rasterelektronenmikroskop

Das Rasterelektronenmikroskop (REM, engl.: scanning electron microscope (SEM)) ist ein Untersuchungsinstrument, bei dem ein fein fokussierter Primärelektronenstrahl mithilfe von Magnetspulen rasterförmig über eine stationäre Probenoberfläche bewegt wird [44]. Dieser Primärelektronenstrahl wird durch ein Wolfram Filament, einen LaB₆ Kristall oder einer Schottky Feldemissionsquelle (engl.: field emission gun (FEG)) erzeugt [44] [45]. Ein REM, das eine FEG verwendet, wird als FEG-SEM bezeichnet [46]. Die Primärelektronen (PEs) des Primärelektronenstrahls interagieren mit dem Probenmaterial, wodurch Rückstreuelektronen (BSEs) und Sekundärelektronen (SEs) die Probe verlassen [44]. Diese Elektronen treffen auf verschiedene Detektoren, erzeugen dort ein Signal, wodurch physikalische und chemische Eigenschaften des Materials erfasst und analysiert werden können [44]. Um eine Ablenkung der Elektronen durch Moleküle und Atome der Atmosphäre zu vermeiden, wird die Untersuchung in einer Vakuumkammer durchgeführt [44]. Dabei wird ein theoretisches Auflösungsvermögen von kleiner als 10 nm (bei 50 kV) erreicht, welches durch den kleinsten noch wahrnehmbaren Abstand zwischen zwei Objekten (z. B. Punkte, Linien) definiert ist [47].

Bei der Elektronenrückstreubeugung (EBSD, engl.: electron backscatter diffraction) im REM rastert der Primärelektronenstrahl die stationäre Probenoberfläche mit definierter Schrittweite ab, wobei an jeder Position ein Beugungsmuster (engl.: diffraction pattern) des Kristalls aufgenommen und analysiert wird [44] [46]. Diese Muster können verwendet werden um Kornorientierungen zu bestimmen und so GNDs, Texturen, Orientierungszusammenhänge sowie Phasen und deren Verteilung im Material zu untersuchen [33] [46]. Bei diesem Verfahren, wie es in Abbildung 16 (a) schematisch dargestellt ist, wird die Probe um 70° zur Horizontalen geneigt in einem Probenhalter fixiert, bevor dieser in der REM-Kammer unter dem Primärelektronenstrahl positioniert wird [48]. Die Neigung der Probe dient dazu, dass eine möglichst große Anzahl der einfallenden PEs im Material gestreut werden und dieses in Richtung des EBSD-Detektors verlassen [48], um dort ein möglichst intensives Signal zu erzeugen [46].

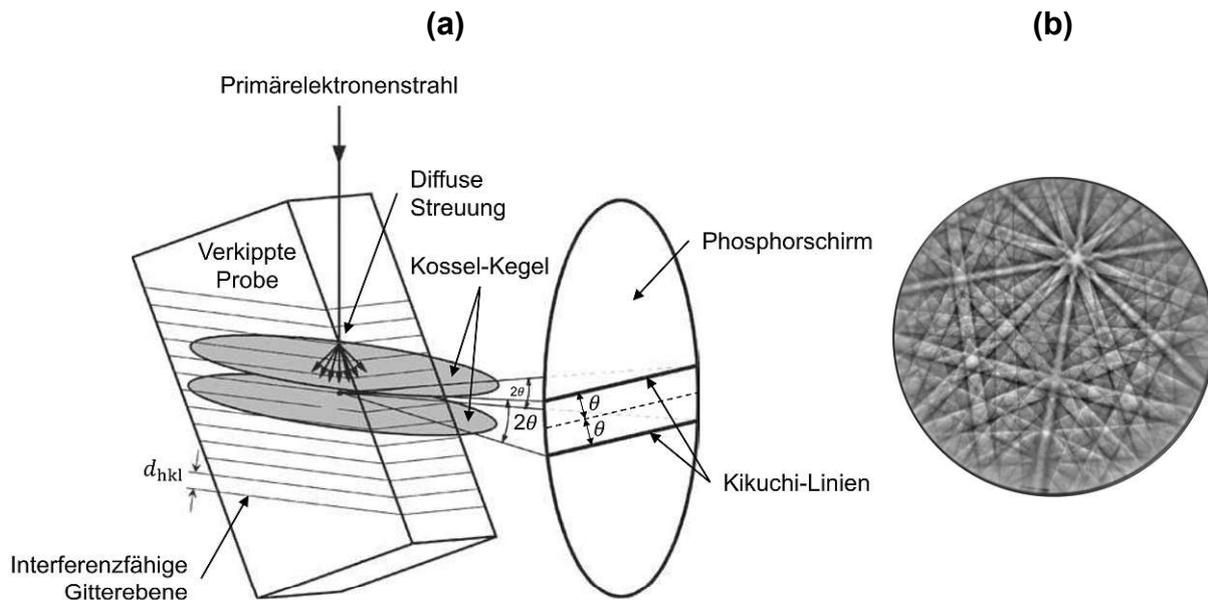


Abbildung 16: (a) Entstehung der Beugungsmuster bei EBSD, nach [21], (b) Beispiel eines aufgenommenen EBSD-Beugungsmusters [49]

Die einfallenden PEs dringen in den oberflächennahen Bereich der Probe ein, wo sie sowohl elastisch als auch inelastisch [44] diffus gestreut werden [21]. Bei der inelastischen Streuung kommt es zu einem Energieverlust der PEs, da diese bspw. Elektronen aus den Schalen herausschlagen, sowie zu einer leichten Ablenkung der aktuellen Bewegungsrichtung [44] [50]. Verlieren die PEs durch mehrfache inelastische Streuungen weiter Energie, werden sie schließlich vom Material absorbiert [44]. Im Gegensatz dazu führt die elastische Streuung praktisch zu keinem Energieverlust der PEs, da diese lediglich von der positiven Ladung der Atomkerne des Materials von ihrer aktuellen Bewegungsrichtung abgelenkt werden und sich dadurch auf einer neuen Bahn bewegen [44]. Jene PEs, die durch aufeinander folgende elastische Streuungen das Material [44] aus einer Tiefe von bis zu 20 nm [46] verlassen, werden Rückstreuerelektronen (BSEs) genannt [44]. Unter diesen BSEs gibt es einige, die das Material in einer jener Richtungen verlassen, in denen die Bragg-Bedingung (Formel (1)) für eine gegebene Gitterebene erfüllt ist [44].

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} \quad (1)$$

Diese Bedingung ist genau dann erfüllt, wenn das Produkt der Beugungsordnung n und der Wellenlänge des Primärelektronenstrahles λ gleich dem Produkt aus dem zweifachen des Netzebenenabstandes d_{hkl} und dem Sinus des Braggwinkels θ_{hkl} ist (siehe Abbildung 17) [46]. In diesem Fall befinden sich die Wellen in Phase womit sich Minima und Maxima der Wellen überlagern [21]. Diese Überlagerung führt zu einer konstruktiven Interferenz und somit zu einer Verstärkung der Amplitude bzw. Intensität [21] [51].

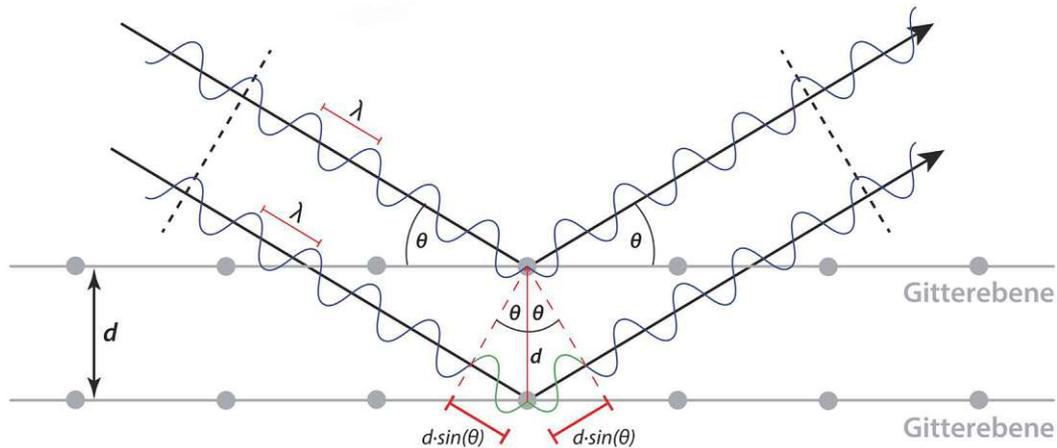


Abbildung 17: Darstellung der Bragg-Bedingung, nach [52]

Durch die konstruktive Interferenz, die aus der Erfüllung der Bragg-Bedingung resultiert, entstehen sog. Kossel-Kegel [48]. Dabei handelt es sich um zwei gegenüberliegende Kegel mit einer Kegelschneidlinie senkrecht auf die Gitterebene, wobei die „Flugbahn“ der interferierenden PEs von der Spitze der Kegel entlang der Mantelfläche nach außen verlaufen [44]. Die Kossel-Kegel repräsentieren demnach den Weg jener PEs, welche an einer bestimmten Gitterebene unter Erfüllung der Bragg-Bedingung gebeugt werden [44]. Dort wo die Kossel-Kegel den Phosphorschirm des EBSD-Detektors schneiden liegen die sog. Kikuchi-Linien [46]. Ein wie in Abbildung 16 (b) beispielhaft dargestelltes Beugungsmuster entsteht letztendlich, in dem die BSEs mit dem Phosphor interagieren und ein Lichtsignal erzeugen, welches z. B. mit einer CCD-Kamera (Charged-Coupled Device) aufgenommen wird [48].

Die beiden Kikuchi-Linien bilden den Rand eines Kikuchi-Bandes [46] und die Mittellinie des Kikuchi-Bandes ist die Verlängerung der Gitterebene an der die Beugung stattgefunden hat [53]. Durch den Bragg-Winkel von kleiner als 2° ist der komplementäre halbe Kossel-Kegelöffnungswinkel sehr groß, wodurch die aufgenommenen Kikuchi-Linien, welche einen Kegelschnitt darstellen, als gerade Linien wahrgenommen werden [44]. Durch die Streuung von PEs an verschiedenen Gitterebenen entsteht letztendlich ein charakteristisches Beugungsmuster, das auch als Kikuchi-Muster bekannt ist [46]. Dieses Muster besteht aus mehreren Kikuchi-Bändern und ist für eine bestimmte Kristallorientierung und Kristallstruktur einzigartig [46]. Dabei entspricht die Kikuchi-Bandbreite dem zweifachen Bragg-Winkel θ_{hkl} , wobei gemäß dem Bragg'schen Gesetz ein umgekehrt proportionaler Zusammenhang zwischen dem Zwischengitterabstand d_{hkl} und der Breite des Kikuchi-Bandes besteht [46].

Dabei weisen die Kikuchi-Bänder in der Mitte eine hohe Intensität (weiß) auf und werden von Kikuchi-Linien mit niedriger Intensität (schwarz) begrenzt (siehe Abbildung 16 (b)) [46]. Entsprechend der Bragg-Bedingung und der konstruktiven Interferenz wäre prinzipiell zu erwarten, dass die Intensität entlang der Kikuchi-Linien (Kossel-Kegel) am höchsten (weiß) ist, während sie abseits der Kikuchi-Linien abfällt. Die tatsächliche Intensitätsverteilung der Kikuchi-Bänder lässt sich erst durch die dynamische Beugungstheorie erklären, auf die hier nicht weiter eingegangen wird [51].

Um die einzelnen Kikuchi-Bänder auf dem Beugungsmuster (siehe Abbildung 18 (a)) mit einem Computer zu identifizieren wird die Hough-Transformation angewendet, welche auf Formel (2) basiert [49].

$$\rho = x \cdot \cos \theta + y \cdot \sin \theta \quad (2)$$

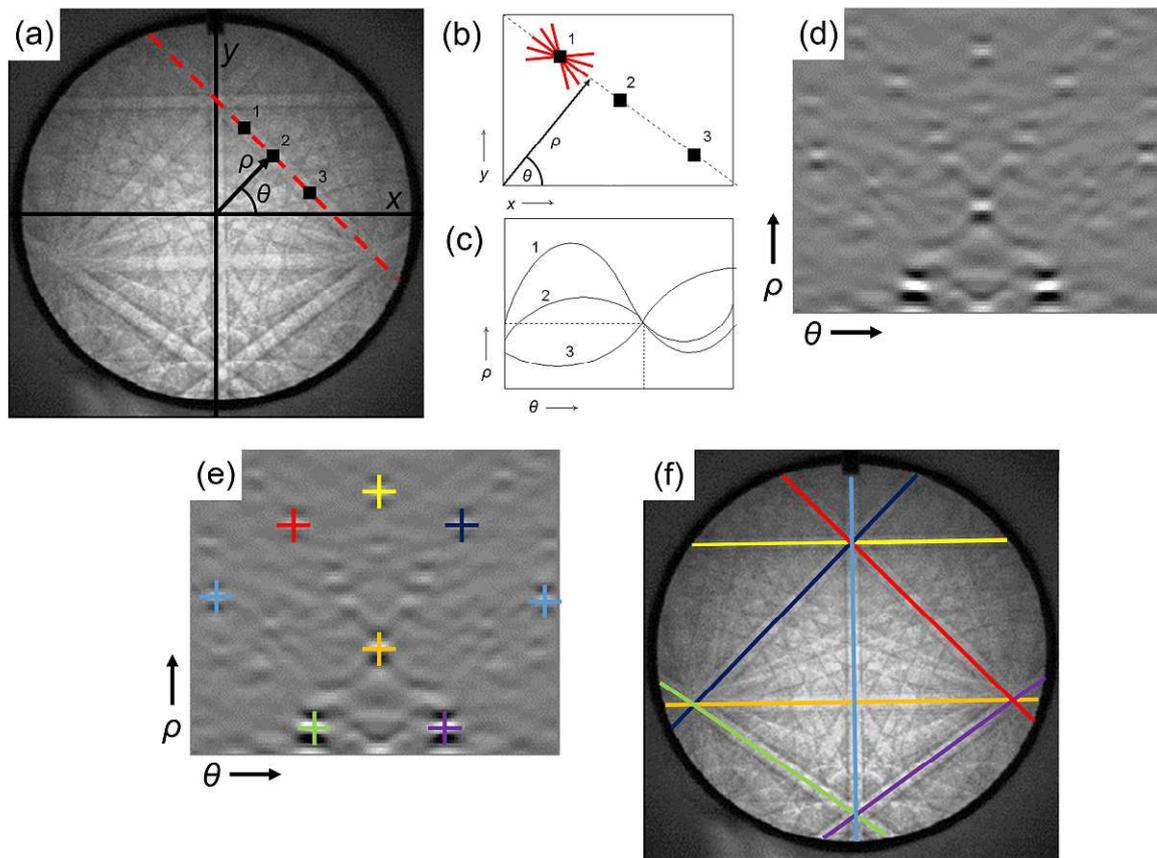


Abbildung 18: Prinzip der Hough-Transformation zur Identifizierung von Kikuchi-Linien, nach [54]

Durch jeden Punkt im Beugungsmuster können prinzipiell unendlich viele Linien gelegt werden, wie z. B. in Abbildung 18 (b) für Punkt 1 angedeutet ist [49]. Diese Linien lassen sich durch die Variablen θ und ρ parametrisieren [49]. Hierbei steht der Parameter ρ für die Länge des Normalabstandes zwischen dem Ursprung und der gegebenen Linie, und der Winkel θ beschreibt den Winkel unter welchem der Normalabstand eingezeichnet wird [49]. Somit kann jeder durch x und y beschreibbare Koordinatenpunkt (bspw. Punkt 1, 2 und 3 in Abbildung 18 (b)) im Beugungsmuster auch als trigonometrische Funktion von θ und ρ im aufgespannten Hough-Raum dargestellt werden (siehe Abbildung 18 (c)) [49]. Dabei entspricht bspw. jeder Punkt entlang der Sinuskurve 1 im Hough-Raum (siehe Abbildung 18 (c)) einer Linie die im Beugungsmuster durch den Punkt 1 geht (siehe Abbildung 18 (b)) [49]. Dort wo sich die Sinuskurven ausgewählter Punkte schneiden liegen jene Werte von θ und ρ , welche die Gerade durch die entsprechenden Punkte definiert [49]. Den einzelnen Sinuskurven wird daher im nächsten Schritt der jeweilige Intensitätswert des Punktes im Beugungsbild zugeordnet [49]. Durch das Überlagern aller Sinuskurven mit ihren Intensitätswerten in einem

einigen Hough-Raum, treten die Schnittpunkte als schmetterlingsförmige Intensitätsmaxima hervor (siehe Abbildung 18 (d)) [46]. Somit wird die ursprüngliche Aufgabe, nämlich die Erkennung einzelner Bänder, auf die vergleichsweise einfachere Erkennung lokaler Intensitätsmaxima reduziert (siehe Abbildung 18 (e)) [46]. Dabei steht jeder dieser identifizierten Punkte für genau eine Linie im Beugungsmuster, wodurch alle Kikuchi-Linien wie in Abbildung 18 (f) dargestellt ist identifiziert werden können [46].

Im nächsten Schritt, dem Indexieren, werden alle möglichen Kombinationen die aus jeweils drei identifizierten Kikuchi-Bändern gebildet werden können erstellt [55]. Diese Kombinationen nennt man Triplets [55]. Die maximale Anzahl an Triplets t bei gegebener Anzahl an Kikuchi-Bändern n errechnet sich mit $t = n!/(3! \cdot (n-3)!)$ [49]. Üblicherweise reichen jedoch sieben bis neun identifizierte Bänder für das erfolgreiche Indexieren [49]. Durch das Ermitteln der Winkel zwischen den Bändern der einzelnen Triplets und das Vergleichen mit im Vorfeld berechneten theoretischen Werten in einer Datenbank, können die den Bändern zugeordneten Millersche Indizes (hkl) (bzw. Kristallorientierung oder Lösungen) ermittelt werden [55]. Da das Ermitteln der Winkel mit einer gewissen Ungenauigkeit behaftet ist, wird beim Bestimmen der Lösungen ein Toleranzwinkel verwendet [56]. Daher kann für jedes Triplet üblicherweise mehr als eine Lösung gefunden werden, wobei jede Lösung einen Punkt erhält [55]. Die Lösung die am häufigsten ermittelt wurde bzw. die höchste Punktzahl hat, ist die wahrscheinlichste Lösung [56]. Ihre Zuverlässigkeit wird mit dem Konfidenzindex CI bewertet [56]. Berechnet wird dieser nach Formel (3), indem die Differenz zwischen der Lösung mit der höchsten Punktzahl V_1 und der zweithöchsten Punktzahl V_2 durch die Anzahl der verwendeten Triplets V_{ideal} dividiert wird [57]. Ein $CI > 0.1$ bedeutet, dass V_1 10 % mehr Triplets als V_2 hat und üblicherweise als korrekt angenommen werden kann [49].

$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{ideal}} \quad (3)$$

3.3.1.1 EBSD-Datendarstellung

Die mit EBSD aufgenommenen Messdaten lassen sich auf unterschiedlicher Weise darstellen. Dazu gehören bspw. die Bildqualitäts-Map, Phasen-Map, Polfigur (PF, engl.: pole figure), inverse Polfigur (IPF, engl.: inverse pole figure) und die inverse Polfigur-Map (IPF-Map) [44]. Eine der gebräuchlichsten Darstellungsformen von Orientierungsdaten ist die IPF-Map [44]. Um diese verstehen zu können, muss die Entstehung einer Polfigur nachvollzogen werden [44].

Bei der Polfigur wird eine stereografische Projektion verwendet, um die EBSD-Orientierungsdaten in einer zweidimensionalen Projektion als Punkte darzustellen [58]. Der Pol ist die Normale auf eine Gitterebenen [58]. Dabei werden in einer Polfigur nur die Pole einer bestimmten Schar äquivalenter Gitterebenen (z. B.: {100}) in Bezug auf die

Probenkoordinatenachsen eingezeichnet [59]. Die Richtungen der Probenkoordinatenachsen sind die Normalrichtung (NR, engl.: normal direction (ND)), Querrichtung (QR, engl.: transverse direction (TD)) und Walzrichtung (WR, engl.: rolling direction (RD)) [58]. Polfiguren können für verschiedene äquivalente Gitterebenen angefertigt werden, wobei die üblichsten Polfiguren die der $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$ äquivalenten Gitterebenen sind [58]. Dabei wird eine solche Polfigur dann bspw. als „111-Polfigur“ bezeichnet und wird z. B. verwendet, um Orientierungsverteilungen zu analysieren [58]. Das Verfahren zur Bildung einer Polfigur lässt sich mittels Abbildung 19 (a) wie folgt beschreiben [21]. Eine Elementarzelle (oder ein Kristallit/Korn) wird in der Mitte einer Referenzkugel platziert [21]. Die Ebene E entspricht hierbei einer Gitterebene [21]. Auf dieser Ebene wird nun eine Normale in Richtung der oberen Hemisphäre gelegt und bis zum Schnittpunkt mit der Kugeloberfläche verlängert [21]. Dieser Schnittpunkt P wird mit dem Südpol verbunden, wodurch die Äquatorebene geschnitten wird und der Punkt P' , der Pol von E in der stereographischen Projektion, ist ermittelt [21]. Wenn die Orientierungen verschiedener Messpunkte der Probe in die gleiche Äquatorebene projiziert werden, entsteht eine Polfigur mit vielen Punkten (siehe Abbildung 19 (b)) [58].

Ebenen, bei denen die Normalen in die untere Hemisphäre zeigen, werden in einer Polfigur nicht abgebildet, da sie außerhalb des Äquators liegen würden [21]. Jedoch werden diese Ebenen von den Normalen in der oberen Hemisphäre in umgekehrtem Richtungssinn wiedergegeben [21].

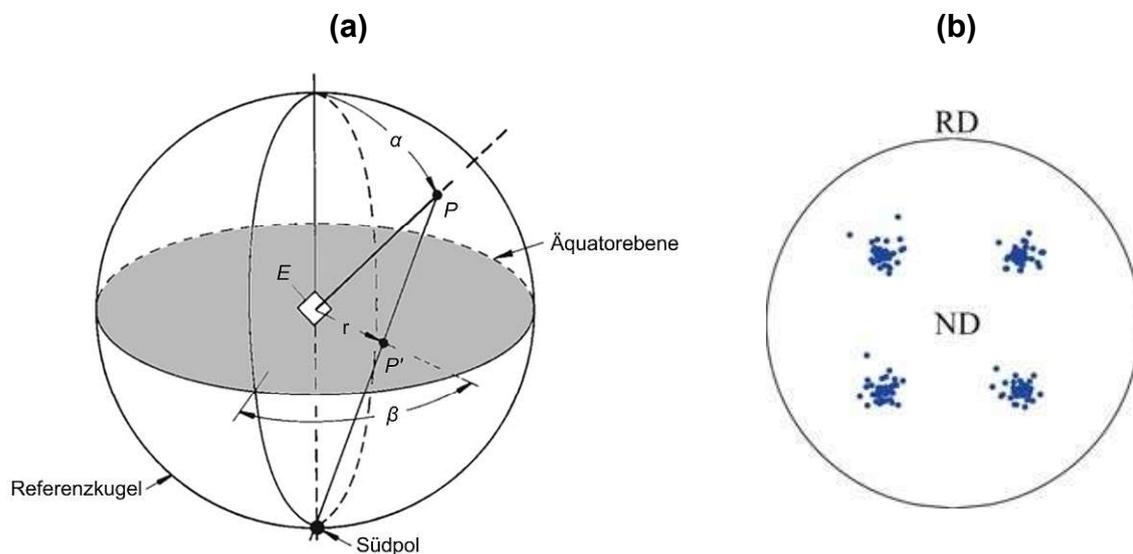


Abbildung 19: (a) Prinzip der stereographischen Projektion, nach [21], (b) $\{111\}$ Polfigur für eine kubische Textur, nach [46]

Die inverse Polfigur ist wie die Polfigur auch eine stereografische Projektion [58], jedoch werden in einer IPF alle Pole der Gitterebenen in Bezug auf eine einzige Probenrichtung (Referenzrichtung) eingezeichnet, wobei dies üblicherweise die ND ist [59]. Anders ausgedrückt zeigt eine IPF welche Pole auf eine bestimmte Referenzrichtung (z. B.: ND) ausgerichtet sind [59]. Bei kubischer Symmetrie des Kristallsystems, kann

die IPF auf ein stereografisches Dreieck reduziert werden, da es zu jedem Pol außerhalb davon ein Äquivalent innerhalb gibt [21]. Dies ist in den beiden Abbildung in Abbildung 20 (a) zu sehen, wobei alle Dreiecke die gleichen Orientierungsinformationen enthalten und jede Orientierung nur einmal abgebildet wird [58]. Die Ecken des stereografischen Dreiecks sind meistens die $[111]$, $[001]$ und $[101]$ Richtungen [44].

Die zum Erstellen von Maps verwendete Auswertesoftware OIM [60] kann die EBSD-Orientierungsdaten entweder in der Kristallrichtung oder in der Polrichtung (IPF-Map) darstellen [55]. In einem Fall wird dargestellt, welche Kristallrichtungen parallel zu einer spezifizierten Probenrichtung sind und im anderen Fall wird dargestellt welche Netzebenen senkrecht bzw. welche Pole parallel zu einer spezifizierten Probenrichtung sind [55]. Grundsätzlich unterscheiden sich die Maps dieser beiden Darstellungsformen [55]. Allerdings führt die Symmetrie des kubischen Kristallsystems dazu, dass beide Darstellungsformen dieselbe Map ergeben [55]. Daraus folgt, dass in einem kubischen Kristallsystem die Kristallrichtungen parallel zu den Polrichtungen sind und daher eine Kristallrichtung-Map einer IPF-Map gleicht.

Beim Erstellen einer IPF-Map wird das stereografische Dreieck als Farblegende verwendet (siehe Abbildung 20 (b)), indem jeder Orientierung/Richtung eine Farbe zugeteilt wird [44]. Um eine solche IPF-Map sinnvoll interpretieren zu können, muss stets die Referenzrichtung im Probenkoordinatensystem angegeben werden [44].

Eine Map, bei der die Kristallrichtung in Bezug auf die Normale zur Probenoberfläche angegeben wird und im kubischen System gleichwertig mit einer IPF-Map ist, ist in Abbildung 20 (c) abgebildet. Dabei wird jedem EBSD-Messpunkt eine Farbe entsprechend seiner kristallographischen Richtung aus der Farblegende zugeteilt [44]. Dies bedeutet z. B., dass für alle rötlich gefärbten Punkte die Kristallrichtung etwa $[001]$ beträgt und sich diese Richtung nahezu parallel zur Normalen der Probenoberfläche (Referenzrichtung) befindet [58]. Folglich liegt die (001) Ebene nahezu parallel zur Probenoberfläche [58].

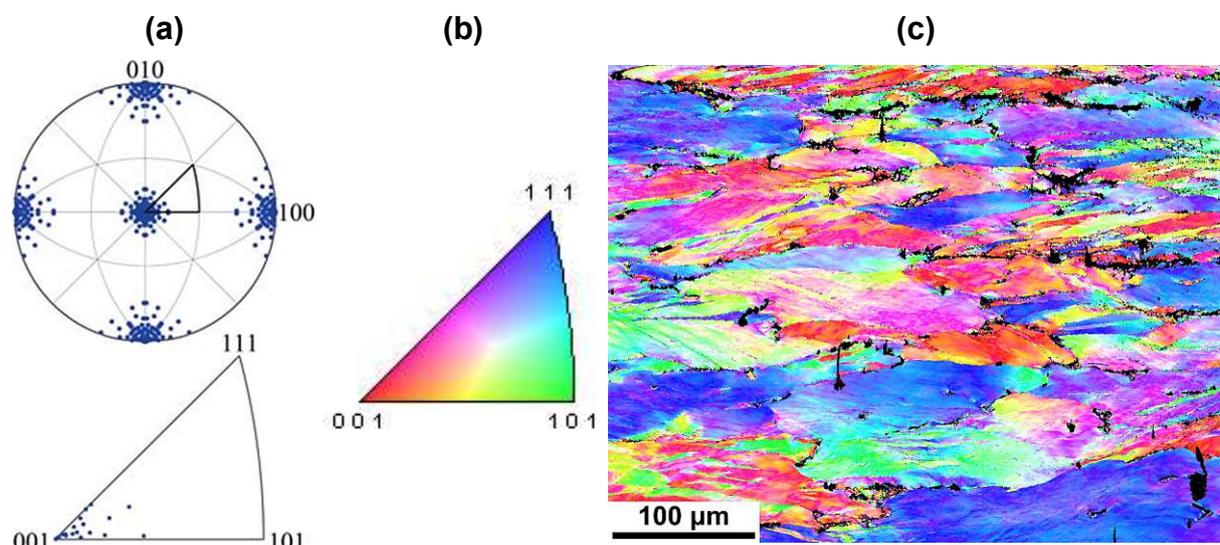


Abbildung 20: (a) IPF und stereografisches Dreieck einer kubischen Textur, nach [46], (b) Farblegende einer IPF-Map [60], (c) IPF-Map bzgl. der Probenoberflächennormale der Probe 50s-1_RT_10mm

3.3.2 Rückstreuelektronen

Die Rückstreuelektronen (BSEs), die den Werkstoff der Probe in verschiedene Richtungen verlassen, können auch mittels eines BSE-Detektors erfasst werden [50]. Dieser ringförmige Detektor befindet sich knapp unterhalb der Austrittsöffnung des Primärelektronenstrahls, während die Probe horizontal im Probenhalter unterhalb des Primärelektronenstrahls platziert ist [50]. Im Gegensatz zur EBSD-Messung, bei der die richtungsabhängige Beugung der BSEs gemessen wird [46], misst der BSE-Detektor die Gesamtintensität der BSEs [44]. Aus diesen Intensitäten wird eine graustufige BSE-Aufnahme erstellt [44]. Die Anzahl der elastisch rückgestreuten Elektronen hängt maßgeblich von der Größe der Atomkerne bzw. der Ordnungszahl oder dem Gewicht der vorhandenen Elemente ab [61]. Je größer diese sind, desto mehr Elektronen werden rückgestreut und umso mehr können detektiert werden [61]. Dies führt dazu, dass in der Bildgebung, Bereiche mit schweren Elementen heller und Bereiche mit leichten Elementen dunkler dargestellt werden [61]. Durch diese Kontrastunterschiede lassen sich Phasen mit unterschiedlich schweren Elementen im Werkstoff identifizieren [61].

3.3.3 Lichtmikroskopie

Die Lichtmikroskopie mit Auflichtbeleuchtung ist eine mikroskopische Untersuchungsmethode, mit der metallische Grundstrukturen sichtbar gemacht werden können, die für das menschliche Auge nicht direkt erkennbar sind [62]. Um diese Strukturen sichtbar zu machen wird das Reflexionsvermögen von metallischen Oberflächen genutzt [62]. Dabei wird die Schliiffprobe mit Licht beleuchtet, welches durch die verschiedenen Rauigkeiten der Gefügebestandteile, die durch die Probenpräparation entstehen, in verschiedene Richtungen reflektiert wird [62]. Das reflektierte Licht folgt dabei dem physikalischen Gesetz, dass der Einfallswinkel gleich dem Reflexionswinkel ist [62]. Je glatter die Stelle ist, an dem der Lichtstrahl auftrifft, desto mehr Licht wird zurück in das Objektiv reflektiert und umso heller erscheint dieser Bereich [63]. An rauen Stellen wird das Licht abgelenkt und trifft nicht in das Objektiv, wodurch diese Stellen dunkel erscheinen [63]. Die in das Objektiv reflektierten Lichtstrahlen können durch das Okular betrachtet oder mit einer Kamera aufgenommen werden, um anschließend Analysen durchzuführen [28]. Das Auflösungsvermögen bei der Lichtmikroskopie liegt typischerweise im Bereich zwischen 200 nm bis 300 nm [47].

Bei der Lichtmikroskopie mit Auflichtbeleuchtung wird zwischen Hellfeldbeleuchtung und Dunkelfeldbeleuchtung unterschieden [63]. Die Probe bei der Hellfeldbeleuchtung wird wie in Abbildung 21 (a) gezeigt mit einer koaxialen Beleuchtung beleuchtet [1], wobei glatte Stellen (z. B. Kornflächen) hell und raue Flächen (z. B. Korngrenzflächen) dunkel erscheinen [63]. Die Lichtstrahlen bei der Dunkelfeldbeleuchtung fallen wie in Abbildung 21 (b) schräg auf die Probenoberfläche [63]. Da der Einfallswinkel gleich dem Reflexionswinkel entspricht, werden die glatten Stellen nicht mit dem Objektiv

erfasst und erscheinen schwarz [63]. Raue Oberflächen hingegen reflektieren das Licht in das Objektiv und erscheinen hell [63]. Proben im Dunkelfeld können auf feinste Korngrenzen, Ausscheidungen, Risse und Kratzer untersucht werden, die bei der Hellfeldbeleuchtung überstrahlt werden [62].

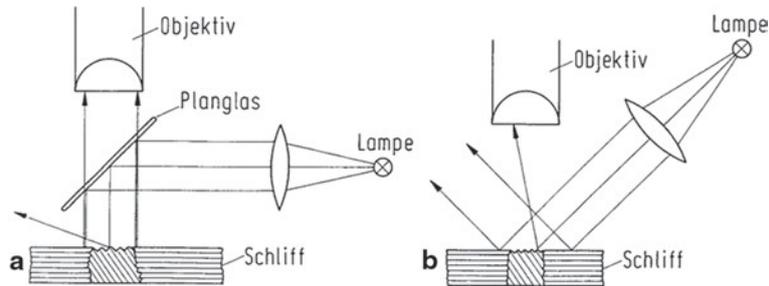


Abbildung 21: Strahlengang im Lichtmikroskop mit Auflichtbeleuchtung: (a) Hellfeldbeleuchtung, (b) Dunkelfeldbeleuchtung [63]

4 Experimenteller Teil und Methoden

Im experimentellen Teil dieser Arbeit wird das gestauchte Probenmaterial zunächst mittels metallographischer Präparation für die verschiedenen Untersuchungsmethoden vorbereitet. Anschließend werden die Proben anhand von EBSD-Messungen, Lichtmikroskop-Aufnahmen (LM-Aufnahmen) und einer von Moritz Theissing (FELMI-ZFE) durchgeführten BSE-Aufnahme, der Probe 1 s^{-1} bei $550 \text{ }^\circ\text{C}$, an fünf verschiedenen Probenpositionen von 1 mm, 5 mm, 10 mm, 15 mm und 20 mm untersucht. Das Ziel dieser Untersuchungen besteht darin, sowohl quantitative als auch qualitative Erkenntnisse über Mikrostrukturänderungen der gestauchten Proben zu gewinnen. Dabei liegt der Fokus der Analyse auf der Substruktur, der Fragmentierung der Fe-haltigen Primärausscheidungen (fortan als Fe Ausscheidungen bezeichnet) sowie der Entwicklung der GNDs in Abhängigkeit von der Dehnrage, Temperatur und effektiven plastischen Dehnung (EPD).

Tabelle 2 gibt einen Überblick über die in dieser Arbeit untersuchten Proben, welche je nach angewendeter Untersuchungsmethode mit einem Buchstaben gekennzeichnet sind. Dabei steht „E“ für EBSD, „L“ für Lichtmikroskop und „B“ für BSE. Die Proben bei $250 \text{ }^\circ\text{C}$ werden nicht untersucht, da sich zwischen den Proben bei $150 \text{ }^\circ\text{C}$ und $350 \text{ }^\circ\text{C}$ keine signifikanten Mikrostrukturveränderungen ergeben.

Tabelle 2: Mit EBSD (E), Lichtmikroskop (L) und BSE (B) untersuchte Proben an den Positionen 1 mm, 5 mm, 10 mm, 15 mm, 20 mm

Dehnrage [s^{-1}]	Temperatur [$^\circ\text{C}$]					
	RT	150	250	350	450	550
1	EL	E		EL		ELB
50	EL	E		EL	E	EL

Für die Benennung der Proben wird ein Benennungsschema verwendet. Dieses Schema lautet: [Dehnrage] s^{-1} _[Temperatur] $^\circ\text{C}$ _[Position]mm. Eine Ausnahme sind die Proben die bei Raumtemperatur gestauch wurden, hier wird als Temperatur „RT“ ohne „C“ angegeben, wobei für Berechnungen ein Wert von $25 \text{ }^\circ\text{C}$ angenommen wird. Wenn von einer Auswahl von mehreren Proben gesprochen wird, kann diese wie folgt angegeben werden: [1, 50] s^{-1} _[RT, 150, 350, 450, 550] $^\circ\text{C}$ _[1, 5, 10, 15, 20]mm.

4.1 Probenmaterial und Probenherstellung

Die gegossene Legierung EN AW-6061, die als Probenmaterial dient, wurde von der „AMAG rolling GmbH“ zur Verfügung gestellt. Im Gegensatz zur herkömmlichen Vorgehensweise [64] wurde der Gussbarren, aus dem die Proben gefertigt wurden, vor dem Abkühlen von der Homogenisierungstemperatur nicht warmgewalzt. Stattdessen wurde der homogenisierte Gusszustand lösungsgeglüht, umgeformt und abgekühlt, wodurch Mikrostrukturveränderungen untersucht werden können, die typischerweise beim Umformen nachdem Homogenisieren auftreten würden.

Die Proben wurden von der „AMAG rolling GmbH“ angefertigt. Hierfür wurde aus dem Gussbaren die in Abbildung 22 abgebildete Beizscheibe herausgeschnitten. Aus dieser wurde das Probenmaterial an den angezeichneten Positionen 1 bis 28 entnommen, anschließend homogenisiert und Doppelkegelproben hergestellt.

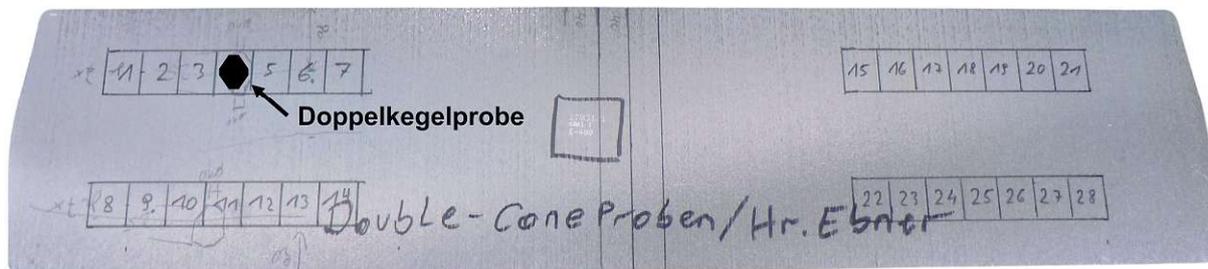


Abbildung 22: Beizscheibe mit den angezeichneten Positionen 1 bis 28 an denen das Material für die Doppelkegelproben herausgeschnitten wurde sowie eine schematische Darstellung einer Doppelkegelprobe an Position 4, nach [AMAG rolling GmbH]

4.2 Probengeometrie und Stauchversuch

Als Probengeometrie werden Doppelkegel mit einer Höhe von 25 mm und einem maximalen Durchmesser von 30 mm verwendet (siehe Abbildung 23 (a)). In der horizontalen Mittelebene der Probe befindet sich senkrecht zur Drehachse eine Bohrung, welche zur Aufnahme eines Thermoelements dient, um während des Stauchversuchs die Temperatur zu kontrollieren und zu steuern. Die technische Zeichnung des Doppelkegels ist in Abbildung 57 im Anhang 12.1 abgebildet. Nach der Durchführung der Stauchversuche ergeben sich scheibenförmigen Proben mit einer Höhe von etwa 8 mm und einem Durchmesser von etwa 40 mm (siehe Abbildung 23 (b)).

