



# **Verformungszwillinge im kubisch-raumzentrierten Eisen: Einflussgrößen und Mechanismen**

**Dissertation**

**zur Erlangung des akademischen Grades**

**Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)**

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Martin Ecke

geboren am 27.10.1988 in Wolfen

genehmigt durch die Fakultät für Maschinenbau der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Thorsten Halle | Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Institut für  
Werkstoff- und Fügetechnik

Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Lampke | Technische Universität Chemnitz, Institut für  
Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnik

Promotionskolloquium am 02.10.2020 in Magdeburg

---

## Kurzfassung

Seit der ersten Entdeckung von Zwillingen in Eisenmeteoriten durch NEUMANN 1848 [1] ist die Zwillingsbildung Gegenstand zahlreicher Forschungsarbeiten. Bekannt ist, dass die Zwillingsbildung als ein Mechanismus plastischer Verformung in vielen metallischen Werkstoffen im technischen Alltag eine wichtige Rolle spielt. Dazu zählen unter anderem kubisch-raumzentriertes Eisen und Eisenlegierungen, die bevorzugt bei hohen Dehnraten und niedrigen Temperaturen zur Zwillingsbildung neigen. Für kubisch-flächenzentrierte Eisenwerkstoffe bestehen bereits technische Anwendungsfälle, wie beispielsweise in hochmanganhaltigen Stählen (sog. TWIP-Stähle für den Automobilbau), die unter mechanischer Belastung zur Zwillingsbildung neigen. Die Zwillingsbildung, die im kubisch-flächenzentrierten Gitter bereits bei Raumtemperatur und quasistatischer Verformung eintritt, bewirkt einen Verbrauch der eingebrachten Energie, wodurch versetzungsbasiertes Gleiten nur noch begrenzt stattfindet. Die makroskopische Verformung wird in der Folge gering gehalten. Für kubisch-raumzentrierte Eisenwerkstoffe besteht grundsätzlich ein ähnliches Potential, jedoch beschränken die genannten Randbedingungen den möglichen Anwendungsfall auf niedrige Temperaturen bzw. dynamische Belastungen. Das dazu existierende Wissen umfasst bislang nur den Einfluss verschiedener Parameter auf die Bildungsspannung von Zwillingen, jedoch nicht auf die Häufigkeit von Zwillingen im Gefüge. Eine Betrachtung der einzelnen Einflussfaktoren auf die Häufigkeit an Zwillingen ist nicht bekannt. Die Zielstellung der hier vorliegenden Arbeit, ist daher die Untersuchung der Zwillingsbildung in kubisch-raumzentriertem Eisen und Eisenlegierungen unter besonderer Berücksichtigung von äußeren und inneren Einflussgrößen und deren jeweilige Wirkung auf die Häufigkeit von Zwillingen im Gefüge. Dazu zählen Temperatur, Dehnrates, Stauchung, Korngröße, Stapelfehlerenergie sowie Versetzungsdichte. Die separate Betrachtung dieser Einflussgrößen in experimentellen Untersuchungen und eine quantitative Bestimmung des Flächenanteils an Zwillingen im Gefüge nach Belastung durch licht- und elektronenmikroskopische Methoden ermöglicht einen Vergleich der einzelnen Einflüsse. Daraus können Rückschlüsse auf das Bildungsverhalten von Zwillingen gezogen und eine Abschätzung potentieller Anwendungsgebiete getroffen werden. Weiterhin steht die Betrachtung des Bildungsmechanismus von Zwillingen im Fokus. Derzeitige Erkenntnisse weisen auf einen versetzungsbasierten Mechanismus hin. In Molekulardynamischen Simulationen (MD) wird die Zwillingsnukleation unter Berücksichtigung von unterschiedlichen Versetzungsaktivitäten und -einflüssen untersucht. Das Ziel ist die Identifizierung eines bevorzugten Bildungsmechanismus unter Berücksichtigung der genannten Einflussgrößen. In Verbindung mit elektronenmikroskopischen Untersuchungen (STEM und TEM) werden ebenfalls experimentelle Betrachtungen zum Bildungsmechanismus angestellt. Die Durchführung der experimentellen und numerischen Untersuchungen hat mehrere Erkenntnisse ergeben. Die Einflüsse der Randbedingungen (Temperatur, Dehnrates, Stauchung, Korngröße, Stapelfehlerenergie, Versetzungsdichte) haben unterschiedliche Wirkung auf die Zwillingsbildung und können durch die Quantifizierung der Zwillingshäufigkeit beschrieben werden. Die Versetzungsbeteiligung an der Zwillingsbildung wurde mittels MD-Simulationen nachgewiesen. Der ermittelte Bildungsmechanismus steht in guter Übereinstimmung mit der bekannten Literatur. Zudem konnten Effekte von Versetzungsinteraktionen untersucht und deren Einfluss auf die Zwillingsbildung beschrieben werden. Die durchgeführten TEM-Untersuchungen zeigen ebenfalls erste Hinweise auf den versetzungsbasierten Mechanismus der MD-Simulationen, wenngleich eine eindeutige experimentelle Identifizierung nicht möglich war.

---

## Abstract

In 1848, Neumann was the first to discover deformation twins in iron meteorites [1]. Since then, twin formation has been the subject of many research. It is known that twin formation is a mechanism of plastic deformation and plays an important role in many metallic materials in everyday technical life. These include body-centered cubic iron and iron alloys, which tend to form twins at high strain rates and low temperatures. There are already technical applications for face-centered cubic ferrous materials, such as in high-manganese steels (so-called TWIP steels for automotive engineering), which tend to form twins under mechanical stress. The twin formation, which occurs in the face-centered cubic lattice already at room temperature and quasi-static deformation, causes a consumption of the introduced energy, whereby dislocation-based slip is hindered. The macroscopic deformation can thus be reduced. A similar potential can be found for body-centered cubic iron materials, but the mentioned boundary conditions limit the potential application to low temperatures or dynamic loads. The existing knowledge mainly includes the influence of different parameters on the formation stress of twins, but not on the number or the proportion of twins in the microstructure. A consideration of the individual influencing factors on the amount or the proportion of twins is therefore not known. The aim of the present study is to investigate the formation of twins in iron and iron alloys with special regard to external and internal factors and their respective effects on the number of twins. These include temperature, strain rate, compression, grain size, stacking fault energy and dislocation density. The separate consideration of these influencing variables in experimental investigations and a quantitative determination of the area fraction of twins in the microstructure after loading by light and electron microscopic methods allows a comparison of the several parameters. From this, conclusions can be drawn about the formation behaviour of twins and an estimation of potential areas of application can be made. Furthermore, investigations of the formation mechanism of twins are of interest. Current knowledge indicates a dislocation-based mechanism. In molecular dynamics simulations, twin nucleation is investigated under consideration of dislocation activities and influences. The aim is to identify a preferred formation mechanism for iron under consideration of the mentioned influencing parameters. In connection with electron microscopic investigations (STEM and TEM), experimental considerations of the formation mechanism are also made. The experimental and numerical investigations has yielded several results. The influences of the boundary conditions (temperature, strain rate, compression, grain size, stacking fault energy, dislocation density) have different effects on twin formation and can be described by quantifying the twin amount. The effect of dislocation activities on twin formation has been demonstrated by MD simulations. The determined formation mechanism is in good agreement with the known literature. In addition, effects of dislocation interactions could be investigated and their influence on twin formation described. The carried out TEM investigations also show first indications of the dislocation-based mechanism of the MD simulations, although a clear identification via experimental performance is not possible.

---

## Ehrenerklärung

„Ich versichere hiermit, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die Hilfe eines kommerziellen Promotionsberaters habe ich nicht in Anspruch genommen. Dritte haben von mir weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen. Verwendete fremde und eigene Quellen sind als solche kenntlich gemacht.

Ich habe insbesondere nicht wissentlich:

- Ergebnisse erfunden oder widersprüchliche Ergebnisse verschwiegen,
- statistische Verfahren absichtlich missbraucht, um Daten in ungerechtfertigter Weise zu interpretieren,
- fremde Ergebnisse oder Veröffentlichungen plagiiert,
- fremde Forschungsergebnisse verzerrt wiedergegeben

Mir ist bekannt, dass Verstöße gegen das Urheberrecht Unterlassungs- und Schadensersatzansprüche des Urhebers sowie eine strafrechtliche Ahndung durch die Strafverfolgungsbehörden begründen kann. Ich erkläre mich damit einverstanden, dass die Dissertation ggf. mit Mitteln der elektronischen Datenverarbeitung auf Plagiate überprüft werden kann. Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form als Dissertation eingereicht und ist als Ganzes auch noch nicht veröffentlicht.“

Magdeburg, 27.02.2020

.....

Martin Ecke

# Inhaltsverzeichnis

<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>VII</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>X</b>
<b>Abkürzungs- und Formelverzeichnis</b>	<b>XI</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Theoretische Grundlagen</b>	<b>4</b>
2.1 Mechanismen der plastischen Verformung . . . . .	4
2.2 Zwillingsbildung in metallischen Werkstoffen . . . . .	7
2.2.1 Kristallographie von Verformungszwillingen im kubisch-raumzentrierten Gitter	9
2.2.2 Einflussgrößen auf die Bildung von Zwillingen . . . . .	12
2.2.3 Versetzungsbasierte Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter . . . .	20
2.2.4 Versetzungsfreie Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter . . . . .	33
<b>3 Zielstellung der Arbeit</b>	<b>35</b>
<b>4 Material und Methoden</b>	<b>36</b>
4.1 Material . . . . .	36
4.1.1 Reineisen . . . . .	36
4.1.2 Konzepte für Eisenlegierungen . . . . .	36
4.2 Mechanische Prüfung und schlagdynamische Belastungen . . . . .	40
4.3 Mikroskopische und analytische Methoden . . . . .	42
4.3.1 Metallographie und Lichtmikroskopie . . . . .	42
4.3.2 Elektronenmikroskopie und Elektronenbeugung . . . . .	42
4.3.3 Quantitative Bildverarbeitung . . . . .	43
4.3.4 Ionenstrahlpräparation und Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	45
4.3.5 Röntgenbeugungsanalyse . . . . .	46
4.4 Molekulardynamische Simulationen . . . . .	46
<b>5 Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>49</b>
5.1 Äußere Einflussgrößen der Zwillingsbildung . . . . .	50
5.1.1 Einfluss der Temperatur . . . . .	50
5.1.2 Einfluss der Dehnrage . . . . .	53
5.1.3 Einfluss der Stauchung . . . . .	55
5.2 Innere Einflussgrößen der Zwillingsbildung . . . . .	61
5.2.1 Einfluss der Korngröße . . . . .	61

5.2.2 Einfluss der Stapelfehlerenergie . . . . .	63
5.2.3 Einfluss der Versetzungsdichte und der Versetzungsinteraktionen . . . . .	66
5.3 Einordnung der Ergebnisse und Interpretation der Zwillingsbildung . . . . .	77
<b>6 Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>83</b>
<b>A Anhang</b>	<b>85</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>88</b>

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Übersicht über gängige Stähle im konstruktiven Einsatz . . . . .	1
1.2	Vergleich verschiedener hochfester Stähle nach schlagartiger Belastung . . . . .	2
2.1	Temperatur- und dehnratenabhängiges Verformungsdiagramm für Titan nach FROST UND ASHBY . . . . .	5
2.2	Schematische Darstellung des Atomgleitens . . . . .	6
2.3	Schematische Darstellung der Zwillingsbildung für das kubisch-raumzentrierte Gitter	7
2.4	TWIP-Effekt und Zwillingsbildung in einem Fe-22 wt.-% Mn-0,6 wt.-% C . . . . .	8
2.5	REM-Aufnahme von Verformungszwillingen in kubisch-raumzentriertem Eisen . . . . .	9
2.6	Darstellung der Scherung während der Zwillingsbildung an einer sphärischen Kristallprojektion . . . . .	9
2.7	Schematischer Vergleich von Verformungs- und Glühzwillingen . . . . .	10
2.8	Schematische Darstellung der Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter . .	11
2.9	Schrittweise Verschiebung von Atomen infolge von Partialversetzungsbewegung . . .	12
2.10	Fließspannung in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	13
2.11	Spannungs-Dehnungskurven für Nb bei verschiedenen Temperaturen . . . . .	14
2.12	Zwillingsbildungsspannungen in Abhängigkeit von der Temperatur . . . . .	15
2.13	Verlauf der Fließspannung für Zwillingsbildung und Gleiten in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	16
2.14	Fließspannungsverlauf in Abhängigkeit der Hall-Petch Konstante . . . . .	17
2.15	Schematische Darstellung einer FRANK-READ Quelle und der dadurch initiierten Zwillingsbildung durch pile-ups . . . . .	18
2.16	Schematische Darstellung einer Versetzungsaufspaltung im kubisch-flächenzentrierten Gitter . . . . .	19
2.17	Schematische Darstellung des COTTRELL-BILBY Polmechanismus . . . . .	21
2.18	Schematische Darstellung des Polmechanismus nach COTTRELL-BILBY in einer Jogversion . . . . .	22
2.19	FRANK-READ Mechanismus bei der Versetzungsaufspaltung und Zwillingsbildung nach LAGERLÖF . . . . .	24
2.20	Versetzungskernaufspaltung und Bildung eines dreilagigen Zwillings . . . . .	24
2.21	Versetzungskernaufspaltung und Bildung eines dreilagigen Zwillings . . . . .	25
2.22	TEM-Studie an Mo-35 at.-% Re mit Hinweisen auf Versetzungskernaufspaltung als Ausgang der Zwillingsbildung . . . . .	25
2.23	Schematische Darstellung der Gleitversetzungsinteraktion . . . . .	27
2.24	Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE mit zwei gezeigten Ausgangskonfigurationen . . . . .	27