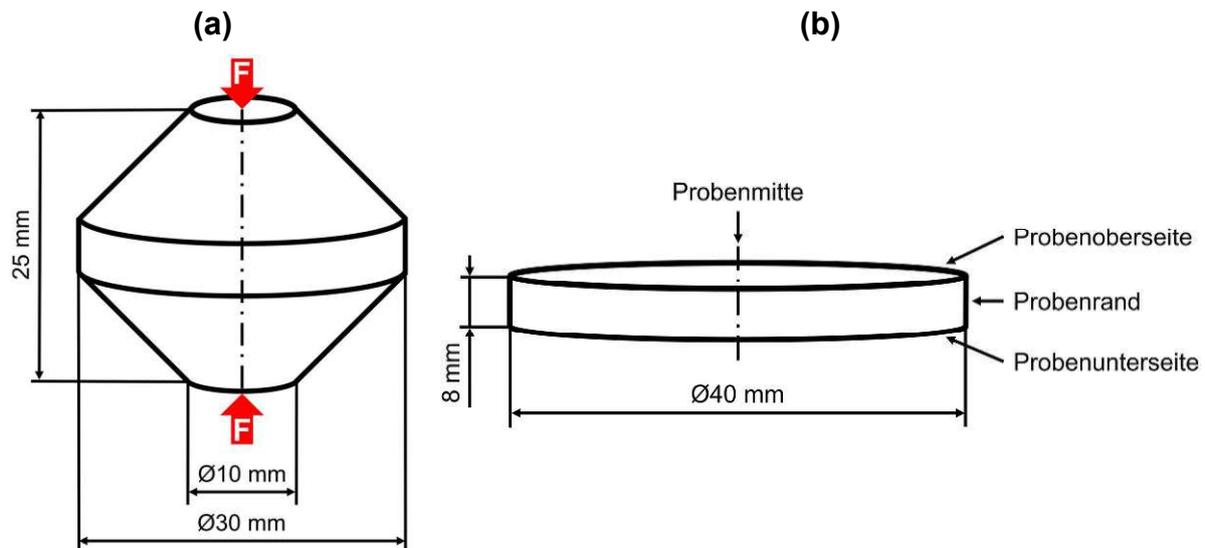


Abbildung 23: Schematische Darstellung einer Doppelkegelprobe: (a) nicht deformiert (die roten Pfeile zeigen in Stauchrichtung) und (b) deformiert

Charakteristisch für diese Probengeometrie ist die kontinuierlich ansteigende Dehnung während des Stauchversuchs sowie die abnehmende Dehnung von Probenmitte in Richtung Probenrand entlang des Probenradius [11]. Dadurch ergibt sich ein weites Spektrum an verschiedenen Dehnungs- (siehe Abbildung 24) sowie Mikrostrukturzuständen innerhalb der Probe [11] [12]. Dies führt zu dem Vorteil, dass an einer einzigen Probe die Mikrostruktur bei verschiedenen Dehnungen untersucht werden kann [12].

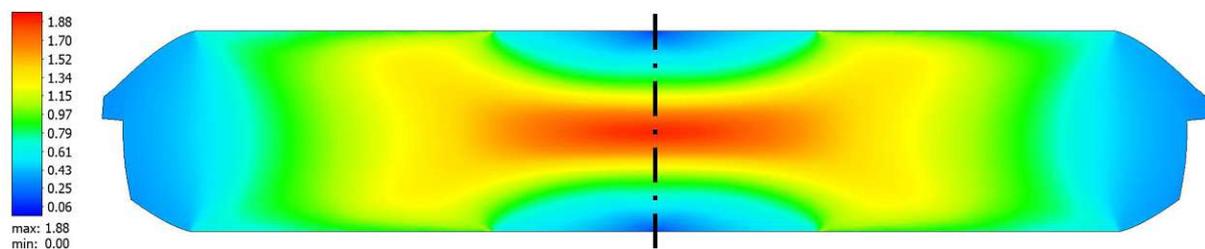


Abbildung 24: Verteilung der EPD der Probe 1s-1_550C, nach [A. Wenda]

Die Stauchversuche wurden von Christian Stöckl (Montanuniversität Leoben) bei zwei Dehnraten von 1 s^{-1} und 50 s^{-1} durchgeführt. Dabei bezieht sich die Dehnrates auf die Änderung der maximalen Probenhöhe pro Zeit, dies bedeutet, dass die Dehnrates nicht in allen Bereichen der Probe exakt gleich ist. Die Proben der beiden Dehnrates wurden bei Raumtemperatur (RT), $150 \text{ }^\circ\text{C}$, $250 \text{ }^\circ\text{C}$, $350 \text{ }^\circ\text{C}$, $450 \text{ }^\circ\text{C}$ und $550 \text{ }^\circ\text{C}$ plastisch gestaucht. In dieser Arbeit werden die Proben bei RT, $150 \text{ }^\circ\text{C}$, $350 \text{ }^\circ\text{C}$ und $550 \text{ }^\circ\text{C}$ untersucht, da diese die Bandbreite für die Mikrostrukturuntersuchungen gut abdecken. Bei der Dehnrates von 50 s^{-1} wird zusätzlich die $450 \text{ }^\circ\text{C}$ Probe untersucht, da bei $550 \text{ }^\circ\text{C}$ das Gefüge partiell oder vollständig Rekristallisiert ist, wohingegen bei $350 \text{ }^\circ\text{C}$ kaum Rekristallisation erkennbar ist. Der Temperatur-Zeit-Verlauf, der für die Stauchversuche verwendet wurde, ist in Abbildung 25 abgebildet.

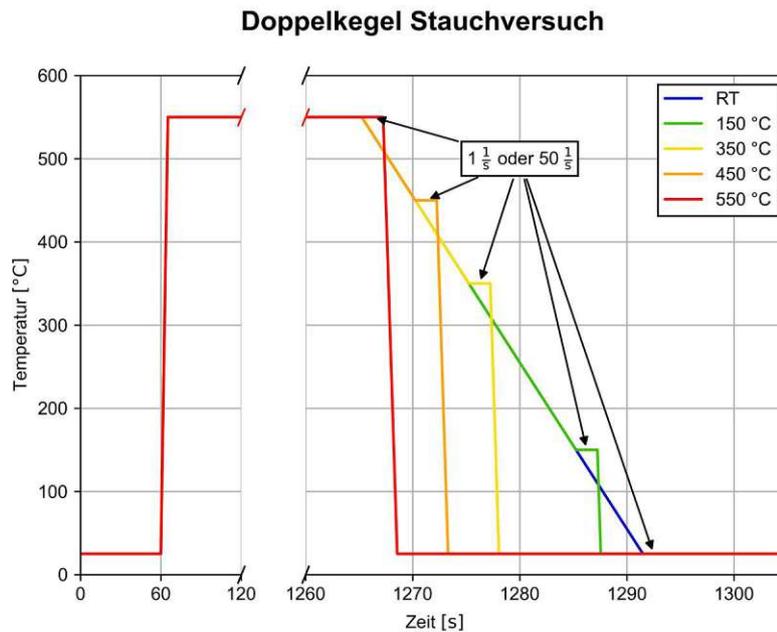


Abbildung 25: Temperatur-Zeit-Verlauf der Doppelkegel Stauchversuche der untersuchten Proben

Die Proben werden von RT mit einer Heizrate von 100 K/s auf 550 °C erhitzt und anschließend für 20 Minuten auf dieser Temperatur gehalten. Dabei ist es das Ziel die β -Mg₂Si Ausscheidungen komplett zu lösen [4]. Danach werden die Proben auf ihre jeweilige Zieltemperatur, von RT, 150 °C, 250 °C, 350 °C, 450 °C oder 550 °C mit einer Kühlrate von 20 K/s abgekühlt. Sobald diese Temperatur erreicht ist, wird die Doppelkegelprobe parallel zur Drehachse (in Richtung der roten Pfeile in Abbildung 23 (a)) plastisch gestaucht. Im Anschluss wird die Probe in einem Wasserbad auf RT abgeschreckt, um das Gefüge möglichst nahe am Zustand nach der plastischen Verformung zu erhalten. Dabei kommt es an den Thermolement Bohrungen bei sinkender Zieltemperatur teilweise zum Aufbrechen der Probe (siehe Abbildung 26 (b)).

4.3 Probenpräparation

Die gestauchten Doppelkegelproben werden für die Lichtmikroskop-Aufnahmen sowie für die EBSD-Messungen mit vier Probenpräparationsschritten in folgender Reihenfolge vorbereitet: Zuschnitt, Einbetten, metallographische Präparation und elektrolytische Präparation.

1) Zuschnitt

Aufgrund der Rotationssymmetrie der Probe, genügt es für die Mikrostrukturuntersuchungen, eine Hälfte des Probenquerschnittes parallel zur Stauchrichtung zu untersuchen. Somit werden die Schnittlinien gemäß Abbildung 26 (a) auf der Probe angezeichnet, wodurch die Probe in vier Teile unterteilt wird. Dabei liegt das Thermolement stets auf der rechten und das zu untersuchende Probenteil auf der linken Seite der oberen Probenhälfte. Die vertikale Schnittlinie wird mit einem kleinen Überstand in

Richtung der Seite des Thermoelements positioniert. Dadurch ergibt sich die zu untersuchende Probenoberfläche am oberen linken Probenteil, welche mit zwei Pfeilen markiert ist. Sie steht senkrecht auf die vertikale Schnittlinie und ihre Oberflächennormale verläuft parallel zur Tangente der Probe. Die Probe wird entlang dieser Schnittlinien mit einer „Accutom-100“ Trennmaschine von „Struers“ oder „CUTO 20“ von „Jean Witz“ zugeschnitten (siehe Abbildung 26 (b)). Von nun an wird der zu untersuchende Probenteil als Probe bezeichnet.

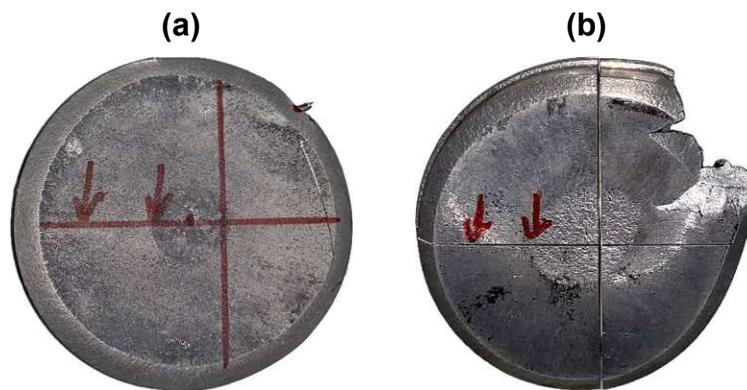


Abbildung 26: Probe: (a) 1s-1_550C: Ungeschnitten, (b) 1s-1_RT: Zugeschnitten

2) Einbetten

Im nächsten Schritt, dem Einbetten, wird die Probe in einem elektrisch leitenden Zwei-Komponenten-Kalteinbettmittel eingebettet. Dabei wird das Pulver und der Härter des Typs „CEM3070“ der Firma „Cloeren Technology GmbH“ verwendet. Die elektrische Leitfähigkeit ist für die EBSD-Messungen notwendig, um das Aufladen der Probe bei den Messungen zu verhindern [44]. Aufgrund der Wärmeentwicklung während des Aushärtens des Einbettmittels (bis zu 89 °C [65]) kann es zu Erholung oder Rekristallisation der Probe kommen. Dies ist unerwünscht, weshalb die eingebettete Probe in einem Eisbad über einen längeren Zeitraum ausgehärtet wird.

3) Metallographische Präparation

Nach dem Einbetten der Probe wird diese mit Schleif- und Polierschritten mit der Maschine „TegraPol-31“ in Verbindung mit „TegraDoser-5“ der Firma „Struers“ bearbeitet. Zum Einsatz kommen Schleiffolien unterschiedlicher Körnung, verschiedene Poliertücher sowie unterschiedliche Suspensionen und Schmiermittel von „Struers“. Die aufeinanderfolgenden Präparationsschritte und deren Prozessparameter werden gemäß Tabelle 3 durchgeführt. Nach jedem Schritt wird die Probe mit Wasser abgespült, für mehrere Sekunden in einem Ultraschallbad gereinigt, mit vergälltem Ethanol abgespült und mit heißer Luft getrocknet. Der letzte Polierschritt mit OP-S (alkalische kolloidale Siliciumdioxid-Suspension) wird so oft wiederholt, bis bei der Kontrolle unter dem Lichtmikroskop im Dunkelfeld, keine Kratzer auf der Schliifoberfläche festgestellt werden. Zusätzlich wird in den letzten Sekunden dieses Polierschrittes großzügig mit Wasser gespült.

Tabelle 3: Arbeitsschritte und Parameter der metallographischen Präparation

Schritt	Schleifolie/ Poliertuch	#Körnung/ Korn- größe [μm]	Kraft pro Probe [N]	Scheibendreh- zahl [min^{-1}]	Probenhalter Drehrichtung	Suspension	Schmiermittel	Zeit [min]
1. Schleifen	SiC-Folie	#1000	15	150	↺ & ↻	-	Wasser	1
2. Schleifen	SiC-Folie	#2400	10	150	↺ & ↻	-	Wasser	2
3. Schleifen	SiC-Folie	#4000	15	150	↺ & ↻	-	Wasser	2
4. Schleifen	SiC-Folie	#4000	10	150	↺ & ↻	-	Wasser	2
5. Polieren	MD-Mol	3	10	150	↻ & ↺	DP P 3 μm	DP Rot	8
6. Polieren	MD-Chem	0,04	10	150	↺ & ↻	OP-S	-	10
7. Polieren	MD-Chem	0,04	10	150	↺ & ↻	OP-S	-	10
8. Polieren	MD-Chem	0,04	10	150	↺ & ↻	OP-S	-	2

4) Elektrolytische Präparation

Die während des Poliervorgangs verwendete OP-S hinterlässt Rückstände auf der Schliffoberfläche. Diese ist für die anschließende EBSD-Messung hinderlich, wodurch sie mittels elektrolytischer Präparation (Elektropolieren) entfernt wird. Das Elektropolieren ist ein elektrochemisches Verfahren, bei dem mithilfe einer Elektrolytlösung und einer externen Stromquelle, Atome von der Probenoberfläche entfernt werden bzw. als Ionen in Lösung gehen [66]. Verwendet wird der Elektrolyt „A2“ von „Struers“. Dieses wird in einer elektrisch leitenden Schüssel während des Prozesses in einem Wasser-Eisbad gekühlt. Die Schüssel wird mit dem negativen Pol, der Kathode, und die Probe mit dem positiven Pol, der Anode, an die Spannungsquelle angeschlossen. Das Elektropolieren erfolgt für 30 s bei konstanten 20 V. Während des Elektropolierens wird die in der Elektrolytlösung eingetauchte Probenoberfläche darin geschwenkt. Dabei fließt Strom von der Anode über die Schliffoberfläche der Probe und dem Elektrolyt zur Kathode, wobei sich Material von der Probenoberfläche im Elektrolyt löst und somit abgetragen wird [66]. Nach der Elektropolitur wird die Probe mit Wasser gereinigt, die Schliffoberfläche mit Ethanol abgespült und mit einem Trockengebläse für mehrere Minuten getrocknet.

Abbildung 27 zeigt beispielhaft die präparierte Probe 50s-1_550C, auf der die fünf verschiedenen Probenpositionen und das x-y-z Probenkoordinatensystem (fortan als Probenkoordinatensystem bezeichnet) eingezeichnet sind. Die x-Achse verläuft parallel zur Stauchrichtung, entspricht also der axialen Richtung. Die darauf senkrecht stehende y-Achse zeigt in die radiale Richtung. Die z-Achse ist parallel zur tangentialen Richtung der Doppelkegelprobe bzw. ist die Normale auf die Probenoberfläche.

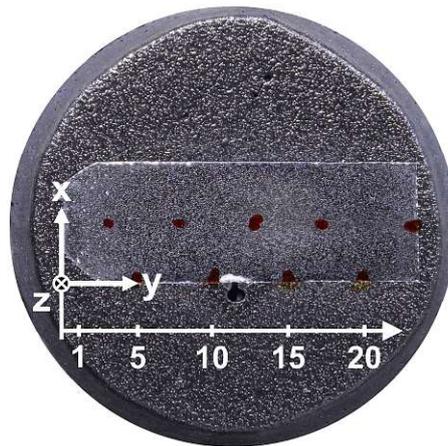


Abbildung 27: Präparierte Probe 50s-1_550C mit eingezeichneten Probenpositionen und x-y-z Probenkoordinatensystem

4.4 EBSD-Messungen

Die EBSD-Messungen werden an einem FEG-SEM „Sigma 500 VP“ von „ZEISS“ mit einem EBSD-Detektor „Velocity Plus“ von „EDAX“ und der dazugehörigen Software „APEX EBSD Version 8“ durchgeführt. Abbildung 28 zeigt die REM-Vakuumkammer mit (a) dem Primärelektronen Austritt, (b) den Probenhalter mit Probe, (c) den EBSD-Detektor und (d) den SE-Detektor.

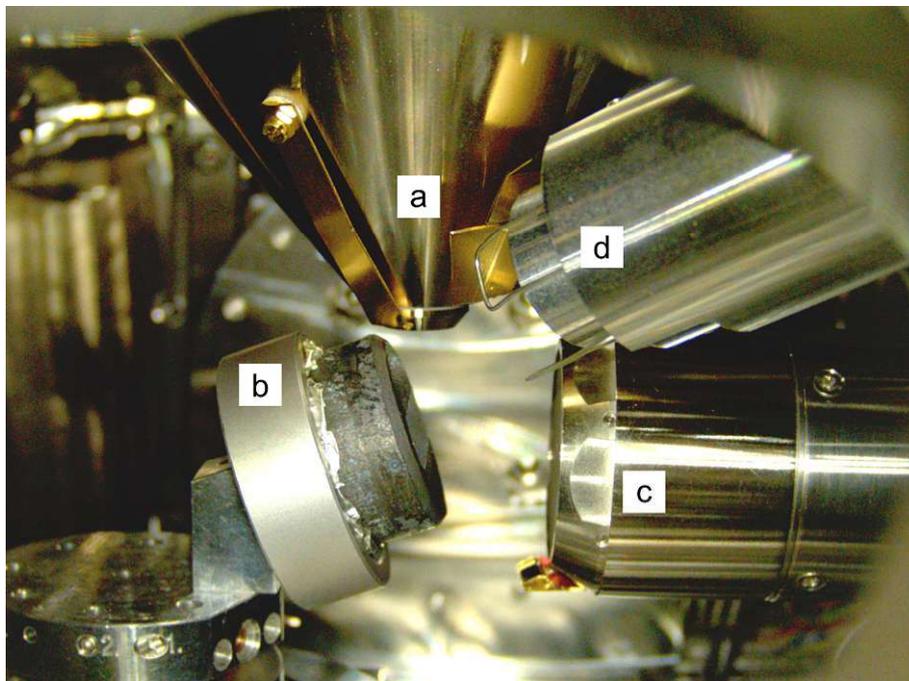


Abbildung 28: REM-Vakuumkammer mit (a) Primärelektronen Austritt, (b) Probenhalter mit Probe, (c) EBSD-Detektor und (d) SE-Detektor

Für jede Probe werden EBSD-Aufnahmen an fünf Messstellen entlang der halben Probenhöhe mit einem radialen Abstand von 1 mm, 5 mm, 10 mm, 15 mm und 20 mm vom äußeren Probenrand aufgenommen. Diese Positionen sind in Abbildung 27 erkennbar, wobei auf der Probe Positionsmarkierungen angebracht werden, um die Messstellen im REM lokalisieren zu können. Die Messstelle bei 1 mm wird auf der Probe nicht markiert, da sie mithilfe der Abstandmessfunktion der REM-Software ausgemessen wird. Die im Schliifprobenhalter ausgerichtete und um 70° geneigte Probe (siehe Abbildung 28 (b)) wird in der REM-Vakuumkammer unter der Austrittsöffnung des Primärelektronenstrahles (siehe Abbildung 28 (a)) positioniert. Zwischen Probe und Probenhalter wird Aluminiumfolie verwendet, um eine bessere Ableitung der Aufladung zu gewährleisten.

Als REM-Parameter für jede EBSD-Messung wird eine Beschleunigungsspannung von 15 kV, High Current Modus und ein Blendendurchmesser von 120 µm gewählt. Danach wird die Probe unterhalb der Öffnung des Primärelektronenstrahles mit einem durchschnittlichen Arbeitsabstand (WD) von 15.1 mm (Min.: 12.4 mm, Max.: 18.3 mm) positioniert und eine Vergrößerung von 250x gewählt. Anschließend werden die Grundeinstellungen der Messparameter, wie bspw. der Fokus, für einen Punkt optimal eingestellt. Aufgrund der Bewegung des Primärelektronenstrahles über die geneigte Probe, ist der für einen Punkt eingestellte Fokus jedoch nur für diesen optimal [46]. Deshalb wird ein dynamischer Fokus verwendet, um über den gesamten Messbereich hinweg eine ideale Fokussierung zu gewährleisten [46].

Als Parameter für jede EBSD-Messung werden folgende Einstellungen gewählt: Binning „4x4 (160x120)“, Modus sowie Bildbearbeitung auf Standard und für die Hintergrundunterdrückung (engl.: capture background) wird „SEM AREA“ verwendet. Weiters wird die zu analysierende Phase auf Aluminium eingestellt, die Schrittweite (engl.: step) auf 0.1 µm festgelegt und um eine zukünftige Neuindexierung zu ermöglichen, werden die Kikuchi-Pattern im UP1 oder UP2 Format gespeichert. Diese Einstellungen erfassen pro EBSD-Aufnahme 16,864,863 einzelne Messpunkte und eine Fläche von 432 µm x 338 µm (0.146 mm²).

Für das richtige Einstellen der Belichtungszeit wird vor der eigentlichen EBSD-Messung eine schnelle EBSD-Übersichtsmessung mit einer Schrittweite von 1 µm - 2 µm aufgenommen. Dabei wird die Belichtungszeit so angepasst, dass die Anzahl der Messpunkte mit einem CI > 0.1 über 80 % liegen. Dies ergibt eine mittlere Belichtungszeit von 3.7 ms (Min.: 1 ms, Max.: 9 ms), eine durchschnittliche Anzahl der Punkte mit einem CI > 0.1 von 84 % (Min.: 63.8 %, Max.: 97.1 %) und eine durchschnittliche Aufnahmezeit von 17.83 h (Min.: 5.18 h, Max.: 42.67 h). Üblicherweise liegt die Belichtungszeit bei 3 ms und die Anzahl der Messpunkte mit einem CI > 0.1 in der Größenordnung von 91 %. Bei den RT und 150 °C Proben muss die Belichtungszeit jedoch mit zunehmendem Verformungsgrad ab der 5 mm Position sukzessive auf bis zu 9 ms erhöht werden, um einen akzeptablen Wert für die Anzahl der Messpunkte mit einem CI > 0.1 zu erreichen. Durch diese langen Belichtungszeiten haben etwa 70 %

der Messpunkte einen $CI > 0.1$. Belichtungszeiten darüber hinaus hätten nur eine geringe Verbesserung gebracht, da bei zunehmender Belichtungszeit der Anteil der Messpunkte mit einem $CI > 0.1$ immer langsamer zunimmt und sich asymptotisch einem Grenzwert annähert.

Zusätzlich wird eine EBSD-Vergleichsmessung der Probe 1s-1_RT am FELMI-ZFE durchgeführt, um die Vorgehensweise bei der Probenpräparation und den EBSD-Messungen validieren zu können bzw. Artefakte auszuschließen.

4.4.1 Datenaufbereitung

Die durch die EBSD-Messungen aufgenommenen Beugungsmuster werden verwendet, um die Orientierungen der einzelnen Messpunkte zu bestimmen. Allerdings können bei unzureichender Oberflächenqualität Schwierigkeiten bei der Indexierung auftreten, bspw. aufgrund von Verschmutzungen, Kratzern oder wenn der Messpunkt auf einer Korngrenze liegt, da sich hier die Beugungsmuster der verschiedenen orientierten Kristallgitter überlagern [55]. Daher wird durch eine anschließende Datenbereinigung, dem „Cleanup“, versucht, die Indexierung zu verbessern [55]. Hierfür stellt die verwendete Software „OIM Analysis“ der Version „8.6.101 x64 [18 Mar 2022]“ von „EDAX“ (in Folge als „OIM“ bezeichnet) verschiedene Methoden zur Verfügung [55]. Die Datenbereinigung der EBSD-Messdaten erfolgt mit drei aufeinanderfolgenden Bereinigungsverfahren [55]: Korn CI Standardisierung, Nachbarschaftsorientierungskorrelation und Korndilatation.

In den Bereinigungs-schritten spielt die Definition des Kornes eine entscheidende Rolle. Ein Korn wird in OIM durch zwei Parameter [55] bestimmt. Der erste Parameter ist der Korntoleranzwinkel, um benachbarte Messpunkte mit einem relativen Orientierungsunterschied, der kleiner als dieser Winkel ist, einer gemeinsamen Gruppe von Messpunkten zuzuordnen. Eine Gruppe von Messpunkten ist vollständig bestimmt, wenn sie von Messpunkten umgeben ist, bei denen der Orientierungsunterschied den Korntoleranzwinkel übersteigt. Diese Grenze entspricht der späteren Korngrenze. Der zweite Parameter ist die Mindestkorngröße, die festlegt, wie viele benachbarte Messpunkte eine Gruppe mindestens umfassen muss, damit diese als Korn bezeichnet wird. Messpunkte, die keinem Korn angehören, da sie im Allgemeinen eine fehlende oder fehlerhafte Indexierung besitzen, werden den Anti-Grains zugeteilt [55]. Auch hier wird eine Mindestanzahl von benachbarten Messpunkten benötigt, um eine Gruppe von Messpunkten als Anti-Grain zu bezeichnen [55].

1) Korn CI Standardisierung

Verwendete Parameter der Korn CI Standardisierung (engl.: grain CI standardization):

- a) Korntoleranzwinkel: 5°
- b) Mindestkorngröße: 2 Messpunkte

Mit einem Korntoleranzwinkel (engl.: grain tolerance angle) von fünf Grad und einer Mindestkorngröße (engl.: minimum grain (anti-grain) size) von zwei Messpunkten wird der Konfidenzindex (CI) aller Messpunkte innerhalb eines Kornes zum Konfidenzindexmaximum des Kornes geändert und somit im Korn standardisiert. Die Kristallorientierung der einzelnen Messpunkte bleibt durch diesen Schritt unverändert.

In Abbildung 29 (a) repräsentieren die verschiedenen Graustufen im Ausgangszustand unterschiedliche Konfidenzwerte, je dunkler, desto schlechter ist der CI in diesem Messpunkt. Die schwarz eingezeichneten Linien stellen die Korngrenzen dar. Das Ergebnis der Korn CI Standardisierung ist in Abbildung 29 (b) dargestellt, bei dem alle Messpunkte eines Kornes den gleichen CI-Wert besitzen.

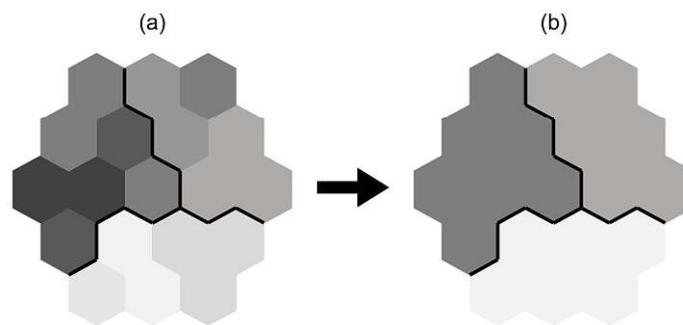


Abbildung 29: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: Korn CI Standardisierung, nach [55]

2) Nachbarschaftsorientierungskorrelation

Verwendete Parameter für die Nachbarschaftsorientierungskorrelation (engl.: neighbor orientation correlation):

- a) Korntoleranzwinkel: 5°
- b) Begrenze die Bereinigung auf Messpunkte mit einem CI kleiner als: 0.1
- c) Reinigungsstufe: 2

Dieses Reinigungsverfahren prüft drei Bedingungen. Erstens muss der betrachtete Messpunkt einen CI kleiner als 0.1 besitzen (engl.: restrict cleanup to points with CIs less than). Zweitens muss der Orientierungsunterschied aller Nachbarmesspunkte, mit der Ausnahme von zwei (Reinigungsstufe), zum betrachteten Messpunkt größer als der Korntoleranzwinkel sein. Drittens muss der Orientierungsunterschied aller Nachbarmesspunkte untereinander, mit der Ausnahme von zwei (Reinigungsstufe), kleiner als der Korntoleranzwinkel sein. Sind alle drei Bedingungen erfüllt, wird dem betrachteten Messpunkt eine zufällige Orientierung eines Nachbarmesspunktes zugeteilt der Bedingung zwei und drei erfüllt. Beim Ausführen von Reinigungsstufe zwei werden zuvor die Stufen null und eins durchlaufen. Abbildung 30 zeigt die Reinigungsstufen null bis zwei.

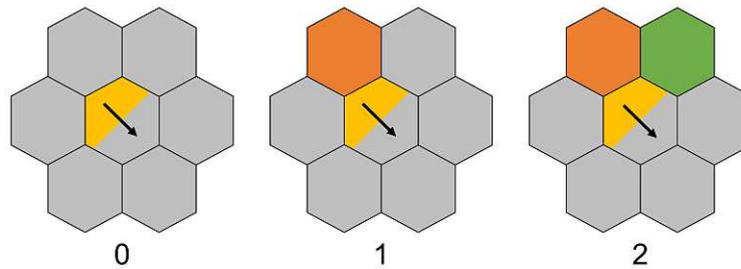


Abbildung 30: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: Nachbarschaftsorientierungskorrelation, nach [55]

3) Korndilation

Verwendete Parameter der Korndilation (engl.: grain dilation):

- Bereinigung von Messpunkten in der anti-grains Gruppe: Ja
- Korntoleranzwinkel: 5°
- Mindestkorngröße: 2 Messpunkte
- Begrenze Bereinigung auf Messpunkte mit einem CI kleiner als: 0.1
- Iterationen: Stopp nach 1 Iteration

Diese Datenbereinigung wird auf Messpunkte angewendet die von Körnern umgeben sind, einen CI kleiner als 0.1 haben und zur Gruppe der anti-grains gehören. Diese Messpunkte werden einem Korn der umgebenden Messpunkte zugeordnet, welches die meisten angrenzenden Messpunkte hat. Haben mehrere Körner die gleiche Anzahl, wird per Zufall zugeteilt. Der so dem Korn zugeteilte Messpunkt erhält die gleiche Orientierung wie das Korn. Dieses Vorgehen wird für eine Iteration (engl.: iterations) auf alle qualifizierenden Messpunkte angewendet. In Abbildung 31 (a) wird der weiße Messpunkt ohne Kornzugehörigkeit dem orangefarbenen Korn in (b) zugeteilt.

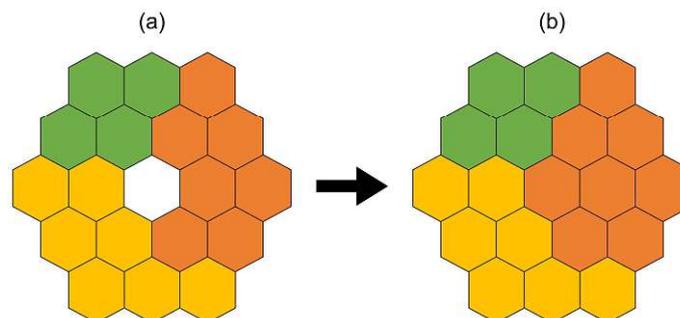


Abbildung 31: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: Korndilation, nach [55]

Durch das durchgeführte Cleanup, bei dem Messpunkte einen neuen CI oder eine neue Orientierung erhalten oder einem neuen Korn zugeteilt werden, stehen der nachfolgenden Auswertung mehr Daten zur Verfügung. Abbildung 32 zeigt zwei IPF-Maps der Probe 50s-1_RT_10mm (a) vor und (b) nach der Datenbereinigung. Die schwarzen Messpunkte repräsentieren diejenigen mit einem CI kleiner als 0.1 und werden bei der weiteren Auswertung nicht berücksichtigt.

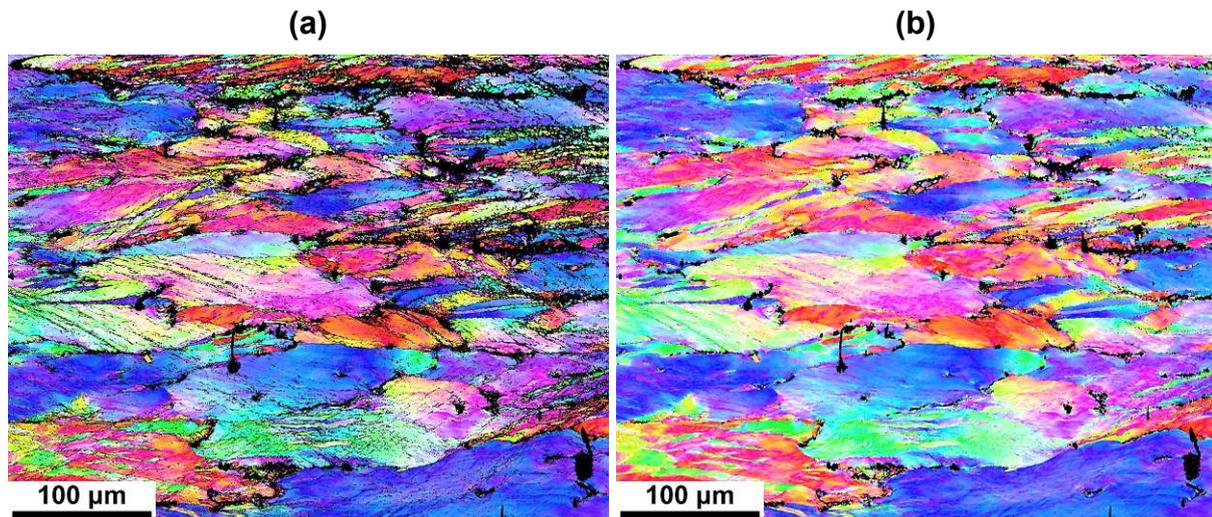


Abbildung 32: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: IPF-Map bzgl. der Probenoberflächennormale der Probe 50s-1_RT_10mm (a) vor und (b) nach der Datenbereinigung

4.4.2 Datenauswertung

4.4.2.1 Geschätzte Versetzungsdichte der GNDs und Kaltverfestigung

Durch die plastische Verformung entstehen im Material lokale Missorientierungen die auch als die durchschnittliche Fehlorientierung der Kernumgebung (KAM, engl.: kernel average misorientation) bezeichnet werden [67]. Diese werden durch Kristallgitterrotationen hervorgerufen und sind eng mit den GNDs verbunden [67], da diese die Krümmung und die Kontinuität des Kristallgitters sicherstellen [31]. Somit kann die geschätzte Versetzungsdichte der GNDs (geschätzte GNDs) durch die Ermittlung der KAM in OIM bestimmt werden.

Um die GNDs ermitteln zu können, wird im ersten Schritt die KAM ermittelt, wobei alle Messpunkte mit einem CI kleiner als 0.1 nicht berücksichtigt werden. Die Methode der KAM ermittelt die Fehlorientierung zwischen dem Messpunkt in der Mitte, dem Kern, und den umliegenden Messpunkten bis zu einem Abstand der durch die Anzahl der Nachbarringe (engl.: nearest neighbor) bestimmt wird. Dem Kern wird anschließend der durchschnittliche Wert der Fehlorientierungen zugeteilt, wobei Fehlorientierungen, die den Parameter der maximalen Missorientierung (engl.: maximum misorientation) überschreiten nicht in die Berechnung des Durchschnittes miteinbezogen werden. In der Auswertung dieser Arbeit beträgt die maximalen Missorientierung 5° und es

werden jeweils nur die äußeren Ringe (engl.: perimeter only) der ersten fünf Nachbarringe verwendet. Die Funktionsweise ist für die äußeren Nachbarringe eins bis drei in Abbildung 33 dargestellt.

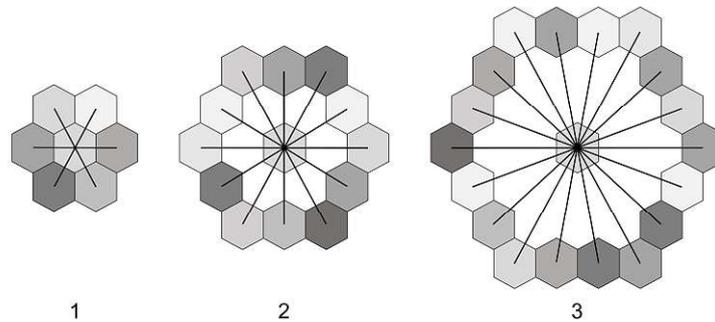


Abbildung 33: Funktionsweise für die KAM für die Nachbarringe 1 bis 3, nach [55]

Das Ergebnis dieser Auswertung ist neben einem Histogramm der KAM-Werte auch der durchschnittliche KAM (KAM_M). Für jede Probenposition werden Ordnung des Nachbarringes n und der zugehörige KAM_M -Wert paarweise dokumentiert, wie am Beispiel von 50s-1_RT_10mm in Tabelle 4 gezeigt. Damit können die geschätzten GNDs und in Folge die geschätzte Kaltverfestigung bestimmt werden.

Tabelle 4: KAM_M -Ergebnisse der Probe 50s-1_RT_10mm

Nachbarring n	KAM_M [°]
1	0.9
2	1.1
3	1.3
4	1.5
5	1.7

Diese ermittelten KAM_M -Werte können jedoch nicht direkt zur Berechnung der geschätzten GNDs verwendet werden, da die Kristallorientierungen der Messpunkte, die für die Ermittlung der KAM_M -Werte verwendet werden, mit einem gewissen Fehler bestimmt werden [67]. Diese Messfehler können dabei z. B. von der Probenpräparation, REM- oder EBSD-Konfiguration, Form sowie Pixelanzahl der CCD-Kamera oder der Datenverarbeitung der Beugungsmuster abhängen, wodurch die Missorientierung mit einem Fehler von 0.1° bis 1° berechnet wird [67].

Um die Einflüsse dieser Messfehler zu reduzieren, wird der Ansatz von Kamaya [67] [68] verwendet, mit dem der tatsächliche KAM (KAM_{true}) zur Berechnung der geschätzten GNDs ermittelt wird [67]. Dazu wird eine Regressionsgerade durch die paarweisen KAM_M -Werte und Nachbarringe n gelegt, welche durch die Geradengleichung in Formel (4) beschrieben wird [33].

$$KAM_M(n) = KAM_{BGN} + n \cdot KAM_{true} \quad (4)$$

In dieser Gleichung ist der Achsenschnittpunkt bei $n = 0$ das Hintergrundrauschen KAM_{BGN} welches die Messgenauigkeit beschreibt [67]. Bei keiner Messungenauigkeit der $KAM_M(n)$ -Werte ist dieser Wert null und steigt mit zunehmender Messungenauigkeit an [68]. Im Gegensatz dazu, zeigt der tatsächliche KAM KAM_{true} keine großen Abhängigkeiten von Messfehlern [67] und stellt daher den um den Messfehler bereinigten KAM_M dar. Somit kann der KAM_{true} durch das Ermitteln der Steigung einer Regressionsgeraden durch die $KAM_M(n)$ -Werte als Funktion der Nachbarschaftsordnung n bestimmt werden [33]. Damit lassen sich die geschätzten GNDs ρ_{GND} nach Formel (5) [69] [70] aus der geometrischen Konstante c , der KAM_{true} (in rad), dem Burgersvektor b von Aluminium und der Schrittweite u der EBSD-Messungen berechnen.

$$\rho_{GND} = \frac{c \cdot KAM_{true}}{u \cdot b} \quad (5)$$

Dabei wird c auf Drei [70] festgelegt, die Schrittweite u der EBSD-Messungen ist $0.1 \mu\text{m}$ und der Burgersvektor b beträgt 0.286 nm [71]. Somit ergeben sich für das Beispiel der Probe 50s-1_RT_10mm mit einem KAM_{true} von 0.2155° (0.0038 rad) geschätzte GNDs von rund $0.4 \cdot 10^{15} \text{ m/m}^3$.

Zur Bestimmung der geschätzten Kaltverfestigung σ_{WH} (engl.: work hardening (WH)) wird die modifizierte Taylor Gleichung verwendet.

Die ursprüngliche Taylor Gleichung beschreibt die Kaltverfestigung, indem sie einen Zusammenhang zwischen der Fließspannung σ und der Versetzungsdichte ρ des Werkstoffes herstellt [72]. Ausgangspunkt ist die Schubspannung $G \cdot b/r$ die benötigt wird, um zwei Versetzungen mit Abstand r auf unterschiedlichen Gleitebenen aneinander vorbei zu bewegen [72]. Durch die Definition des durchschnittlichen Abstandes zwischen zufällig verteilten Versetzungen von $r = 1/\rho^{1/2}$, dem Schubmodul G und dem Burgersvektor b ergibt sich die Fließspannung zu $\sigma = \sigma_0 + \alpha \cdot G \cdot b \cdot \rho^{1/2}$ [72]. Der Parameter σ_0 definiert die Fließspannung in einem Werkstoff ohne Versetzungen [72], α ist der Kaltverfestigungskoeffizient ($\alpha = 0.05 \dots 2.6$) [71] [72] und die Versetzungsdichte ρ ist die Summe der ρ_{GND} und ρ_{SSD} [73].

Durch das Erweitern dieser Gleichung durch den Taylor-Faktor M , der den Zusammenhang zwischen der Fließspannung eines Einkristalls und der Fließspannung eines Vielkristall (Polykristalls) herstellt, kann die abgewandelte Taylor Gleichung als $\sigma = \sigma_0 + \alpha \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \rho^{1/2}$ angeschrieben werden [72]. Der zweite Term in dieser Gleichung repräsentiert die Verfestigung durch die Versetzungen [74]. Da die Kaltverfestigung durch die GNDs berechnet wird kann die Gleichung gemäß Formel (6) angeschrieben werden.

$$\sigma_{WH} = \alpha \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{GND}} \quad (6)$$

Dabei wird der Kaltverfestigungskoeffizient α auf 0.34 [71], der Taylor-Faktor M auf 3.06 [71] festgelegt und der Schubmodul G beträgt $29438.4-15.052 \cdot T$ [71], womit dieser von der Temperatur T (in Kelvin) während der plastischen Verformung abhängig ist. Somit ergibt sich mit den zuvor berechneten geschätzten GNDs und einer Temperatur T von 298.15 K (25 °C) eine geschätzte Kaltverfestigung von rund 147 N/mm².

Mit dieser Vorgehensweise können für jede Probenposition die geschätzten GNDs sowie die geschätzte Kaltverfestigung ermittelt und gegen die effektive plastische Dehnung (ϵ_p oder EPD) aufgetragen werden. Diese EPD ist der plastische Anteil der Dehnung nach Beginn der plastischen Verformung [75]. Somit beginnt die EPD bei null und einer Spannung, die der Fließgrenze entspricht [75], welche bei Aluminium durch die Spannung der 0.2 %-Dehngrenze $R_{p0.2}$ festgelegt ist [22]. Die EPDs werden aus den Ergebnissen von FEM-Analysen von Alexander Wenda (Montanuniversität Leoben) ermittelt und sind als EPD-Verläufe in Abbildung 67 im Anhang 12.5 abgebildet. Dabei werden die EPD-Werte der Probenpositionen mit den FEM-Datensätzen durch Interpolation bestimmt. Da jede Probe abhängig von Dehnrate und Temperatur ihren eigenen Dehnungsverlauf hat, unterscheiden sich die Werte der EPDs voneinander. Um jedoch eine konsistente Darstellung der Ergebnisse in dieser Arbeit zu schaffen, werden die EPDs der jeweiligen Probenpositionen unabhängig von Dehnrate und Temperatur gemittelt (z. B. EPD für 10 mm ist der Mittelwert alle EPDs bei 10 mm). Diese Entscheidung wird getroffen, da sich die Werte der EPDs zwischen den Proben nur geringfügig unterscheiden (siehe EPD_{\max} - und EPD_{\min} -Werte in Tabelle 5). Dadurch ergeben sich für die Probenpositionen die in Tabelle 5 angeführten EPDs. Im vorliegenden Beispiel bedeutet das eine EPD von 1.2.

Tabelle 5: Probenposition mit entsprechender EPD sowie die maximalen und minimalen EPD-Werte

	Probenposition [mm]				
	1	5	10	15	20
EPD [-]	0.42	0.81	1.24	1.59	1.79
EPD _{max} [-]	0.43	0.82	1.27	1.66	1.88
EPD _{min} [-]	0.42	0.80	1.21	1.54	1.69

4.4.2.2 Subkorngröße

Die Subkorngrößen eines Kornes können mit OIM nicht direkt ausgewertet werden. Außerdem kann das Verfahren zur Bestimmung der Subkorngrößen nur an IPF-Maps durchgeführt werden in denen die Subkörner relativ klar voneinander getrennt sind. Dadurch können die Subkörner nicht in allen Temperaturzuständen ermittelt werden. Daher wird die Auswertung exemplarisch an den Probenpositionen 1 mm, 10 mm und 20 mm der Probe 1s-1_550C manuell durchgeführt. Dafür wird in OIM der „Vector Profile Mode“ verwendet, der die Fehlorientierung der Messpunkte entlang einer in der IPF-Map gezogenen Linie in Bezug zum Linienursprung ausgibt. Um die Subkorngröße eines Kornes zu bestimmen wird diese Linie innerhalb eines Kornes gezogen (siehe Abbildung 34 (a) in der die Linie vom Punkt startet und beim Pfeil endet), wodurch das in (b) abgebildete Diagramm erzeugt wird. Mit diesem Diagramm lässt sich die mittlere Subkorngröße des Kornes bestimmen, indem die einzelnen Längen der Plateaus (siehe exemplarisch markierte Plateaus a und b in Abbildung 34 (b)) ermittelt und gemittelt werden. Mit diesem Vorgehen wird die Subkorngröße der Probenpositionen bestimmt, indem der Mittelwert der mittleren Subkorngröße von zehn Körnern ermittelt wird.

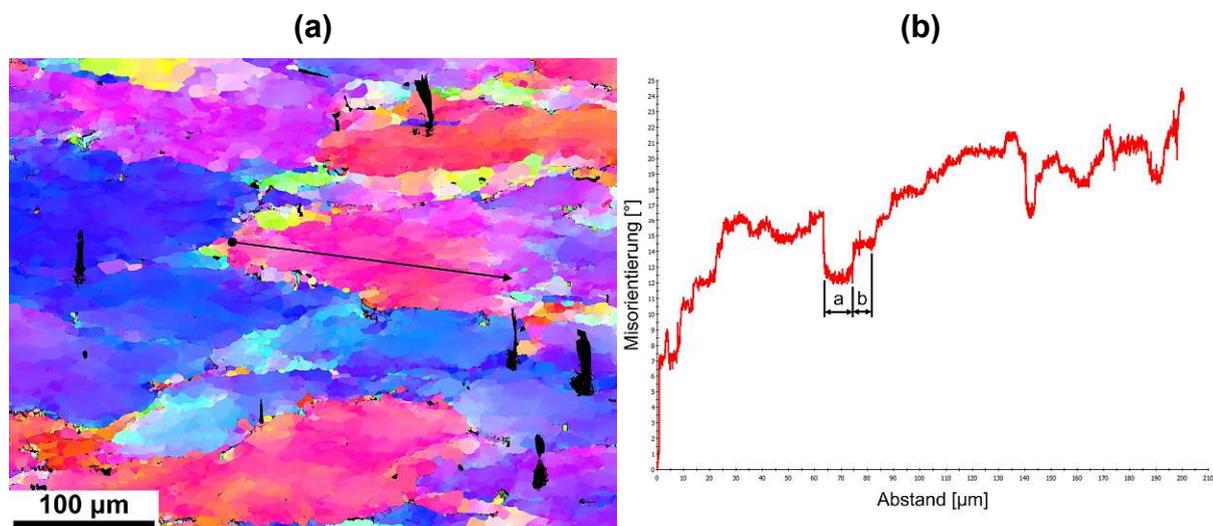


Abbildung 34: Ermittlung der Subkorngrößen eines Kornes der Probe 1s-1_550C_10mm

4.5 LM-Aufnahmen

Von den Proben [1, 50]s-1_[RT, 350, 550]C_[1, 5, 10, 15, 20]mm werden LM-Aufnahmen bei einer 500x Vergrößerung aufgenommen. Dabei werden um die Mitte jeder Probenposition neun Aufnahmen mit möglichst wenig Überdeckung, wie es im Aufnahmeraster in Abbildung 35 und Abbildung 36 dargestellt ist, aufgenommen. Jede Aufnahme hat eine Aufnahmefläche von $275 \mu\text{m} \times 206 \mu\text{m}$ (0.057 mm^2), womit der 3x3 Raster eine Fläche von rund $825 \mu\text{m} \times 618 \mu\text{m}$ (0.51 mm^2) abbildet. Für die Bezeichnung dieser Aufnahmen wird das Benennungsschema der Proben um die Nummer der Rasterzelle ergänzt, z. B. 1s-1_550C_10mm_6.

		Probenposition													
		1 mm			5 mm			10 mm			15 mm			20 mm	
Proben- mitte	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
	4	5	6	4	5	6	4	5	6	4	5	6	4	5	6
	7	8	9	7	8	9	7	8	9	7	8	9	7	8	9

Abbildung 35: Aufnahmeraster der LM-Aufnahmen

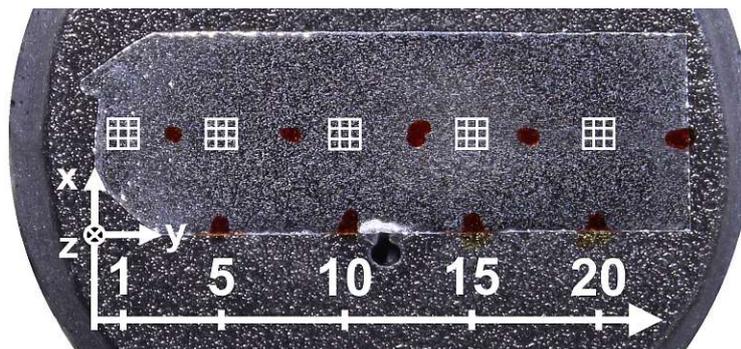


Abbildung 36: Schematische Darstellung der Positionen der Aufnahmeraster der LM-Aufnahmen mit Probenpositionen und Probenkoordinatensystem der Probe 50s-1_550C

4.5.1 Datenaufbereitung

Insgesamt werden 270 LM-Aufnahmen aufgenommen, die im ersten Schritt mit dem Bildbearbeitungsprogramm „GIMP 2.10.36“ von Kratzern und Verschmutzungen befreit werden. Anschließend wird die Software „Fiji 2.14.0“ mit „ImageJ 1.54f“ verwendet, um die Aufnahmen für die Datenauswertung vorzubereiten. Dabei werden die Aufnahmen einerseits nur für die Fe Ausscheidungen und andererseits sowohl für Fe und Mg_2Si Ausscheidungen ($\text{Fe}+\text{Mg}_2\text{Si}$) separat ausgewertet. Das Ziel ist es in jeder Aufnahme die Fe bzw. $\text{Fe}+\text{Mg}_2\text{Si}$ Ausscheidungen vom Rest zu isolieren.

Ausgehend von den aufgenommenen LM-Aufnahmen, wie bspw. der Probe 1s-1_550C_1mm_6 in Abbildung 37 (a), sind für die Aufbereitung eine Reihe von Schritten notwendig die mit Fiji Makro Befehlen automatisiert werden (siehe Tabelle 7 im Anhang 12.2), wobei der grundsätzliche Ablauf mit der Reduzierung des leichten

Helligkeitsabfalles zum Rand der Aufnahmen hin startet. Darauf folgen für Fe und Fe+Mg₂Si leicht unterschiedliche Bearbeitungsschritte bzw. es werden andere Parameter verwendet. Dabei werden nach einer Kontrasterhöhung der Aufnahmen ausschließlich Pixel ausgewählt die zwischen einem oberen und unteren Schwellwert liegen. Diese Schwellwerte werden so gewählt, dass die Fe oder Fe+Mg₂Si Ausscheidungen als weiße Flächen auf schwarzem Hintergrund erscheinen. In den abschließenden Schritten werden einzelne Pixelausreißer entfernt sowie Löcher und Konturen der Ausscheidungen geschlossen. Die resultierenden schwarz-weißen aufbereiteten LM-Aufnahmen (A-LM-Aufnahmen) der Probe 1s-1_550C_1mm_6 sind in Abbildung 37 (b) für Fe (Fe A-LM-Aufnahmen) und in (c) für Fe+Mg₂Si (Fe+Mg₂Si A-LM-Aufnahmen) Ausscheidungen abgebildet.

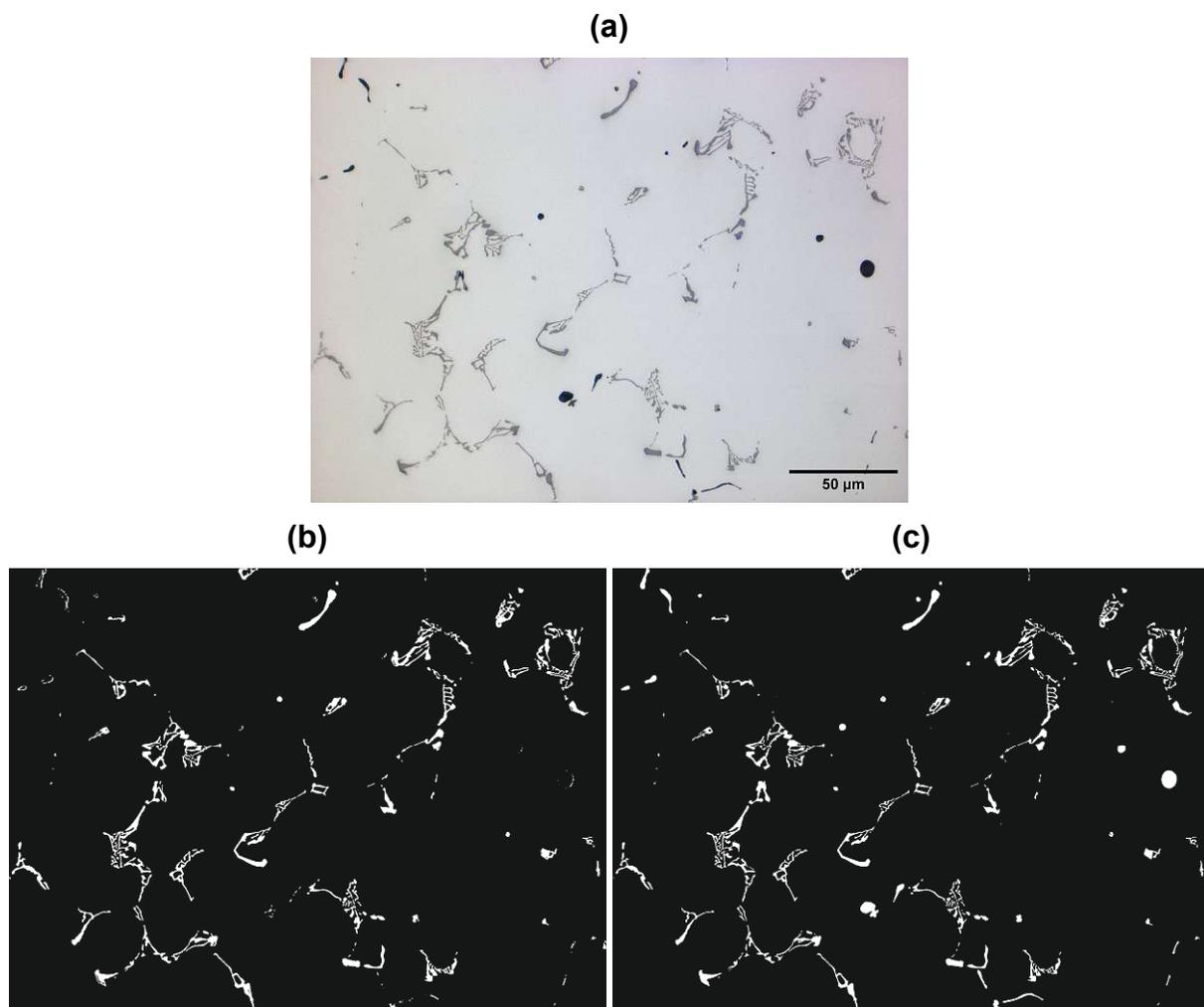


Abbildung 37: Probe 1s-1_550C_1mm_6: (a) vor der Datenaufbereitung, (b) Fe A-LM-Aufnahme und (c) Fe+Mg₂Si A-LM-Aufnahme ((a) und (b) haben den gleichen Maßstab wie (a) bzw. Aufnahmegröße: 275 µm x 206 µm)

4.5.2 Datenauswertung

Bei der Datenauswertung werden die A-LM-Aufnahmen analysiert, um daraus Kennwerte der Mikrostruktur zu ermitteln. Diese Auswertung wird ebenfalls durch den Einsatz von Fiji Makro Befehlen automatisiert (siehe Tabelle 9 im Anhang 12.3). Im ersten Schritt wird die Größe der Aufnahme durch das Setzen eines Maßstabes festgelegt, wobei eine bestimmte Pixelanzahl einer definierten Länge entspricht. Bei den LM-Aufnahmen entsprechen 470 Pixel einer Länge von 50 μm . Im zweiten Schritt werden verschiedene Kennwerte der Ausscheidungen, auch Partikel genannt, ermittelt. Für die Auswertung werden folgende Parameter verwendet: die gesamte Partikelanzahl (Count), der prozentuale Flächenanteil der Partikel in % (%Area), die durchschnittliche Größe der Partikel in μm^2 (Average Size), die Partikel Zirkularität (Circ.), der durchschnittliche Partikelumfang in μm (Perim.), der gesamte Partikelumfang in μm (Total Perim.) sowie die Höhe und Breite der A-LM-Aufnahmen in Pixel. Anschließend werden aus diesen Daten entweder weitere Auswerteparameter berechnet oder direkt verwendet, um den Mittelwert und die Standardabweichung aus den neun LM-Aufnahmen pro Probenposition zu bestimmen und gegen den entsprechenden gemittelten EPD-Wert (siehe Kapitel 4.4.2.1 und Tabelle 5) in einem Diagramm aufzutragen.

4.6 BSE-Aufnahmen

Die BSE-Aufnahmen wurden von Moritz Theissing (FELMI-ZFE) für die Probe 1s-1_550C aufgenommen, um die LM-Auswertung dieser Arbeit zu validieren. Dabei wird die gesamte Oberfläche der Probe durch die Aufnahme von 333 Einzelaufnahmen vollständig abgebildet, wobei eine Aufnahme einer Fläche von 768 μm x 1024 μm (0.786 mm^2) entspricht. Abbildung 38 zeigt eine Collage dieser Aufnahmen, wobei in x_{BSE} -Richtung neun Aufnahmen und in die y_{BSE} -Richtung 37 Aufnahmen angeordnet sind. Das darin eingezeichnete x_{BSE} - y_{BSE} BSE-Aufnahmen Koordinatensystem dient ausschließlich zur Bezeichnung der einzelnen BSE-Aufnahmen.

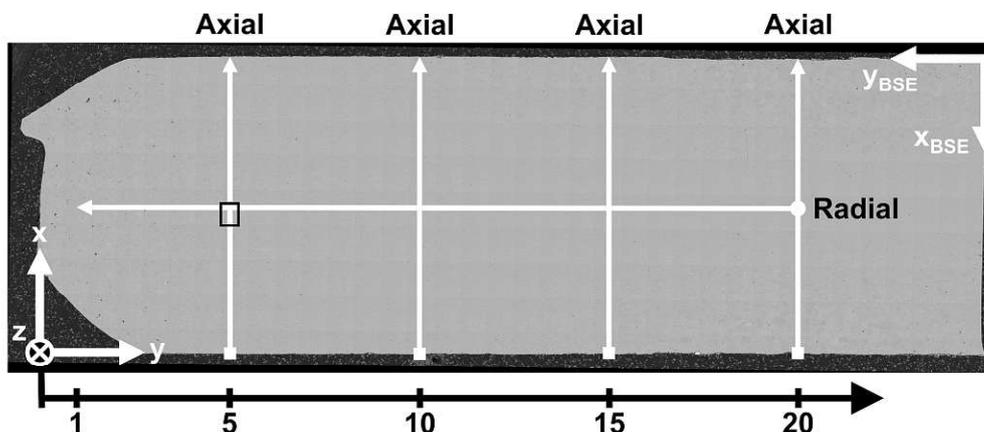


Abbildung 38: BSE-Aufnahmen Collage der Probe 1s-1_550C mit x_{BSE} - y_{BSE} BSE-Aufnahmen Koordinatensystem, Probenpositionen, x-y-z Probenkoordinatensystem, axial und radial Richtungen der EPD-Verläufe und die rechteckig markierte Position des Ausschnittes in Abbildung 52 an $x_{\text{BSE}} = 5$ und $y_{\text{BSE}} = 29$, nach [M. Theissing]

4.6.1 Datenaufbereitung

Die Datenaufbereitung der BSE-Aufnahmen erfolgt analog zu der Vorgehensweise bei den LM-Aufnahmen. Es werden jedoch geringfügige Abwandlungen der Makro Befehle und Parameter verwendet (siehe Tabelle 8 im Anhang 12.2).

4.6.2 Datenauswertung

Die Datenauswertung der A-BSE-Aufnahmen erfolgt analog zu der Vorgehensweise bei den A-LM-Aufnahmen mit Fiji, wobei die gleichen Auswerteparameter ermittelt werden. Der einzige Unterschied besteht in den Werten, die den Maßstab festlegen, da bei den BSE-Aufnahmen ein Pixel einer Länge von 125 nm entspricht.

Im nächsten Schritt wird ermittelt, dass sich in der y_{BSE} -Richtung die 1 mm Probenposition in der 35. BSE-Aufnahme ($y_{\text{BSE}} = 35$) befindet, während die 20 mm Probenposition in der 7. BSE-Aufnahme ($y_{\text{BSE}} = 7$) liegt. In der x_{BSE} -Richtung liegt die Probenunterseite ($x = 0$ mm) mittig in der 9. BSE-Aufnahme ($x_{\text{BSE}} = 9$), die Probenoberseite ($x = 8$ mm) mittig in der 1. BSE-Aufnahme ($x_{\text{BSE}} = 1$) und die halbe Probenhöhe ($x = 4$ mm) liegt mittig in der 5. BSE-Aufnahme ($x_{\text{BSE}} = 5$). Somit kann für jede BSE-Aufnahme sowohl in y -Richtung (radiale Richtung) eine Probenposition als auch in x -Richtung (axiale Richtung) eine Höhenposition durch gleichmäßiges Aufteilen der Länge auf die Anzahl der BSE-Aufnahmen berechnet werden.

Die Auswerteparameter werden nicht wie bei den EBSD-Messungen und LM-Aufnahmen gegen die gemittelten EPDs aufgetragen, sondern gegen der an dieser Stelle tatsächlichen EPD. Zur Ermittlung dieser, werden auch hier die FEM-Analysen verwendet, um mit den zuvor ermittelten Proben- und Höhenpositionen die EPD-Werte durch Interpolation zu berechnen. Die FEM-Ergebnisse sind als Diagramme im Anhang 12.5 für die radiale Richtung entlang der halben Probenhöhe in Abbildung 67 (c) und für die axialen Richtungen in Abbildung 68 an den Probenpositionen von (a) 5 mm, (b) 10 mm, (c) 15 mm und (d) 20 mm abgebildet.

In radialer Richtung wird der EPD-Wert jeder BSE-Aufnahme ($y_{\text{BSE}} = 7-35$) an der zuvor berechneten Probenposition in halber Probenhöhe ($x_{\text{BSE}} = 5$) ermittelt (also für alle BSE-Aufnahmen entlang des radialen Pfeils in Abbildung 38). In axialer Richtung wird der EPD-Wert jeder BSE-Aufnahme ($x_{\text{BSE}} = 1-9$) an der zuvor berechneten Höhenposition (also für alle BSE-Aufnahmen entlang des axialen Pfeils in Abbildung 38) an den radialen Probenpositionen 5 mm, 10 mm, 15 mm und 20 mm ermittelt.

Die so ermittelten Auswerteparameter und EPD-Werte können direkt verwendet werden, um den Verlauf in radialer Richtung auf halber Probenhöhe zu erstellen. Im Gegensatz dazu müssen die Auswerteparameter der axialen Verläufe an den vier radialen Probenpositionen durch Interpolation berechnet werden, da diese in der Regel zwischen den berechneten radialen Probenpositionen der BSE-Aufnahmen liegen.

5 Resultate und Diskussion

Die in Abbildung 27 in Kapitel 4.3 eingezeichneten Probenpositionen von 1 mm, 5 mm, 10 mm, 15 mm und 20 mm sowie das Probenkoordinatensystem sind für alle in dieser Arbeit abgebildeten IPF-Maps, LM-Aufnahmen, BSE-Aufnahmen sowie deren A-Aufnahmen (nachbearbeitet) gültig.

In den folgenden Diskussionen bezieht sich eine hohe Verformung oder ein hoher Umformgrad auf die Probenmitte bei 20 mm, während eine geringe Verformung oder ein geringer Umformgrad den Probenrand bei 1 mm beschreibt.

5.1 EBSD-Messungen

5.1.1 IPF-Maps

Anhand der IPF-Maps können Mikrostrukturveränderungen sowohl quantitativ als auch qualitativ ausgewertet werden. Dabei verwenden die IPF-Maps in dieser Arbeit die in Abbildung 39 dargestellte Farblegende, um die Kristallorientierungen relativ zur z-Achse des Probenkoordinatensystems darzustellen. Dabei hat jede abgebildete IPF-Map Abmessungen von $432 \mu\text{m} \times 338 \mu\text{m}$. Das Probenkoordinatensystem, die Farblegende sowie die Nennung der Referenzachse der Kristallorientierung sind für alle in dieser Arbeit abgebildeten IPF-Maps gültig und werden nicht erneut angeführt. Die schwarzen Bereiche in den IPF-Maps kennzeichnen Messpunkte mit einem $CI < 0.1$. Ein niedriger CI kann in stark verformten Bereichen auftreten oder durch Ausscheidungen (Fe oder Mg_2Si) bedingt sein.

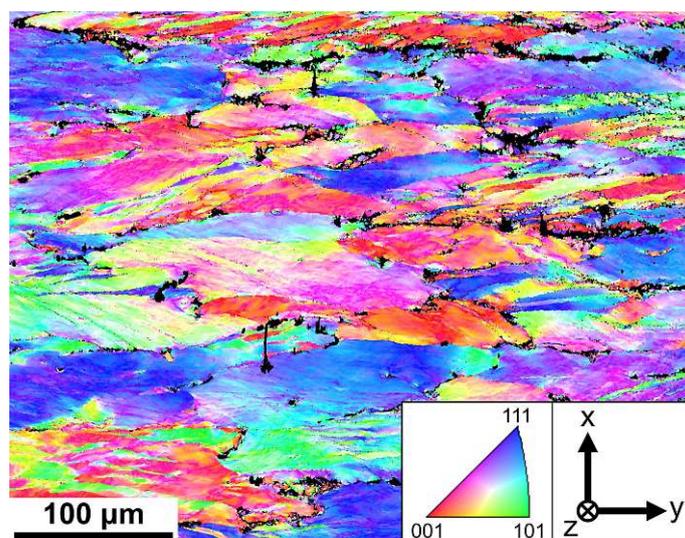


Abbildung 39: IPF-Map der Probe 50s-1_RT_10mm bezogen auf die z-Achse des Probenkoordinatensystems, Maßstab, Farblegende und Probenkoordinatensystem

5.1.2 Substruktur

In der Literatur werden verschiedene Einteilungen der Substruktur diskutiert, bspw. in [37] [46]. Jedoch ist die Charakterisierung der Substrukturelemente in den IPF-Maps dieser Arbeit gemäß diesen Definitionen schwierig. Aufgrund der Tatsache, dass bspw. Zellengrenzen mit nur wenigen Versetzungen und geringen Fehlorientierungswinkeln im Rauschen der EBSD-Messung untergehen können, ist es schwierig einzelne Zellen eindeutig zu erkennen. Aus diesem Grund wird in dieser Arbeit kein Versuch unternommen, die Substruktur und Grenzflächen anhand der verschiedenen Kategorien zu unterscheiden. Stattdessen werden generische Bezeichnungen verwendet.

Abbildung 40 bzw. Abbildung 41 bietet einen Überblick über alle IPF-Maps der Dehnrates von 1 s^{-1} bzw. 50 s^{-1} bei verschiedenen Temperaturen, wobei jede IPF-Map eine Probenposition auf der Doppelkegelprobe repräsentiert. Größere Darstellungen der jeweiligen IPF-Map sind im Anhang 12.4 abgebildet.

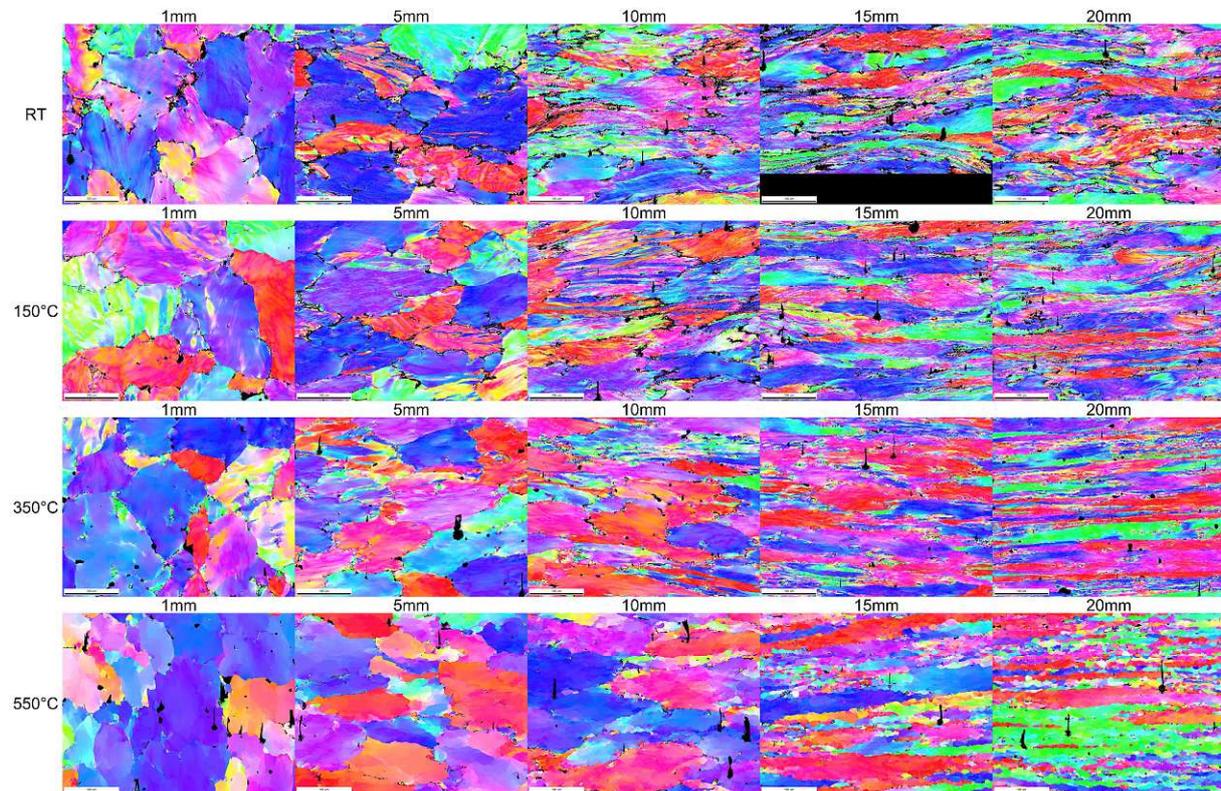


Abbildung 40: Übersicht aller IPF-Maps der Dehnrates 1 s^{-1} bei unterschiedlichen Temperaturen und Probenpositionen, IPF-Map Abmessung: $432 \mu\text{m} \times 338 \mu\text{m}$

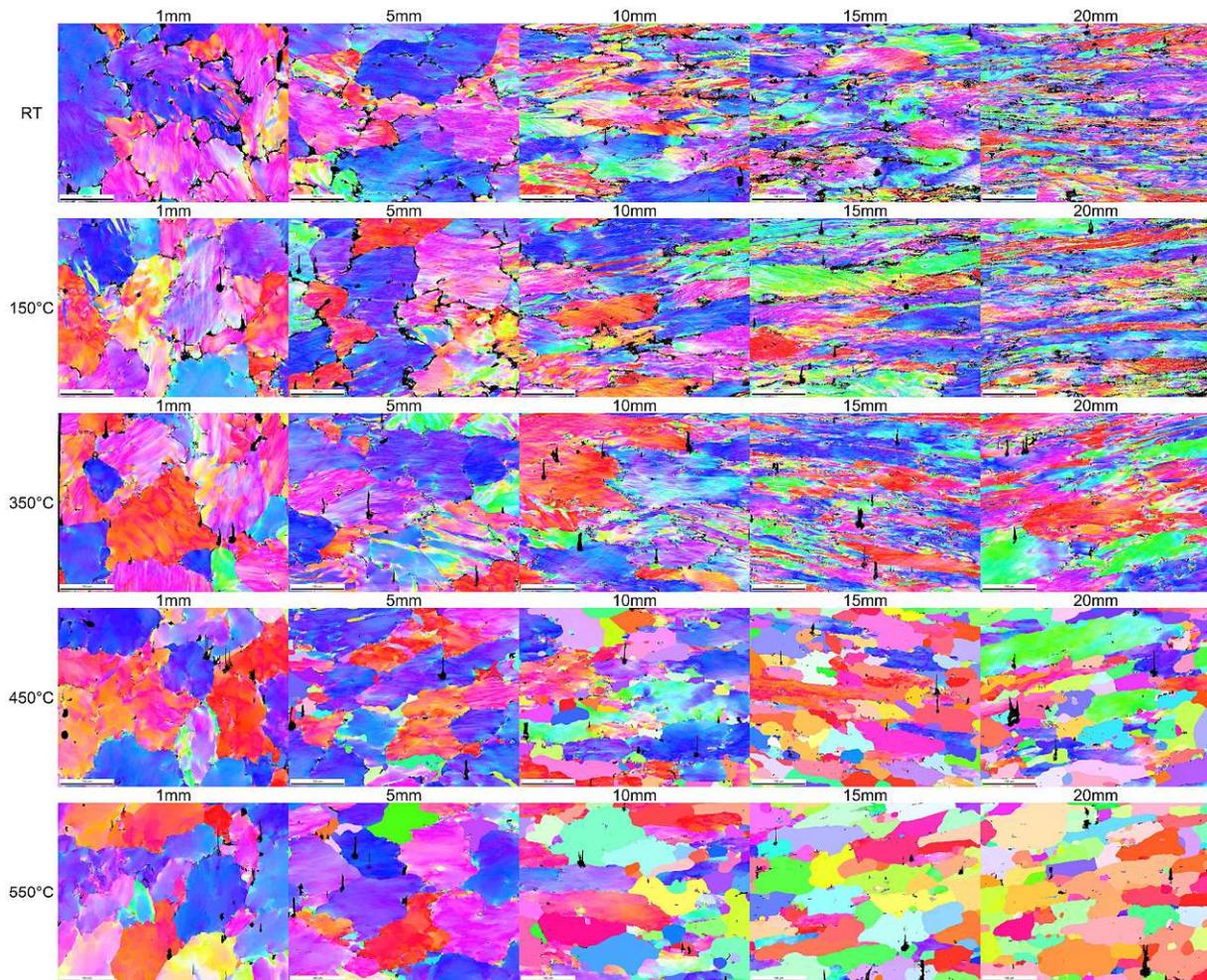


Abbildung 41: Übersicht aller IPF-Maps der Dehnrates 50 s^{-1} bei unterschiedlichen Temperaturen und Probenpositionen, IPF-Map Abmessung: $432 \mu\text{m} \times 338 \mu\text{m}$

Die Übersichten aller IPF-Maps der beiden Dehnraten zeigt, dass die Körner des Gefüges bei zunehmendem Umformgrad in Richtung Probenmitte (20 mm) sukzessive in Richtung der x-Achse zusammengedrückt und entlang der y-Achse gestreckt werden, wobei sie sich parallel zur y-Achse ausrichten. Mit zunehmender Temperatur baut sich die Substruktur bei beiden Dehnraten allmählich durch Erholung ab. Im Gegensatz zur Dehnrates von 1 s^{-1} kommt es bei 50 s^{-1} bei höheren Temperaturen zwischen $350 \text{ }^\circ\text{C}$ und $450 \text{ }^\circ\text{C}$ und größeren Umformgraden zur Rekristallisation. Es ist anzunehmen, dass das Gefüge bei $450 \text{ }^\circ\text{C}$, wenn es Zeit gehabt hätte, vollständig rekristallisiert wäre. Dies stellt im Vergleich zur Dehnrates von 1 s^{-1} einen signifikanten Unterschied dar, der auf eine zunehmende Dehnratesabhängigkeit bei höherer Temperatur zurückzuführen ist.

Da die Versetzungsdichteentwicklung generell temperatur- und dehnratesabhängig ist, sind bei der schnellen Dehnrates von 50 s^{-1} mehr Versetzungen im Material vorhanden als bei der langsamen von 1 s^{-1} [23]. Konkret werden bei 50 s^{-1} mehr Versetzungen erzeugt. Dadurch steigt die im Werkstoff gespeicherte Energie, die wiederum die Triebkraft der Rekristallisation erhöht [23]. Dieser Anstieg der Versetzungsdichte führt zur Senkung der Rekristallisationstemperatur, wodurch die Rekristallisation bereits bei

niedrigeren Temperaturen einsetzt [23]. Zusätzlich steigt aufgrund der schnellen Dehnrates die Temperatur im Werkstoff, da ein Großteil der Verformungsenergie in Wärme umgewandelt wird, die u. U. nicht schnell genug abgeführt werden kann [23] [76]. Da die Rekristallisation thermisch aktiviert wird und diffusionsgesteuert ist, führt dieser zusätzliche Temperaturanstieg zu einer beschleunigten Diffusion, wodurch die Geschwindigkeit der Rekristallisation ebenfalls steigt [24].