2.25	Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE mit zwei gezeigten Verläufen der Dissoziation . . . . .	28
2.26	Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE für Interaktion $\{110\}$ – $\{112\}$ bzw. $\{112\}$ – $\{112\}$ Interaktion . . . . .	30
2.27	Stufenversetzungsdissoziation nach OGAWA - Ausgangszustand . . . . .	31
2.28	Stufenversetzungsdissoziation nach OGAWA - Dissoziation der Stufenversetzung im ersten Stadium . . . . .	31
2.29	Stufenversetzungsdissoziation nach OGAWA - Dissoziation der Stufenversetzung im zweiten Stadium und Bildung eines dreilagigen Zwillings . . . . .	32
2.30	Nukleationsmechanismus nach PRICE . . . . .	33
2.31	Phasendiagramm von Eisen in Abhängigkeit von Temperatur und Druck . . . . .	34
2.32	Schema der $\alpha - \varepsilon - \alpha$ Phasentransformation . . . . .	34
4.1	Berechnete Phasendiagramme von Fe-Al und Fe-Cr . . . . .	37
4.2	XRD-Messungen der beiden Eisenlegierungen . . . . .	38
4.3	EBSD-Messungen an Eisen zur Charakterisierung der unbelasteten Zustände . . . . .	39
4.4	EBSD-Messungen an Fe-10Al zur Charakterisierung der unbelasteten Zustände . . . . .	40
4.5	EBSD-Messungen an Fe-10Cr zur Charakterisierung der unbelasteten Zustände . . . . .	40
4.6	Schema des Prüfstands für schlagdynamische Belastung . . . . .	41
4.7	Prozedur der Vorverformung mit anschließender schlagdynamischer Belastung . . . . .	41
4.8	Farbdreieck zur Darstellung der Orientungsverhältnisse für kubische Systeme . . . . .	43
4.9	Beispielbild für die Hellfeld-Messung im Rahmen der Zwillingsquantifizierung . . . . .	44
4.10	Prozedur der „Dunkelfeld-Messung“ zur Bestimmung des Flächenanteils an Zwillingen . . . . .	45
4.11	Beispielbild für eine EBSD-Messung zur Bestimmung des Flächenanteils an Zwillingen . . . . .	45
4.12	EBSD-Messung und Simulationsvolumen . . . . .	48
5.1	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach schlagdynamischer Belastung in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	50
5.2	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Temperatur infolge schlagdynamischer Belastung . . . . .	51
5.3	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach schlagdynamischer Belastung in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	51
5.4	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Temperatur infolge schlagdynamischer Belastung . . . . .	52
5.5	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Dehnrates für Belastung bei 20 °C . . . . .	54
5.6	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach Belastung mit unterschiedlicher Dehnrates . . . . .	54
5.7	Berechnete Übergänge von Gleiten zu Zwillingsbildung für Eisen . . . . .	55
5.8	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach schlagdynamischer Belastung in Abhängigkeit der Stauchung . . . . .	56
5.9	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach schlagdynamischer Belastung in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	57
5.10	Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung bei schlagartiger Belastung . . . . .	57
5.11	Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung bei schlagartiger Belastung . . . . .	58
5.12	Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung bei schlagartiger Belastung . . . . .	59
5.13	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach quasistatischer Belastung in Abhängigkeit der Stauchung . . . . .	59



5.14	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach schlagdynamischer Belastung in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	60
5.15	Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung bei schlagartiger Belastung . . . . .	60
5.16	EBSD-Messungen an Fe nach schlagdynamischer Belastung zur Untersuchung des Einflusses der Korngröße . . . . .	61
5.17	EBSD-Messungen an Fe-10Al nach schlagdynamischer Belastung zur Untersuchung des Einflusses der Korngröße . . . . .	62
5.18	EBSD-Messungen an Fe, Fe-10Al und Fe-10Cr Ausgangszustand nach schlagdynamischer Belastung . . . . .	63
5.19	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Stapelfehlerenergie für Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr im Zustand Z1 . . . . .	63
5.20	EBSD-Messungen an Fe, Fe-10Al und Fe-10Cr nach schlagdynamischer Belastung an . . . . .	64
5.21	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Stapelfehlerenergie für Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr im Zustand Z2 . . . . .	64
5.22	XRD-Messungen von Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr . . . . .	65
5.23	Härtemapping der untersuchten Werkstoffe Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr . . . . .	66
5.24	EBSD Messungen an Fe nach Vorverformung . . . . .	67
5.25	EBSD-Messungen an Fe nach Vorverformung und schlagdynamischer Belastung . . . . .	68
5.26	EBSD-Messungen an Fe nach Vorverformung und schlagdynamischer Belastung . . . . .	68
5.27	XRD-Messungen an Fe mit 0%, 15% und 50% Vorverformung . . . . .	69
5.28	EBSD Messungen an Fe-10Cr in Abhängigkeit verschiedener Versetzungsdichten . . . . .	69
5.29	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Versetzungsdichte für Fe-10Cr . . . . .	70
5.30	Simulation als Vergleich zur EBSD-Messung . . . . .	71
5.31	Simulation der Versetzungsaktivitäten während schlagartiger Belastung . . . . .	71
5.32	Identifizierte Versetzungsreaktion . . . . .	72
5.33	Versetzungsbewegungen in Abhängigkeit der Versetzungsdichte . . . . .	73
5.34	Verlauf der Scherspannung während schlagartiger Belastung . . . . .	74
5.35	TEM-Aufnahmen eines Verformungszwillings in Eisen . . . . .	74
5.36	STEM-Aufnahme eines Zwillings zur Untersuchung der kristallographischen Eigenschaften . . . . .	75
5.37	TEM-Aufnahme und Beugungsabbildung eines Mikrozwillings in Eisen . . . . .	75
5.38	Verlauf der Fließspannung in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrates . . . . .	77
5.39	Verlauf der Fließspannung in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrates . . . . .	78
5.40	Verlauf der Fließspannung in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrates unter Einordnung der Ergebnisse dieser Arbeit . . . . .	79
5.41	Vergleich zwischen dem aus der Literatur bekannten Polmechanismus nach COTTRELL UND BILBY und der MD-Simulation . . . . .	80
5.42	Lichtmikroskopische Aufnahmen der Materialinhomogenitäten von Fe-10Al und Fe-10Cr . . . . .	81
A.1	EDX-Messungen der beiden Eisenlegierungen Fe-10Al und Fe-10Cr . . . . .	85
A.2	Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen nach quasistatischer Belastung in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	85
A.3	Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Dehnrates für Belastung bei 20 °C . . . . .	86
A.4	Verlauf der Scherspannung über die Bildung eines Zwillings . . . . .	86
A.5	Hochaufgelöste TEM-Aufnahme der Zwillingsgrenze in Eisen . . . . .	87

# Tabellenverzeichnis

2.1	Zwillingselemente für kubisch-raumzentriertes Eisen . . . . .	10
2.2	Vergleich der Hall-Petch Konstanten . . . . .	17
4.1	AES-Analyse von Eisen . . . . .	36
4.2	AES-Analyse der Legierungen Fe-10Al und Fe-10Cr . . . . .	38
4.3	Vergleich der Wärmebehandlungskonzepte . . . . .	39
5.1	Übersicht der experimentellen Parameter zur Untersuchung der Zwillingsbildung . . .	49

# Abkürzungsverzeichnis

$\dot{\epsilon}$	Dehnrage
$\rho$	Versetzungsdichte
$\tau$	Schubspannung
$\epsilon_f$	Bruchdehnung
<i>ADF</i>	Annular Dark Field
<i>AES</i>	Atomemissionsspektroskopie
<i>Al</i>	Aluminium
<i>Ar</i>	Argon
<i>at. – %</i>	Atomprozent
<i>b</i>	Burgersvektor
<i>CAT</i>	Crystal Analysis Tool
<i>Cr</i>	Chrom
<i>DC</i>	Tiefziehstahl
<i>DP</i>	Dualphasen Stahl
<i>DXA</i>	Dislocation Extraction Algorithm
$E_V$	Energie einer Versetzung
<i>EBSD</i>	Electron Backscattered Diffraction
<i>EDX</i>	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
<i>Fe<sub>3</sub>Be</i>	Eisen-Beryllium-Legierung
<i>fs</i>	Femtosekunde
<i>G</i>	Schubmodul
<i>GND</i>	Geometrisch Notwendige Versetzungen

---

<i>GSFenergy</i>	generalized stacking fault energy
<i>HAADF</i>	High-Angle Annular Dark Field
<i>HC</i>	High Carbon Steel
<i>hdp</i>	hexagonal dichtest gepackt
<i>HNO<sub>3</sub></i>	Salpetersäure
<i>IPF</i>	Inverse Polefigure
<i>k<sub>S</sub></i>	Hall-Petch Konstante für Gleiten
<i>k<sub>T</sub></i>	Hall-Petch Konstante für Zwillingsbildung
<i>k<sub>fz</sub></i>	kubisch-flächenzentriert
<i>k<sub>rz</sub></i>	kubisch-raumzentriert
<i>kV</i>	Kilovolt
<i>LAMMPS</i>	Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator
<i>LN<sub>2</sub></i>	flüssiger Stickstoff
<i>MD</i>	Molekulardynamik
<i>Mn</i>	Mangan
<i>Mo</i>	Molybdän
<i>Nb</i>	Niob
<i>Ni</i>	Nickel
<i>nm</i>	Nanometer
<i>ns</i>	Nanosekunde
<i>OP</i>	Oxidpartikel
<i>PIPS</i>	Precision ion polishing system
<i>R<sub>m</sub></i>	Zugfestigkeit
<i>SF</i>	Stapelfehler
<i>SFE</i>	Stapelfehlerenergie
<i>Si</i>	Silizium
<i>SRS</i>	strain rate sensitivity

<i>STEM</i>	Scanning Transmission Electron Microscopy
<i>T<sub>S</sub></i>	Schmelztemperatur
<i>Ti</i>	Titan
<i>TRIP</i>	TRansformation Induced Plasticity
<i>TRIP</i>	Transformation Induced Plasticity
<i>TWIP</i>	Twinning Induced Plasticity
<i>V</i>	Vanadium
<i>W</i>	Wolfram
<i>wt. – %</i>	Gewichtsprozent
<i>XRD</i>	x-ray diffraction
<i>Zn</i>	Zink

# 1 Einleitung

Die Existenz von Verformungszwillingen wurde erstmalig im Jahr 1848 durch NEUMANN dokumentiert [1]. In einem geschliffenen und geätzten Eisenmeteoriten fand dieser Zwillingsstrukturen, die der mikrostrukturelle Fingerabdruck von Kollisionsereignissen im Asteroidengürtel zwischen Mars und Jupiter sind [2]. Die nach NEUMANN benannten Neumannschen Bänder in Eisenmeteoriten sowie deren irdisches Pendant der Verformungszwilling sind seitdem Gegenstand vieler wissenschaftlicher Untersuchungen. Durch einen stetigen Zuwachs an Erkenntnissen über die Bildung von Verformungszwillingen in Metallen ist der Mechanismus der Zwillingsbildung als Teil plastischer Verformung in den Fokus technischer Nutzung gerückt. Mit zunehmenden Anforderungen an Werkstoffe und durch immer komplexere Beanspruchungen spielt die Zwillingsbildung vor allem in Bereichen dynamischer Beanspruchung, wie beispielsweise bei Crash, Explosion oder anderen Impactszszenarien eine wichtige Rolle. Abbildung 1.1 zeigt beispielhaft eine Übersicht verschiedener Stähle, aufgetragen über Bruchdehnung  $\varepsilon_f$  und Zugfestigkeit  $R_m$  [3]. Eine Vielzahl von hochfesten und höchstfesten Stählen mit gleichzeitig, hervorragender Duktilität stehen im konstruktiven Stahlbau zur Verfügung.