Im Gegensatz dazu hat die Erholung bei der langsamen Dehnrates von 1 s^{-1} mehr Zeit die Versetzungsdichte im Material zu reduzieren. Dadurch bleibt die Triebkraft für die Rekristallisation gering und die Rekristallisationstemperatur wird nicht gesenkt, wodurch keine weitreichende Rekristallisation einsetzt.

5.1.2.1 Dehnrates 1 s^{-1}

Die Körner des Gefüges bei RT mit geringer Verformung am Probenrand (1 mm) in Abbildung 42 (a) zeigen eine rundliche Form (gleichachsig), während in ihrem Inneren ein feiner Orientierungsgradient zu erkennen ist. Die bei zunehmendem Umformgrad in Richtung Probenmitte (20 mm) sukzessiv zusammengedrückten Körner sind in Abbildung 42 (b) abgebildet und bestehen im Inneren aus kleinen Subkörnern (siehe Abbildung 44 (c) und (f)). Diese feinen Subkörner entstehen durch die Verformung, bei der sich die entstehenden Versetzungen nicht mehr gleichmäßig verteilen, sondern zusammenlagern und Subkorn Grenzen mit hoher Versetzungsdichte bilden [21].

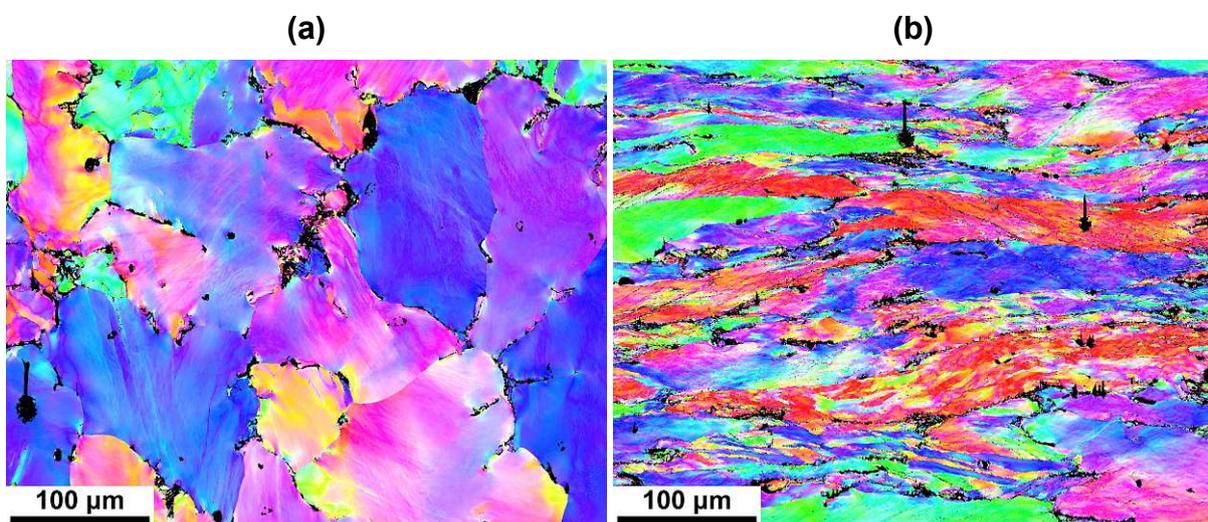


Abbildung 42: IPF-Maps der Probe: (a) 1s-1_RT_1mm, (b) 1s-1_RT_20mm

Bei steigender Temperatur wird die Substruktur durch Erholung abgebaut. Daher verschwindet am Probenrand zwischen 350 °C und 550 °C der Orientierungsgradient innerhalb der Körner und führt zur Bildung von rundlichen und größeren Subkörnern (siehe Abbildung 43 (a) und Abbildung 44 (d)). In der Probenmitte baut sich ebenfalls bis zur Temperatur von 550 °C die feine Substruktur ab, wobei nur wenige flachgedrückte Körner mit Substruktur zurückbleiben (siehe Abbildung 43 (b)).

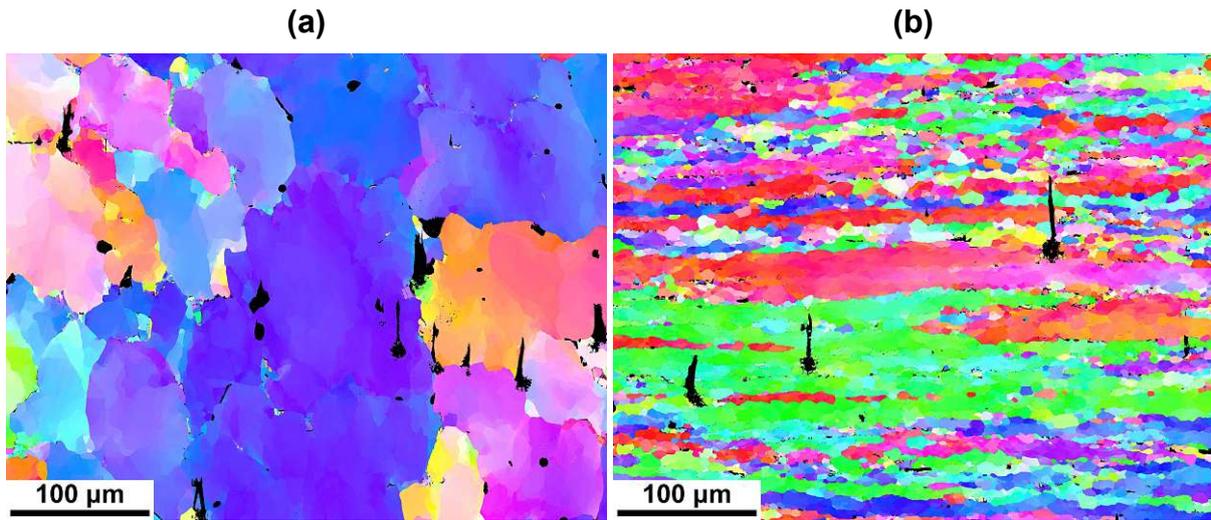


Abbildung 43: IPF-Maps der Probe: (a) 1s-1_550C_1mm und (b) 1s-1_550C_20mm

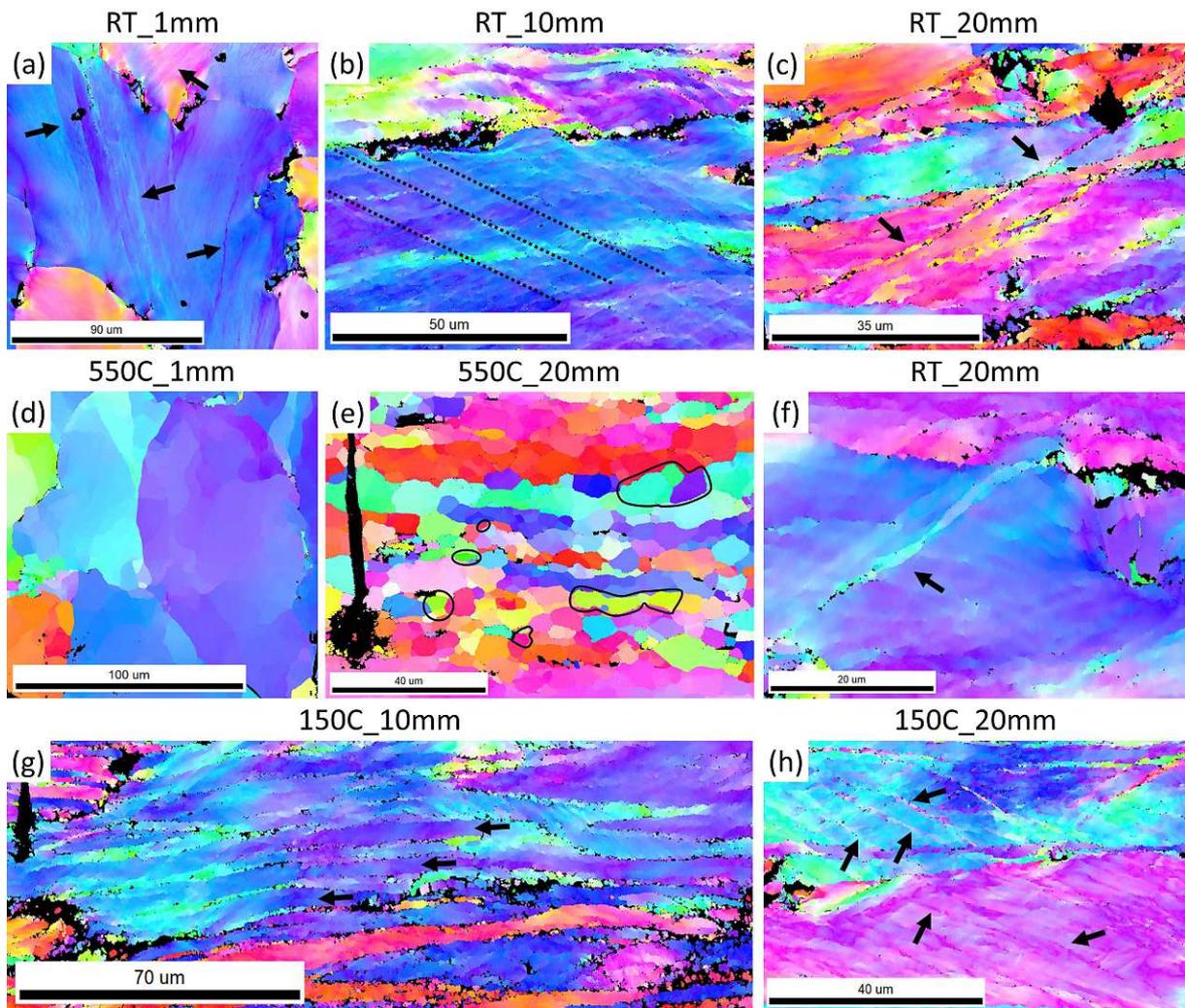


Abbildung 44: IPF-Map Ausschnitte der Dehnrate $1s^{-1}$: (a) Orientierungsgradienten und Scherbänder, (b) Scherbänder, (c) Makro-Scherband, (d) Subkörner, (e) markierte versetzungsfreie Körner, (f) Mikro-Scherband, (g) Scherbänder oder sich durchdringende Körner, (h) Mikro-Scherbänder

Ab 350 °C entstehen in der Probenmitte einige sehr kleine Körner in rundlicher Form, von denen eine sehr geringe Anzahl versetzungsfrei ist. Bei 550 °C sind in der Probenmitte viele kleine rundliche Körner vorhanden, wobei die meisten eine leichte Substruktur aufweisen und nur wenige versetzungsfrei sind (siehe Markierungen in Abbildung 44 (e)). Die Bildung der neuen Körner aus dem flachgedrückten Gefüge ist ausschließlich durch Rekristallisation möglich. Somit ist die Triebkraft, die sich aus der plastischen Verformung bzw. den Versetzungen ergibt, ausreichend hoch, um den Rekristallisationsprozess anzustoßen. Einige der kleinen Körner weisen eine leichte Substruktur auf, was darauf hindeuten könnte, dass sie zu Beginn der Verformung durch dynamische Rekristallisation gebildet wurden, und im Verlauf des Stauchversuchs eine neue Substruktur entstanden ist. Die kleinen, versetzungsfreien und gleichachsigen Körner sind im Gegensatz vermutlich im kurzem Zeitfenster zwischen dem Ende des Stauchversuchs und dem Abschreckvorgang durch statische Rekristallisation entstanden. Allerdings war die Triebkraft nicht ausreichend hoch, um die Körner innerhalb dieses Zeitfensters schnell genug wachsen zu lassen, wodurch das Gefüge nicht vollständig rekristallisieren konnte.

Bis zu einer Temperatur von 350 °C sind sowohl Mikro- als auch Makro-Scherbänder erkennbar, wobei diese in verschiedenen Formen auftreten. In Abbildung 44 (a), (h) und (f) sind auf das Korn beschränkte Mikro-Scherbänder, die in verschiedenen Winkeln zur y-Achse verlaufen (zwischen 26° und 77°), durch Pfeile hervorgehoben.

Breite Scherbänder, bei denen Bereiche eines Kornes kollektiv schief zur y-Achse verschoben wurden, sind in Abbildung 44 (b) zu sehen.

Neben diesen zur y-Achse geneigten Scherbändern gibt es auch solche die scheinbar parallel zur y-Achse verlaufen (siehe Abbildung 44 (g)) und meist durch ein bis zwei kleine Subkörner getrennt werden. Alternativ können diese Bereiche jedoch auch als sich durchdringende Körner interpretiert werden.

Auf den gesamten IPF-Maps sind insgesamt nur sehr wenige eindeutig erkennbare Makro-Scherbänder zu finden, eines ist in Abbildung 44 (c) abgebildet.

5.1.2.2 Dehnrates 50 s⁻¹

Die Proben die mit einer Dehnrates von 50 s⁻¹ umgeformt wurden zeigen einen ähnlichen Gesamttrend bezüglich der Probenposition und der Temperatur wie die Proben bei 1 s⁻¹. Bei RT zeigt sich sowohl am Probenrand in Abbildung 45 (a) als auch in der Probenmitte in (b) ein ähnliches Gefüge wie für 1 s⁻¹. So sind die feinen Subkörner in Abbildung 46 (a) für einen hohen Umformgrad (20 mm) und niedriger Temperatur (z. B. bei 150 °C) auch bei 50 s⁻¹ sehr gut erkennbar. Die Substruktur wird auch hier durch Erholung bei zunehmender Temperatur abgebaut. Auch bei der Dehnrates von 50 s⁻¹ kommt es wie in Abbildung 46 (b) exemplarisch gezeigt zu Scherbändern.

Durch Rekristallisation bei höheren Temperaturen entsteht jedoch im Vergleich zu 1 s⁻¹ eine unterschiedlich ausgeprägte Mikrostruktur. Bei 550 °C am Probenrand in

Abbildung 45 (c) kann noch keine Rekristallisation festgestellt werden. In Richtung der Probenmitte nimmt der Anteil der rekristallisierten Körner sukzessive zu bis das Gefüge in der Probenmitte nahezu vollständig rekristallisiert ist und aus größtenteils versetzungsfreien Körnern besteht (siehe Abbildung 45 (d)).

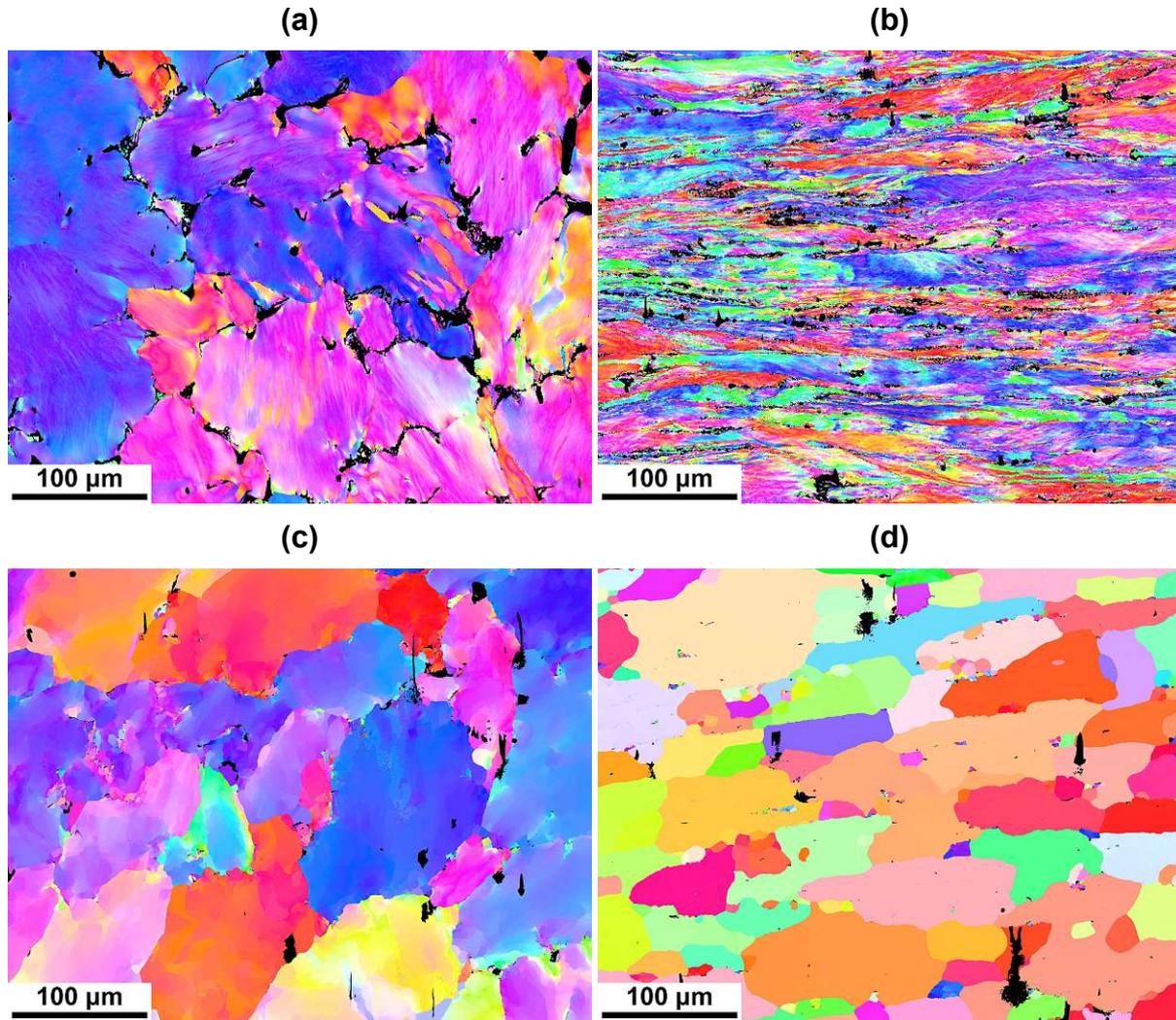


Abbildung 45: IPF-Maps der Proben: (a) 50s-1_RT_1mm, (b) 50s-1_RT_20mm, (c) 50s-1_550C_1mm und (d) 50s-1_550C_20mm

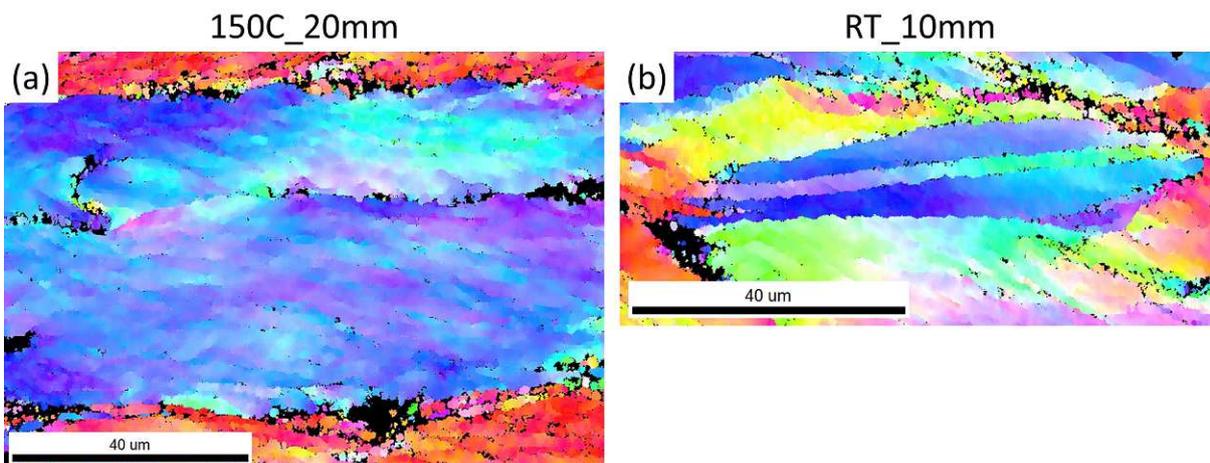


Abbildung 46: IPF-Map Ausschnitte der Dehnrates 50s⁻¹: (a) feine Substruktur, (b) Scherband

5.1.3 Subkorngröße

Da die Subkorngröße nur bei einigen wenigen Proben mit ausgeprägter Substruktur bestimmt werden kann, würde kein umfassendes Bild der Subkorngrößen entstehen. Daher wird lediglich testweise die Probe 1s-1_550C an den Positionen 1 mm, 10 mm und 20 mm untersucht (siehe Abbildung 47).

Der Trend zeigt, dass bei zunehmendem Verformungsgrad die Subkorngröße sinkt. Dieses Ergebnis deckt sich mit der Literatur [21] [23] und ist ebenfalls in den entsprechenden IPF-Maps (siehe Abbildung 40) ersichtlich. Allerdings zeigen die gemessenen Subkorngrößen an den jeweiligen Stellen eine relativ große Standardabweichung.

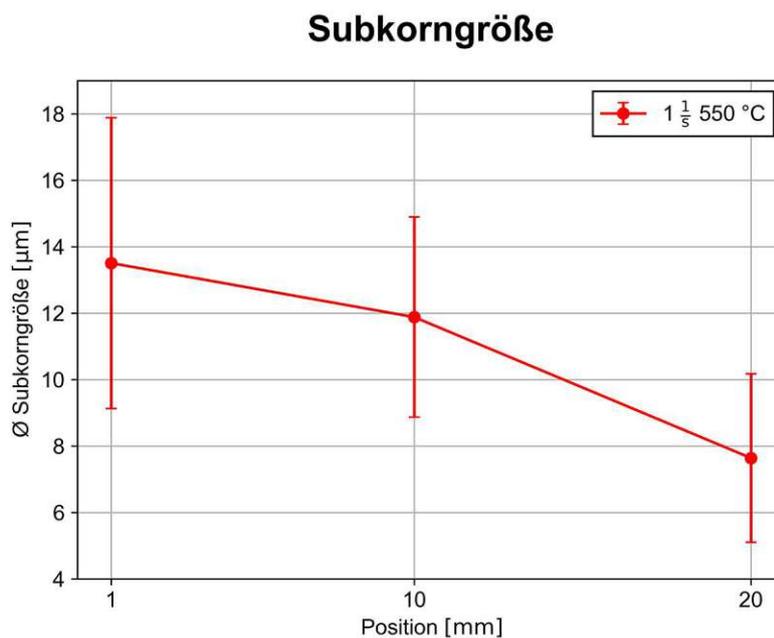


Abbildung 47: Subkorngröße der Probe 1s-1_550C_[1, 10, 20]mm

5.1.4 Geschätzte Versetzungsdichte der GNDs und Kaltverfestigung

Die mit der KAM durch das Einbeziehen von bis zu fünf Nachbarringen und der Methode von Kamaya geschätzten GNDs (siehe Kapitel 4.4.2.1) sind sowohl von der Dehnrage, Temperatur als auch von der EPD abhängig. Jedoch muss beachtet werden, dass die Wahl des geometrischen Faktors c , der im Bereich zwischen eins und fünf liegen kann [33], die Berechnung der geschätzten GNDs und folglich die geschätzten Kaltverfestigungen beeinflusst, wodurch die berechneten Versetzungsdichten mit einer entsprechenden Unsicherheit behaftet sind.

Die geschätzten GNDs sowie die geschätzten Kaltverfestigungen der Proben an verschiedenen Probenpositionen sind in den Abbildung 48 für die Dehnrage von 1 s^{-1} und in Abbildung 49 für die Dehnrage von 50 s^{-1} dargestellt. Generell nimmt die Anzahl der GNDs mit zunehmender EPD bzw. mit Abstand zum Probenrand, abhängig von der Temperatur, bei beiden Dehnraten zu. Dies erklärt sich damit, dass sich die

Mikrostruktur eines Materials während der plastischen Verformung verändert [23], wodurch Bereiche mit Dehnungsgradienten und eine Kristallgitterkrümmung entstehen, die durch die GNDs ermöglicht werden [32]. Daher sind bei zunehmender Verformung mehr GNDs erforderlich.

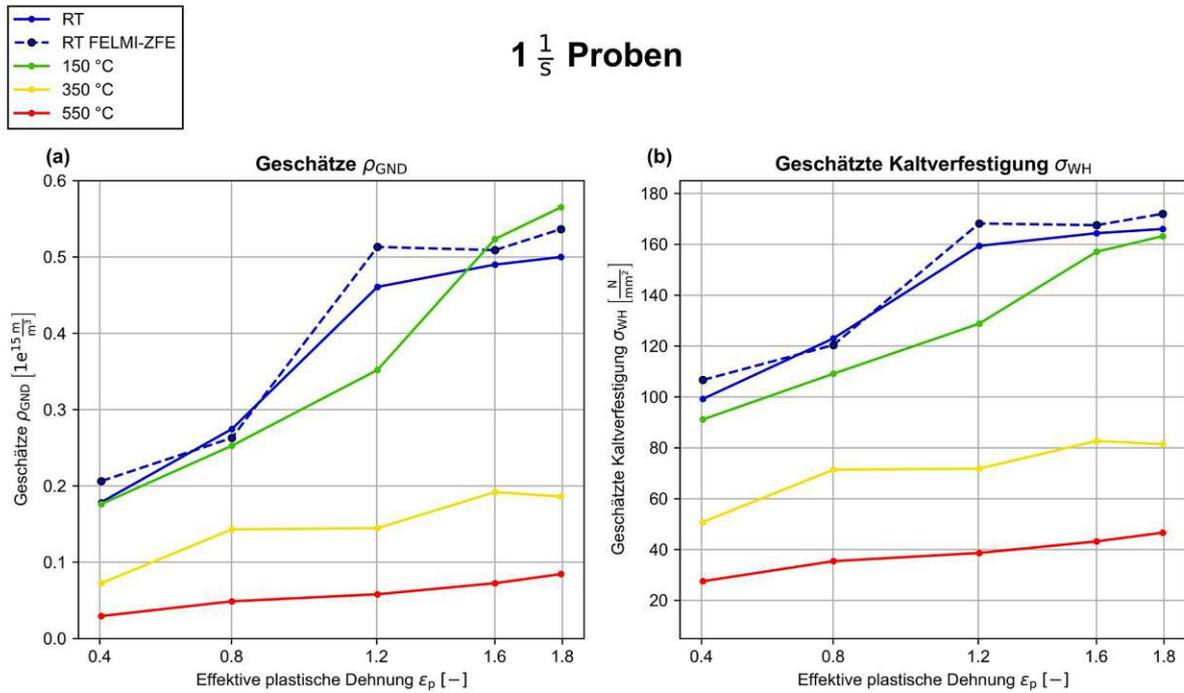


Abbildung 48: Geschätzte GNDs und geschätzte Kaltverfestigung der Dehnrates von 1 s^{-1}

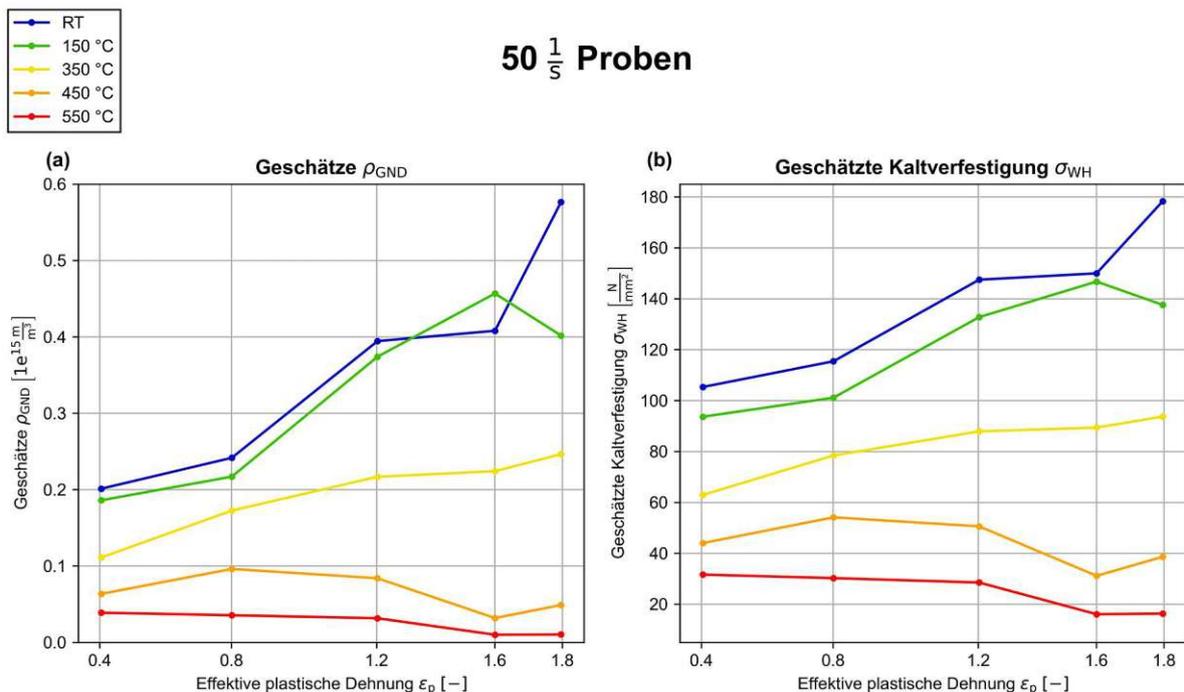


Abbildung 49: Geschätzte GNDs und geschätzte Kaltverfestigung der Dehnrates von 50 s^{-1}

Im Rahmen der Versuche zeigen sich im Allgemeinen keine großen Unterschiede in den Verläufen der geschätzten GNDs zwischen den beiden Dehnraten.

Unabhängig von der Dehnrate führt eine Erhöhung der Temperatur während der plastischen Verformung zu einer Reduzierung der geschätzten GNDs bei gleichen EPDs, wie auch in der Literatur [77] beschrieben. Dies ist auf die Erholung des Materials zurückzuführen, bei dem es durch die Bewegung von Versetzungen zur Ausheilung und Polygonisation und somit zu einer Abnahme der Versetzungsdichte kommt [24]. Da Erholung ein thermisch aktivierter Prozess ist [21], führt die höhere Temperatur zu einer stärker ausgeprägten Erholung [21] [43]. Dieser Erholungsprozess beginnt typischerweise bei einer Temperatur von $T \geq 0.3 \cdot T_s$ [25], wobei Erholung bei Reinaluminium bereits bei RT eintritt [1]. Es erscheint etwas überraschend, dass die Werte bei 150 °C quasi ident zu jenen bei RT sind. Prinzipiell ist die Diffusion, die bei der Bewegung von Versetzungen während der Erholung benötigt wird, auch zeitabhängig [43]. Da die Stauchversuche relativ schnell durchgeführt wurden, kann es sein, dass die Diffusion bei 150 °C in diesem Zeitfenster nicht deutlich zur Erholung beiträgt, wodurch die beiden Kurven enger beisammen liegen und nahezu die gleiche Anzahl an GNDs aufweisen.

Neben der qualitativen Analyse der Gefüge mittels der IPF-Maps ist die Rekristallisation auch in den Diagrammen der geschätzten GNDs erkennbar. Dies zeigt sich in Abbildung 49 (50 s^{-1}) bei den Temperaturen von 450 °C und 550 °C durch eine leichte Abnahme der geschätzten GNDs ab einer EPD von ca. 0.8 und einer deutlich stärkeren Abnahme ab 1.2. Es zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit dieses Abfalls von der Dehnrate und der Temperatur, wobei eine höhere Temperatur und Dehnrate zu einer stärkeren Reduzierung der geschätzten GNDs führen. Da sich die geschätzten GNDs zwischen den EPD-Werten von 1.6 und 1.8 bei 550 °C kaum verändern, lässt sich daraus schließen, dass das Gefüge an diesen Probenpositionen im Wesentlichen vollständig rekristallisiert ist. Dagegen ist der leichte Anstieg der geschätzten GNDs bei 450 °C in der Probenmitte vermutlich auf ein großes, nicht rekristallisiertes Korn zurückzuführen (siehe IPF-Map in Abbildung 65 (20 mm) im Anhang 12.4.2).

Beim Vergleich der geschätzten GNDs aus den EBSD-Messungen der Probe 1s-1_RT dieser Arbeit mit den Vergleichsmessungen vom FELMI-ZFE, die als unterbrochene Linie in Abbildung 48 eingezeichnet ist, zeigt sich eine gute Übereinstimmung. Diese Ergebnisse unterstreichen die Zuverlässigkeit bzw. Reproduzierbarkeit der durchgeführten Probenpräparation und EBSD-Messungen dieser Arbeit.

Aus den geschätzten GNDs kann mithilfe der modifizierten Taylor Gleichung die geschätzte Kaltverfestigung σ_{WH} berechnet werden (siehe Kapitel 4.4.2.1). Dabei zeigt sich im Wesentlichen der gleiche Trend wie für die geschätzten GNDs. Der geschätzte Kaltverfestigungswert ist dabei jener Wert, um den die echte Dehngrenze R_p durch die geschätzten GNDs angehoben wird.

Zur qualitativen Bewertung der geschätzten Kaltverfestigungen werden diese mit Kaltverfestigungswerten aus der Literatur $\sigma_{WH,L}$ für eine Dehnrates von 1 s^{-1} verglichen. Dazu werden Fließkurven [78] verwendet, die aus Stauchversuchen mit EN AW-6082 bei Temperaturen zwischen 25 °C und 400 °C stammen. Die Fließkurven sind in Abbildung 50 abgebildet, wobei Quadrate tatsächlich gemessene Messwerte repräsentieren und Linien einem simulierten Verlauf entsprechen.

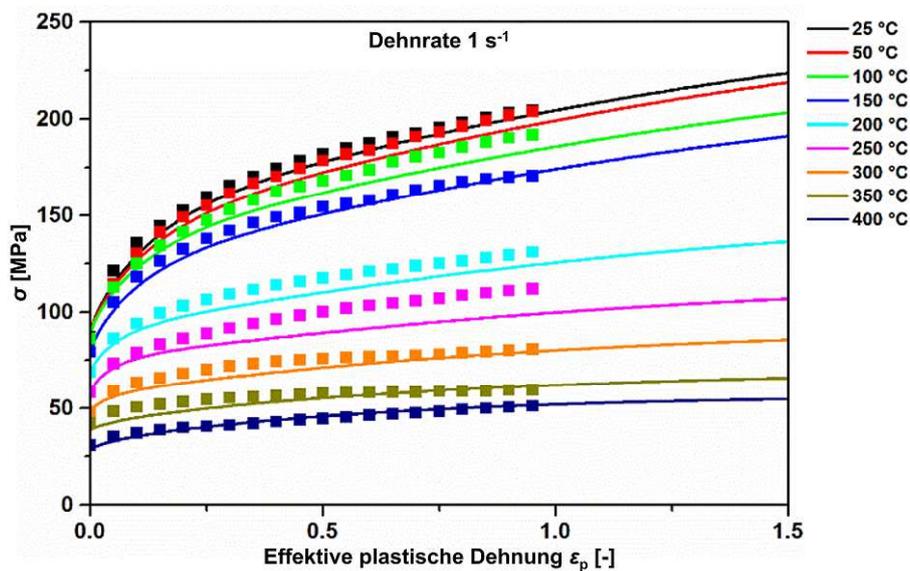


Abbildung 50: Gemessener (Quadrate) und simulierter Verlauf (Linien) der Fließspannung bei unterschiedlichen EPDs von Proben, die mit einer Dehnrates von 1 s^{-1} zwischen 25 °C und 400 °C gestaucht wurden, nach [78]

Aus diesen Fließkurven wird die $\sigma_{WH,L}$ ermittelt, indem bspw. bei RT (25 °C) und einer EPD von 0.4 der Wert der Fließspannung $\sigma_{0.4}$ bestimmt und anschließend die Differenz zur Fließspannung σ_0 berechnet wird ($\sigma_{WH,L} = \sigma_{0.4} - \sigma_0$). Somit kann die $\sigma_{WH,L}$ für die Temperaturen von RT, 150 °C und 350 °C bei EPDs von 0.4, 0.8, 1.2, 1.6 und 1.8 ermittelt werden. Sind an diesen EPDs keine gemessenen Messwerte vorhanden, wird die simulierte Linie verwendet und für EPDs über 1.5 wird die simulierte Fließkurve linear verlängert. Die ermittelten Kaltverfestigungen aus der Literatur und dieser Arbeit sind in Tabelle 6 dargestellt.

Tabelle 6: Vergleich der σ_{WH_L} und σ_{WH} der Dehnrates $1s^{-1}$ bei RT (25 °C), 150 °C und 350 °C

Temperatur [°C]	[MPa]	EPD [-]				
		0.4	0.8	1.2	1.6	1.8
RT	σ_{WH_L}	88	111	127	141	148
	σ_{WH}	99	123	159	164	166
	$\sigma_{WH} - \sigma_{WH_L}$	11	12	32	23	18
150	σ_{WH_L}	70	88	103	114	121
	σ_{WH}	91	109	129	157	163
	$\sigma_{WH} - \sigma_{WH_L}$	21	21	26	43	42
350	σ_{WH_L}	15	17	22	25	27
	σ_{WH}	51	71	72	83	81
	$\sigma_{WH} - \sigma_{WH_L}$	36	54	50	58	54

Der Vergleich zwischen σ_{WH} (geschätzt aus den GNDs in der vorliegenden Arbeit) und σ_{WH_L} (aus der Literatur für EN AW-6082) zeigt, dass die geschätzte Kaltverfestigung über alle Temperaturen und EPDs hinweg, über jener der Literatur liegt. Die Differenzen von $\sigma_{WH} - \sigma_{WH_L}$ nehmen mit steigender Temperatur zu, wobei die Abweichungen bei höheren Temperaturen besonders hoch sind. Im Durchschnitt über alle EPDs beträgt die Abweichung bei RT 19 MPa, bei 150 °C 31 MPa und bei 350 °C 51 MPa. In Prozent ausgedrückt sind dies 15 % bei RT, 31 % bei 150 °C und 246 % bei 350 °C. Es ist allerdings zu beachten, dass bei höheren Temperaturen bzw. kleineren Kaltverfestigungswerten absolute Fehlerquellen einen größeren Einfluss auf die Abweichungen haben.

Die Abweichungen sind prinzipiell zu erwarten, da gewisse Unsicherheiten bei der Berechnung der geschätzten GNDs sowie der Umrechnung in die geschätzten Kaltverfestigungen bestehen. Zudem werden die SSDs bei der Umrechnung nicht berücksichtigt, obwohl diese ebenfalls zur Kaltverfestigung beitragen würden (siehe Kapitel 4.4.2.1). Zu einer weiteren Abweichung kommt es, da die geschätzten Kaltverfestigungswerte mit denen einer anderen Legierung verglichen werden.

Eine interessante Beobachtung ist, dass die geschätzten Kaltverfestigungswerte bei RT relativ gut mit den Werten aus der Literatur übereinstimmen. Insgesamt ist die Bestimmung der geschätzten Kaltverfestigungen mit der verwendeten Methode jedoch eingeschränkt zuverlässig. Möglicherweise können die Unsicherheiten bei der Bestimmung der geschätzten GNDs mit der neuen Indexierungsmethode, dem „Spherical Indexing“, der Kikuchi-Muster verbessert werden.

5.2 LM- und BSE-Aufnahmen

Insgesamt werden die 270 in dieser Arbeit aufgenommenen LM-Aufnahmen der Proben [1, 50]s-1_[RT, 350, 550]C_[1, 5, 10, 15, 20]mm sowie die 333 vom FELMI-ZFE aufgenommenen BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C verwendet, um die Fragmentierung der Ausscheidungen zu untersuchen.

Die LM- und BSE-Aufnahmen zeigen den Zustand nach dem Homogenisieren, gefolgt vom Lösungsglühen, Umformen und abschließender Abkühlung. Dabei werden die Mg_2Si Primärausscheidungen durch das Homogenisieren theoretisch vollständig in Lösung gebracht [18]. Abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit nach der Homogenisierung kann ein Teil der gelösten Primärausscheidungen als β - Mg_2Si Sekundärausscheidungen ausgeschieden werden [9] [10]. Verbleibende Mg_2Si Primärausscheidungen sollten theoretisch spätestens durch das Lösungsglühen vollständig aufgelöst werden [4] und nach dem Stauchversuch durch das schnelle Abkühlen in Lösung gehalten werden [6]. Daher können die in den LM- und BSE-Aufnahmen sichtbaren Mg_2Si Ausscheidungen entweder verbleibende ungelöste Mg_2Si Primärausscheidungen oder neu ausgeschiedene β - Mg_2Si Sekundärausscheidungen sein, die sich während des kurzen Zeitfensters zwischen dem Beginn des Stauchversuchs und dem Abschreckvorgang gebildet haben. Da eine eindeutige Unterscheidung zwischen diesen beiden Ausscheidungen anhand der LM- bzw. BSE-Aufnahmen nicht möglich ist, werden sie in dieser Arbeit zusammenfassend als Mg_2Si Ausscheidungen bezeichnet.

Abbildung 51 zeigt eine typische LM-Aufnahme (1s-1_550C_1mm_6) in welcher das Aluminium hellgrau (Hintergrund), die Fe Ausscheidungen schiefergrau und die Mg_2Si Ausscheidungen schwarz erscheinen.

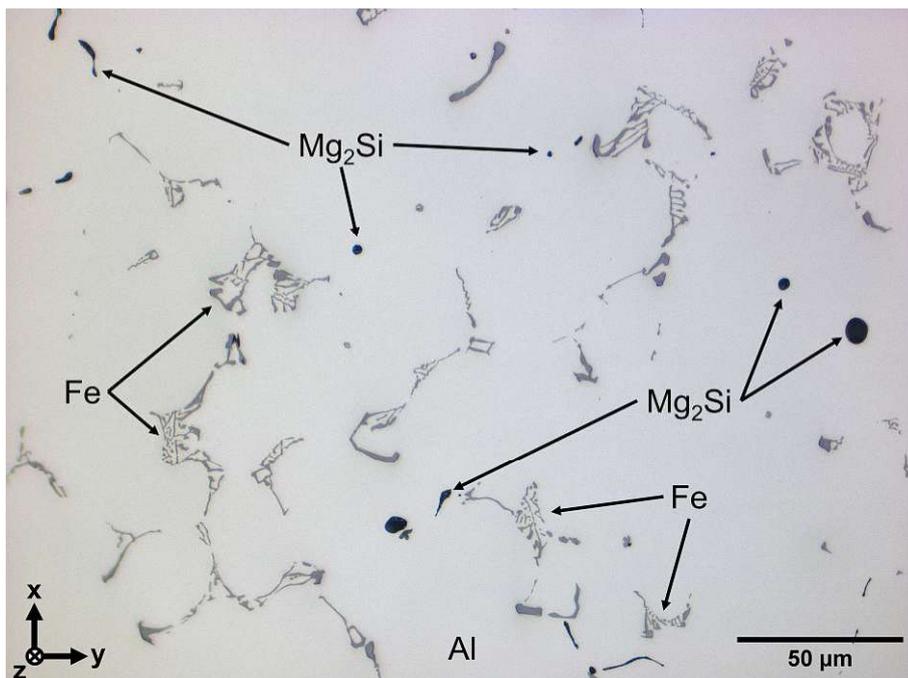


Abbildung 51: LM-Aufnahme der Probe 1s-1_550C_1mm_6 mit gekennzeichneten Phasen

Abbildung 52 zeigt ein Viertel einer BSE-Aufnahme (1s-1_550C) als Ausschnitt an der Probenposition von 5 mm in halber Probenhöhe welche in Abbildung 38 durch ein Rechteck an der Stelle $x_{BSE} = 5$ und $y_{BSE} = 29$ markiert ist. In diesem Ausschnitt ist das Aluminium hellgrau (Hintergrund), die Fe Ausscheidungen weiß und die Mg_2Si Ausscheidungen schiefergrau.

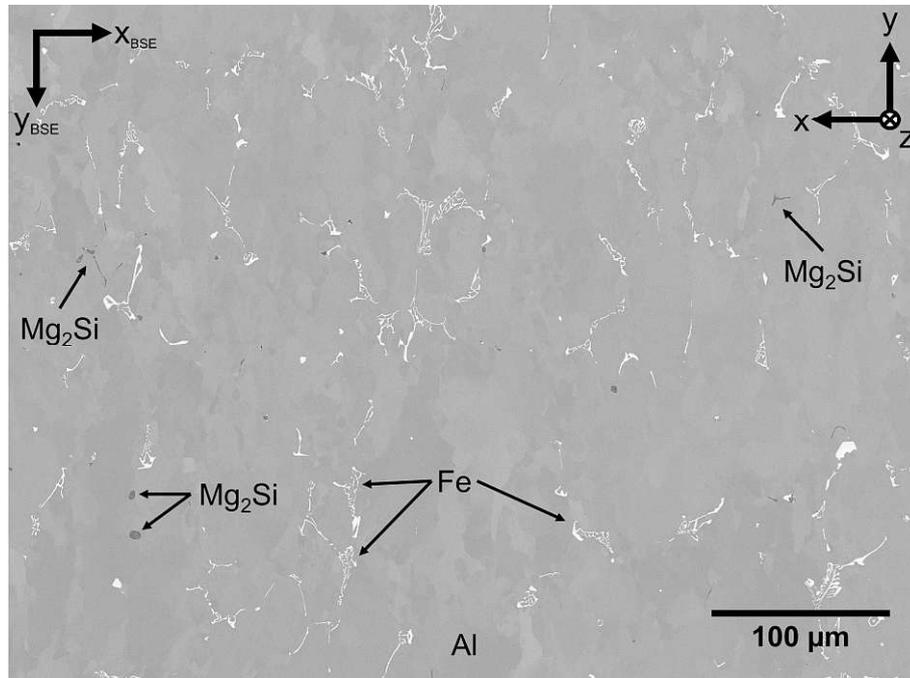


Abbildung 52: Ausschnitt einer BSE-Aufnahme der Probe 1s-1_550C an der 5 mm Probenposition in halber Probenhöhe ($x_{BSE} = 5$ und $y_{BSE} = 29$) mit gekennzeichneten Phasen, nach [M. Theissing]

Der Fokus dieser Arbeit liegt auf der Auswertung und Untersuchung der Fragmentierung von Fe Ausscheidungen. Ihr Trend soll anhand der LM-Aufnahmen bestimmt werden, während präzisere Erkenntnisse mit den hochauflösenden BSE-Aufnahmen gewonnen werden können. Neben der Auswertung der Fe Ausscheidungen wird auch eine Auswertung durchgeführt, die zusätzlich die Mg_2Si Ausscheidungen berücksichtigt. Diese zeigt jedoch kaum nennenswerte Unterschiede und Mg_2Si ist an dieser Stelle in dieser Arbeit auch nicht von Interesse. Daher wird im Kapitel 5.2.2 und 5.2.3, sofern nicht anders angegeben, ausschließlich die Fragmentierung der Fe Ausscheidungen diskutiert, wodurch sich in diesen Kapiteln die A-Aufnahmen, A-LM-Aufnahmen oder A-BSE-Aufnahmen auf jene mit Fe Ausscheidungen beziehen.

5.2.1 Qualitative Auswertung der Fragmentierung

Die Morphologie der Fe und Mg_2Si Ausscheidungen ist bereits in der Abbildung 51 und Abbildung 52 sichtbar. Jedoch sind diese in den vergrößerten Ausschnitten der Fe+ Mg_2Si A-Aufnahmen in Abbildung 53 durch die Isolation dieser Ausscheidungen besser erkennbar und beurteilbar. Die Abbildungen zeigen die Fe+ Mg_2Si A-LM-Aufnahmen bzw. Fe+ Mg_2Si A-BSE-Aufnahmen in halber Probenhöhe an den Probenpositionen von 1 mm in (a) bzw. (c) im Vergleich zu 20 mm in (b) bzw. (d). Darin sind alle in diesem Aufnahmeausschnitt vorhandenen Mg_2Si Ausscheidungen rot markiert. Diese Ausscheidungen werden durch den Vergleich mit den LM-Aufnahmen bzw. BSE-Aufnahmen anhand der unterschiedlichen Farbgebung der Ausscheidungen bestimmt und markiert.

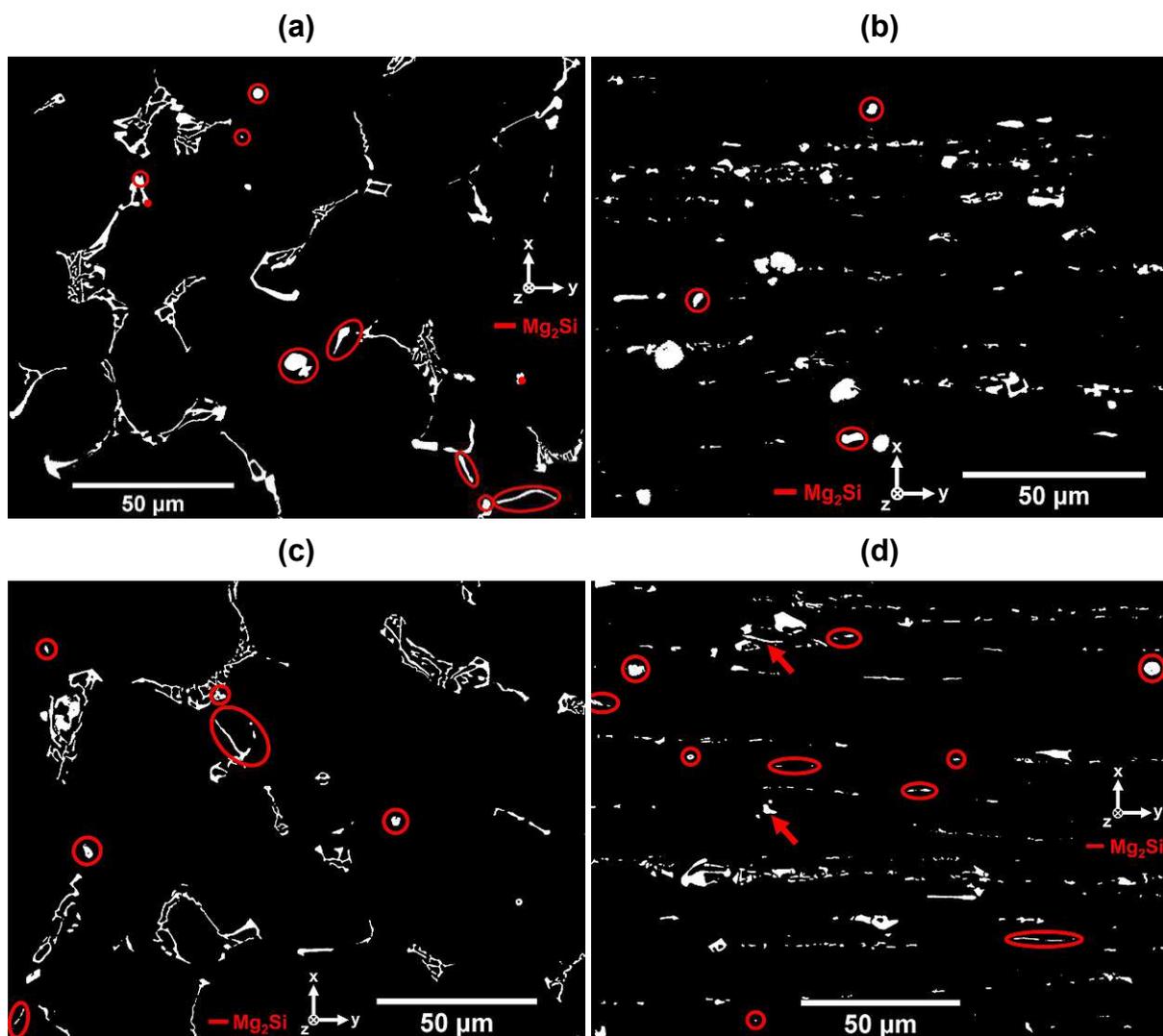


Abbildung 53: Ausschnitte der Fe+ Mg_2Si A-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C in halber Probenhöhe: Fe+ Mg_2Si A-LM-Aufnahme bei (a) 1mm_6 und (b) 20mm_6 sowie Fe+ Mg_2Si A-BSE-Aufnahmen bei (c) 1 mm ($x_{BSE} = 5$, $y_{BSE} = 35$) und (d) 20 mm ($x_{BSE} = 5$, $y_{BSE} = 7$)

An der 1 mm Probenposition (geringer Verformungsgrad) in halber Probenhöhe sind die Ausscheidungen nicht fragmentiert. Die Fe Ausscheidungen zeigen eine Chinese-Script-Morphologie und die Mg_2Si Ausscheidungen eine runde bis längliche Form (siehe Abbildung 53 (a) und (c)). Mit zunehmendem Abstand vom Probenrand, bleiben die Fe Ausscheidungen bis zur Probenposition von 5 mm nahezu unverändert, wobei diese in den Fe A-BSE-Aufnahmen in x-Richtung etwas zusammengedrückt erscheinen (siehe Abbildung 70 in halber Probenhöhe im Anhang 12.6). Ab der 5 mm Probenposition nimmt die Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in Richtung Probenmitte (hoher Verformungsgrad) sukzessive zu und fragmentierte Partikel ordnen sich dabei zeilenförmig parallel zur y-Achse an (siehe Abbildung 53 (b) und (d)). Im Gegensatz dazu werden die Mg_2Si Ausscheidungen über den Probenradius weitgehend nicht fragmentiert.

Diese Fragmentierung erfolgt, indem die spröden intermetallische Ausscheidungen durch die mechanische Verformung der umgebenden Aluminium Matrix zertrümmert werden [16] [79], da sie der plastischen Verformung aufgrund ihrer Sprödigkeit nicht folgen können [30]. Zudem ist die Größe und geometrische Form der Ausscheidung entscheidend [16], da dünne Strukturen wie Nadeln oder Blättchen aufgrund ihres Aspektverhältnisses eher brechen, als rundere Formen [80]. Durch die filigrane Chinese-Script-Morphologie fragmentieren die Fe Ausscheidungen daher leichter, während die Mg_2Si Ausscheidungen durch ihre rundliche Form weniger anfällig für Fragmentierung sind.

Die Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in den Fe A-BSE-Aufnahmen in axialer Richtung ändert sich an der Probenposition von 1 mm nicht (siehe Abbildung 70 im Anhang 12.6). Ab der Probenposition von 5 mm scheinen die Fe Ausscheidungen an der Probenunterseite und -oberseite im Vergleich zu jenen in der halben Probenhöhe nahezu nicht fragmentiert (siehe Abbildung 70 bis Abbildung 72 im Anhang 12.6).

Die zunehmende Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in radialer Richtung in halber Probenhöhe und in axialer Richtung mit steigendem Verformungsgrad zeigt bereits in der qualitativen Analyse, dass die Fragmentierung mit dem Verformungsgrad bzw. der EPD korreliert.

5.2.2 Fragmentierung in radialer Richtung

Zur Bestimmung der Fragmentierung in radialer Richtung auf halber Probenhöhe werden die A-LM- und A-BSE-Aufnahmen ausgewertet, um die Partikelanzahl pro Bildfläche, den gesamten Partikelflächenanteil (Partikelfläche), die durchschnittliche Fläche pro Partikel (durchschnittliche Partikelfläche) und die durchschnittliche Partikelzirkularität zu ermitteln. Diese vier Auswerteparameter sind in Abhängigkeit von der EPD für beide Dehnraten von 1 s^{-1} und 50 s^{-1} und verschiedener Temperaturen in den

Diagrammen der Abbildung 54 und Abbildung 55 für Fe Ausscheidungen dargestellt (jene der Fe+Mg₂Si Ausscheidungen befinden sich im Anhang 12.7). Die Diagramme umfassen die Auswertungen der LM-Aufnahmen bei den Temperaturen von RT, 350 °C und 550 °C (LM-Kurven) und bei der Dehnrade von 1 s⁻¹ auch zusätzlich die FELMI-ZFE BSE-Vergleichsmessung bei 550 °C (BSE-Kurve). Durch diese vier Diagramme der einzelnen Auswerteparameter kann die Fragmentierung in Abhängigkeit von der Temperatur, Dehnrade und EPD analysiert werden.

Dabei starten und enden die LM-Kurven und die BSE-Kurve der Dehnrade von 1 s⁻¹ nicht an den exakt gleichen EPD-Werten. Dies liegt daran, dass für die LM-Kurven die gemittelten EPD-Werte der Probenpositionen (siehe Kapitel 4.4.2.1 und Tabelle 5) und für die BSE-Kurve die tatsächlichen EPD-Werte der Probenposition der einzelnen BSE-Aufnahme verwendet werden.

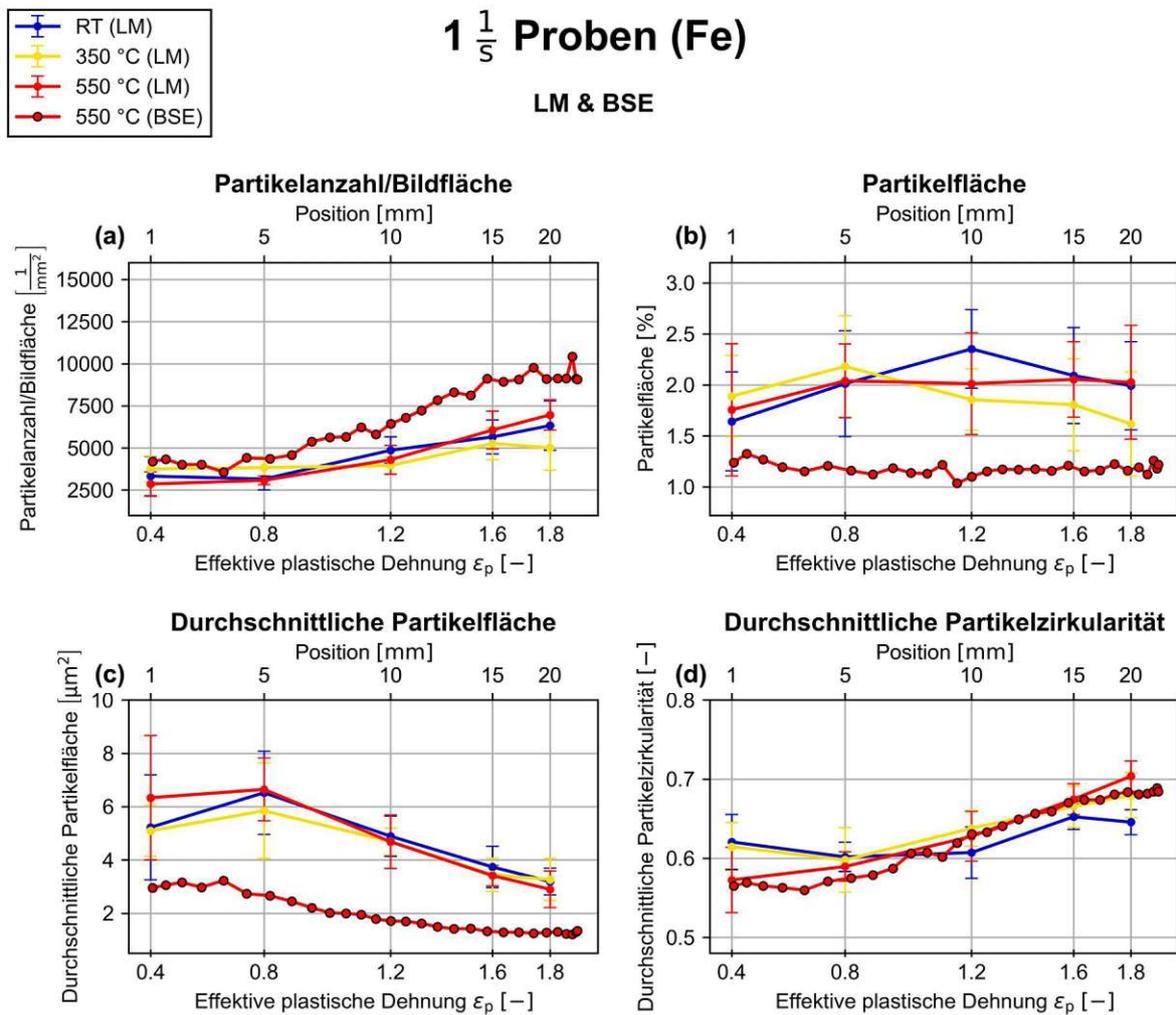
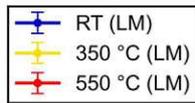


Abbildung 54: Dehnrade 1 s⁻¹: Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in radialer Richtung



50 $\frac{1}{s}$ Proben (Fe)

LM

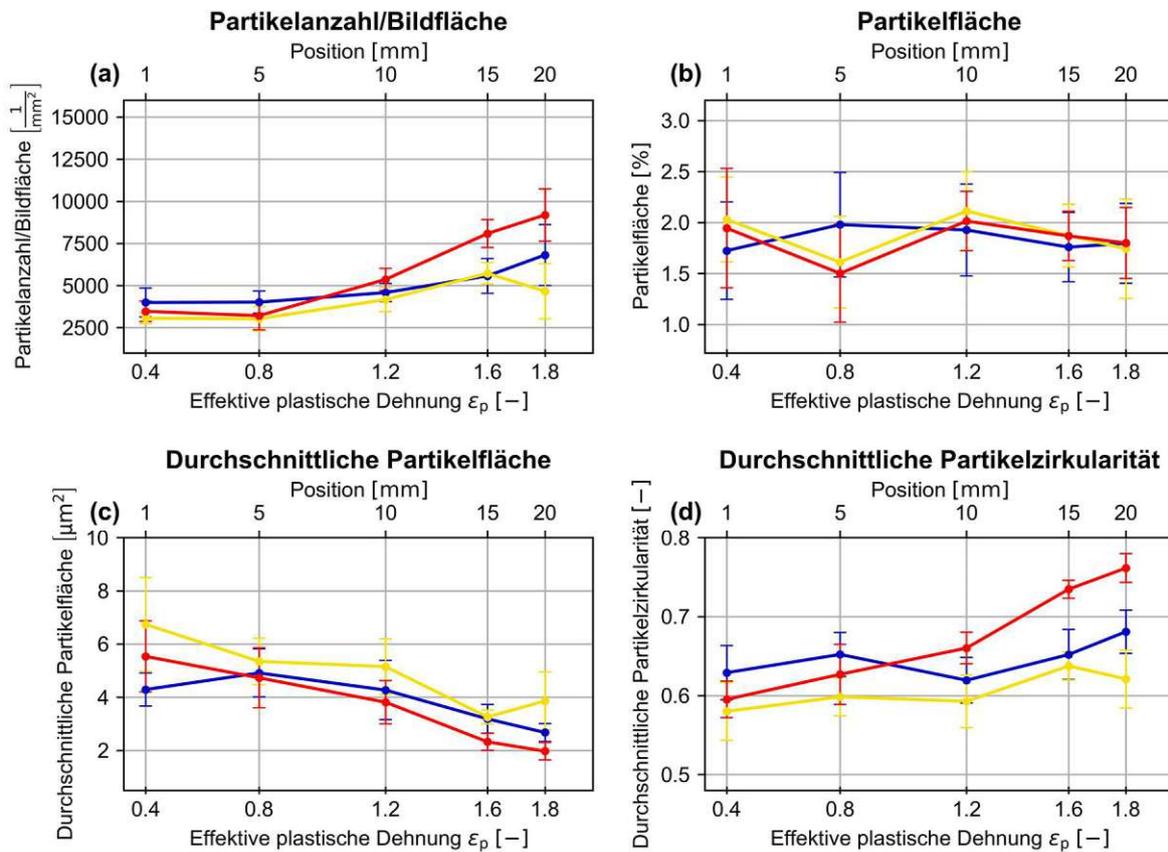


Abbildung 55: Dehnrates 50 s^{-1} : Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in radialer Richtung

Qualitativ und quantitativ sind die Verläufe der Kurven für die Dehnrates von 1 s^{-1} und 50 s^{-1} bei verschiedenen Temperaturen für die Ausscheidungen in radialer Richtung auf halber Probenhöhe sehr ähnlich. Da bei einer Dehnrates von 1 s^{-1} die LM-Kurven mit der BSE-Kurve verglichen werden können, werden für die weitere Analyse nur die Resultate der Fe Ausscheidungen bei dieser Dehnrates durchgeführt und diskutiert (siehe Abbildung 54). Es können darüber hinaus keine signifikanten Abhängigkeiten der vier Auswerteparameter von der Temperatur festgestellt werden.

Partikelanzahl/Bildfläche

Die Kurven der Partikelanzahl pro Bildfläche in Diagramm (a) bleiben zwischen einer EPD von 0.4 (1 mm) und 0.8 (5 mm) konstant. Damit kann die qualitative Beobachtung, dass die Ausscheidungen zwischen 1 mm und 5 mm kaum fragmentieren (siehe Abbildung 69 bis Abbildung 72 im Anhang 12.6) quantitativ belegt werden, da die Partikelanzahl pro Bildfläche bis 5 mm bei allen Kurven konstant bleibt. Anschließend führt eine höhere EPD im Allgemeinen zu einer Zunahme der Partikelanzahl. Dabei zeigt sich, dass bei gleichen EPDs die Fragmentierung und somit die Partikelanzahl bei allen

Temperaturen ähnliche Werte aufweisen. Dies deutet darauf hin, dass die Fragmentierung in erster Linie eine Funktion der EPD ist.

Bis 5 mm stimmen die LM-Kurven mit der BSE-Kurve größtenteils überein. Jedoch wird der Unterschied zwischen den LM-Kurven und der BSE-Kurve mit steigender EPD zunehmend größer. Aufgrund der begrenzten Auflösung des Lichtmikroskops können bei zunehmendem Verformungsgrad die immer kleiner fragmentierten Ausscheidungen teilweise nicht erfasst werden und sind daher in der Auswertung nicht vorhanden. Im Gegensatz dazu ermöglicht die hohe Auflösung der BSE-Aufnahmen im REM die Erfassung dieser kleinen Partikel, wodurch im Vergleich zu den LM-Aufnahmen insgesamt eine höhere Anzahl an Partikeln erfasst wird.

Der Verlauf der BSE-Kurve zeigt letztendlich, dass die Partikelanzahl der Ausscheidungen pro Bildfläche und damit die Fragmentierung in der Probenmitte doppelt so hoch ist wie am Probenrand. Dadurch stehen für die β - Mg_2Si Ausscheidungen, die sich bevorzugt an Fe Ausscheidungen ausscheiden [10], doppelt so viele Keimstellen zur Verfügung. Inwiefern sich dies auf die Ausscheidungskinetik auswirkt ist nicht mehr Teil der vorliegenden Arbeit.

Partikelfläche

Die Kurvenverläufe der LM-Kurven in Diagramm (b) bleiben unabhängig von Temperatur über alle Probenpositionen hinweg nahezu konstant, weisen jedoch große Standardabweichungen auf. Der konstante Partikelflächenanteil wird durch die BSE-Kurve bestätigt. Dies ergibt insofern Sinn, da sich Fe Ausscheidungen typischerweise nicht mehr nennenswert auflösen lassen.

Der höhere Verlauf der LM-Kurven im Vergleich zur BSE-Kurve lässt sich erneut auf die geringe Auflösung des Lichtmikroskops zurückführen. Denn durch die Elektrolytische Präparation kommt es bei den LM-Aufnahmen zu einer Unschärfe der Ränder (engl.: Blurring) vieler Ausscheidungen. Diese Unschärfe führt bei der Wahl des oberen und unteren Schwellenwertes zur Isolierung der Ausscheidungen bei der Datenaufbereitung, zu großen weißen Flächen in den A-Aufnahmen. Dies führt fälschlicherweise bei der Auswertung der Partikelfläche zu einem etwas höheren Wert.

Durchschnittliche Partikelfläche

Die durchschnittliche Partikelfläche in Diagramm (c) ist von der Partikelanzahl und der gesamten Partikelfläche abhängig. Dadurch ergeben sich Verläufe bei dem der Wert der durchschnittlichen Partikelfläche zwischen 1 mm und 5 mm nahezu konstant bleibt und anschließend linear sinkt. Wobei keine signifikanten Unterschiede bei verschiedenen Temperaturen festgestellt werden kann.

Die tiefer verlaufende BSE-Kurve ist erneut auf die höher auflösenden BSE-Aufnahmen zurückzuführen.

Durchschnittliche Partikelzirkularität

Die durchschnittliche Partikelzirkularität in Diagramm (d) steigt bei den Temperaturen von 350 °C und 550 °C bei zunehmender EPD. Dabei entspricht eine durchschnittliche Partikelzirkularität von Eins einem perfekten Kreis, während nadelige Formen einen Wert nahe Null haben. Auch die BSE-Kurve verläuft bei diesem Auswerteparameter nahezu deckungsgleich mit der LM-Kurve bei 550 °C. Dieser Trend ist auch nachvollziehbar, da die Ausscheidungen am Probenrand eine Chinese-Script-Morphologie aufweisen, die länglich ist, und daher eine geringere Zirkularität haben. Wenn diese jedoch sukzessive fragmentiert werden, verlieren sie ihre längliche Form und erscheinen eher rundlich, was zu einer höheren Zirkularität führt. Im Gegensatz dazu bleibt die Zirkularität der Probe bei RT über alle Probenpositionen hinweg etwa konstant, wobei die Ursache dafür unklar ist.

5.2.3 Korrelation der Fragmentierung und der EPD

Zur Analyse der Korrelation zwischen der Fragmentierung und der EPD wird die Fragmentierung in radialer Richtung bei halber Probenhöhe und in axialer Richtung an vier radialen Probenpositionen (5 mm, 10 mm, 15 mm und 20 mm) untersucht. Dabei werden die gleichen vier Auswerteparameter wie auch in der Analyse der Fragmentierung in radialer Richtung ausgewertet. Als Basis für die Auswertung dient hier ausschließlich der BSE-Datensatz vom FELMI-ZFE der Probe bei 550 °C und 1 s^{-1} . Die entsprechenden Diagramme sind für die Fe Ausscheidungen in Abbildung 56 und für die Fe+Mg₂Si Ausscheidungen im Anhang 12.8 dargestellt.

Die Diagramme in Abbildung 56 zeigen den radialen Verlauf der Auswerteparameter (entlang der y-Achse) bei halber Probenhöhe in schwarz, welche der 1s-1_550C BSE-Kurve in Abbildung 54 entspricht, während die axialen Verläufe (entlang der x-Achse) an den vier ausgewählten radialen Probenpositionen durch verschiedene Farben dargestellt sind.

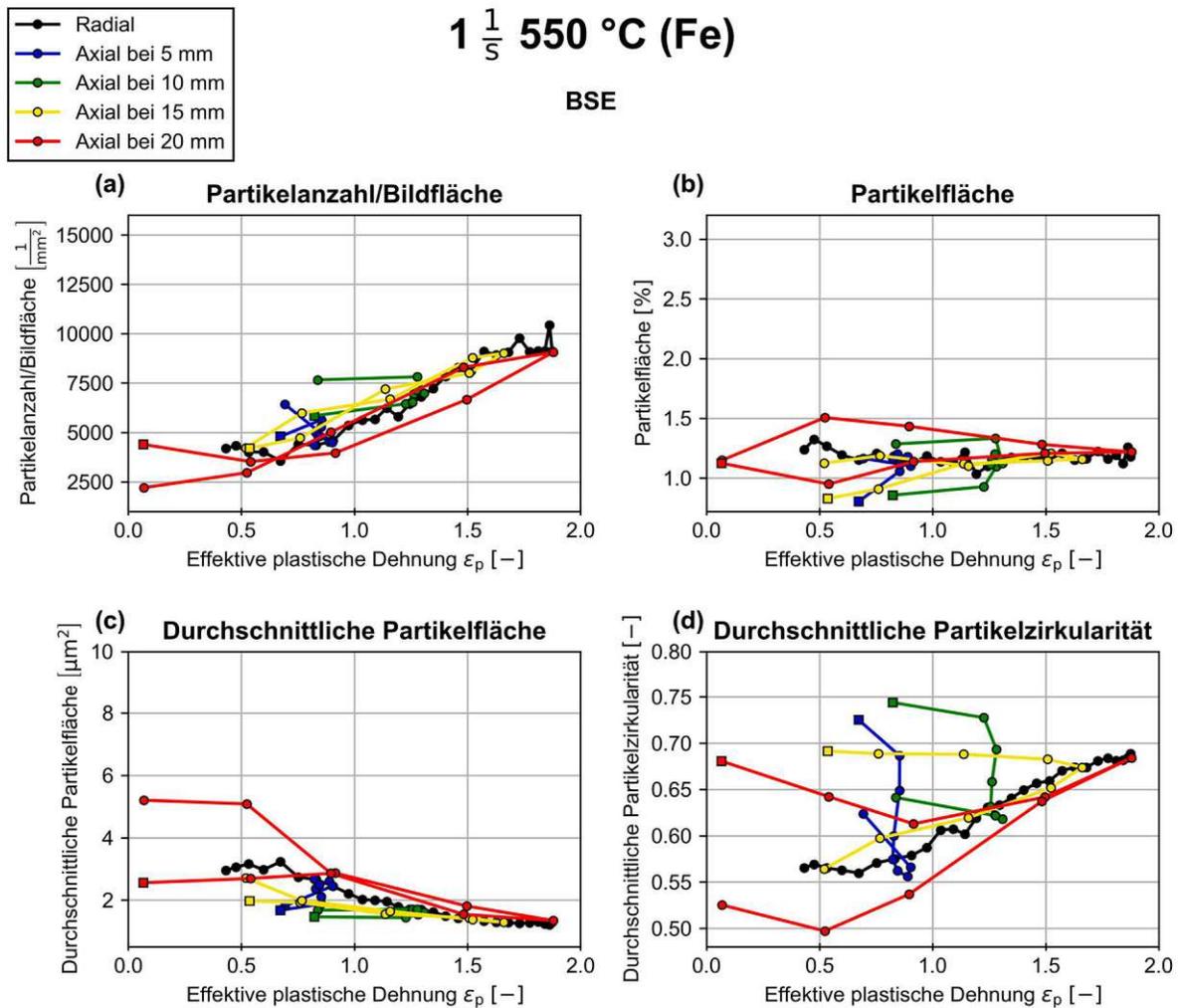


Abbildung 56: Korrelation der Fragmentierung der Fe Ausscheidungen und der EPD der Probe 1s-1_550C

Da keine Information darüber vorliegt, welche Deckfläche der nicht gestauchten Doppelkegelprobe zur Mitte bzw. zum Rand der Beizscheibe zeigt, werden die BSE-Aufnahmen mit $x_{\text{BSE}} = 9$ als Probenunterseite und jene mit $x_{\text{BSE}} = 1$ als Probenoberseite bezeichnet. Die Probenunterseite ist in den Diagrammen durch einen quadratischen Datenpunkt gekennzeichnet. Die axialen Verläufe starten somit an der Unterseite und verlaufen entlang der x-Achse über die gesamte Höhe der Probe bis zur Oberseite.

Die EPD-Werte der einzelnen axialen Verläufe nehmen, ausgehend von der halben Probenhöhe, zur Unterseite und zur Oberseite hin etwa die gleichen Werte an. Dies ergibt sich aus den nahezu symmetrischen EPD-Verläufen um die halbe Probenhöhe (siehe Abbildung 68 im Anhang 12.5). Die Unterschiede der EPD-Werte zwischen halber Probenhöhe und Unter- bzw. Oberseite steigen, je näher die Probenpositionen an der radialen Probenmitte liegen, sprich bei 20 mm. Dies ergibt sich ebenfalls aus den FEM-Analysen, da sich die axialen EPD-Werte bei 20 mm im Vergleich zu jenen bei 5 mm über einen deutlich größeren Bereich erstrecken.

Im Gegensatz zu den axialen Verläufen der EPD, verlaufen die Werte der Auswerteparameter nicht symmetrisch. Dies zeigt sich insbesondere daran, dass die Auswerteparameter der axialen Verläufe an der Probenunterseite und -oberseite (EPD praktisch Null) teils stark unterschiedliche Werte annehmen. Da generell zu erwarten wäre, dass die gewählten Auswerteparameter bei gleicher EPD auch vergleichbare Werte annehmen, deutet dies darauf hin, dass bei den axialen Verläufen zusätzliche Faktoren eine Rolle spielen. Konkret müssen die Unterschiede zwischen Ober- und Unterseite der Doppelkegelproben bereits vor der plastischen Verformung im Material vorhanden gewesen sein.

Die Ursache könnte die Lage der Doppelkegelproben in der Beizscheibe sein, da diese infolge variierender Erstarrungsgeschwindigkeiten die Morphologie der Primärausscheidungen beeinflusst [81] [82]. Als Folge sind die Primärausscheidungen in den Randbereichen der Beizscheibe aufgrund der schnellen Erstarrung spitzer und langgezogener und jene in der Nähe der Beizscheibenmitte durch die langsamere Erstarrung runder [82] [83]. Diese Unterschiede entstehen, da der Barren von außen nach innen erstarrt [8]. Dadurch variieren die Erstarrungsbedingungen zwischen der oberen bzw. unteren Seite und der halben Barrendicke sowie dem rechten bzw. linken Rand und der halben Barrenbreite. Durch die Positionen, aus denen die Doppelkegelproben aus der Beizscheibe herausgeschnitten wurden (siehe Abbildung 22), ergeben sich somit in axialer Probenrichtung wahrscheinlich stärker variierende Erstarrungsbedingungen, da die Doppelkegelhöhe etwa ein Drittel der halben Beizscheibenhöhe beträgt. Durch die größere Distanz zwischen rechtem bzw. linkem Barrenrand und Beizscheibenmitte dürften dagegen die Erstarrungsbedingungen über den Radius der Doppelkegelproben relativ konstant bleiben, da die Doppelkegelbreite einen kleineren Anteil der Barrenbreite ausmacht. Es folgt, dass die Morphologie der Fe Ausscheidungen bzw. die Gussstruktur entlang dem Radius der Doppelkegelprobe weitgehend konstant bleibt, während sie über die Höhe stärker variiert, wodurch die axialen Verläufe auseinandergezogen werden.

Partikelanzahl/Bildfläche

Der größte Unterschied in der Partikelanzahl der Ausscheidungen zeigt sich zwischen der Probenunterseite bzw. -oberseite und der halben Probenhöhe in der Probenmitte (Axial bei 20 mm). Dieser Unterschied nimmt mit zunehmendem Abstand zur Probenmitte ab und ist auch in der qualitativen Betrachtung der A-Aufnahmen erkennbar (siehe Abbildung 72 im Anhang 12.6).

Die Werte der Partikelanzahl und somit die Fragmentierung der Ausscheidungen nehmen beim radialen Verlauf und den axialen Verläufen bei gleichen EPDs sehr vergleichbare Werte an. Daher kann angenommen werden, dass die Fragmentierung in erster Instanz eine Funktion der EPD ist oder zumindest stark mit ihr korreliert, auch wenn es innerhalb der Doppelkegelprobe lokal zu unterschiedlichen Dehnungs- und Spannungszuständen kommt.