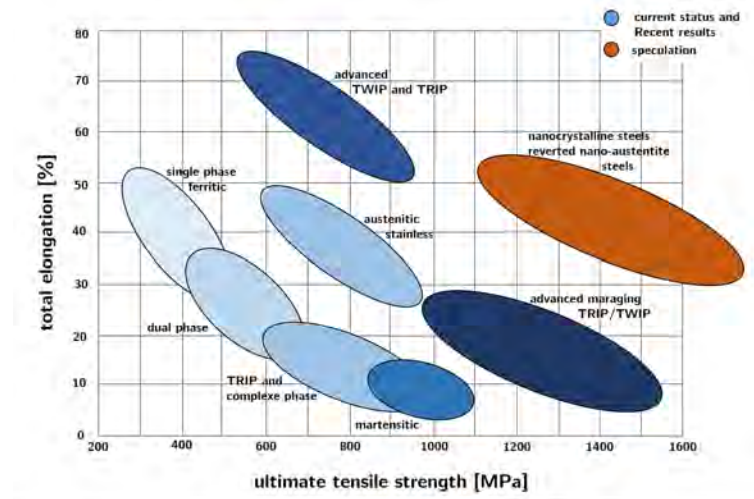


Abb. 1.1: Übersicht gängiger Stähle im konstruktiven Einsatz; dargestellt ist die Bruchdehnung über der Zugfestigkeit für verschiedene, hochfeste Stähle; nach [3]

Prominente Beispiele sind TWIP-Stähle (TWinning Induced Plasticity), deren kubisch-flächenzentriertes (kfz) Gitter unter Belastung zur Zwillingsbildung neigt [4, 5]. Diese Stahlklasse hat sich in den letzten Jahren zu einem festen Bestandteil in der konstruktiven Entwicklung und Fertigung von crash- und sicherheitsrelevanten Komponenten im Automobilbau entwickelt. Hervorgerufen durch einen Mangan-gehalt von über 20 % tritt bei mechanischer Belastung Zwillingsbildung ein [4, 6]. Das Umklappen des Kristallgitters verbraucht die von außen eingeleitete Kraft und reduziert somit die Verformung durch versetzungsbasiertes Gleiten. Im Resultat sinkt die makroskopische Verformung des Werkstoffes

bzw. des Bauteils. Exemplarisch zeigt Abbildung 1.2 einen Vergleich zwischen verschiedenen Stählen, darunter auch TWIP-Stahl. Die infolge dynamischer Beanspruchung stattfindende Zwillingsbildung erhöht die Festigkeit des Werkstoffes, weswegen derartige Stähle vor allem für den Automobilbau interessant sind. Neben positiven Eigenschaften besitzt diese Werkstoffklasse jedoch auch Einschränkungen in der Fertigung und Verarbeitung. Der hohe Anteil an Legierungselementen, allen voran Mangan, führt zu hohen Kosten im Einkauf und in der Herstellung. In der Verarbeitung und im Einsatz sind zusätzliche Herausforderungen zu berücksichtigen, wie beispielsweise die Wasserstoffversprödung und damit verbundenen Rissinitiierungen und Bauteilversagen [7].



Abb. 1.2: Vergleich verschiedener hochfester Stähle nach schlagartiger Belastung; infolge von Zwillingsbildung im TWIP-Stahl ist die makroskopische Verformung geringer als die konventioneller Stähle (DC - Tiefziehstahl, HC - hochkohlenstoffhaltiger Stahl, DP - Dualphasen Stahl) und in ähnlichem Bereich zum TRIP-Stahl (TRIP - TRansformation Induced Plasticity), welcher die Festigkeitssteigerung durch martensitisches Umklappen erzielt [8]

Kubisch-raumzentrierte Eisenwerkstoffe (Stahl) werden gegenwärtig nicht für die Nutzung crashbeanspruchter Bauteile oder in technischen Anwendungen mit schlagartiger Beanspruchungen eingesetzt, da die Festigkeit dieser Stähle deutlich geringer ist als die der bereits genannten, hochfesten Stähle [9]. Durch verbessertes Verständnis über den Verformungsprozess der Zwillingsbildung können dennoch potentielle Einsatzgebiete besser abgeschätzt sowie Potentiale und Grenzen definiert werden. Denkbar ist die Nutzung des Effekts in un- und niedrig legierten Stählen für Spezialkonstruktionen, Konstruktionen in Sandwichbauweise, crashbeanspruchte Bauteile im Automobilbau, aber auch anderen Personenbeförderungsanlagen sowie sicherheitsrelevante Bauteile, in denen lokale und partielle Anwendung bzw. der Einsatz in einem Werkstoffverbund denkbar sind.

Neben der Nutzung des Effekts der Zwillingsbildung in neuen Werkstoffkonzepten kann dieser Mechanismus auch in den Gebieten der Schadensanalyse genutzt werden. Ein prominentes Beispiel ist das Schiffsunglück der Estonia [10]. Das im Jahr 1994 gesunkene Fährschiff zeigte bei der ersten Begutachtung massive Schäden im vorderen Teil des Bugs. Auf Grundlage dieser Erkenntnisse erfolgte eine schnelle Mutmaßung der Schadensursache. Diese basierte auf einer Explosion im vorderen Teil des Schiffes, welche ein Loch in den Vorderbug riss. Die Ergebnisse führten zu kontroversen Diskussionen und der Frage nach einer Explosion infolge Verkettung unglücklicher Zufälle oder einer gezielten Sprengung als Schadensursache. Erst ein weiteres Gutachten der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung offenbarte, dass die im Schiffsstahl gefundenen Verformungszwillinge bereits vor der Explosion im Werkstoff waren und sich auf dem Kugelstrahlprozess zurückführen lassen.

Die Zwillingsbildung ist in vielen Bereichen von Forschung und Technik von Bedeutung, wie bei der Entwicklung von neuartigen Werkstoffkonzepten, bei der mechanischen Bearbeitung von Werkstoffen oder bei der Schadensanalyse. Dennoch ist eine Verbesserung des Verständnisses der Zwillingsbildung notwendig, um künftig eine technische Nutzung zu ermöglichen. Dazu sind vor allem Kenntnisse über die Wirkung von inneren und äußeren Einflüssen auf den Zwillingsmechanismus von Bedeutung. Dort setzt die vorliegende Arbeit an und beschäftigt sich mit der Wirkung von inneren und äußeren Einflüssen auf die Ausbildung von Zwillingen im Gefüge. Dabei erfolgen Betrachtungen sowohl der Nukleation von Zwillingen auf atomarer Ebene als auch der Zwillingsanzahl im Gefüge auf mikroskopischer Ebene.



## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Mechanismen der plastischen Verformung

Der Verwendung von Metallen und deren Legierungen unterliegt in vielen Bereichen des technischen Alltags ein komplexes Zusammenspiel verschiedener Einflussgrößen [11]. Häufig resultieren dabei aus thermischen und chemisch-korrosiven Belastungen sowie komplexen mechanischen Beanspruchungen in Verbindung mit den Werkstoffeigenschaften unterschiedliche Verformungs- und Schädigungsprozesse [11, 12, 13, 14]. Daher sind Vorhersagen über das Werkstoffverhalten im Einsatz nicht allein unter Nutzung mechanischer Kennwerte möglich. In Abhängigkeit der im Betrieb auftretenden Einflüsse sind für einen Werkstoff unterschiedliche metallphysikalische Prozesse zu beobachten, nach denen die plastische Verformung abläuft. Um das Verständnis darüber zu vertiefen, sollen zunächst allgemeine Überlegungen zur plastischen Verformung von Metallen ausgeführt werden. Der Vorgang der plastischen Verformung in metallischen Werkstoffen kann als eine Verschiebung von Atomen beschrieben werden, welche zu einer bleibenden Änderung der mikroskopischen Struktur und der makroskopischen Gestalt eines Metalls bzw. Bauteils führt [13, 14]. Die stattfindende Gestaltänderung bzw. Deformation kann durch unterschiedliche Mechanismen hervorgerufen werden. Diese sind das Atomgleiten durch Versetzungsbewegung, die Bildung von Verformungszwillingen, die martensitische Phasentransformation und das Kriechen [12, 14]. Dabei bestimmen Kristallgitterstruktur, chemische Zusammensetzung und Korngröße sowie die Belastungszustand, Verformungsgeschwindigkeit und Temperatur, welcher der genannten Mechanismen aktiv zur plastischen Verformung beiträgt. Den Zusammenhang zwischen Temperatur und Dehnrates und deren Einfluss auf die plastische Verformung zeigt Abbildung 2.1 exemplarisch für Titan mit einer Korngröße von  $100\ \mu\text{m}$  [15]. Derartige Abhängigkeiten bestehen auch bei kubisch-raumzentrierten Metallen, weshalb die Untersuchung der Zwillingsbildung ein grundlegendes Verständnis aller genannten Verformungsmechanismen erfordert. Eine kurze Beschreibung dieser Mechanismen unter Berücksichtigung von Temperatur und Dehnrates ist nachfolgend präsentiert. Dabei sind die adiabate Scherung sowie die dynamische Rekristallisation nicht berücksichtigt, da die dazu erforderlichen Temperaturen (oberhalb von  $0,6 T_s$ ,  $T_S$  - Schmelztemperatur) und Verformungsgeschwindigkeiten im Bereich von  $1,0\ \frac{\text{km}}{\text{s}}$  in den durchgeführten, experimentellen Untersuchungen nicht auftreten [16, 17, 18].

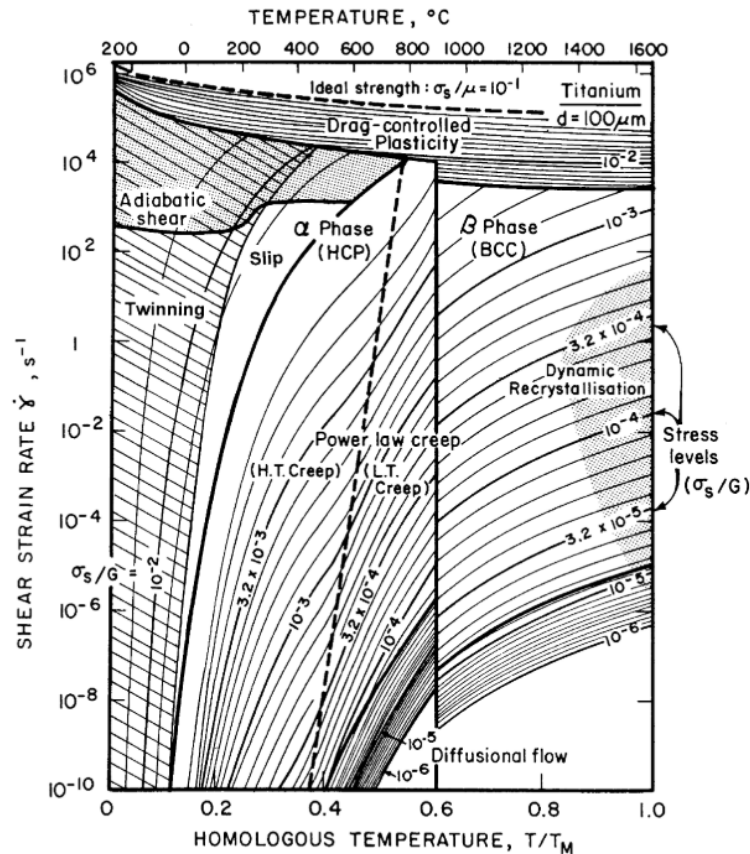


Abb. 2.1: Verformungsdiagramm für Titan zeigt exemplarisch den Einfluss der Dehnrates und der Temperatur auf den bevorzugten Verformungsmechanismus; in Abhängigkeit von Dehnrates und Temperatur tritt bevorzugt Zwillingsbildung, versetzungs-basiertes Gleiten, Kriechen, adiabatische Scherung bzw. dynamische Rekristallisation auf; im Rahmen dieser Arbeit sind lediglich die Zwillingsbildung und das versetzungs-basierte Gleiten von Interesse, da weitere Verformungsmechanismen im untersuchten Temperatur- und Dehnratesbereich nicht zu erwarten sind [15]

Das Atomgleiten infolge von Versetzungsbewegung stellt den wohl wichtigsten Mechanismus der plastischen Verformung für einen Großteil der technischen Anwendungsbereiche von metallischen Werkstoffen dar. Im Temperaturbereich bis  $0,4 T_G$  und für moderate Dehnrates  $\dot{\epsilon}$  bis ca.  $10^2 s^{-1}$  ist dieser Verformungsprozess der bevorzugte Mechanismus [12]. Wie bereits erwähnt, sind diese Bereiche von weiteren Einflüssen abhängig und daher nur als Orientierung anzusehen. Ermöglicht wird dieser Mechanismus durch die Existenz von Gitterbaufehlern im Kristallgitter, vorrangig durch Versetzungen. Durch das Einwirken einer Schubspannung auf die Versetzung kommt es zur Bewegung der Versetzung. Diese Versetzungsbewegung erfolgt innerhalb bevorzugter kristallographischer Gleitsysteme, welche maßgeblich von der Kristallgitterstruktur bestimmt sind. Infolge der Versetzungsbewegung erfolgt ein kollektives Gleiten eines Kristallbereichs gegenüber einem anderen Kristallbereich, siehe 2.2. Diese Bewegung ist als makroskopische, plastische Verformung identifizierbar.