Die Probenpositionen von 5 mm und 10 mm zeigen im Vergleich zu 15 mm und 20 mm einen geringeren Unterschied in der Fragmentierung bzw. Partikelanzahl der

Ausscheidungen über die Probenhöhe. Dieser geringe Unterschied bei 5 mm und 10 mm deutet darauf hin, dass im Wesentlichen entweder die Partikelanzahl bzw. Morphologie des Gusszustandes vorliegt oder alle Ausscheidungen über die gesamte Probenhöhe gleichmäßig fragmentiert wurden.

Im Gegensatz dazu zeigen die Ausscheidungen an den Probenpositionen von 15 mm und 20 mm entlang der axialen Richtung mit zunehmender EPD bzw. in Richtung der halben Probenhöhe eine immer stärkere Fragmentierung. Der Wert der Partikelanzahl bei 20 mm bleibt bis zu einer EPD von 0.5 etwa konstant und steigt danach kontinuierlich an, bis die Partikelanzahl in der halben Probenhöhe den etwa doppelten Wert erreicht hat. Auch an der Probenposition von 15 mm steigt die Fragmentierung in der oberen und unteren Probenhälfte in Richtung halber Probenhöhe konstant an, bis auch hier etwa der doppelte Wert erreicht ist. Beide Datensätze decken sich sehr gut mit dem radialen Verlauf.

Partikelfläche

Im Vergleich zum radialen Verlauf, bei der der absoluten Partikelflächenanteil der Ausscheidungen in radialer Richtung in halber Probenhöhe nahezu konstant bleibt, zeigen sich in axialer Richtung zwischen der unteren und oberen Probenhälfte Unterschiede. Da die Fragmentierung die Gesamtfläche der Ausscheidungen im Gefüge nicht verändert, sondern nur zu einer Aufteilung in kleinere Partikel führt, sollte die Gesamtfläche gleich bleiben. Deshalb deuten diese Unterschiede ebenfalls darauf hin, dass hier Differenzen aus dem Gusszustand aufgrund der unterschiedlichen Erstarrungsbedingungen Einfluss nehmen.

Durchschnittliche Partikelfläche

Je näher der Probenmitte desto stärker ist der Unterschied der durchschnittlichen Partikelfläche zwischen Probenunterseite bzw. -oberseite und halber Probenhöhe. Dabei reduziert sich die durchschnittliche Partikelfläche an den Probenpositionen von 15 mm und 20 mm zur halben Probenhöhe hin um rund $\frac{2}{3}$, mit der Ausnahme eines Ausreißers bei 20 mm in der oberen Probenhälfte.

Durchschnittliche Partikelzirkularität

An allen Probenpositionen sind die Werte der durchschnittlichen Partikelzirkularität an der Probenunterseite höher als an der Probenoberseite. Dass die Fe Ausscheidungen im Barren aufgrund der abnehmenden Erstarrungsgeschwindigkeit entlang der Höhe zur Barrenmitte hin zunehmend runder werden sollten und daher schlechter fragmentieren, ist ein Hinweis darauf, dass die Probenunterseite eventuell näher an der Barrenmitte gelegen hat.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Untersuchung von Mikrostrukturveränderungen der Al-Mg-Si Legierung EN AW-6061 unter verschiedenen Deformationsbedingungen. Dabei wird der Einfluss der Dehnrates, der Temperatur sowie der effektiven plastischen Dehnung (EPD) auf die Substruktur, die Entwicklung der geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs) sowie die Fragmentierung der Fe-haltigen Primärausscheidungen untersucht. Dafür werden Doppelkegelproben, die bei Dehnrates von 1 s^{-1} sowie 50 s^{-1} und bei jeweils sechs verschiedenen Temperaturen zwischen $25 \text{ }^\circ\text{C}$ und $550 \text{ }^\circ\text{C}$ plastisch gestaucht wurden, untersucht. Aufgrund der speziellen Probengeometrie kann ein breites Spektrum an Mikrostrukturzuständen abgebildet werden.

Zur Untersuchung der Substruktur und der Entwicklung der GNDs werden mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD) Messungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt und inverse Polfiguren-Maps (IPF-Maps) qualitativ ausgewertet. Bei niedrigen Temperaturen zeigt das Gefüge im gering verformten Bereich am Probenrand Körner mit einem leichten Orientierungsgradienten. Dieses Gefüge wird in Richtung des stark verformten Bereiches in der Probenmitte sukzessive zusammengedrückt, wobei sich eine ausgeprägte Substruktur entwickelt. Wird die Temperatur erhöht tritt zunächst Erholung ein, wodurch die Substruktur abgebaut wird und sich große, rundliche Subkörner bilden. Im Gegensatz dazu bilden sich bei weiterer Temperaturzunahme durch Rekristallisation in der Probenmitte teilweise versetzungsfreie Körner. Dabei sind bei der langsamen Dehnrates von 1 s^{-1} nur wenige kleine rekristallisierte Körner erkennbar, während das Gefüge bei der schnellen Dehnrates von 50 s^{-1} oberhalb von $450 \text{ }^\circ\text{C}$ fast vollständig rekristallisiert ist.

Die geschätzte Versetzungsdichte der GNDs wird mithilfe der KAM und der Methode von Kamaya [67] bestimmt. Dabei zeigt sich erwartungsgemäß eine steigende Versetzungsdichte mit zunehmender EPD und eine Abnahme bei steigender Temperatur. Für die daraus berechneten geschätzten Kaltverfestigungen ergeben sich im Vergleich zu Kaltverfestigungswerten aus der Literatur teils signifikante Abweichungen. Lediglich die geschätzten Kaltverfestigungswerte bei RT stimmen relativ gut mit den Werten aus der Literatur überein. Diese Abweichungen sind jedoch durch die gegebenen Unsicherheiten bei der Berechnung, die Vernachlässigung der statistisch gespeicherten Versetzungen (SSDs) sowie den Unterschied der Legierungsvariante aus der Literatur zu erwarten. Genauere Ergebnisse könnten womöglich durch eine Neuindexierung der Kikuchi-Muster mithilfe der Methode des „Spherical Indexing“ erzielt werden.

Prinzipiell können die Ergebnisse der Substrukturuntersuchungen sowie der geschätzten Versetzungsdichte der GNDs bspw. verwendet werden, um Prozessgrenzen zu identifizieren, innerhalb denen Rekristallisation unterdrückt bzw. gefördert wird.

Mit LM- und BSE-Aufnahmen wird die Fragmentierung der Fe-haltigen Primärausscheidungen in radialer sowie in axialer Richtung der gestauchten Doppelkegelproben untersucht.

Die in radialer Richtung entlang der halben Probenhöhe durchgeführten Untersuchungen zeigen keine großen Unterschiede zwischen den beiden Dehnraten, ebenso werden keine erkennbare Temperaturabhängigkeiten festgestellt. Ausgehend vom Probenrand, an dem die Fe-haltigen Primärausscheidungen nicht fragmentiert sind, erfolgt Richtung Probenmitte eine sukzessive Fragmentierung, wobei sich die fragmentierten Partikel zeilenförmig und parallel zur radialen Richtung anordnen. Dabei ist die Anzahl der einzelnen Fragmente in der Probenmitte (höchster Umformgrad) etwa doppelt so hoch wie am Probenrand und korreliert maßgeblich mit dem Umformgrad bzw. der EPD.

Die Untersuchungen in axialer Richtung an verschiedenen Probenpositionen entlang der Probenhöhe bestätigt die Korrelation des Fragmentierungsgrades mit dem Umformgrad aus den Messungen in radialer Richtung. Jedoch wird festgestellt, dass sich bspw. die Zirkularität und der Gesamtanteil an Fe-haltigen Primärausscheidungen in der oberen und unteren Probenhälfte unterscheiden. Eine mögliche Ursache dafür kann die Lage der Doppelkegelproben in der Beizscheibe und die damit verbundenen unterschiedlichen Erstarrungsbedingungen innerhalb des Barrens sein, die die Morphologie und den Anteil der Primärausscheidungen beeinflussen [82]. Für zukünftige Untersuchungen wäre es von Vorteil, die Ober- und Unterseiten von Proben systematisch über alle experimentellen Methoden hinweg mitzuverfolgen.

Da die fragmentierten Fe-haltigen Primärausscheidungen die bevorzugten Keimstellen für β -Mg₂Si sind [10], stellt sich die Frage, ob sich beim Abkühlen nachdem Lösungsglühen in der Probenmitte im Vergleich zum Probenrand, ebenfalls etwa doppelt so viel β -Mg₂Si ausscheidet. Um dies untersuchen zu können, müssen Probenteile am Probenrand und in der Probenmitte herausgeschnitten werden und anschließend mit DSC-Versuchen untersucht werden. Das daraus gewonnene Ergebnis kann anschließend verwendet werden, um ggf. Modelle für die Ausscheidungskinetik von β -Mg₂Si anzupassen und zu verbessern, um damit präzisere Vorhersagen zu treffen.

Die Ergebnisse dieser Arbeit bieten einen Überblick über die Mikrostrukturentwicklung der Aluminiumlegierung EN AW-6061 unter verschiedenen Dehnraten, Temperaturen und EPDs, der direkt als Referenz für Fragestellungen rund um Prozessführung hilfreich sein kann. Die gewonnenen Daten und Erkenntnisse tragen zudem dazu bei, bestehende Simulationsmodelle zu validieren und weiterzuentwickeln, um industrielle Prozesse zu optimieren.

7 Literaturverzeichnis

- [1] B. Arnold, *Werkstofftechnik für Wirtschaftsingenieure*, 2., Überarbeitete und ergänzte Auflage. Berlin: Springer Vieweg, 2017.
- [2] J. Freudenberger and M. Heilmaier, *Materialkunde der Nichteisenmetalle und -legierungen*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2020.
- [3] S. J. Andersen, H. W. Zandbergen, J. Jansen, C. TrÆholt, U. Tundal, and O. Reiso, 'The crystal structure of the β " phase in Al–Mg–Si alloys', *Acta Materialia*, vol. 46, no. 9, pp. 3283–3298, May 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00493-X.
- [4] G. Falkinger, C. Reisecker, and S. Mitsche, 'Analysis of the evolution of Mg₂Si precipitates during continuous cooling and subsequent re-heating of a 6061 aluminum alloy with differential scanning calorimetry and a simple model', *International Journal of Materials Research*, vol. 113, no. 4, pp. 316–326, Apr. 2022, doi: 10.1515/ijmr-2021-8443.
- [5] H. S. Hasting *et al.*, 'Composition of β " precipitates in Al–Mg–Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations', *Journal of Applied Physics*, vol. 106, no. 12, p. 123527, Dec. 2009, doi: 10.1063/1.3269714.
- [6] E. Sjölander and S. Seifeddine, 'The heat treatment of Al–Si–Cu–Mg casting alloys', *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, no. 10, pp. 1249–1259, Jul. 2010, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.03.020.
- [7] H. Zhu, M. J. Couper, and A. K. Dahle, 'Effect of process variables on Mg-Si particles and extrudability of 6xxx series aluminum extrusions', *JOM*, vol. 63, no. 11, pp. 66–71, Nov. 2011, doi: 10.1007/s11837-011-0183-2.
- [8] J. Asensio-Lozano, B. Suárez-Peña, and G. Vander Voort, 'Effect of Processing Steps on the Mechanical Properties and Surface Appearance of 6063 Aluminium Extruded Products', *Materials*, vol. 7, no. 6, pp. 4224–4242, May 2014, doi: 10.3390/ma7064224.
- [9] T. Sheppard, *Extrusion of Aluminium Alloys*. Boston, MA: Springer US, 1999. [Online]. Available: <http://link.springer.com/10.1007/978-1-4757-3001-2>
- [10] R. Kahlenberg, T. Wojcik, G. Falkinger, A. L. Krejci, B. Milkereit, and E. Kozeschnik, 'On the precipitation mechanisms of β -Mg₂Si during continuous heating of AA6061', *Acta Materialia*, vol. 261, p. 119345, Dec. 2023, doi: 10.1016/j.actamat.2023.119345.
- [11] C. Gruber *et al.*, 'Simulation of Dynamic and Meta-Dynamic Recrystallization Behavior of Forged Alloy 718 Parts Using a Multi-Class Grain Size Model', *Materials*, vol. 14, no. 1, Art. no. 1, Dec. 2020, doi: 10.3390/ma14010111.
- [12] J. Wang *et al.*, 'Microstructure Heredity of Inconel 718 Nickel-Based Superalloy during Preheating and Following Deformation', *Crystals*, vol. 10, no. 4, p. 303, Apr. 2020, doi: 10.3390/cryst10040303.

- [13] DIN EN 573-1:2005-02, *Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug - Teil 1: Numerisches Bezeichnungssystem; Deutsche Fassung EN 573-1:2004*. doi: 10.31030/9599939.
- [14] DIN EN 573-3:2024-03, *Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug - Teil 3: Chemische Zusammensetzung und Erzeugnisformen; Deutsche Fassung EN 573-3:2019+A2:2023*. doi: 10.31030/3508314.
- [15] G. Mrówka-Nowotnik and J. Sieniawski, 'Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium alloys', *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 162–163, pp. 367–372, May 2005, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2005.02.115.
- [16] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*, 3., neu Bearb. Aufl. 2014. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- [17] Z. Wang, S. Jiang, T. Liu, and C. Ban, 'The effect of Fe content on crystal phase and mechanical properties of 6061 aluminium alloy', *J. Phys.: Conf. Ser.*, vol. 2566, no. 1, p. 012025, Aug. 2023, doi: 10.1088/1742-6596/2566/1/012025.
- [18] M. Baruah and A. Borah, 'Processing and precipitation strengthening of 6xxx series aluminium alloys: A review', *Int. J. Mater. Sci.*, vol. 1, no. 1, pp. 40–48, Jan. 2020, doi: 10.22271/27078221.2020.v1.i1a.10.
- [19] L. Lodgaard and N. Ryum, 'Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al–Mg–Si alloys', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 283, no. 1–2, pp. 144–152, May 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00734-6.
- [20] K. Strobel, E. Sweet, M. Easton, J. F. Nie, and M. Couper, 'Dispersoid Phases in 6xxx Series Aluminium Alloys', *MSF*, vol. 654–656, pp. 926–929, Jun. 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.926.
- [21] G. Gottstein, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen*, 4th ed. 2014. in Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg: Imprint: Springer Vieweg, 2014.
- [22] W. Bergmann, *Werkstofftechnik. 1: Grundlagen: struktureller Aufbau von Werkstoffen, metallische Werkstoffe, Polymerwerkstoffe, nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe*, 7., neu Bearb. Aufl. München: Hanser, 2013.
- [23] F. J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd ed. Amsterdam; Boston: Elsevier, 2004.
- [24] E. Roos and K. Maile, *Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung*, 5. Aufl. in Springer-Lehrbuch. Berlin [u.a.]: Springer Vieweg, 2015.
- [25] D. Hull and D. J. Bacon, *Introduction to dislocations*, 5. ed. Amsterdam Heidelberg: Butterworth Heinemann, Elsevier, 2011.
- [26] R. Bürgel, H.-J. Maier, and T. Niendorf, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*, 5., Überarb. und erw. Aufl. Berlin: Springer Vieweg, 2015.

- [27] X. D. Ren *et al.*, 'Dislocation evolution and properties enhancement of GH2036 by laser shock processing: Dislocation dynamics simulation and experiment', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 654, pp. 184–192, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2015.12.007.
- [28] B. Ilchner and R. F. Singer, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien*, 5., neu Bearb. Aufl. in Springer-Lehrbuch. Berlin Heidelberg: Springer, 2010.
- [29] A. P. Mouritz, *Introduction to aerospace materials*. in AIAA education series. Reston, VA : Cambridge, UK: American Institute of Aeronautics and Astronautics ; Woodhead Pub, 2012.
- [30] J. Rösler, H. Harders, and M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe: mit 31 Tabellen und 34 Aufgaben und Lösungen*, 2., Durchges. und erw. Aufl. in Lehrbuch Maschinenbau. Wiesbaden: Teubner, 2006.
- [31] A. Arsenlis and D. M. Parks, 'Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density', *Acta Materialia*, vol. 47, no. 5, pp. 1597–1611, Mar. 1999, doi: 10.1016/S1359-6454(99)00020-8.
- [32] H. Gao, Y. Huang, and W. D. Nix, 'Modeling Plasticity at the Micrometer Scale', *Naturwissenschaften*, vol. 86, no. 11, pp. 507–515, Nov. 1999, doi: 10.1007/s001140050665.
- [33] E. Breitbarth, S. Zaefferer, F. Archie, M. Besel, D. Raabe, and G. Requena, 'Evolution of dislocation patterns inside the plastic zone introduced by fatigue in an aged aluminium alloy AA2024-T3', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 718, pp. 345–349, Mar. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.01.068.
- [34] W. D. Nix and H. Gao, 'Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity', *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 46, no. 3, pp. 411–425, Mar. 1998, doi: 10.1016/S0022-5096(97)00086-0.
- [35] J. Zhang, B. Wang, and H. Wang, 'Geometrically necessary dislocations distribution in face-centred cubic alloy with varied grain size', *Materials Characterization*, vol. 162, p. 110205, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110205.
- [36] D. A. Hughes, N. Hansen, and D. J. Bammann, 'Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations', *Scripta Materialia*, vol. 48, no. 2, pp. 147–153, Jan. 2003, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00358-5.
- [37] R. D. Doherty *et al.*, 'Current issues in recrystallization: a review', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 238, no. 2, pp. 219–274, Nov. 1997, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00424-3.
- [38] B. Bay, N. Hansen, and D. Kuhlmann-Wilsdorf, 'Deformation structures in lightly rolled pure aluminium', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 113, pp. 385–397, Jul. 1989, doi: 10.1016/0921-5093(89)90325-0.
- [39] M. H. Farshidi, H. Doryo, M. Yuasa, and H. Miyamoto, 'Formation of Micro Shear Bands During Severe Plastic Deformation of BCC Alloys', *Journal of Stress Analysis*, vol. 3, no. 1, Sep. 2018, doi: 10.22084/jrstan.2018.16833.1053.

- [40] N. Jia, F. Roters, P. Eisenlohr, D. Raabe, and X. Zhao, 'Simulation of shear banding in heterophase co-deformation: Example of plane strain compressed Cu–Ag and Cu–Nb metal matrix composites', *Acta Materialia*, vol. 61, no. 12, pp. 4591–4606, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.04.029.
- [41] N. Jia, P. Eisenlohr, F. Roters, D. Raabe, and X. Zhao, 'Orientation dependence of shear banding in face-centered-cubic single crystals', *Acta Materialia*, vol. 60, no. 8, pp. 3415–3434, May 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.005.
- [42] A. Duckham, R. D. Knutsen, and O. Engler, 'Influence of deformation variables on the formation of copper-type shear bands in Al–1Mg', *Acta Materialia*, vol. 49, no. 14, pp. 2739–2749, Aug. 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00166-5.
- [43] H.-J. Bargel and G. Schulze, *Werkstoffkunde*, 11., Bearb. Aufl. 2012. in Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg Imprint Springer, 2012.
- [44] J. I. Goldstein, D. C. Joy, J. R. Michael, D. E. Newbury, N. W. M. Ritchie, and J. H. J. Scott, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 4th ed. 2018. New York, NY: Springer New York: Imprint: Springer, 2018.
- [45] T. Kogure, 'Electron Microscopy', in *Developments in Clay Science*, vol. 5, Elsevier, 2013, pp. 275–317. doi: 10.1016/B978-0-08-098259-5.00011-1.
- [46] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, and D. P. Field, Eds., *Electron backscatter diffraction in materials science*, 2nd ed. New York: Springer, 2009.
- [47] E. Hornbogen and B. Skrotzki, *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*, 3. Aufl. Berlin Heidelberg: Springer, 2009.
- [48] D. Stojakovic, 'Electron backscatter diffraction in materials characterization', *PAC*, vol. 6, no. 1, pp. 1–13, 2012, doi: 10.2298/PAC1201001S.
- [49] EDAX, 'EBSD pattern processing and indexing',
- [50] H. Riedl-Tragenreif, 'LU - Surface Technology - Unit III', 2022.
- [51] L. Spiess, L. Spiess, H. Behnken, C. Genzel, R. Schwarzer, and G. Teichert, *Moderne Röntgenbeugung: Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, 2., Überarbeitete und erw. Aufl. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag / GWV Fachverlage, Wiesbaden, 2009.
- [52] U. Busch and W. C. Röntgen, Eds., *Wilhelm Conrad Röntgen: ein leuchtendes Leben für die Wissenschaft*. in *Klassische Texte der Wissenschaft*. Berlin [Heidelberg]: Springer Spektrum, 2020. doi: 10.1007/978-3-662-61350-4.
- [53] N. Baak, *Mikromagnetische Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens und der Eigenspannungsrelaxation tiefgebohrter Proben des Vergütungsstahls 42CrMo4*. in *Werkstofftechnische Berichte | Reports of Materials Science and Engineering*. Wiesbaden [Heidelberg]: Springer Vieweg, 2023.
- [54] K. Dicks, 'Introduction to EBSD', High Wycombe, 2003. Accessed: Apr. 08, 2024. [Online]. Available: <https://www.birmingham.ac.uk/Documents/college-eps/metallurgy/cem/IntroEBSD63slidesv2.pdf>
- [55] EDAX, 'OIM Analysis Help Documentation'. 2022.
- [56] EDAX, 'Triplet Indexing'. Nov. 2013. Accessed: Nov. 22, 2024. [Online]. Available: https://www.edax.com/-/media/ametekedax/files/ebsd/technical_notes/triplet-indexing.pdf

- [57] N. S. De Vincentis and D. P. Field, 'Factors affecting Confidence Index in EBSD analysis', *Ultramicroscopy*, vol. 225, p. 113269, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.ultramic.2021.113269.
- [58] University of California, Riverside, Ed., 'Introduction to EBSD'. May 02, 2013. Accessed: Apr. 08, 2024. [Online]. Available: <https://cfamm.ucr.edu/media/226/download?attachment>
- [59] K. Biswas, S. Sivakumar, and N. Gurao, Eds., *Electron microscopy in science and engineering*. in IITK directions, no. volume 6. Singapore: Springer, 2022.
- [60] *OIM Analysis 8.6.0101 x64 [18 Mar 2022]*. EDAX.
- [61] G. Huebschen, Ed., *Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods*. in Woodhead Publishing series in electronic and optical materials, no. number 88. Amsterdam; Boston: Elsevier/Woodhead Publishing, 2016.
- [62] K. Schiebold, *Zerstörende Werkstoffprüfung: Metallographische Werkstoffprüfung und Dokumentation der Prüfergebnisse*. Berlin: Springer Vieweg, 2018.
- [63] K. G. Schmitt-Thomas, *Integrierte Schadenanalyse: Technikgestaltung und das System des Versagens*, 3. Auflage. in VDI. Berlin: Springer Vieweg, 2015.
- [64] O. Engler, T. Schröter, and C. Krause, 'Formation of intermetallic particles during solidification and homogenisation of two Al–Mg–Si alloys', *Materials Science and Technology*, vol. 39, no. 1, pp. 70–84, Jan. 2023, doi: 10.1080/02670836.2022.2102279.
- [65] Cloeren Technology GmbH, 'Katalog 2024 - Materialographie-Bedarf Präparationsysteme'. Jan. 01, 2024.
- [66] W. Han and F. Fang, 'Fundamental aspects and recent developments in electropolishing', *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 139, pp. 1–23, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2019.01.001.
- [67] M. Kamaya, 'Assessment of local deformation using EBSD: Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient', *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 8, pp. 1189–1199, Jul. 2011, doi: 10.1016/j.ultramic.2011.02.004.
- [68] M. Kamaya, 'Correction of step size dependency in local misorientation obtained by EBSD measurements: Introducing equidistant local misorientation', *Ultramicroscopy*, vol. 259, p. 113928, May 2024, doi: 10.1016/j.ultramic.2024.113928.
- [69] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, and D. Raabe, 'Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 10–11, pp. 2738–2746, Apr. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.01.004.
- [70] P. J. Konijnenberg, S. Zaefferer, and D. Raabe, 'Assessment of geometrically necessary dislocation levels derived by 3D EBSD', *Acta Materialia*, vol. 99, pp. 402–414, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.06.051.
- [71] J. Kreyca and E. Kozeschnik, 'State parameter-based constitutive modelling of stress strain curves in Al–Mg solid solutions', *International Journal of Plasticity*, vol. 103, pp. 67–80, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.ijplas.2018.01.001.

- [72] K. M. Davoudi and J. J. Vlassak, 'Dislocation evolution during plastic deformation: Equations vs. discrete dislocation dynamics study', 2014, doi: 10.48550/ARXIV.1408.6609.
- [73] H. Mughrabi, 'The α -factor in the Taylor flow-stress law in monotonic, cyclic and quasi-stationary deformations: Dependence on slip mode, dislocation arrangement and density', *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 20, no. 6, pp. 411–420, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.cossms.2016.07.001.
- [74] M. Kassner, 'Application of the Taylor Equation to Five-Power-Law Creep Considering the Influence of Solutes', *Metals*, vol. 8, no. 10, p. 813, Oct. 2018, doi: 10.3390/met8100813.
- [75] J. Njuguna, *Lightweight composite structures in transport: design, manufacturing, analysis and performance*. in Woodhead Publishing series in composites science and engineering. Oxford: Woodhead Publishing, 2016.
- [76] J. Hodowany, G. Ravichandran, A. J. Rosakis, and P. Rosakis, 'Partition of plastic work into heat and stored energy in metals', *Experimental Mechanics*, vol. 40, no. 2, pp. 113–123, Jun. 2000, doi: 10.1007/BF02325036.
- [77] J.-H. Zheng, C. Pruncu, K. Zhang, K. Zheng, and J. Jiang, 'Quantifying geometrically necessary dislocation density during hot deformation in AA6082 Al alloy', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 814, p. 141158, May 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141158.
- [78] C. Poletti, R. Bureau, P. Loidolt, P. Simon, S. Mitsche, and M. Spuller, 'Microstructure Evolution in a 6082 Aluminium Alloy during Thermomechanical Treatment', *Materials*, vol. 11, no. 8, p. 1319, Jul. 2018, doi: 10.3390/ma11081319.
- [79] J. E. Hatch, Aluminum Association, and American Society for Metals, Eds., *Aluminum: properties and physical metallurgy*. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1984.
- [80] A. Balasundaram, A. M. Gokhale, S. Graham, and M. F. Horstemeyer, 'Three-dimensional particle cracking damage development in an Al–Mg-base wrought alloy', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 355, no. 1–2, pp. 368–383, Aug. 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(03)00103-5.
- [81] B. Benjunior, A. H. Ahmad, M. Mohd. Rashidi, and M. S. Reza, 'Effect of Different Cooling Rates Condition on Thermal Profile and Microstructure of Aluminium 6061', *Procedia Engineering*, vol. 184, pp. 298–305, 2017, doi: 10.1016/j.proeng.2017.04.098.
- [82] A. Verma, S. Kumar, P. S. Grant, and K. A. Q. O'Reilly, 'Influence of cooling rate on the Fe intermetallic formation in an AA6063 Al alloy', *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 555, pp. 274–282, Apr. 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2012.12.077.
- [83] M. H. Khan, A. Das, Z. Li, and H. R. Kotadia, 'Effects of Fe, Mn, chemical grain refinement and cooling rate on the evolution of Fe intermetallics in a model 6082 Al-alloy', *Intermetallics*, vol. 132, p. 107132, May 2021, doi: 10.1016/j.intermet.2021.107132.

8 Abkürzungsverzeichnis

AMAG	Austria Metall AG
AW	Aluminium Knetzeugnisse (Teil des Bezeichnungssystem für Al)
b	Burgersvektor
BSE	Rückstreuelektron
CB	Zellengrenze
CCD	Charged-Coupled Device
CI	Konfidenzindex
DDW	Dichte Versetzungswand
DIN	Deutsches Institut für Normung
EBSD	Elektronenrückstreubeugung
E-Modul	Elastizitätsmodul
EN	Europäische Norm (Teil des Bezeichnungssystem für Al)
engl.	Englisch
EPD	Effektive plastische Dehnung
EPD _{max}	Maximale EPD
EPD _{min}	Minimale EPD
FEG-SEM	Feldemissionsquellen-SEM
FELMI-ZFE	Institut für Elektronenmikroskopie und Nanoanalytik an der Technische Universität Graz (FELMI), Graz Zentrum für Elektronenmikroskopie (ZFE)
FEM	Fenite Elemente Methode
GE	Gleitebene
GM	Gleitmöglichkeiten
GNB	Geometrisch notwendige Subkorngrenze
GND	Geometrisch notwendige Versetzung
GR	Gleitrichtung
GS	Gleitsystem
hkl	Millersche Indizes
IDB	Zufällige Subkorngrenze
IPF	Inverse Polfigur
KAM	Durchschnittliche Fehlorientierung der Kernumgebung
KAM _M	Durchschnittliche KAM
KAM _{true}	Tatsächliche KAM
kfz	Kubisch flächenzentriert

konst.	Konstant
LB	Lamellare Versetzungsgrenze
LM	Lichtmikroskop
Max.	Maximum
MB	Mikroband
Min.	Minimum
n	Ordnung des Nachbarringes
ND	Normal direction
NR	Normalrichtung
OIM	Orientation Imaging Microscopy
OP-S	Alkalische kolloidale Siliciumdioxid-Suspension
PE	Primärelektron
PF	Polfigur
QR	Querrichtung
RD	Rolling direction
REM	Rasterelektronenmikroskop
Rexx	Rekristallisation
RT	Raumtemperatur
SE	Sekundärelektron
SEM	Scanning electron microscope
SFE	Stapelfehlerenergie
SSD	Statistisch gespeicherte Versetzung
TD	Transverse direction
UP1, UP2	Speicherformat der Kikuchi-Pattern
WD	Arbeitsabstand
WH	Work hardening
WR	Walzrichtung

9 Symbolverzeichnis

b	Burgersvektor
c	Konzentration der gelösten Fremdatome
c	Geometrische Konstante zur Berechnung von ρ_{GND}
CI	Konfidenzindex
d_0	Ausgangskorngröße bzw. Korngröße vor der Rekristallisation
d_{hkl}	Zwischengitterabstand
d_{R}	Korngröße nach der Rekristallisation
d_{T}	Korngröße von Teilchen einer Zweitphase
E	Ebene (stereografische Projektion)
G	Energie
G	Schubmodul
KAM_{BGN}	Hintergrundrauschen, Messungenauigkeit des KAM_{M}
KAM_{M}	Durchschnittliche KAM
KAM_{true}	Tatsächliche KAM
KBG	Keimbildungsgeschwindigkeit
KWG	Keimwachstumsgeschwindigkeit
M	Taylor-Faktor
n	Beugungsordnung in der Bragg'schen Gleichung
n	Gegeben Anzahl an Kikuchi-Bändern zur Berechnung von t
n	Ordnung des Nachbarringes
P	Schnittpunkt (stereografische Projektion)
P'	Pol von E (stereografische Projektion)
r	Abstand zwischen zwei Versetzungen
r_{krit}	Kritischer Keimradius
R_{p}	Dehngrenze
s	Versetzungslinie
t	Maximale Anzahl an Triplets
T	Temperatur
t_{AG}	Aufheizzeit auf T_{G}
T_{G}	Glühtemperatur
t_{G}	Glühzeit
T_{R}	Rekristallisationstemperatur
t_{R}	Rekristallisationszeit

T_s	Schmelztemperatur
u	Schrittweite der EBSD-Messung
V_1	Lösung mit der höchsten Punktzahl
V_2	Lösung mit der zweithöchsten Punktzahl
V_{ideal}	Anzahl der verwendeten Triplets
x	x-Wert des Koordinatenpunktes (Hough-Transformation)
y	y-Wert des Koordinatenpunktes (Hough-Transformation)
α	Kaltverfestigungskoeffizient
ε_p	Effektive plastische Dehnung
θ	Winkel zwischen dem Ursprung und der Verbindungslinie (Hough-Transformation)
θ_{hkl}	Braggwinkel
λ	Wellenlänge des Primärelektronenstrahles
λ_T	Teilchenabstand
ρ	Versetzungsdichte
ρ	Verbindungslinie zwischen dem Ursprung und der Linie (Hough-Transformation)
ρ_{GND}	GND-Versetzungsdichte
ρ_{SSD}	SSD-Versetzungsdichte
σ	Fließspannung
σ_0	Fließspannung bei einer EPD von 0
$\sigma_{0.4}$	Fließspannung bei einer EPD von 0.4
σ_{WH}	Geschätzte Kaltverfestigung
σ_{WH_L}	Kaltverfestigung der Literatur
φ	Umformgrad
φ_{krit}	Kritischer Umformgrad

10 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Kfz Elementarzelle: (a) Kugeldarstellung, (b) Strichdarstellung [1].....	6
Abbildung 2: Burgersvektor b und Versetzungslinie s einer (a) Stufenversetzung und einer (b) Schraubenversetzung, nach [21].....	7
Abbildung 3: Gleitsystem der kfz Elementarzelle [22].....	8
Abbildung 4: (a) Abstoßung und (b) Auslöschung (Annihilation) von Versetzungen [22]	10
Abbildung 5: Versetzungsdipol [22]	10
Abbildung 6: Versetzungsdichte: Schematische Darstellung von Versetzungen in einem Volumenelement [27].....	11
Abbildung 7: Frank-Read-Quelle, nach [29].....	11
Abbildung 8: Orowan-Mechanismus mit Blick auf die Gleitebene [22].....	12
Abbildung 9: Kinke: (a) Versetzung XY mit b_1 auf der Gleitebene P_{XY} bewegt sich in Richtung der auf der Gleitebene P_{AB} liegenden Versetzung AB mit b_2 , (b) XY hat AB geschnitten und die Kinken PP' (Länge b_1) und QQ' (Länge b_2) erzeugt [25].....	13
Abbildung 10: Jog: (a) Versetzung XY mit b_1 auf der Gleitebene P_{XY} bewegt sich in Richtung der auf der Gleitebene P_{AB} liegenden Versetzung AB mit b_2 , (b) XY hat AB geschnitten und den Jog PP' in AB (Länge b_1) erzeugt, XY hat keinen Jog/Kinke da b_2 parallel zu XY ist [25]	14
Abbildung 11: Schematische Darstellung der Substrukturen bei (a) niedriger bis mittlerer und (b) hoher Dehnung, nach [37].....	15
Abbildung 12: Schematische Darstellung der Erholung, Rekristallisation und Kornvergrößerung: (a) plastisch verformter Zustand, (b) erholt, (c) teilweise rekristallisiert, (d) vollständig rekristallisiert, (e) Kornvergrößerung, (f) abnormale Kornvergrößerung, nach [23]	17
Abbildung 13: Annihilation und Polygonisation [24]	18
Abbildung 14: Schematisches Rekristallisationsdiagramm, nach [43]	21
Abbildung 15: Schematische Darstellung des Mechanismus der Kornvergrößerung mit (a) geraden, (b) konvex und (c) konkav gekrümmten Korngrenzen [21].....	23
Abbildung 16: (a) Entstehung der Beugungsmuster bei EBSD, nach [21], (b) Beispiel eines aufgenommenen EBSD-Beugungsmusters [49].....	25
Abbildung 17: Darstellung der Bragg-Bedingung, nach [52]	26
Abbildung 18: Prinzip der Hough-Transformation zur Identifizierung von Kikuchi-Linien, nach [54]	27
Abbildung 19: (a) Prinzip der stereografischen Projektion, nach [21], (b) $\{111\}$ Polfigur für eine kubische Textur, nach [46].....	29
Abbildung 20: (a) IPF und stereografisches Dreieck einer kubischen Textur, nach [46],	30

Abbildung 21: Strahlengang im Lichtmikroskop mit Auflichtbeleuchtung: (a) Hellfeldbeleuchtung, (b) Dunkelfeldbeleuchtung [63].....	32
Abbildung 22: Beizscheibe mit den angezeichneten Positionen 1 bis 28 an denen das Material für die Doppelkegelproben herausgeschnitten wurde sowie eine schematische Darstellung einer Doppelkegelprobe an Position 4, nach [AMAG rolling GmbH].....	34
Abbildung 23: Schematische Darstellung einer Doppelkegelprobe: (a) nicht deformiert (die roten Pfeile zeigen in Stauchrichtung) und (b) deformiert	35
Abbildung 24: Verteilung der EPD der Probe 1s-1_550C, nach [A. Wenda].....	35
Abbildung 25: Temperatur-Zeit-Verlauf der Doppelkegel Stauchversuche der untersuchten Proben.....	36
Abbildung 26: Probe: (a) 1s-1_550C: Ungeschnitten, (b) 1s-1_RT: Zugeschnitten.....	37
Abbildung 27: Präparierte Probe 50s-1_550C mit eingezeichneten Probenpositionen und x-y-z Probenkoordinatensystem	39
Abbildung 28: REM-Vakuumkammer mit (a) Primärelektronen Austritt, (b) Probenhalter mit Probe, (c) EBSD-Detektor und (d) SE-Detektor	39
Abbildung 29: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: Korn CI Standardisierung, nach [55]	42
Abbildung 30: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: Nachbarschaftsorientierungskorrelation, nach [55]	43
Abbildung 31: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: Korndilatation, nach [55]	43
Abbildung 32: EBSD-Messdaten Datenaufbereitung: IPF-Map bzgl. der Probenoberflächennormale der Probe 50s-1_RT_10mm (a) vor und (b) nach der Datenbereinigung.....	44
Abbildung 33: Funktionsweise für die KAM für die Nachbarringe 1 bis 3, nach [55].....	45
Abbildung 34: Ermittlung der Subkorngrößen eines Kornes der Probe 1s-1_550C_10mm.....	48
Abbildung 35: Aufnahmeraster der LM-Aufnahmen.....	49
Abbildung 36: Schematische Darstellung der Positionen der Aufnahmeraster der LM-Aufnahmen mit Probenpositionen und Probenkoordinatensystem der Probe 50s-1_550C.....	49
Abbildung 37: Probe 1s-1_550C_1mm_6: (a) vor der Datenaufbereitung, (b) Fe A-LM-Aufnahme und (c) Fe+Mg ₂ Si A-LM-Aufnahme ((a) und (b) haben den gleichen Maßstab wie (a) bzw. Aufnahmegröße: 275 µm x 206 µm).....	50
Abbildung 38: BSE-Aufnahmen Collage der Probe 1s-1_550C mit x _{BSE} -y _{BSE} BSE-Aufnahmen Koordinatensystem, Probenpositionen, x-y-z Probenkoordinatensystem, axial und radial Richtungen der EPD-Verläufe und die rechteckig markierte Position des Ausschnittes in Abbildung 52 an x _{BSE} = 5 und y _{BSE} = 29, nach [M. Theissing]	51