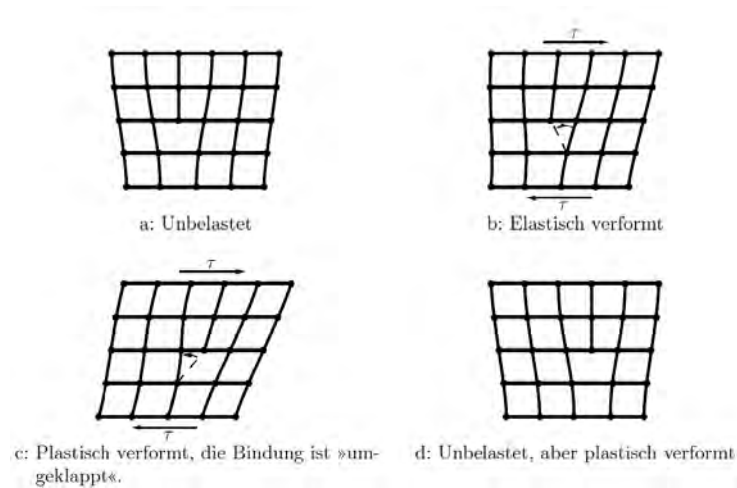


Abb. 2.2: Schematische Darstellung des Atomgleitens infolge einer äußeren Schubspannung  $\tau$ ; diese führt zu Versetzungsbewegung (Stufenversetzung im Beispiel) und zum kollektiven Gleiten von Atomen entlang kristallographisch günstig orientierter Gleitebenen [13]

Die Bildung von Verformungszwillingen (oder mechanischen Zwillingen) ist das Resultat einer Scherung des Atomgitters infolge äußerer Krafteinwirkung [19]. Dabei erfolgt ein lokales Umklappen von Atomen im Ausgangskristall (Matrix) entlang einer Zwillingssebene, dargestellt in Abbildung 2.3. Der neu gebildete Gitterbereich (Zwilling) ist spiegelsymmetrisch zum Ausgangskristall. Der Mechanismus tritt im kubisch-raumzentrierten Gitter bevorzugt unterhalb der Raumtemperatur und bei schlagartigen und dynamischen Verformungsprozessen mit Dehnraten oberhalb  $10^0 \text{ s}^{-1}$  auf [20]. Außerdem neigen besonders Werkstoffe mit einer geringen Anzahl an Gleitsystemen zur Bildung von Zwillingen [14]. Bei der Umformung von Metallen mit hexagonal-dichtester Packung (hdp) wie beispielsweise Magnesium ist Zwillingsbildung der maßgebliche Grund für Verformbarkeit [21, 22]. Aufgrund einer geringeren Anzahl an Gleitsystemen im Vergleich zu kubisch-raumzentrierten und kubisch-flächenzentrierten Metallen, ist die Versetzungsbewegung als Grundlage zum Atomgleiten deutlich erschwert. Durch die Bildung von Zwillingen ist dennoch eine plastische Verformung möglich. Des Weiteren wird die Bildung von Zwillingen in kubisch-flächenzentrierten Stählen, sog. TWIP-Stählen (TWinning Induced Plasticity), genutzt. Durch die Bildung von Zwillingen kann ein Großteil der eingeleiteten Energie absorbiert werden, weshalb versetzungsbasiertes Gleiten nur noch erschwert stattfindet. Gleiten. Dadurch wird die makroskopische Verformung des Werkstoffes bzw. des Bauteils geringer. Dieser Effekt wird daher bevorzugt für Bauteile in crashbeanspruchten Bereichen wie beispielsweise im Vorderwagen von Automobilen genutzt. Eine Erläuterung dazu folgt im weiteren Verlauf des Kapitels.

Die martensitische Phasentransformation ist vor allem als Martensitbildung in ferritischen Stählen bekannt. Bei ausreichend schneller Abkühlung dieser Stähle aus dem Austenitgebiet ins Ferritgebiet ist die Diffusion gehemmt bzw. unterdrückt. Anstelle einer diffusionsgesteuerten Phasenumwandlung erfolgt die Martensitbildung durch eine diffusionslose Umwandlung von Austenit in Martensit unter Einhaltung kristallographischer Randbedingungen [23]. Diese Art der martensitischen Umwandlung ist maßgeblich von der Temperatur sowie dem Gradienten der Temperaturänderungen während der Abkühlung abhängig. Darüber hinaus existiert eine durch Dehnung induzierte Martensitbildung. Zwar sind die Einflussgrößen für beide Martensitbildungen unterschiedlich, dennoch sind der Bildungsprozess und die kristallographischen Eigenschaften des entstandenen Martensits gleich. Als Beispiele für

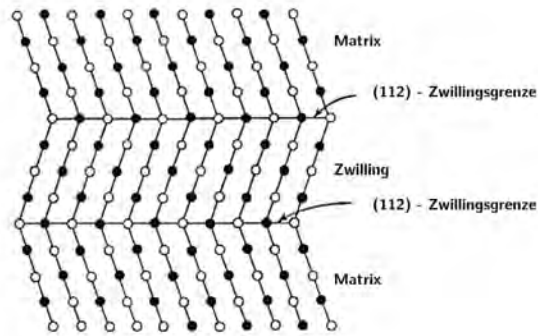


Abb. 2.3: Schematische Darstellung des Umklappens der Atome bei der Bildung von Verformungszwillingen am Beispiel eines kubisch-raumzentrierten Gitters; der Vorgang resultiert in einem lamellaren Bereich (Zwilling) mit Spiegelsymmetrie zum Ausgangsbereich (Matrix) nach [14]

dehnungsinduzierte Martensitbildung kann der TRIP-Effekt (TRansformation Induced Plasticity) in hochmanganhaltigen, austenitischen Stählen [6] und der Formgedächtniseffekt in NiTi-Legierungen [24] genannt werden.

Als vierter Mechanismus plastischer Verformung existiert das Kriechen, das bei Temperaturen oberhalb  $0,4 T_s$  und Dehnraten weit unterhalb  $10^0 \text{ s}^{-1}$  zunehmend an Dominanz gewinnt [12]. Im Gegensatz zur Zwillingsbildung tritt Kriechen bei komplett anderen mechanischen und thermischen Belastungen auf. Daher wird dieser Mechanismus im Rahmen der vorliegenden Arbeit keine weitere Berücksichtigung finden. Ebenfalls von geringerer Bedeutung für die Zwillingsbildung ist die martensitische Phasentransformation, die dennoch im Abschnitt der Bildungsmechanismen Einzug findet. Für die Untersuchung der Zwillingsbildung im krz Eisen ist neben der Zwillingsbildung das versetzungs-basierte Gleiten von großer Bedeutung. Der Grund liegt im gleichzeitigen Auftreten beider Mechanismen. Aus diesem Grund werden im folgenden Abschnitt 2.2 beide Mechanismen berücksichtigt und mit Bezug auf die unterschiedlichen Einflussgrößen verglichen.

## 2.2 Zwillingsbildung in metallischen Werkstoffen

Wie bereits erwähnt, ist die Zwillingsbildung ein wichtiger Mechanismus in metallischen Werkstoffen zum Beitrag plastischer Verformbarkeit. Dies ermöglicht die Umsetzung technischer Fertigungsprozesse wie beispielsweise die Umformung von Magnesium und Magnesiumlegierungen bei Raumtemperatur. Das Gleiten von Versetzungen in der hexagonal dichtest gepackten (hdp) Gitterstruktur erfolgt hauptsächlich auf den  $\{0001\}$  Basalebene in  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  Richtung [25]. Bei Temperaturen oberhalb  $200^\circ\text{C}$  kann zusätzlich Gleiten über Prismen- und Pyramidalebene erfolgen. Bei Temperaturen darunter stehen lediglich zwei aktive, voneinander unabhängige Gleitsysteme zur Verfügung. Dies bewirkt eine schlechte Verformbarkeit mit sprödem mechanischem Verhalten. Erst die Zwillingsbildung auf der  $\{10\bar{1}2\}$  Ebene entlang der  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  Richtung ermöglicht plastische Verformbarkeit bei Raumtemperatur und somit auch die technische Nutz- und Verarbeitbarkeit.

Andererseits kann durch Zwillingsbildung die Festigkeit und die Verformbarkeit von Metallen gezielt beeinflusst und verbessert werden. In kubisch-flächenzentrierten Stählen ist durch die Zwillingsbildung

eine sehr hohe Duktilität mit Bruchdehnungen  $\varepsilon_f$  bis 95 % möglich. Zudem ist die spezifische Energieabsorption signifikant höher im Vergleich zu konventionellen Stahlgüten [4, 6]. Dieses mechanische Verhalten prädestiniert diese Stahlklasse als Konstruktionswerkstoff für crashbeanspruchte Bauteile beispielsweise im Automobilbau. Ermöglicht wird dieses Werkstoffverhalten durch den bereits erwähnten TWIP-Effekt. Unter mechanischer Beanspruchung bildet das austenitische Gefüge Verformungswillige, deren Bildung einen Teil der von außen eingetragenen Energie verbraucht. Die Folge ist ein eingeschränktes versetzungsbasiertes Atomgleiten und eine geringere plastische Verformung. Grundlage für den TWIP-Effekt sind hohe Anteile an Legierungselementen, vor allem Mangan. Dadurch sinkt die Stapelfehlerenergie (SFE) und Zwillingsbildung wird begünstigt [4, 6]. In TWIP-Stählen liegt der Mn-Gehalt über 20 wt.-% [6, 26] wodurch die SFE auf Beträge zwischen 20-40  $\frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$  gesenkt wird. Diese geringen SFE haben zur Folge, dass der TWIP-Effekt bereits bei Raumtemperatur und Dehnraten von  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  aktiv ist [26]. Das Gefüge eines TWIP-Stahls im unbelasteten, zwillingsfreien Zustand und im mechanisch belasteten, verzwilligten Zustand, zeigt Abbildung 2.4.

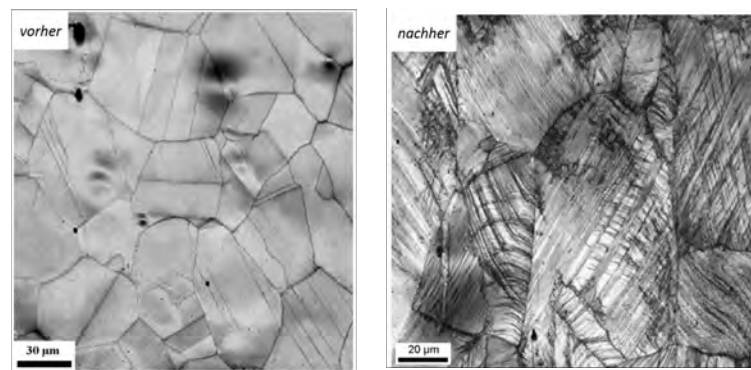


Abb. 2.4: Elektronenmikroskopische Aufnahmen eines Fe-22 wt.-% Mn-0,6 wt.-% C zeigen das Gefüge vor und nach Zugbelastung; infolge des TWIP-Effekt hat Zwillingsbildung eingesetzt; nach [26]

Im Gegensatz zu den nur wenige hundert Nanometer breiten Zwillingen im kubisch-flächenzentrierten Gitter besitzen Zwillinge im kubisch-raumzentrierten Gitter, bedingt durch andere Belastungsbedingungen (Temperatur und Dehnrage), eine Breite von  $\sim 1...20 \mu\text{m}$  [2, 27]. Die Entstehung der lamellenartigen Struktur ist die Folge der Scherung des Atomgitters durch äußere Belastung [28]. Beispielhaft zeigt Abbildung 2.5 durch schlagartige Belastung entstandene Verformungszwillinge in einem krz Eisengefüge.

Zudem ist in krz Eisen und Eisenlegierungen die Zwillingsbildung bei Temperaturen unterhalb der Raumtemperatur und für dynamische bzw. schlagartige Belastungen im Dehnratenbereich oberhalb  $10^1 \text{ s}^{-1}$  bevorzugt zu beobachten [20]. Eine genaue Definition dieser Einflussgrößen ist jedoch nur bedingt möglich. Das Übergangsgebiet zwischen Atomgleiten und Zwillingsbildung wird neben der Temperatur und der Dehnrage von weiteren Einflussgrößen bestimmt. Dabei haben, wie bereits erwähnt, die Kristallgitterstruktur, die chemische Zusammensetzung, die Korngröße, Belastungsart und Belastungsrichtung sowie Texturen und Vorzugorientierungen ebenfalls einen Einfluss. Aus diesem Grund sind Angaben zur Zwillingsbildung immer nur unter Angabe der genannten Parameter sinnvoll. Unabhängig davon ist dabei eine eingeschränkte Versetzungsbewegung die Grundlage für

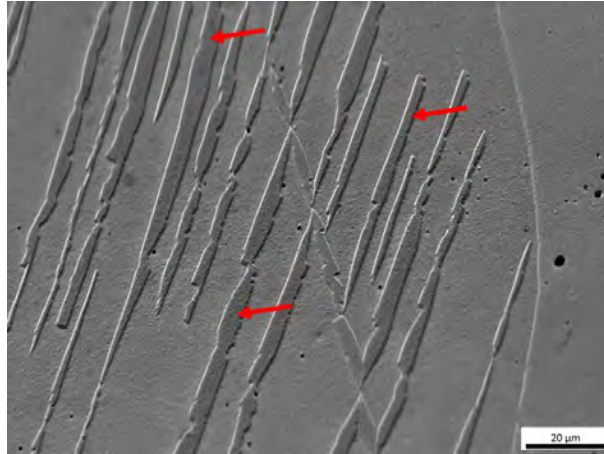


Abb. 2.5: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von Verformungszwillingen in krz Eisen nach schlagartiger Belastung; gezeigt und markiert sind entstandene, feine Lamellen mit wenigen Mikrometern Breite (Verformungszwilling) welche infolge von Scherung des Kristallgitters gebildet werden

Zwillingsbildung. In der Praxis ist die Überlagerung beider Verformungsmechanismen der Regelfall. Weitere relevante Bereiche, in denen die Zwillingsbildung von Interesse ist, sind Schadensanalysen von dynamischen und schlagartig belasteten Materialien und Bauteilen [1, 17, 18].

### 2.2.1 Kristallographie von Verformungszwillingen im kubisch-raumzentrierten Gitter

Die Zwillingsbildung in Metallen ist als Scherverformung des Kristallgitters definiert, bei der einzelne Atome bzw. Kristallbereiche spiegelsymmetrisch zur Ausgangslage angeordnet werden [14]. Die Ausgangslage (Kristallmatrix) und die neu gebildete kristallographische Lage (Zwilling) besitzen unterschiedliche kristallographische Orientierungen. Weitere Eigenschaften wie beispielsweise die Kristallgitterstruktur oder die chemische Zusammensetzung ändern sich jedoch nicht. Die Scherung während der Zwillingsbildung kann anhand einer sphärischen Kristallprojektion erläutert werden, siehe Abbildung 2.6.

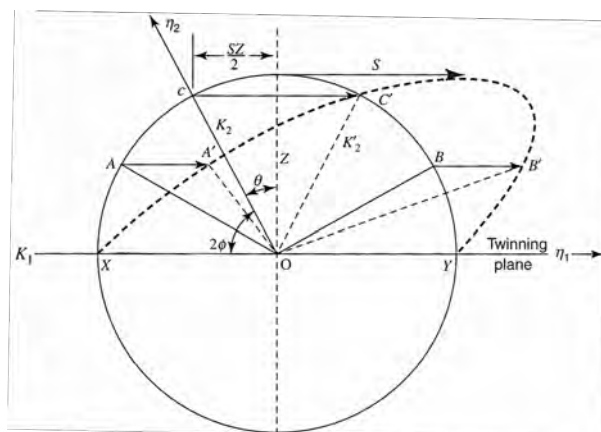


Abb. 2.6: Schematische Darstellung der Scherung einer Kristallsphäre in einen Ellipsoiden; Ebenen zwischen den Punkten  $X$  und  $C'$  unterlaufen einer Kompressionen, Ebenen zwischen den Punkten  $C'$  und  $Y$  einer Expansion [12]

Die Punkte X, Y und Z repräsentieren Ausgangskordinaten. Erfolgt eine Scherung mit dem Betrag  $S$  transformiert die sphärische Kristallprojektion in eine elliptische mit neuen Koordinaten  $X'$ ,  $Y'$  und  $Z'$ , wobei  $X'=X$ ,  $Z'=Z$  und  $Y'=Y+SZ$  gilt [12]. Ebenen mit der Spur AO und BO werden infolge der Zwillingsbildung verschoben zu  $A'O$  und  $B'O$ . Diese Transformation durch Scherung betrifft alle Ebenen auf der sphärischen Projektion mit Ausnahme von zwei Ebenen. Zum einen ist dies die Ebene  $K_1$  mit der Richtung der Scherung  $\eta_1$ . Die zweite Ebene ist  $K_2$  mit der Spur OC bzw.  $O'C$  (da  $C'=C$ ) und Richtung  $\eta_2$ , definiert als Schnittpunkt zwischen  $K_2$  und S. Daraus ergibt sich, dass Bereiche zwischen den Koordinaten X und C gestaucht werden (Bsp.: AO), Bereiche zwischen den Koordinaten C und Y gestreckt werden (Bsp.: BO). Eine Übersicht der Zwillingskomponenten zeigt Tabelle 2.1. Die Orientierungsänderung verläuft durch Spiegelung entlang der Zwillingsenebene.

Tab. 2.1: Zwillingselemente für kubisch-raumzentriertes Eisen [12, 27]

Material	$K_1$	$K_2$	$\eta_1$	$\eta_2$	$S$
Eisen (krz)	$\{112\}$	$\{\bar{1}\bar{1}2\}$	$\langle \bar{1}11 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\frac{1}{\sqrt{2}}$ bzw. 0,707

Verformungszwillinge in Metallen erscheinen meist als lamellen- oder linsenartige Streifen. Dabei hat der Betrag der Scherung großen Einfluss auf die entstehende Form des Zwillings. Mit zunehmender Scherung  $S$  sinkt der Öffnungswinkel der gezeigten Zwillingslinse. Metalle wie beispielsweise Eisen, Kupfer oder Aluminium bilden auf Grund ihres hohen Scherbetrags (0,707) Zwillinge mit kleinem Öffnungswinkel aus. Dementsprechend erscheinen diese Zwillinge im Gefüge nadelförmig und spitz zulaufend. Metalle mit geringerem Scherbetrag, beispielsweise Magnesium (0,131) oder Titan (0,167), bilden hingegen breitere Zwillinge mit größerem Öffnungswinkel aus. Abbildung 2.7 zeigt einen schematischen Vergleich von Verformungszwillingen in Abhängigkeit des Scherbetrages. Zusätzlich sind Glüh- bzw. Rekristallisationszwillinge dargestellt. Diese sind das Resultat thermisch bedingter Abläufe infolge von Erstarrungsvorgängen während der Abkühlung aus der Schmelze sowie durch Wachstumsvorgänge während des Glühens [14]. Im Gegensatz zu Verformungszwillingen unterliegt die Bildung von Glühzwillingen keiner Scherung. Außerdem kennzeichnen sich diese Zwillinge durch eine exakte und geradlinige Abgrenzung vom umgebenden Matrixkristall [29].

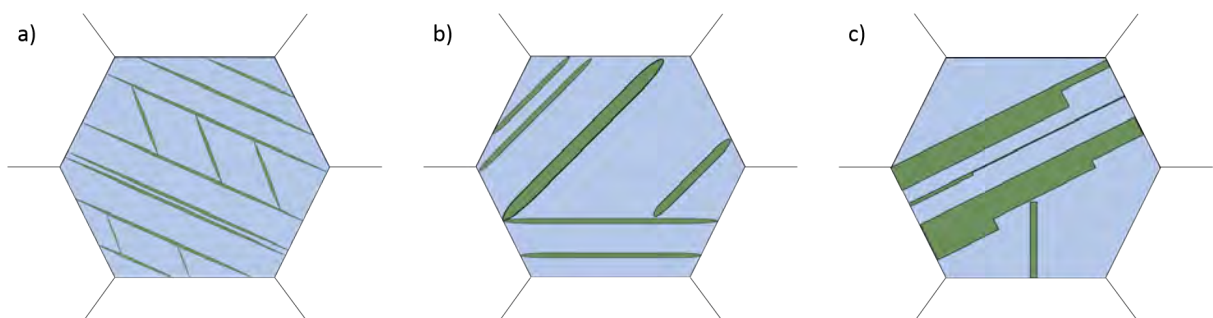


Abb. 2.7: Schematische Darstellung verschiedener Zwillingstypen; a) Verformungszwillinge mit großem Scherbetrag beispielsweise Eisen, b) Verformungszwillinge mit kleinem Scherbetrag beispielsweise Magnesium, c) Glühzwillinge infolge thermisch bedingter Abläufe

Die geometrische Beschreibung des Zwillings zur Matrix kann mittels Zwillingsenebene  $\{hkl\}$  und Zwillingsrichtung  $\langle uvw \rangle$ , der Richtung in welche sich die Scherung vollzieht, erfolgen. Zwillingsenebene

und -richtung sind dabei abhängig von der Kristallgitterstruktur. Für das krz Gitter ist die Zwillingsebene die  $\{112\}$ , die Zwillingsrichtung die  $\langle 111 \rangle$ . Abbildung 2.8 zeigt die kristallographischen Beziehungen im krz Gitter und die Umorientierung von Atomen in der  $\{112\}$  Ebene entlang der  $\langle 111 \rangle$  Richtung. Schwarze Punkte repräsentieren Atome des Ausgangsgitters (Matrix), weiße Punkte Atome des neugebildeten, spiegelsymmetrischen Gitterbereichs (Zwilling).

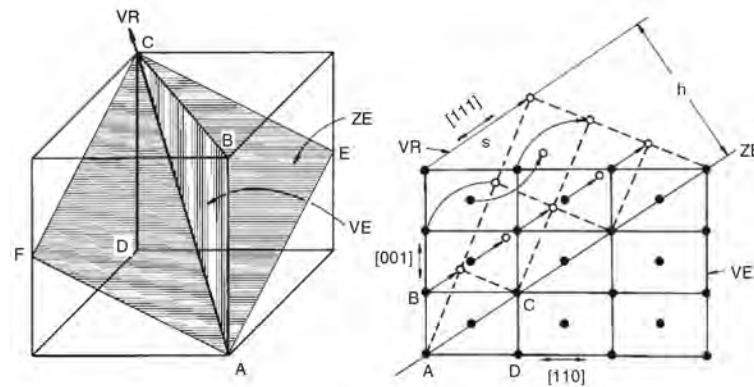


Abb. 2.8: Schematische Darstellung der Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter; durch Scherung der Atome infolge äußerer Spannungen erfolgt die Umorientierung einzelner Atome entlang der Zwillingsebene (ZE) [14]

Im kubisch-raumzentrierten Gitter treten Verformungszwillinge fast ausschließlich als feine, lamellare Streifen mit wenigen Mikrometer Breite auf. Gezeigt ist dies bereits in Abbildung 2.5. Mit zunehmendem Wachstum eines Zwillings in die Breite, steigt auch der notwendige Betrag an Energie zur Fortsetzung der Zwillingsbildung. Da dieser Energiebetrag an die von außen eingebrachte Schubspannung gebunden ist, kommt der Wachstumsprozess zeitnah zum Erliegen. MIZUGUCHI ET AL. beschreiben eine Abhängigkeit zwischen Zwillingsbreite, Temperatur und Dehnrage. Mit sinkender Temperatur und zunehmender Dehnrage nimmt die Breite eines Zwillings zu [30]. Begründet ist dies mit der Beziehung zwischen der kritischen aufgelösten Scherspannung von  $\tau$  und der Versetzungsgeschwindigkeit  $v$  [31]. Diese ist wie folgt beschrieben:

$$v = v_0 \left( \frac{\tau}{\tau_0} \right)^m \quad (2.1)$$

wobei  $m$  der Spannungsexponent ist und  $v_0$  und  $\tau_0$  Konstanten abhängig von der Temperatur und dem Typ der Versetzung. Dadurch ist die Gleichung 2.1 auf eine direkte Abhängigkeit zwischen  $v$  und  $\tau$  reduziert. Mit fortschreitender Belastung und dem Abbau der äußeren Spannung, sinkt  $\tau$  wodurch die Versetzungsgeschwindigkeit  $v$  ebenfalls reduziert wird. Die Folge ist ein verlangsamtes Wachstum des Zwillings in die Breite.