Abbildung 39: IPF-Map der Probe 50s-1_RT_10mm bezogen auf die z-Achse des Probenkoordinatensystems, Maßstab, Farblegende und Probenkoordinatensystem.....	53
Abbildung 40: Übersicht aller IPF-Maps der Dehnrate 1 s^{-1} bei unterschiedlichen Temperaturen und Probenpositionen, IPF-Map Abmessung: $432 \mu\text{m} \times 338 \mu\text{m}$	54
Abbildung 41: Übersicht aller IPF-Maps der Dehnrate 50 s^{-1} bei unterschiedlichen Temperaturen und Probenpositionen, IPF-Map Abmessung: $432 \mu\text{m} \times 338 \mu\text{m}$	55
Abbildung 42: IPF-Maps der Probe: (a) 1s-1_RT_1mm, (b) 1s-1_RT_20mm.....	56
Abbildung 43: IPF-Maps der Probe: (a) 1s-1_550C_1mm und (b) 1s-1_550C_20mm.....	57
Abbildung 44: IPF-Map Ausschnitte der Dehnrate 1 s^{-1} : (a) Orientierungsgradienten und Scherbänder, (b) Scherbänder, (c) Makro-Scherband, (d) Subkörner, (e) markierte versetzungsfreie Körner, (f) Mikro-Scherband, (g) Scherbänder oder sich durchdringende Körner, (h) Mikro-Scherbänder	57
Abbildung 45: IPF-Maps der Proben: (a) 50s-1_RT_1mm, (b) 50s-1_RT_20mm, (c) 50s-1_550C_1mm und (d) 50s-1_550C_20mm	59
Abbildung 46: IPF-Map Ausschnitte der Dehnrate 50 s^{-1} : (a) feine Substruktur, (b) Scherband	59
Abbildung 47: Subkorngröße der Probe 1s-1_550C_[1, 10, 20]mm	60
Abbildung 48: Geschätzte GNDs und geschätzte Kaltverfestigung der Dehnrate von 1 s^{-1}	61
Abbildung 49: Geschätzte GNDs und geschätzte Kaltverfestigung der Dehnrate von 50 s^{-1}	61
Abbildung 50: Gemessener (Quadrate) und simulierter Verlauf (Linien) der Fließspannung bei unterschiedlichen EPDs von Proben, die mit einer Dehnrate von 1 s^{-1} zwischen $25 \text{ }^\circ\text{C}$ und $400 \text{ }^\circ\text{C}$ gestaucht wurden, nach [78].....	63
Abbildung 51: LM-Aufnahme der Probe 1s-1_550C_1mm_6 mit gekennzeichneten Phasen.....	65
Abbildung 52: Ausschnitt einer BSE-Aufnahme der Probe 1s-1_550C an der 5 mm Probenposition in halber Probenhöhe ($x_{\text{BSE}} = 5$ und $y_{\text{BSE}} = 29$) mit gekennzeichneten Phasen, nach [M. Theissing].....	66
Abbildung 53: Ausschnitte der Fe+Mg ₂ Si A-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C in halber Probenhöhe: Fe+Mg ₂ Si A-LM-Aufnahme bei (a) 1mm_6 und (b) 20mm_6 sowie Fe+Mg ₂ Si A-BSE-Aufnahmen bei (c) 1 mm ($x_{\text{BSE}} = 5$, $y_{\text{BSE}} = 35$) und (d) 20 mm ($x_{\text{BSE}} = 5$, $y_{\text{BSE}} = 7$).....	67
Abbildung 54: Dehnrate 1 s^{-1} : Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in radialer Richtung.....	69
Abbildung 55: Dehnrate 50 s^{-1} : Fragmentierung der Fe Ausscheidungen in radialer Richtung.....	70

Abbildung 56: Korrelation der Fragmentierung der Fe Ausscheidungen und der EPD der Probe 1s-1_550C.....	73
Abbildung 57: Technische Zeichnung der Geometrie des Doppelkegels [AMAG rolling GmbH].....	93
Abbildung 58: IPF-Maps der Probe 1s-1_RT_[1, 5, 10, 15, 20]mm	97
Abbildung 59: IPF-Maps der Probe 1s-1_150C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	98
Abbildung 60: IPF-Maps der Probe 1s-1_350C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	99
Abbildung 61: IPF-Maps der Probe 1s-1_550C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	100
Abbildung 62: IPF-Maps der Probe 50s-1_RT_[1, 5, 10, 15, 20]mm	101
Abbildung 63: IPF-Maps der Probe 50s-1_150C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	102
Abbildung 64: IPF-Maps der Probe 50s-1_350C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	103
Abbildung 65: IPF-Maps der Probe 50s-1_450C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	104
Abbildung 66: IPF-Maps der Probe 50s-1_550C_[1, 5, 10, 15, 20]mm	105
Abbildung 67: Radiale EPD-Verläufe der Proben: (a) 1s-1_RT, (b) 1s-1_350C, (c) 1s-1_550C, (d) 50s-1_RT, (e) 50s-1_350C und (f) 50s-1_550C, nach [A. Wenda]	106
Abbildung 68: Axiale EPD-Verläufe der Probe 1s-1_550C an den Probenpositionen von (a) 5 mm, (b) 10 mm, (c) 15 mm und (d) 20 mm, nach [A. Wenda].....	107
Abbildung 69: Fe A-LM-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_[1, 5, 10, 15, 20]mm_6 in halber Probenhöhe	108
Abbildung 70: Ausschnitte der Fe A-BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_[1, 5]mm an der Probenoberseite, in halber Probenhöhe und an der Probenunterseite	109
Abbildung 71: Ausschnitte der Fe A-BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_[10, 15]mm an der Probenoberseite, in halber Probenhöhe und an der Probenunterseite.....	110
Abbildung 72: Ausschnitte der Fe A-BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_20mm an der Probenoberseite, in halber Probenhöhe und an der Probenunterseite	111
Abbildung 73: Dehnrate 1 s^{-1} : Fragmentierung der Fe & Mg_2Si Ausscheidungen in radialer Richtung	112
Abbildung 74: Dehnrate 50 s^{-1} : Fragmentierung der Fe & Mg_2Si Ausscheidungen in radialer Richtung	113
Abbildung 75: Korrelation der Fragmentierung der Fe und Mg_2Si Ausscheidungen und der EPD der Probe 1s-1_550C	114

11 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Legierungszusammensetzung von EN AW-6061 laut DIN EN 573-3:2024-03 [14].....	4
Tabelle 2: Mit EBSD (E), Lichtmikroskop (L) und BSE (B) untersuchte Proben an den Positionen 1 mm, 5 mm, 10 mm, 15 mm, 20 mm.....	33
Tabelle 3: Arbeitsschritte und Parameter der metallographischen Präparation.....	38
Tabelle 4: KAM _M -Ergebnisse der Probe 50s-1_RT_10mm	45
Tabelle 5: Probenposition mit entsprechender EPD sowie die maximalen und minimalen EPD-Werte.....	47
Tabelle 6: Vergleich der σ_{WH_L} und σ_{WH} der Dehnrates $1s^{-1}$ bei RT (25 °C), 150 °C und 350 °C	64
Tabelle 7: Datenaufbereitung der LM-Aufnahmen: Makro Befehle für Fe & Fe+Mg ₂ Si.....	94
Tabelle 8: Datenaufbereitung der BSE-Aufnahmen: Makro Befehle für Fe & Fe+Mg ₂ Si.....	95
Tabelle 9: Datenauswertung der A-LM- und A-BSE-Aufnahmen: Makro Befehle für Fe & Fe+Mg ₂ Si.....	96

12 Anhang

12.1 Probengeometrie

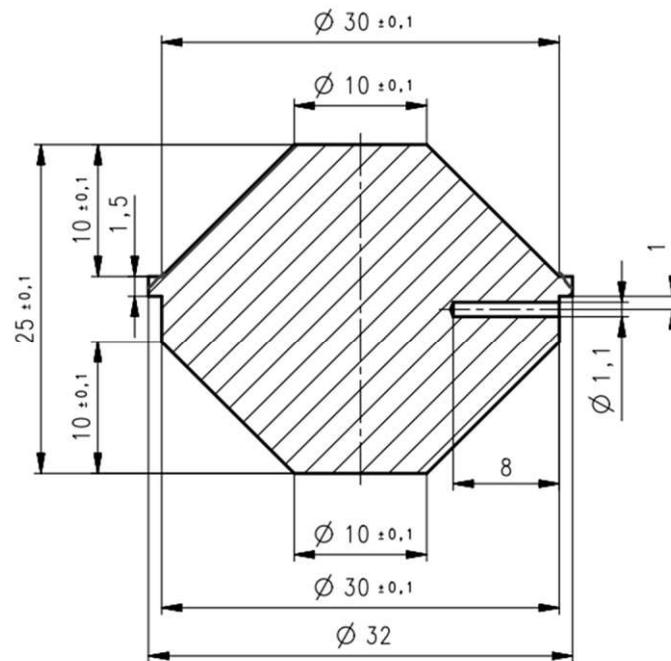


Abbildung 57: Technische Zeichnung der Geometrie des Doppelkegels [AMAG rolling GmbH]

12.2 Datenaufbereitung

Tabelle 7: Datenaufbereitung der LM-Aufnahmen: Makro Befehle für Fe & Fe+Mg₂Si

Fe & Fe+Mg₂Si	
<pre>rename("file_original"); run("8-bit"); run("Duplicate...", "title=file_gauss"); run("Gaussian Blur...", "sigma=100"); run("Set Measurements...", "mean redirect=None decimal=3"); run("Measure"); threshold_k1 = getResult("Mean", 0); run("Calculator Plus", "i1=[file_original] i2=file_gauss operation=[Divide: i2 = (i1/i2) x k1 + k2] k1=threshold_k1 k2=0 create");</pre>	
Fe	Fe+Mg₂Si
<pre>run("Enhance Contrast", "saturated=0.5"); setAutoThreshold("Default"); getThreshold(lower, upper); setThreshold(115, upper+8);</pre>	<pre>run("Enhance Contrast", "saturated=0.35"); setAutoThreshold("Default");</pre>
Fe & Fe+Mg₂Si	
<pre>run("Convert to Mask"); run("Close-");</pre>	
Fe	Fe+Mg₂Si
<pre>run("Remove Outliers...", "radius=2 threshold=100 which=Bright"); run("Despeckle"); run("Despeckle"); run("Close-");</pre>	<pre>run("Close-");</pre>

Tabelle 8: Datenaufbereitung der BSE-Aufnahmen: Makro Befehle für Fe & Fe+Mg₂Si

Fe & Fe+Mg₂Si	
<pre>rename("file_original"); run("8-bit"); run("Duplicate...", "title=file_gauss"); run("Gaussian Blur...", "sigma=100"); run("Set Measurements...", "mean redirect=None decimal=3"); run("Measure"); threshold_k1 = getResult("Mean", 0); run("Calculator Plus", "i1=[file_original] i2=file_gauss operation=[Divide: i2 = (i1/i2) x k1 + k2] k1=threshold_k1 k2=0 create"); run("Enhance Contrast", "saturated=0.5"); setAutoThreshold("Default");</pre>	
Fe	Fe+Mg₂Si
setThreshold(215, 255);	setThreshold(150, 205);
Fe & Fe+Mg₂Si	
run("Convert to Mask");	
Fe	Fe+Mg₂Si
run("Remove Outliers...", "radius=0.8 threshold=100 which=Bright");	run("Remove Outliers...", "radius=0.8 threshold=100 which=Dark");
run("Despeckle");	run("Despeckle");
	run("Invert");

12.3 Datenauswertung

Tabelle 9: Datenauswertung der A-LM- und A-BSE-Aufnahmen: Makro Befehle für Fe & Fe+Mg₂Si

LM-Aufnahmen	BSE-Aufnahmen
run("Set Scale...", "distance=470 known=50 unit=um global");	run("Set Scale...", "distance=1 known=125 unit=nm global")
LM- und BSE-Aufnahmen	
run("Set Measurements...", "area perimeter shape redirect=None decimal=8");	
run("Analyze Particles...", "size=0.0-Infinity show=Nothing display summarize");	
totalPerimeter = 0;	
for (i = 0; i < nResults; i++) {	
totalPerimeter = totalPerimeter + getResult("Perim.", i);	
}	
Table.set("Total Perim.", Table.size-1, totalPerimeter);	
Table.set("pixel_width", Table.size-1, getWidth());	
Table.set("pixel_height", Table.size-1, getHeight());	

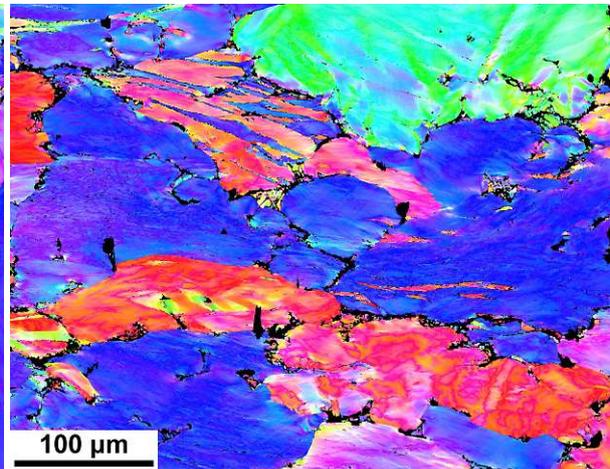
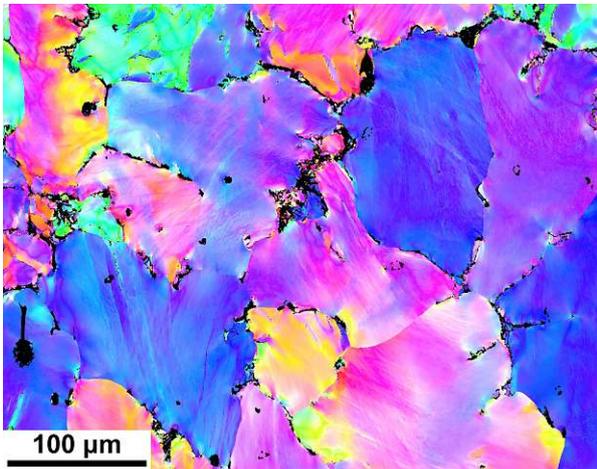
12.4 IPF-Maps

12.4.1 Dehnrate 1 s^{-1}

RT (25 °C)

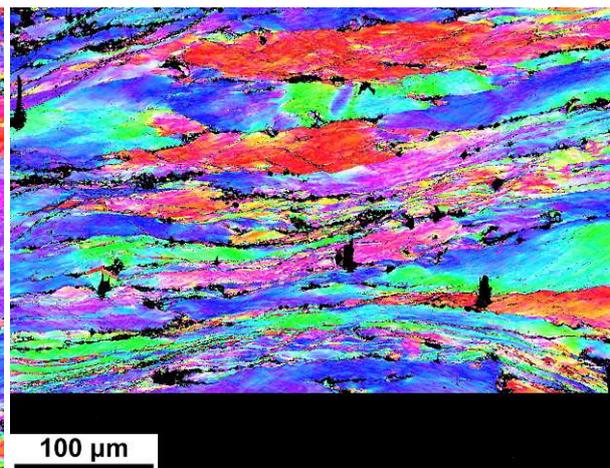
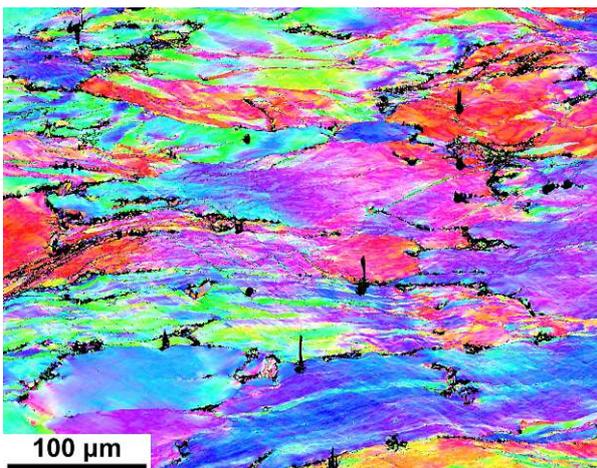
1 mm

5 mm



10 mm

15 mm



20 mm

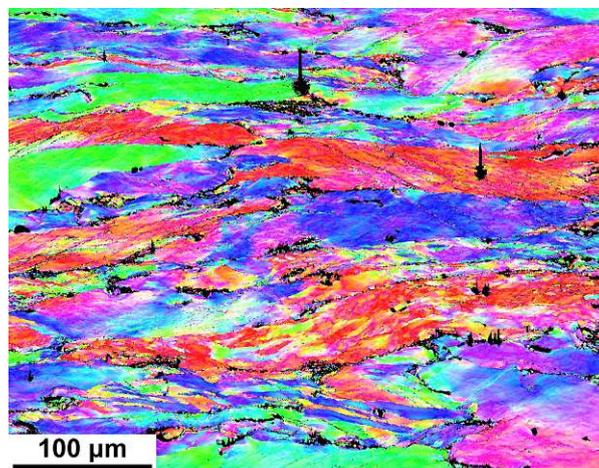


Abbildung 58: IPF-Maps der Probe 1s-1_RT_[1, 5, 10, 15, 20]mm

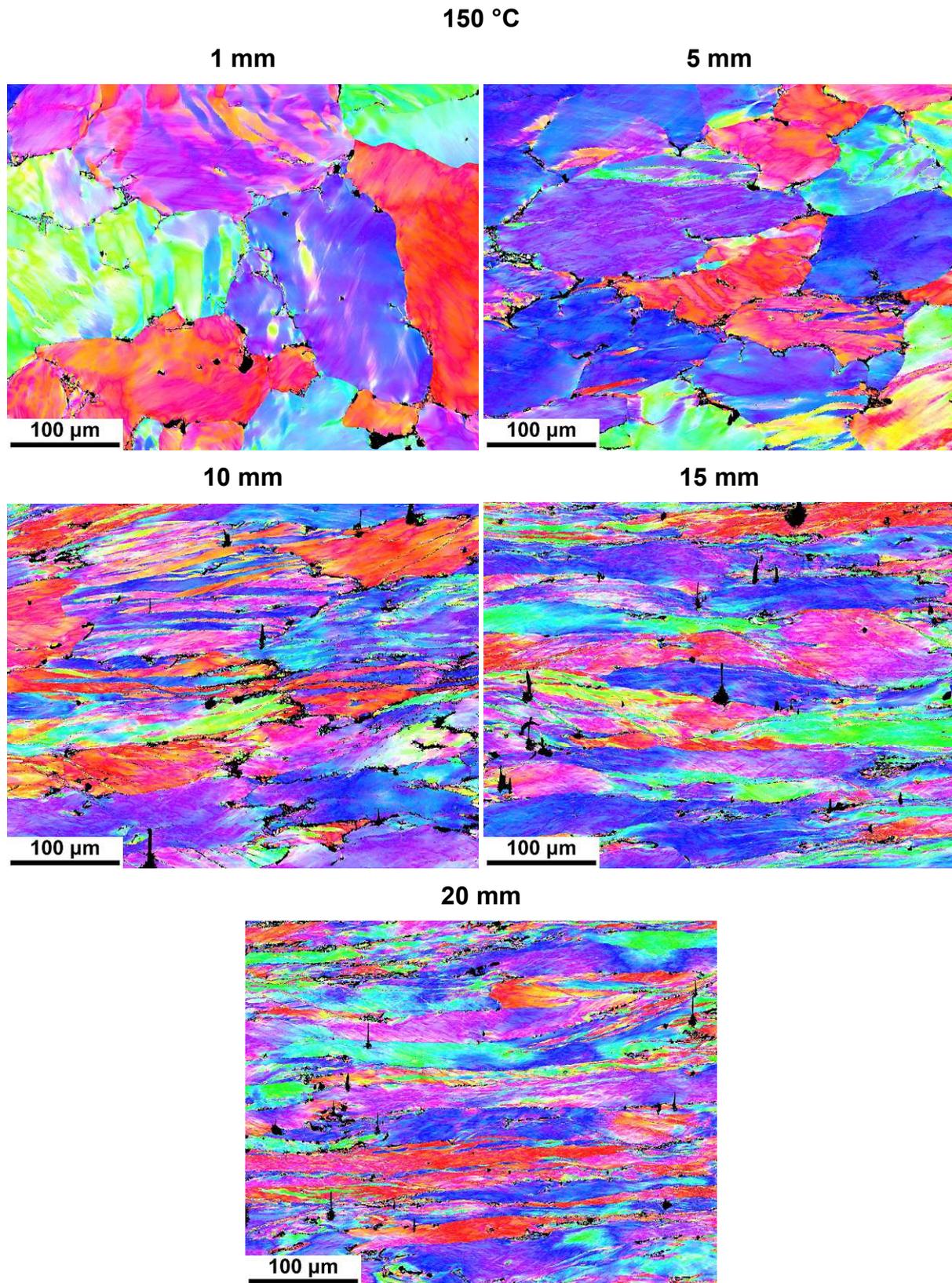


Abbildung 59: IPF-Maps der Probe 1s-1_150C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

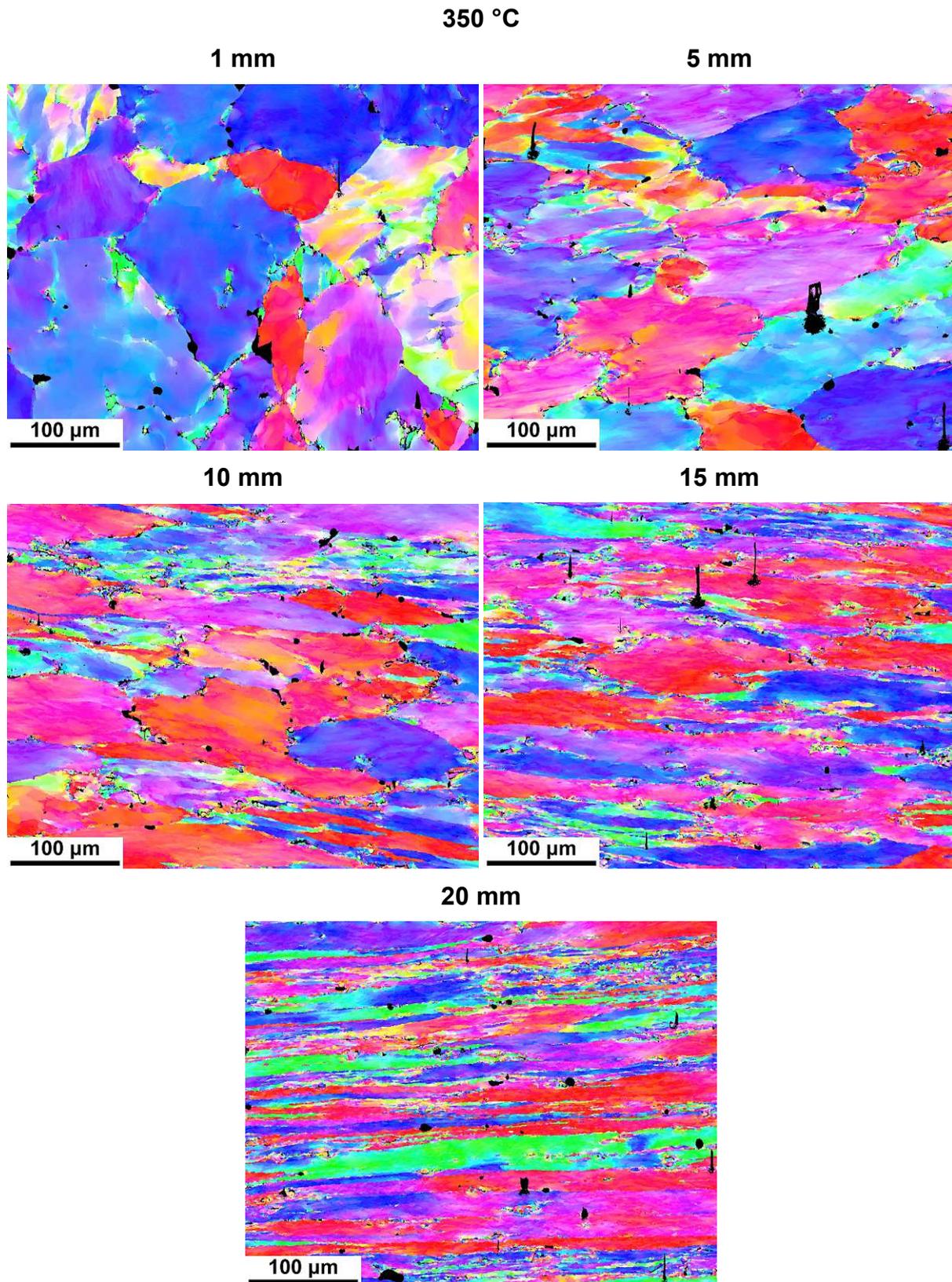


Abbildung 60: IPF-Maps der Probe 1s-1_350C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

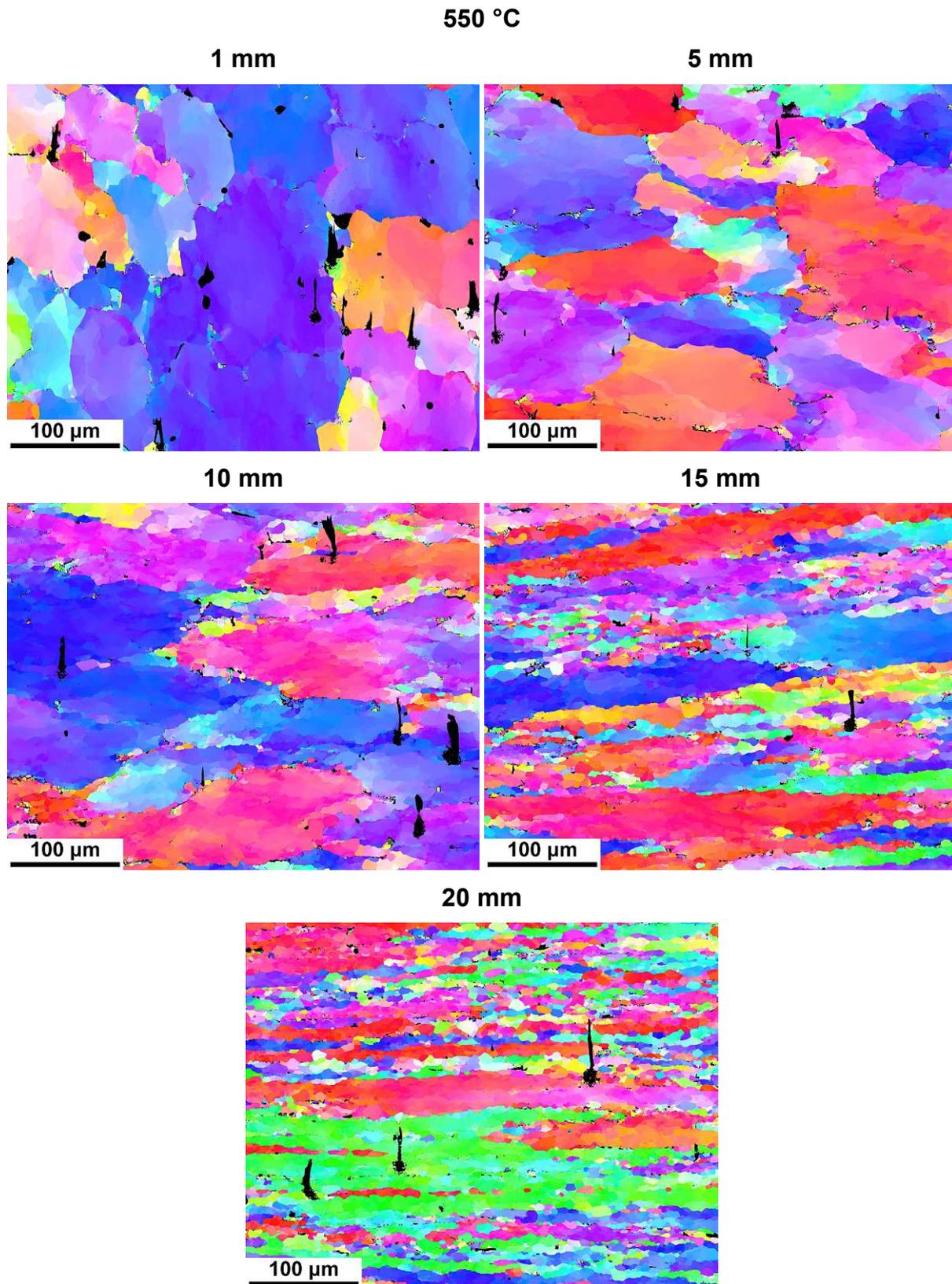


Abbildung 61: IPF-Maps der Probe 1s-1_550C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

12.4.2 Dehnrate 50 s^{-1}

RT (25 °C)

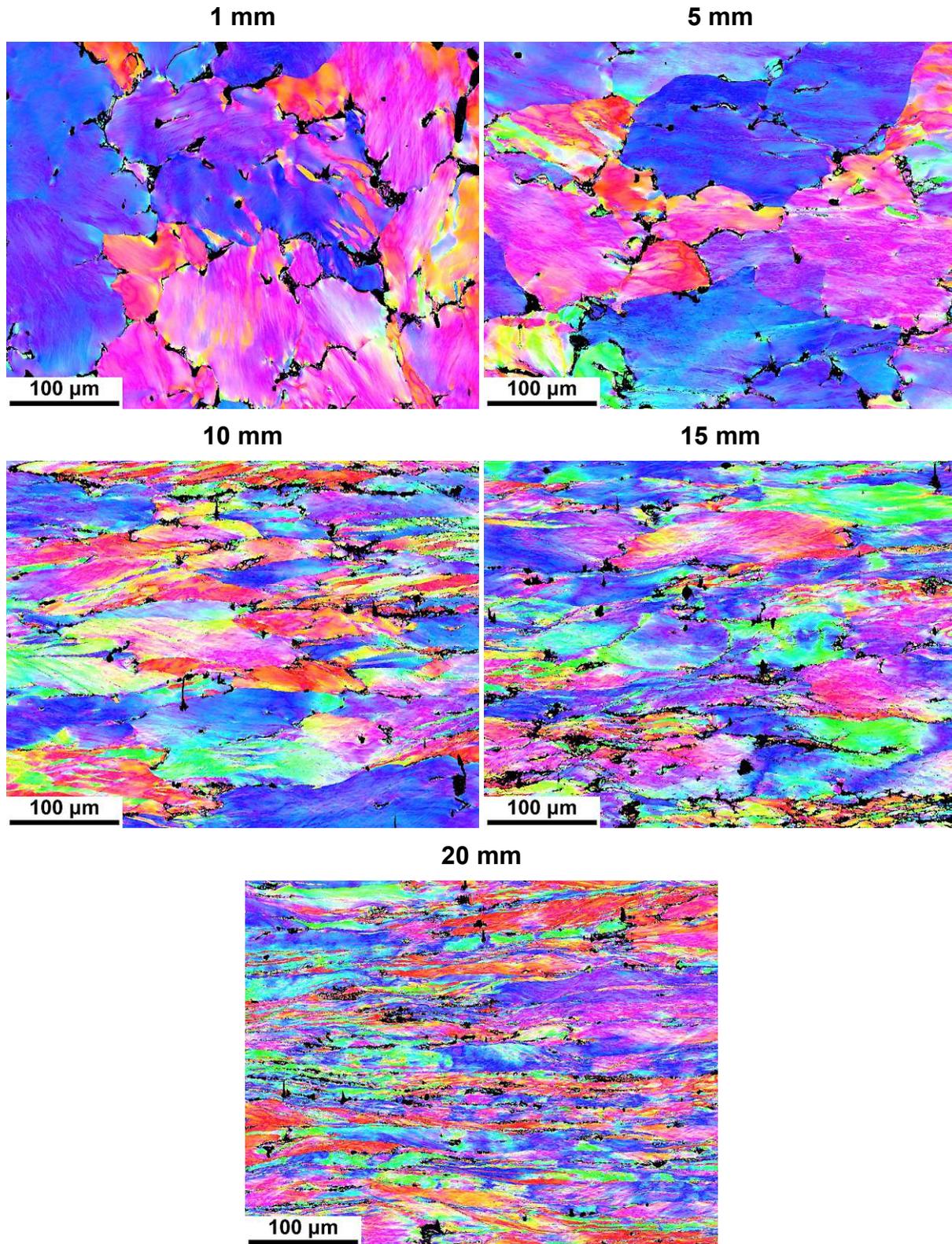


Abbildung 62: IPF-Maps der Probe 50s-1_RT_[1, 5, 10, 15, 20]mm

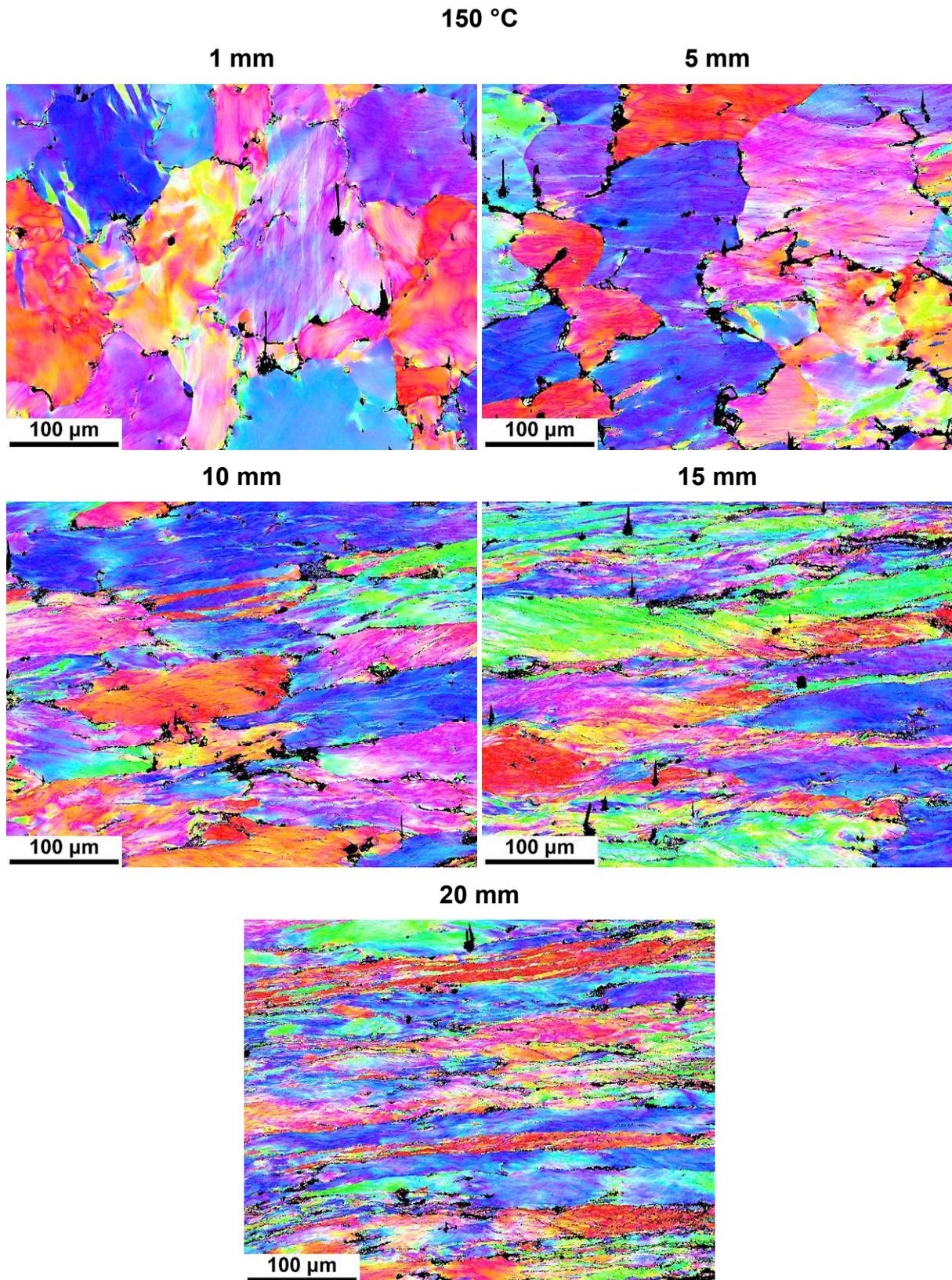


Abbildung 63: IPF-Maps der Probe 50s-1_150C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

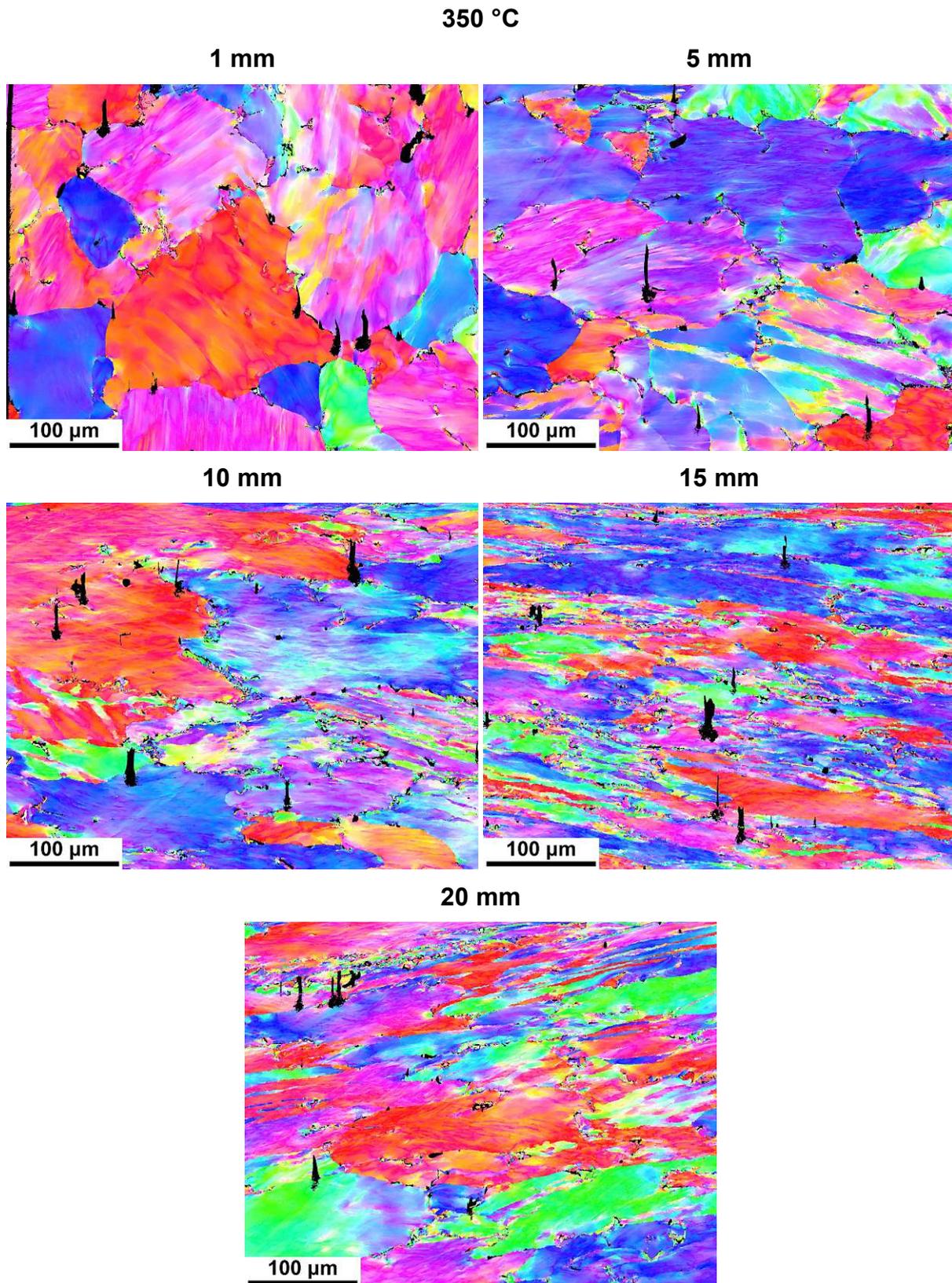


Abbildung 64: IPF-Maps der Probe 50s-1_350C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