Das Modell, nach dem sich Zwillingsbildung vollzieht, ist ein kontinuierliches, schrittweises Wachsen auf atomarer Ebene im verzwilligten Bereich und nicht die gleichzeitige Bewegung eines Atomkollektivs [32]. Im krz Gitter entspricht die  $\{112\}$  Ebene der kohärenten Zwillingsebene, auf welcher die Bildung von Zwillingen möglich ist [33]. In dieser kann die Bildung eines stabilen, mehrlagigen Stapelfehlers erfolgen sowie die Nukleation von Zwillingen. Die dazu notwendige Stapelfehlerbildung benötigt eine teilweise Verschiebung der atomaren Anordnung mit einer Scherung um  $\frac{1}{\sqrt{2}}$  [34]. Diese Anordnung bzw. Stapelfolge ist für das krz Gitter, projiziert auf die  $\{112\}$  Ebene, ABCDEFABCDEFAB. Die



Verschiebung vollzieht sich dabei auf nachfolgenden  $\{112\}$  Ebenen mit dem Burgersvektor  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  und einer Schrittweite der Verschiebung um den Betrag  $\frac{a}{\sqrt{6}}$ . Infolge der Scherung verschieben sich die jeweiligen Atomlagen von E zu C, F zu D usw. Die Schrittweite der Verschiebung der Scherung der Atome erfolgt dabei um  $\frac{1}{6}[\bar{1}11]$  auf der  $\{112\}$  Ebene und ist schematisch in Abbildung 2.9 gezeigt. Die Translation führt zur Entstehung der intrinsischen Fehler  $I_1$  und  $I_2$ , des extrinsischen Fehlers E und des Zwillingsfehlers T.

$I_1$ :	FEDCBAFE   FEDCBA
$I_2$ :	FEDCBAFE   BAFEDCBA
E:	CDEFABE   FCDEFABC
T:	FEDCBAF E FABCDE

Diese Konfigurationen sind für die versetzungs-basierten Bildungsmechanismen im Folgenden von Bedeutung. Dort wird näher erläutert, dass die Bildung von  $I_1$ ,  $I_2$  und E durch Versetzungsaufspaltung energetisch ungünstig ist, weshalb die Entstehung von T bevorzugt ablaufen wird. Zudem benötigen die nachfolgenden Konfigurationen  $I_3 \dots I_n$  ebenfalls höhere Energien, wodurch ein Auftreten nicht zu erwarten ist [35].

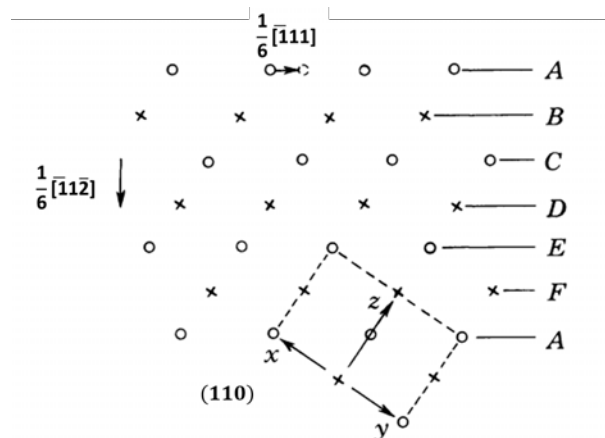


Abb. 2.9: Schrittweise Verschiebung von Atomen infolge von Bewegungen der  $\frac{1}{6}[\bar{1}11]$  Partialversetzung; dargestellte Projektion zeigt Atome in der Ebene  $\circ$  sowie Atome in der Ebene darunter  $x$  [35]

## 2.2.2 Einflussgrößen auf die Bildung von Zwillingen

Im folgenden Abschnitt werden die Einflussgrößen der Zwillingsbildung aufgelistet und erläutert. Dies ist einerseits notwendig, um die Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter besser zu verstehen. Andererseits stellen diese Parameter auch die Grundlage für die im späteren Verlauf durchgeführten experimentellen Untersuchungen dar. Zur besseren Übersicht sollen die Einflussgrößen unterteilt werden in innere und äußere Einflussgrößen. Den inneren Einflussgrößen lassen sich die Korngröße, die Stapelfehlerenergie sowie die Versetzungsdichte zuordnen. Als äußere Einflussgrößen sind die Temperatur, die Dehnrage und der Stauchungsgrad zu nennen. Zur Beschreibung der jeweiligen

Einflussgrößen in diversen Kristallgitterstrukturen, u.a. auch im kfz Gitter, bieten die Arbeiten von CHRISTIAN UND MAHAJAN [32] sowie von MEYERS, VÖHRINGER UND LUBARDA [20] umfangreiche Beschreibungen.

Die meisten Werkstoffe, darunter auch kubisch-raumzentrierte Metalle, besitzen einen temperaturabhängigen Spröd-Duktil-Übergangsbereich, oberhalb dessen plastische Verformung durch versetzungs-basiertes Gleiten erfolgt [12, 13]. Dieser Sachverhalt kann anhand der Abbildung 2.10 gezeigt und erläutert werden [36]. Dargestellt ist der temperaturabhängige Verlauf der unteren Fließgrenze von unlegiertem Stahl sowie von Niob und Nickel. Vor allem der unlegierte Stahl und Niob, beide mit kfz Gitterstruktur, zeigen einen sichtbaren Anstieg der Fließgrenze mit abfallender Temperatur. Eine Reduzierung der Temperatur führt demnach zu einer erschwerten plastischen Verformung infolge des eingeschränkten Gleitens. Der Grund dafür ist die steigende Peierls-Spannung, welche zur Aktivierung der Versetzungsbewegung überwunden werden muss. Für kfz und hcp Gitter ist diese Spannung nicht signifikant von der Temperatur abhängig und kann daher vernachlässigt werden. Für kfz Metalle gilt diese Annahme ebenfalls bei Temperaturen oberhalb  $0,15 T_s$  [37]. Unterhalb dieser Grenze ist die Peierls-Spannung jedoch nicht vernachlässigbar. Für Eisen mit einer Schmelztemperatur von  $1538^\circ\text{C}$  [9] bedeutet dies, dass unterhalb  $\sim 230^\circ\text{C}$  dieser Zusammenhang zu berücksichtigen ist. Mit sinkender Temperatur nimmt dieser Einfluss zu und die notwendige Schubspannung zur Versetzungsbewegung steigt an. Dies führt zur bevorzugten Zwillingsbildung mit sinkender Temperatur, vor allem im kfz Gitter.

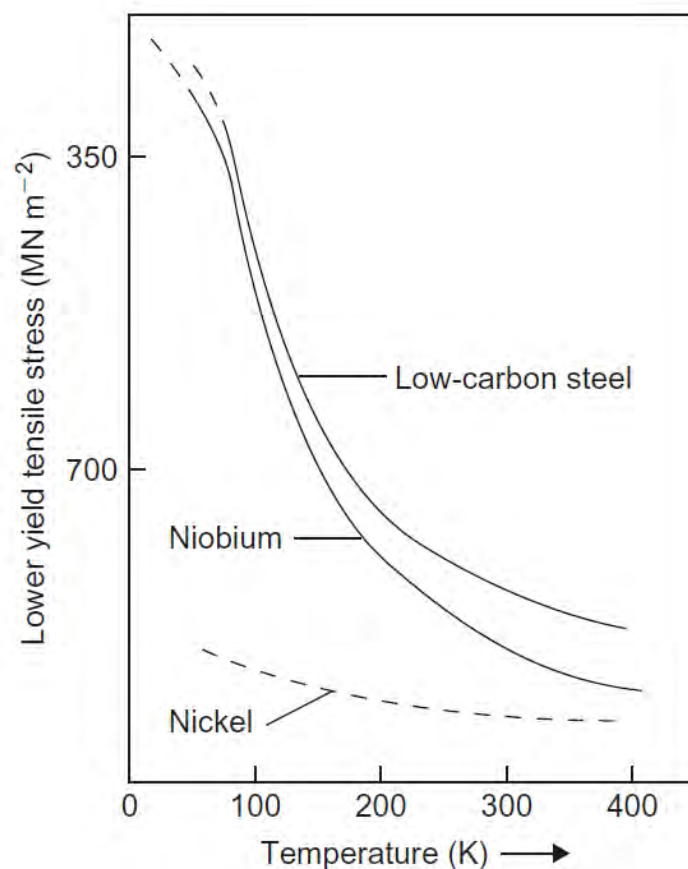


Abb. 2.10: Darstellung der unteren Fließspannung für unlegierten Stahl und Niob (kfz) sowie Nickel (kfz) in Abhängigkeit der Temperatur nach [36]

Der Effekt des temperaturabhängigen Übergangs von Gleiten zur Zwillingsbildung wurde in einer Reihe von Arbeiten untersucht [20, 32]. Erste Untersuchungen zu diesem Übergangsverhalten im krz Gitter wurden an polykristallinem Nb durchgeführt [38]. Bei Raumtemperatur sowie  $-76^\circ\text{C}$  ist zunächst ein zu erwartendes mechanisches Verhalten zu beobachten. Die Abnahme der Temperatur führt zu einem Anstieg der Fließspannung und zu einem Abfall der plastischen Dehnung. Mit weiter abnehmender Temperatur auf  $-196^\circ\text{C}$  zeigt der Verlauf von Spannung und Dehnung ausgeprägte Spannungsspitzen, welche auf die Zwillingsbildung zurückgeführt werden. Abbildung 2.11 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven mit den erkennbaren Spannungsabfällen bei  $-196^\circ\text{C}$ . In weiteren Untersuchungen wurde an anderen Materialien ein ähnliches Verhalten nachgewiesen. Für hochreines, einkristallines Eisen wurde beispielsweise im Temperaturbereich zwischen  $100^\circ\text{C}$  und  $-124^\circ\text{C}$  ausschließlich plastische Verformung durch Gleiten beobachtet. Erst in Versuchen bei  $-196^\circ\text{C}$  tritt zusätzlich Zwillingsbildung ein [39]. Das gemeinsame Auftreten von Gleiten und Zwillingsbildung bestätigen auch Untersuchungen an krz Wolfram, in dem versetzungs-basiertes Gleiten oberhalb der Raumtemperatur auch in der  $\{112\}$  Ebene stattfindet [40]. Erst mit Unterschreiten einer kritischen Übergangstemperatur setzt Zwillingsbildung ein. Dabei zeigen die Untersuchungen an Wolfram, dass das Gleitsystem  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle\{11\bar{2}\}$  während einer Verformung bei  $-196^\circ\text{C}$  inaktiv ist [41]. In der Folge wird Zwillingsbildung in der  $\{112\}$  Ebene stattfinden. Eine Übersicht zu den verschiedenen experimentellen Studien zum temperaturabhängigen Übergangsverhalten ist von MAHAJAN UND WILLIAMS zusammengetragen [42]. Aus dieser Zusammenfassung geht hervor, dass die Fließspannung der Zwillingsbildung eine deutlich geringere Temperaturabhängigkeit zeigt, als die für Gleiten notwendige Spannung. Außerdem wird auf eine negative Abhängigkeit der Spannung von der Temperatur geschlossen, also einem Abfall der notwendigen Spannung mit sinkender Temperatur. Dieser Annahme entgegen stehen Untersuchungen an krz  $\text{Fe}_3\text{Be}$ , das einen Anstieg der Spannung für Zwillingsbildung zeigen [43]. Dieser Widerspruch wurde erst durch die Berücksichtigung der Dehnrates aufgelöst, welche bis dahin nur geringe Berücksichtigung als Einflussgröße auf die Zwillingsbildung hatte [44]. Daher wird der Einfluss der Dehnrates auf die Zwillingsbildung nachfolgend näher erläutert.

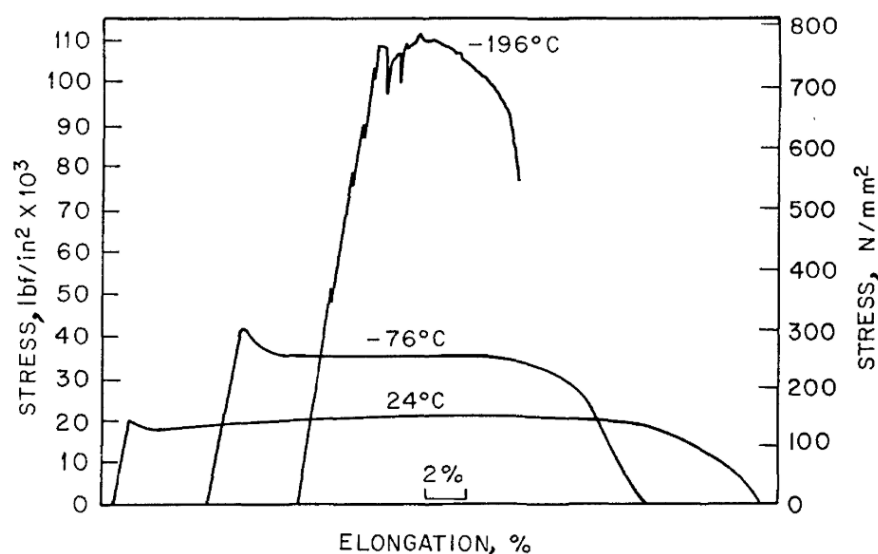


Abb. 2.11: Spannungs-Dehnungskurven für Nb nach Verformung bei Raumtemperatur,  $-124^\circ\text{C}$  und  $-196^\circ\text{C}$ ; mit sinkender Temperatur steigt die Fließspannung [38]

Grundsätzlich ist festzuhalten, dass die Zwillingsbildung im Gegensatz zum versetzungs-basierten Atomgleiten ein nicht-thermisch aktivierter Prozess ist. Die zur Zwillingsbildung notwendige Scherspannung ist im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis zu  $-196\text{ °C}$  als konstant anzusehen [20]. Die Zusammenstellung einzelner Arbeiten durch MEYERS, VÖHRINGER UND LUBARDA zeigt diesen Verlauf für verschiedene Metalle und Legierungen, darunter auch ein- und polykristallines Eisen. Abbildung 2.12 zeigt für verschiedene Werkstoffe den Verlauf der Scherspannung über einen weiten Temperaturbereich. Dennoch existiert ein Temperatureinfluss infolge der erschwerten Gleitbewegung von Versetzungen. Die gezeigte Übersicht beruht u.a. auf den Ergebnissen von HARDING, welcher einkristallines Eisen bei verschiedenen Temperaturen und über einen weiten Bereich der Dehnrates belastet hat [45, 46]. Dabei ergaben Belastungen mit Dehnraten von  $10^{-3}\text{ s}^{-1}$  eine notwendige Scherspannung zur Zwillingsbildung von ca. 170 MPa. Die Erhöhung der Dehnrates auf  $10^3\text{ s}^{-1}$  ergab einen Anstieg der notwendigen Spannung auf ca. 220 MPa. Die Scherspannung steigt demnach mit ansteigender Dehnrates. Dennoch ist dieser Anstieg weit weniger stark ausgeprägt als im Vergleich zur dynamischen Verfestigung beim versetzungs-basierten Gleiten [47].

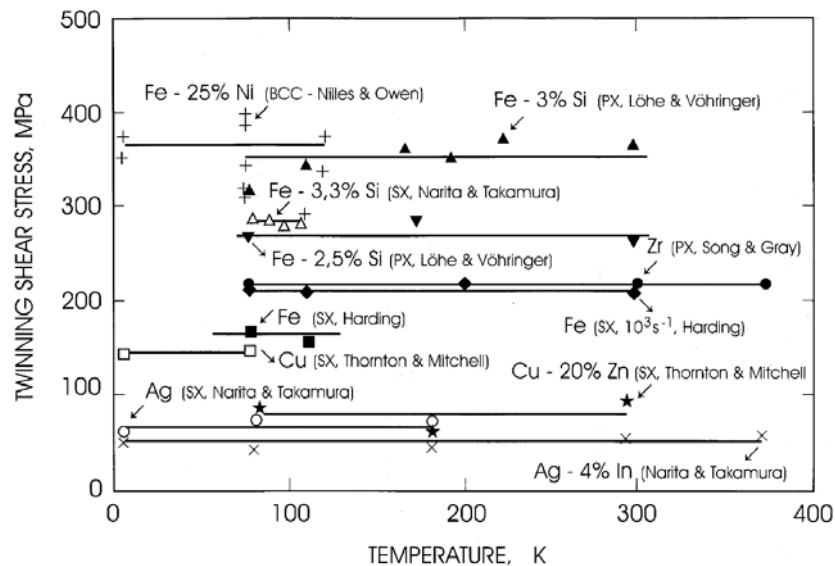


Abb. 2.12: Übersicht der Scherspannungen (Bildungsspannungen) zur Zwillingsbildung für ein- und polykristalline Metalle in Abhängigkeit der Temperatur; erkennbar ist die temperaturunabhängige Scherspannung [20]

Einen Vergleich berechneter und experimenteller Spannungen für Gleiten und Zwillingsbildung in einkristallinem Eisen zeigt die Abbildung 2.13. Die dort dargestellten Verläufe repräsentieren Dehnrates von  $10^{-3}\text{ s}^{-1}$  und  $10^3\text{ s}^{-1}$ . Wie bereits erläutert, ist die Spannung der Zwillingsbildung bei konstanter Dehnrates über den gesamten Temperaturbereich annähernd konstant. Mit steigender Dehnrates ist zudem eine Erhöhung der Spannung zu erkennen. Im Vergleich zur Zwillingsbildung zeigt das Gleiten einen exponentiellen Anstieg mit sinkender Temperatur. Der Spannungsanstieg lässt sich mit der für Gleiten ausgeprägten dynamischen Verfestigung beschreiben. Anhand des Diagramms ist eine Bestimmung der Übergangsgebiete und somit des Einsetzens der Zwillingsbildung für Eisen möglich. Im Dehnratesbereich von  $10^{-3}\text{ s}^{-1}$  liegt der Schnittpunkt bei annähernd  $-150\text{ °C}$ , für  $10^3\text{ s}^{-1}$  bei annähernd  $-75\text{ °C}$ . Dies befürwortet die Annahme der bevorzugten Zwillingsbildung bei hohen Dehnrates und niedrigen Temperaturen.

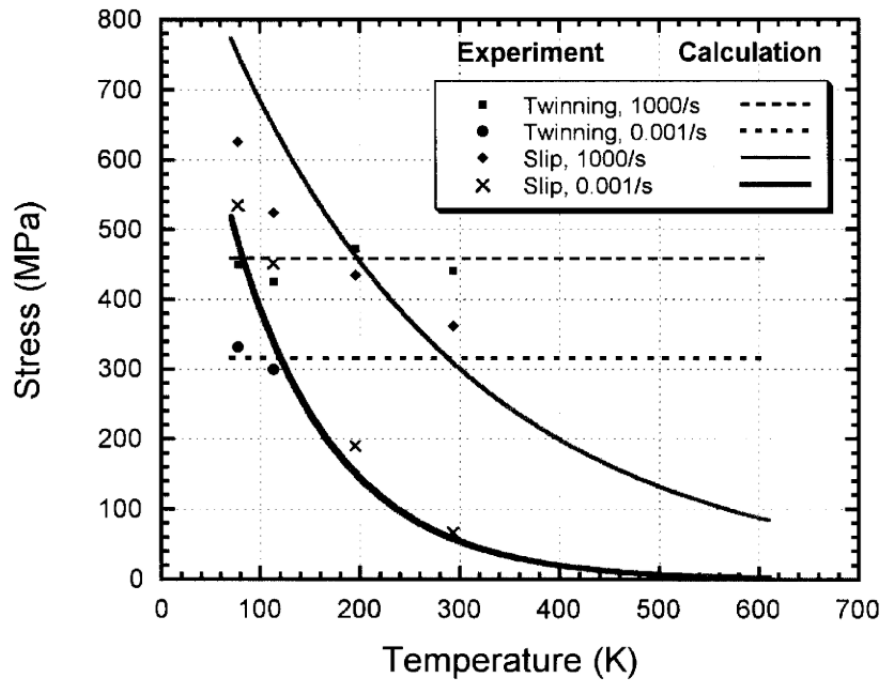


Abb. 2.13: Verlauf der Fließspannungen in Eisen für Zwillingsbildung und versetzungs-basiertes Gleiten in Abhängigkeit der Temperatur; gezeigt sind experimentelle Ergebnisse und aus Simulationen berechnete Daten für Dehnraten von  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  und  $10^3 \text{ s}^{-1}$  [20]

Neben den genannten äußeren Einflüssen von Temperatur und Dehnrates sollen die Korngröße, die Stapelfehlerenergie und die Versetzungsdichte als innere Einflussgrößen im Folgenden erläutert werden. Ähnlich dem Zusammenhang zwischen Festigkeit und Korngröße für Gleitbewegung existiert ein solcher auch für die Zwillingsbildung [48]. Durch Einbezug der HALL-PETCH Beziehung [49] kann dieser näher beschrieben werden.

$$\sigma_{(s,t)} = \sigma_{(s_0,t_0)} + k_{(s,t)} d^{-1/2} \quad (2.2)$$

Einen Vergleich der HALL-PETCH Geraden für Zwillingsbildung  $k_T$  mit der für Gleiten  $k_S$  zeigt eine starke Abweichung. Unabhängig vom Kristallgitter und dem Material liegen die Werte für  $k_T$  um ein Vielfaches höher [20]. Eine Auflistung der HALL-PETCH Konstanten unterschiedlicher Eisenwerkstoffe zeigt Tabelle 2.2. Dies bedeutet, dass die Korngröße einen signifikant höheren Einfluss auf die Bildungsspannung von Zwillingen hat als auf die des versetzungs-basierten Gleitens.

Schematisch zeigt Abbildung 2.14 den Verlauf Fließspannungen in Abhängigkeit der beiden HALL-PETCH Konstanten. Die Startspannung für Versetzungsbewegung  $\sigma_{0S}$  liegt über der für Zwillingsbildung  $\sigma_{0T}$ . Durch die unterschiedlichen Anstiege der HALL-PETCH Konstanten  $k_T$  und  $k_S$  Korngröße existiert ein Schnittpunkt beider Geraden bei einer kritischen Korngröße. Dieser Punkt definiert den korngößenabhängigen Übergang von Gleitbewegung zur Zwillingsbildung.

Tab. 2.2: Vergleich der HALL-PETCH Konstanten  $k_S$  für Gleiten und  $k_T$  für Zwillingsbildung aus [20]; in allen der drei Beispiele ist die HALL-PETCH Konstante für Zwillingsbildung größer als für Gleiten, wodurch der Korngrößeneinfluss auf Zwillingsbildung stärker ausgeprägt ist

	H-P Gerade für Gleiten $k_S$ [MPa mm <sup>1/2</sup> ]	H-P Gerade für Zwillingsbildung $k_T$ [MPa mm <sup>1/2</sup> ]
Armco-Eisen (Loehe und Vöhringer)	20	100
Fe-3 wt.-% Si (Loehe und Vöhringer)	12	124
Fe-25 wt.-% Ni (Nilles und Owen)	33	100

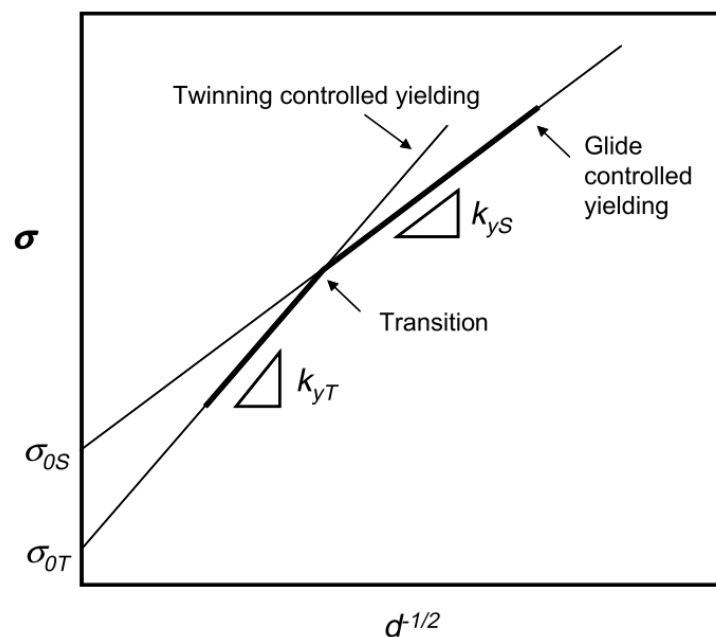


Abb. 2.14: Schematische Darstellung des Fließspannungsverlaufs für die Hall-Petch Konstanten  $k_{yT}$  ( $k_t$ ) und  $k_{yS}$  ( $k_s$ ) als Funktion der Korngröße; große Werte von  $d^{-\frac{1}{2}}$  entsprechen kleinen Korngrößen und einer bevorzugten Gleitbewegung; mit sinkenden Werten von  $d^{-\frac{1}{2}}$  (steigender Korngröße) erfolgt ein Übergang zu bevorzugter Zwillingsbildung [50]

Eine Erklärung dieses Verhaltens ist mit folgendem Ansatz möglich. Die Bildung von Spannungsfeldern an Korngrenzen in grobem Korn ist mit größeren Reichweiten verknüpft. Abbildung 2.15 zeigt exemplarisch eine FRANK-READ Quelle für Versetzungen, die sich wiederum an nahegelegenen Korngrenzen aufstauen und ein Spannungsfeld im benachbarten Korn induzieren. Dieses führt zur Zwillingsnukleation. ARMSTRONG UND WORTHINGTON führen dieses Verhalten auf eine Verknüpfung zwischen Zwillingsbildung und Mikroplastizität zurück [48]. Mikroplastizität tritt bereits unterhalb der Fließgrenze auf und kann zu Versetzungsaktivitäten und Zwillingsbildung führen [20]. Das versetzungs-basierte Gleiten ist hingegen erst bei Verformungen oberhalb der Fließgrenze aktiv.