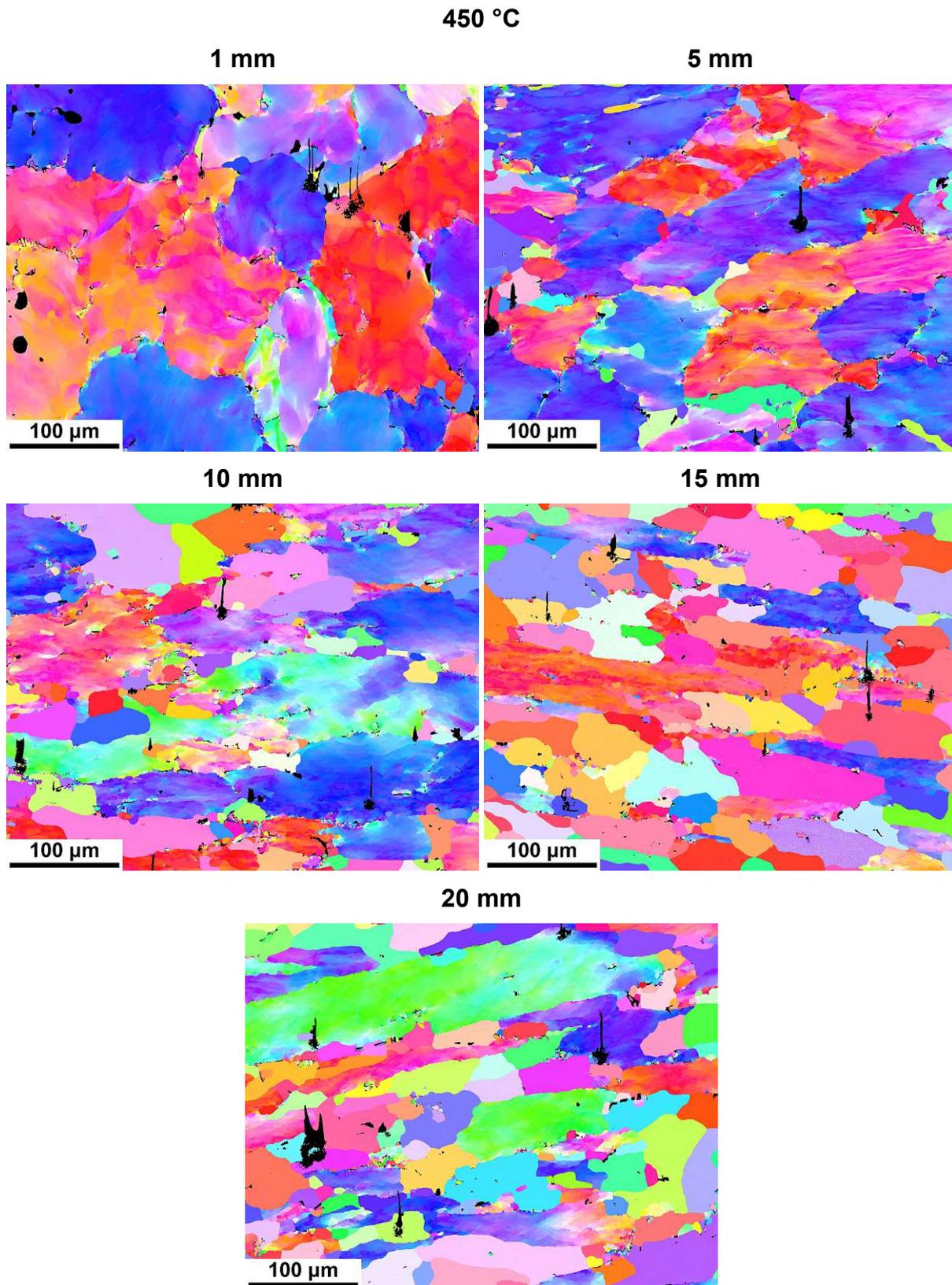


Abbildung 65: IPF-Maps der Probe 50s-1_450C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

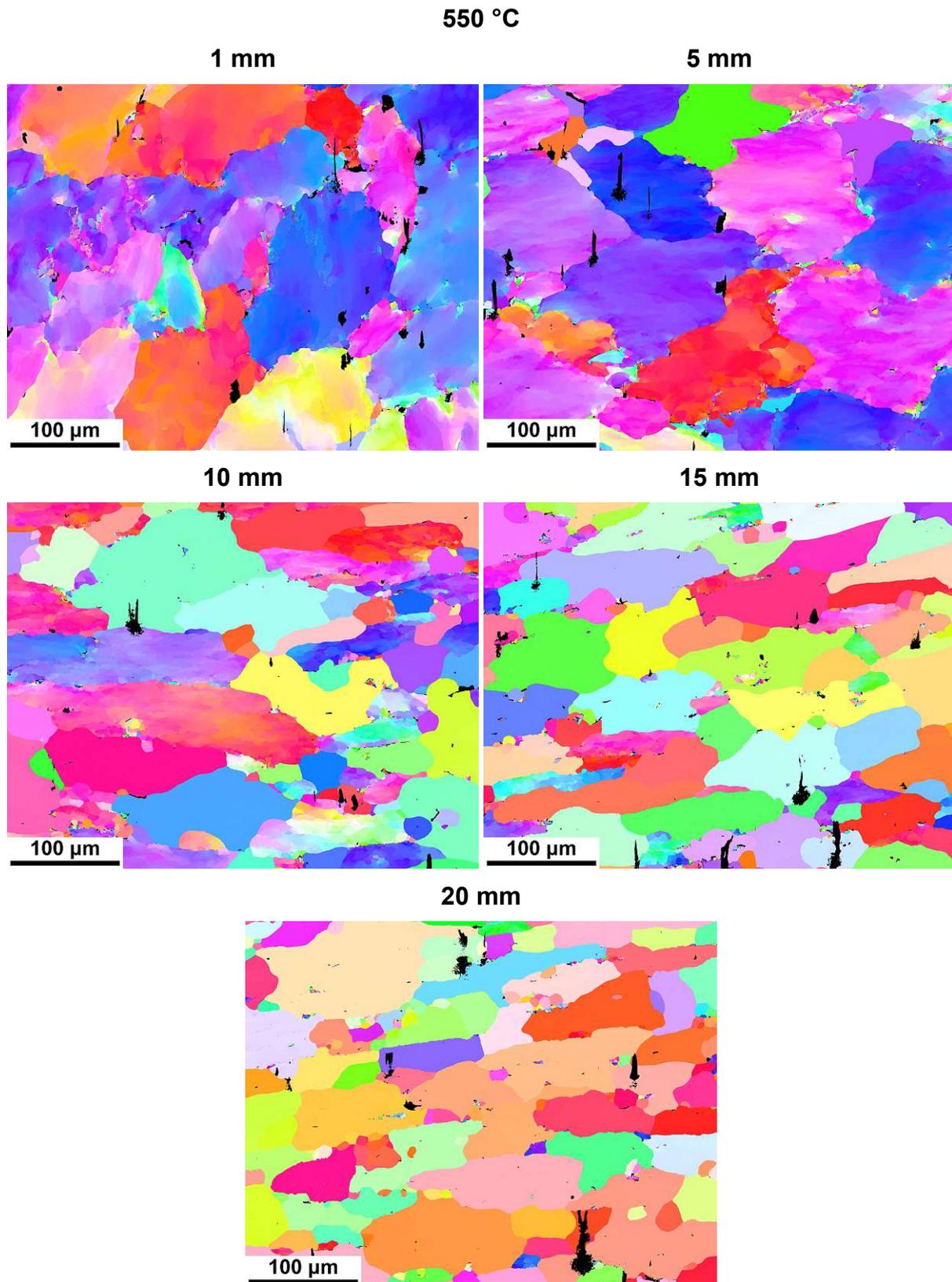


Abbildung 66: IPF-Maps der Probe 50s-1_550C_[1, 5, 10, 15, 20]mm

12.5 EPD-Diagramme

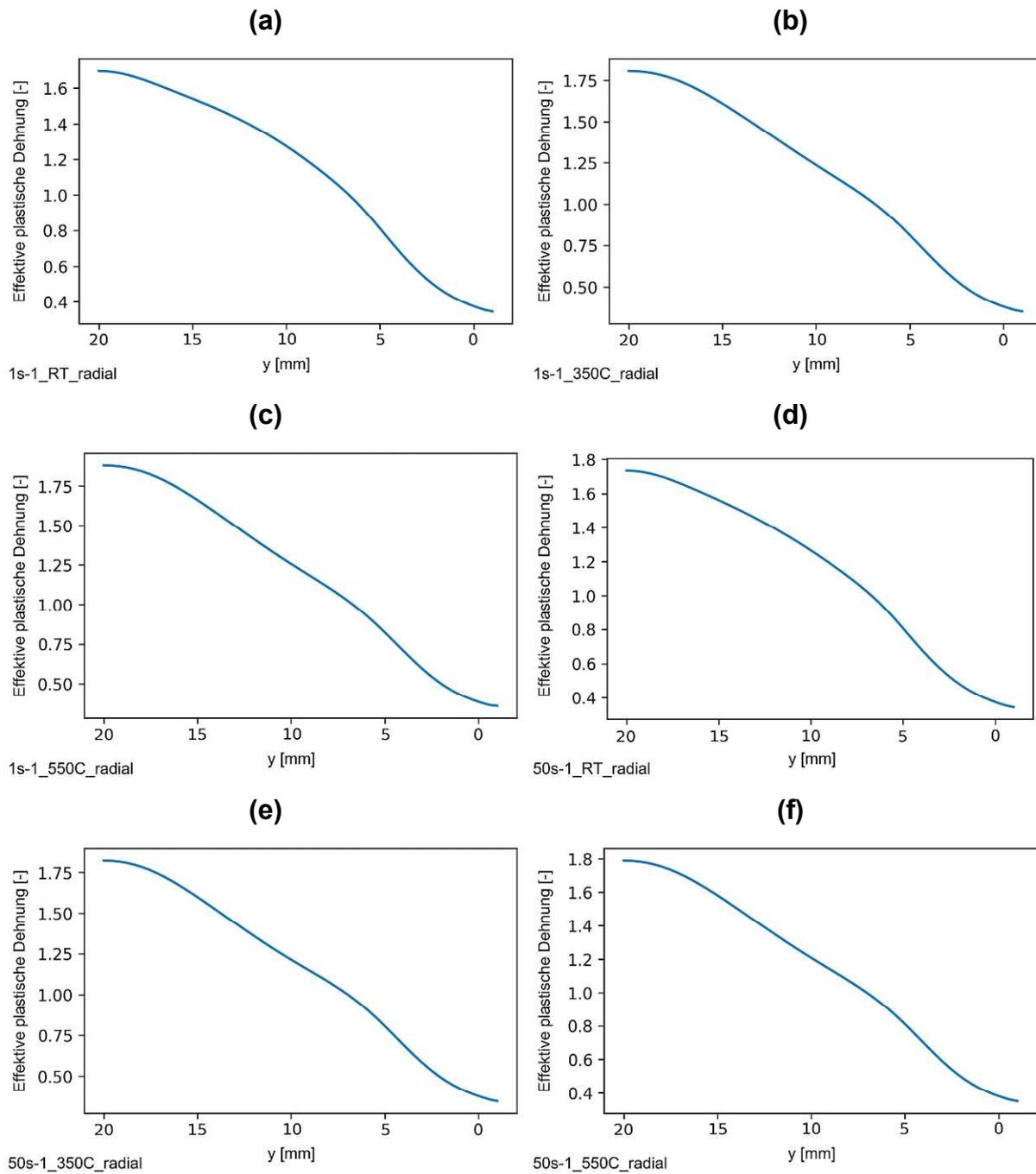


Abbildung 67: Radiale EPD-Verläufe der Proben: (a) 1s-1_RT, (b) 1s-1_350C, (c) 1s-1_550C, (d) 50s-1_RT, (e) 50s-1_350C und (f) 50s-1_550C, nach [A. Wenda]

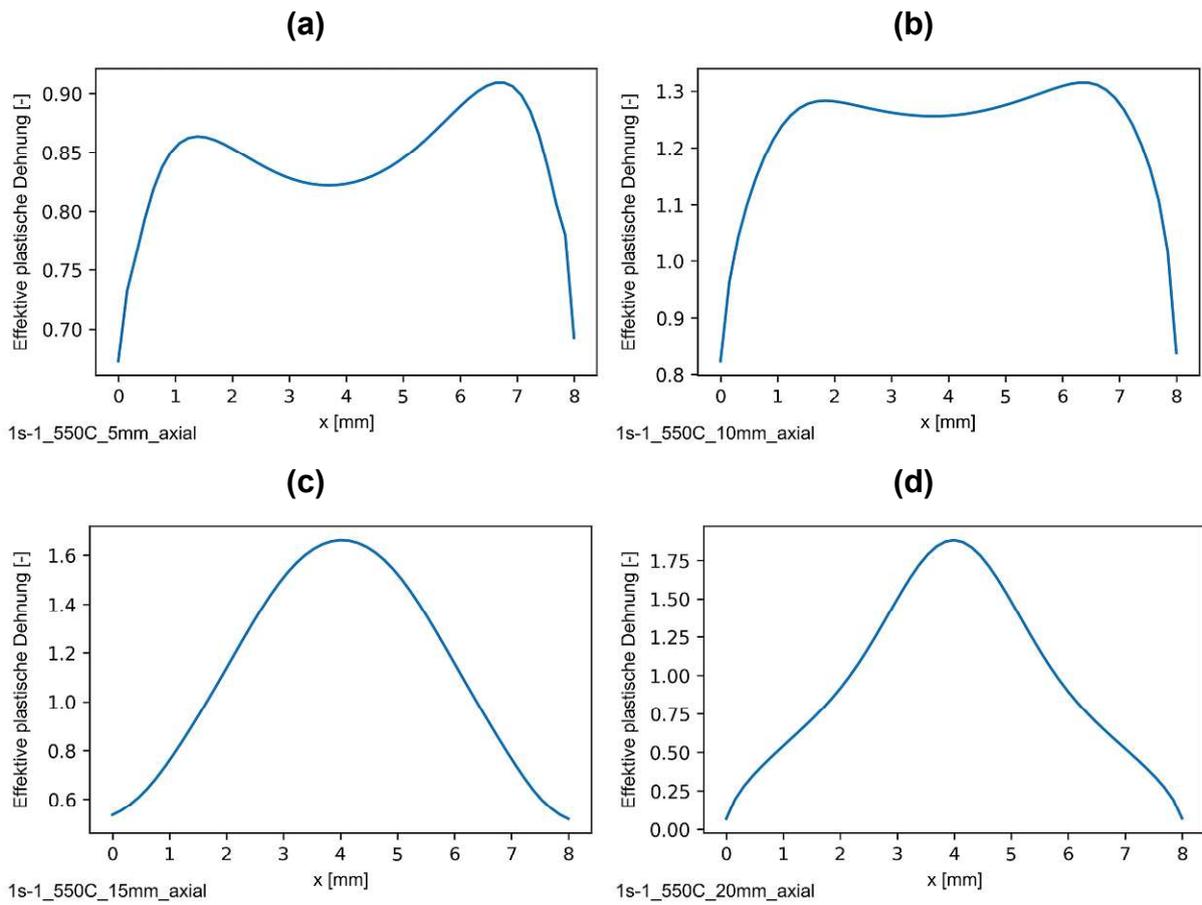


Abbildung 68: Axiale EPD-Verläufe der Probe 1s-1_550C an den Probenpositionen von (a) 5 mm, (b) 10 mm, (c) 15 mm und (d) 20 mm, nach [A. Wenda]

12.6 A-LM- und A-BSE-Aufnahmen

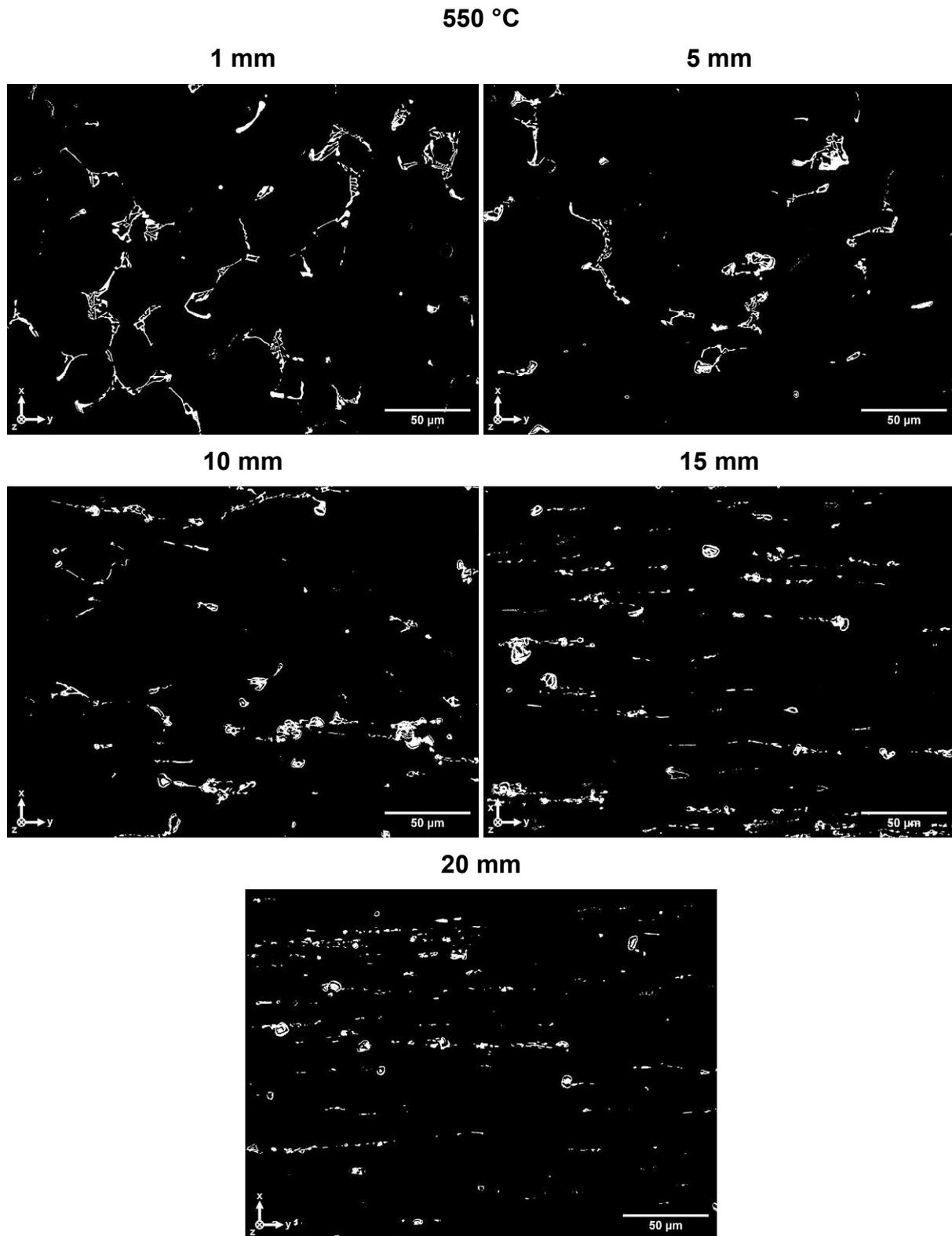


Abbildung 69: Fe A-LM-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_[1, 5, 10, 15, 20]mm_6 in halber Probenhöhe

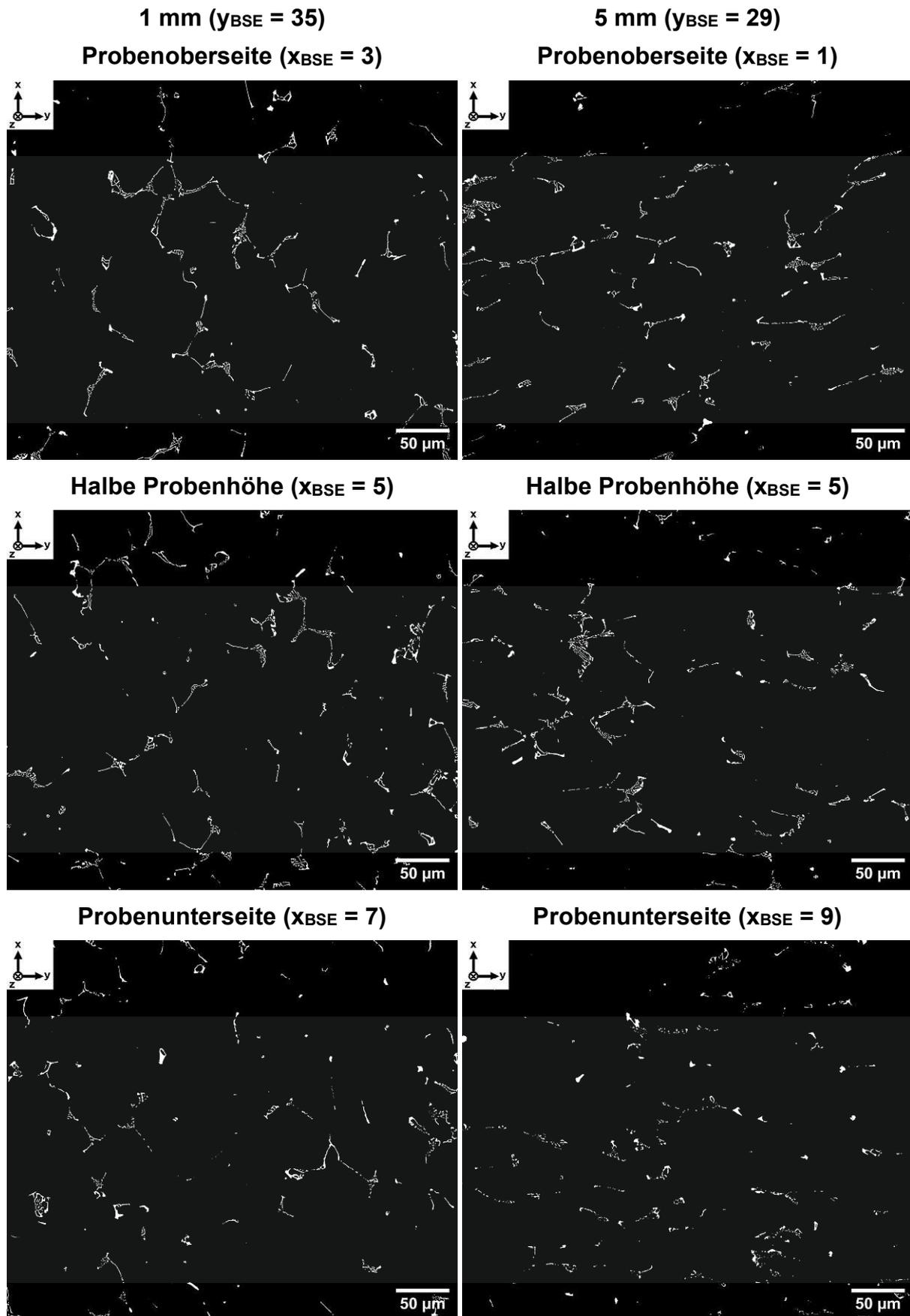


Abbildung 70: Ausschnitte der Fe A-BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_[1, 5]mm an der Probenoberseite, in halber Probenhöhe und an der Probenunterseite

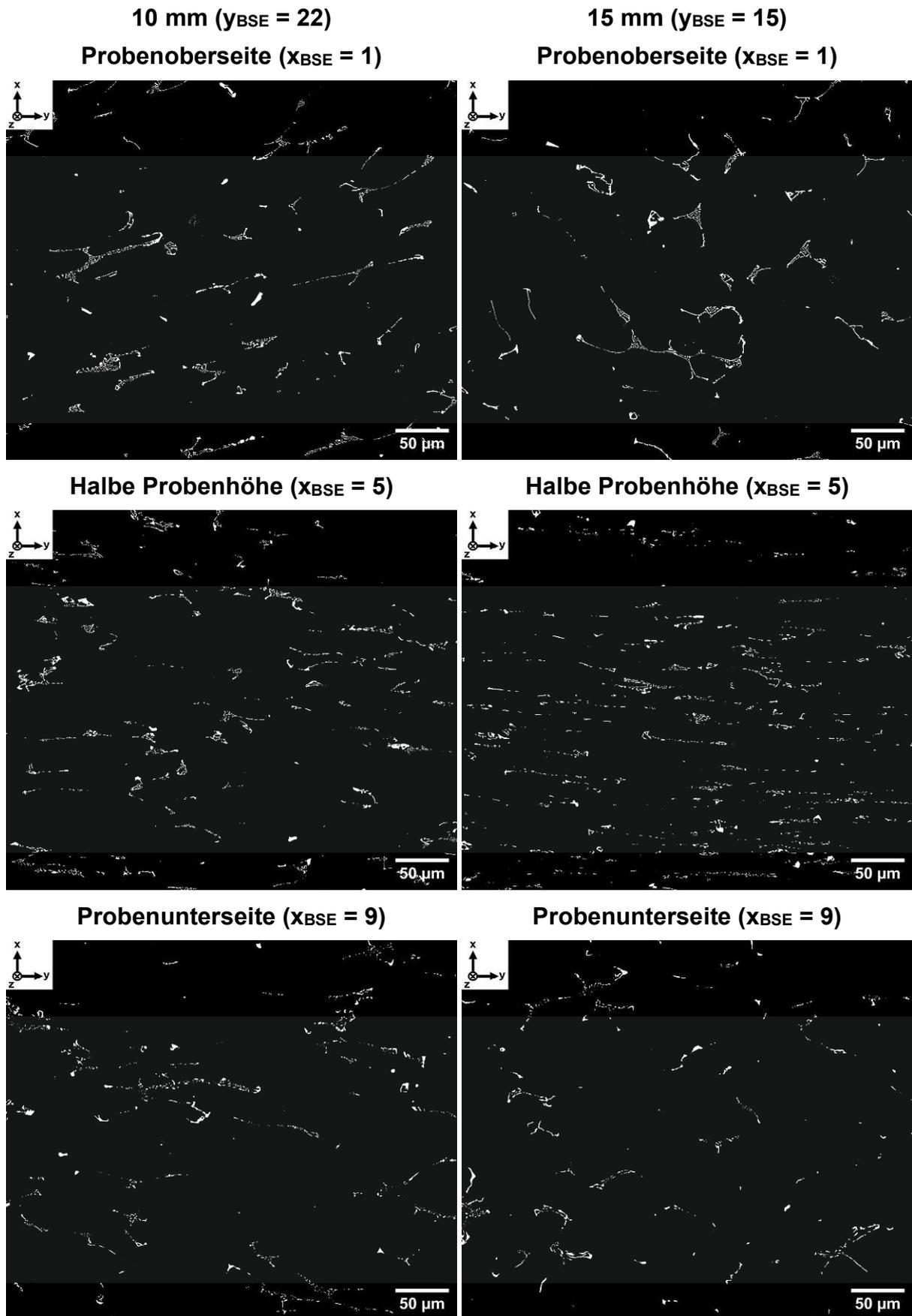
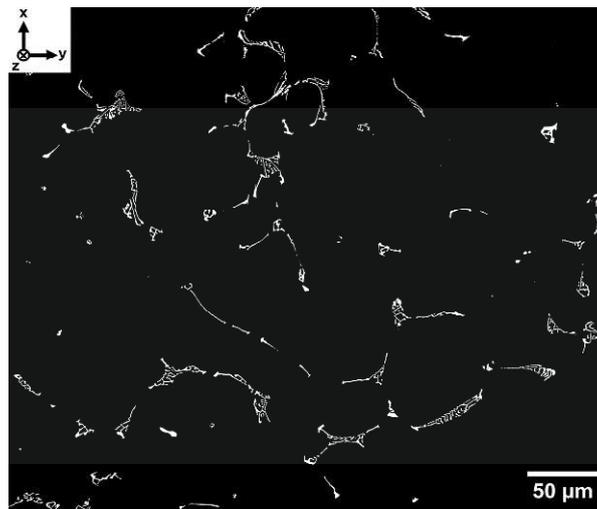


Abbildung 71: Ausschnitte der Fe A-BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_[10, 15]mm an der Probenoberseite, in halber Probenhöhe und an der Probenunterseite

20 mm ($y_{BSE} = 7$)
Probenoberseite ($x_{BSE} = 1$)



Halbe Probenhöhe ($x_{BSE} = 5$)

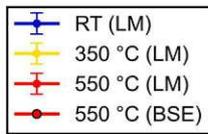


Probenunterseite ($x_{BSE} = 9$)



Abbildung 72: Ausschnitte der Fe A-BSE-Aufnahmen der Probe 1s-1_550C_20mm an der Probenoberseite, in halber Probenhöhe und an der Probenunterseite

12.7 Fragmentierung in radialer Richtung



1 $\frac{1}{5}$ Proben (Fe & Mg₂Si)

LM & BSE

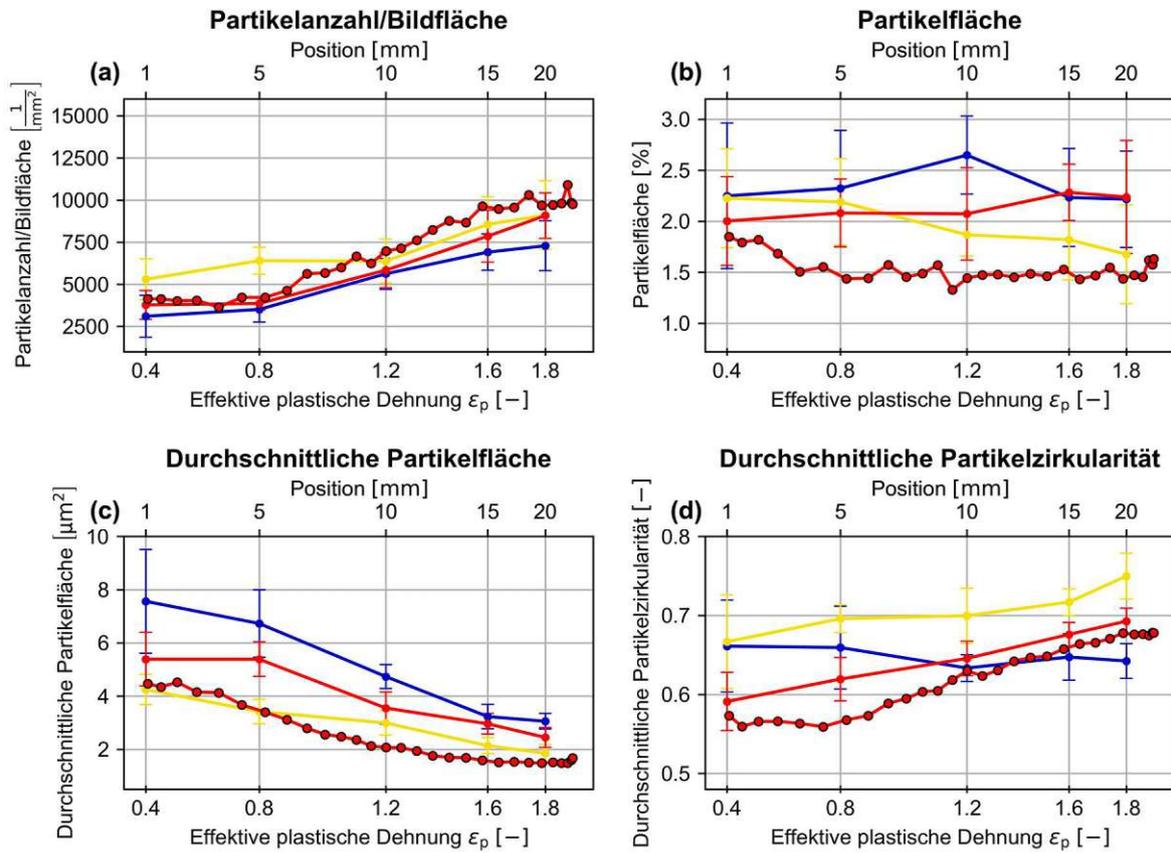
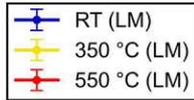


Abbildung 73: Dehnrate 1 s⁻¹: Fragmentierung der Fe & Mg₂Si Ausscheidungen in radialer Richtung



50 $\frac{1}{5}$ Proben (Fe & Mg₂Si)

LM

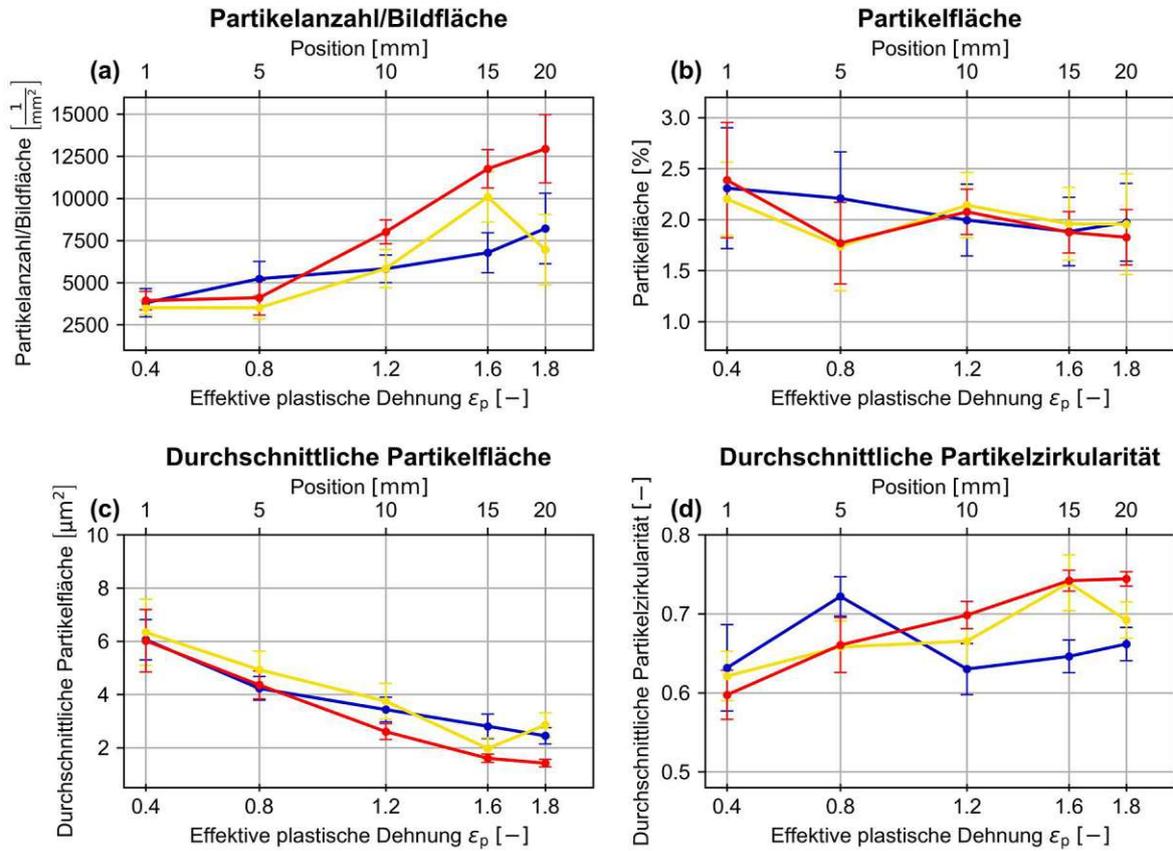


Abbildung 74: Dehnrage 50 s⁻¹: Fragmentierung der Fe & Mg₂Si Ausscheidungen in radialer Richtung

12.8 Korrelation der Fragmentierung und der EPD

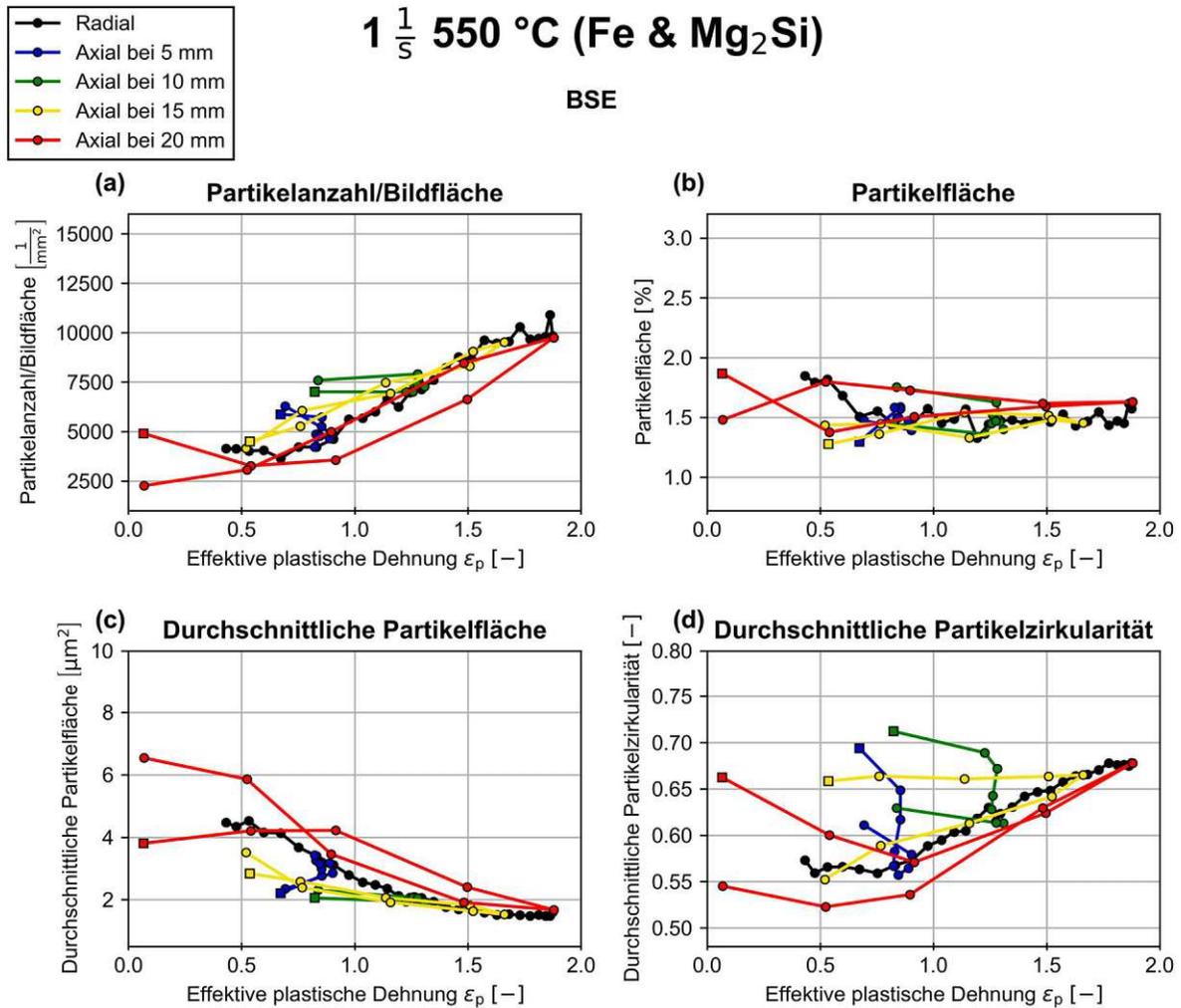


Abbildung 75: Korrelation der Fragmentierung der Fe und Mg₂Si Ausscheidungen und der EPD der Probe 1s-1_550C