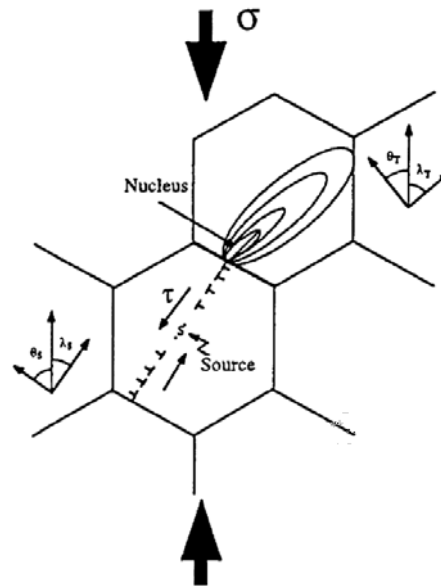


Abb. 2.15: Schematische Darstellung einer FRANK-READ Quelle, die infolge zum pile-up von Versetzungen an der Korngrenze führt und dort wiederum die Zwillingsbildung im Nachbarkorn auslöst [20]

Ebenfalls zu berücksichtigen ist der Einfluss der chemischen Zusammensetzung. Im Vergleich zwischen reinen Metallen und Legierungen ändert sich, bedingt durch das Einbringen von Fremdatomen, der Spannungszustand der Atome. Diese Änderung kann mittels Stapelfehlerenergie (SFE) beschrieben werden [14]. Die Stapelfehlerenergie ist die Energie, die notwendig ist, um einen Stapelfehler (SF) zu bilden, der wiederum aus einer Aufspaltung einer Versetzung hervorgeht. Besitzt ein Materialsystem eine hohe Stapelfehlerenergie, wird die Bildung eines Stapelfehler nur erschwert möglich sein. Erst die Absenkung der Stapelfehlerenergie begünstigt die Bildung von Stapelfehlern. Die Ursache für die Bildung von Stapelfehlern liegt im Bestreben nach Energieminimierung und erfolgt durch Aufspaltung von Versetzungen [34]. Die Energie einer Versetzung  $E_V$  kann dabei näherungsweise definiert werden, als

$$E_V \approx \frac{1}{2}Gb^2 \quad (2.3)$$

mit  $G$  als Schubmodul und  $\vec{b}$  als Burgersvektor. Die Aufspaltung einer perfekten Versetzung erfolgt dabei in mehrere Partialversetzungen. Die Energie einer aufgespaltenen Versetzung  $E_{\frac{1}{2}b}$  mit halbem Burgersvektor ergibt sich ausgehend von Gleichung [2.3] als:

$$E_{\frac{1}{2}b} = \frac{1}{2}G\left(\frac{b}{2}\right)^2 \quad (2.4)$$

Die Gesamtenergie beider Partialversetzungen ergibt sich wie folgt:

$$E = 2 \frac{1}{2}G\left(\frac{b}{2}\right)^2 = \frac{1}{2}(Gb^2) = \frac{1}{2}E_V \quad (2.5)$$

Daraus wird ersichtlich, dass die Gesamtenergie der perfekten Versetzung mit ganzem Burgersvektor  $\vec{b}$  größer ist, als die der beiden Partialversetzungen mit jeweils halbem Burgersvektor  $\frac{1}{2}\vec{b}$ .

Abbildung 2.16 zeigt schematisch die Aufspaltung einer perfekten Versetzung in zwei Partialversetzungen im kfz Gitter [51]. Unter der Bedingung

$$b_1^2 > b_2^2 + b_3^2 \quad (2.6)$$

erfolgt die Aufspaltung der perfekten Versetzung ( $b_1$ ) in zwei Partialversetzungen ( $b_2$  und  $b_3$ ). Für krz Gitter ist die Theorie der Stapelfehlerbildung nicht möglich. Begründet wird dies mit der Stapelfolge der Atome im krz Gitter welche die Bildung von Stapelfehlern nicht ermöglicht. Dennoch scheinen die Bildung von Stapelfehlern und die Versetzungsaufspaltung eine Grundlage der Zwillingsbildung im krz Gitter darzustellen [52].

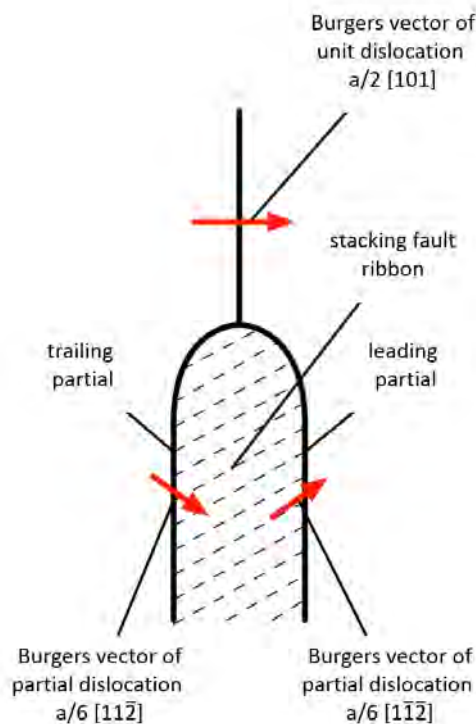


Abb. 2.16: Schematische Darstellung der Versetzungsaufspaltung im kubisch-flächenzentrierten Gitter; Aufspaltung der  $\frac{a}{2} [101]$  in zwei Partialversetzungen vom Typ  $\frac{a}{6} [11\bar{2}]$  und  $\frac{a}{6} [\bar{1}\bar{1}2]$  [51]

Zum Einfluss von Fremdatomen auf die Zwillingsbildung im krz Eisen existieren nur wenige Untersuchungen. Bekannt ist, dass interstitiell gelöste Atome die Zwillingsbildung nachhaltig behindern bzw. komplett unterdrücken [32]. Messungen der Fließspannung von Fe-4,8 at.-% Sn-C Legierungen bei  $-196^\circ\text{C}$  zeigen mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt (0 bis 0,009 at.-%) einen Anstieg der Fließspannung bei gleichzeitig unterdrückter Zwillingsbildung [53]. Dieser Effekt ist mit der Belegung der Kohlenstoffatome auf den  $(\frac{1}{2}00)$  und  $(\frac{1}{2}\frac{1}{2}0)$  Gitterplätzen zu erklären. Während einer Scherung können von diesen Positionen nur zu  $\frac{1}{3}$  durch Symmetrieoperation in ein verzwillingtes Gitter überführt werden. Die Ausbildung von Zwillingen wird folglich durch diese Sperre unterdrückt.

Im Vergleich dazu begünstigen substitutionell gelöste Atome die Zwillingsbildung im krz Gitter. Ein Beispiel für den begünstigenden Einfluss sind Fe-25 at.-% Be Legierungen, welche im Vergleich zu reinem Eisen bereits bei Raumtemperatur einen Übergang von Gleitbewegung zu Zwillingsbildung



zeigen [43]. Eine vergleichbare Begünstigung der Zwillingsbildung wurde beispielsweise auch in reinem Mo und W durch das Zulegieren von Re beobachtet [54]. Der Grund des positiven Einflusses von Austauschatomten auf die Zwillingsbildung ist mit der eingeschränkten Versetzungsmobilität infolge der lokalen Gitterverzerrung durch Fremdatome begründet [32].

Grundsätzlich spielen Versetzungen, deren Wirkung auf äußere Beeinflussung und deren Interaktion mit Grenzflächen, eine entscheidende Rolle für die Bildung von Zwillingen. Neben der Betrachtung einzelner Versetzungen ist daher die Gesamtheit an Versetzungen im Gitter ebenso von Interesse. Die Angabe der Gesamtanzahl erfolgt durch den Wert der Versetzungsdichte  $\rho$  [14]. Die Versetzungsdichte wird hauptsächlich von der Kristallgitterstruktur und der chemischen Zusammensetzung sowie von vorangegangener plastischer Verformung und thermischer Behandlung beeinflusst. Typische Werte für metallische Werkstoffe liegen zwischen  $10^{10} m^{-2}$  und  $10^{16} m^{-2}$  wobei die Einheit die Anzahl an Durchstoßpunkten pro Fläche repräsentiert [13, 14]. Praktische Bedeutung hat die Versetzungsdichte für den Mechanismus der Kaltverfestigung [11]. Durch plastische Verformung entstehen neue Versetzungen im Kristallgitter. Diese stellen Hindernisse für andere Versetzungen dar, wodurch die Versetzungsbewegung eingeschränkt wird und die Gesamtfestigkeit des Werkstoffes ansteigt. Der Einfluss der Versetzungsdichte auf die Zwillingsbildung konnte in verschiedenen Untersuchungen beobachtet werden. Den Beobachtungen zufolge wird die Zwillingsbildung mit zunehmender Vorverformung unterdrückt [32]. Untersuchungen an Eisen, verformt im Bereich der Fließgrenze bis zum Bruch, zeigen übereinstimmende Beobachtungen [55, 56]. Ähnlich der Kaltverfestigung werden auch die für Zwillingsbildung notwendigen Versetzungsreaktionen unterdrückt. Eine systematische Erklärung dieses Verhaltens ist allerdings nicht bekannt.

Die genannten Einflussgrößen stellen die wichtigsten Faktoren für die Zwillingsbildung dar. Auf dieser Grundlage erfolgt die Auswahl der Versuchsparameter der experimentellen Studien. Darüber hinaus ist die Zwillingsbildung durch weitere Einflüsse geprägt, beispielsweise durch die Textur beziehungsweise Kornorientierung. Abhängig von der kristallographischen Orientierung variiert die jeweilig anliegende Scherspannung auf einer kristallographischen Ebene. Dieser Zusammenhang ist im SCHMIDSCHEM Schubspannungsgesetz beschrieben und hat vor allem für Einkristalle und texturierte Proben große Bedeutung [13]. Den Einfluss der kristallographischen Orientierung zeigen Untersuchungen an einem bi-kristallinen Kupferkristall, der nach schockinduzierter Belastung nur in bestimmten kristallographischen Orientierungen Zwillingsbildung zeigt [57]. Für polykristalline Werkstoffe einschließlich der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Eisenwerkstoffe, ist daher aus statistischer Betrachtung der Orientierungseinfluss nicht signifikant ausgeprägt. Daher wird dieser Einfluss im Folgenden nicht berücksichtigt.

### 2.2.3 Versetzungsbasierte Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter

Anhand der Studien zur Zwillingsbildung, den Überlegungen zu den kristallographischen Eigenschaften sowie unter Berücksichtigung der Einflussgrößen kann geschlussfolgert werden, dass die Bildung von Zwillingen durch Versetzungsaktivitäten begünstigt bzw. erst ermöglicht wird. Der Gedanke dahinter basiert auf stattfindenden Versetzungsreaktionen infolge äußerer Belastungen, die zur Bewegung von Versetzungen führen können, vergleichbar der Versetzungsbewegung während des kristallographischen Gleitens [58]. Zwar ist die Mobilität von Versetzungen wie bereits gezeigt stark eingeschränkt bzw. ganz blockiert, dennoch sind Versetzungsreaktionen durch Aufspaltung ein möglicher Prozess. Aufbauend

auf diesen Überlegungen wurde in den letzten Jahrzehnten eine Vielzahl von Theorien erarbeitet und u.a. von HIRTH UND LOTHE zusammengetragen [35]. Nachfolgend sollen die wichtigsten Theorien genannt und erläutert werden. Diese sind:

- Polmechanismus von COTTRELL UND BILBY [59] und Erweiterung von SLEESWYK [60, 61]
- Versetzungskernaufspaltung von SLEESWYK [60] sowie LAGERLÖF [62]
- Gleitversetzungsinteraktion von PRIESTNER UND LESLIE [63]
- Stufenversetzungsdissoziation von OGAWA [64]
- Nukleationsmechanismus von PRICE [65] sowie HULL [66]
- Reflektionsmechanismus von CHRISTIAN [67].

### (i) Polmechanismus

Der erstmals von COTTRELL UND BILBY vorgeschlagene Mechanismus zur Zwillingsbildung basiert auf der Grundlage einer Versetzungsaufspaltung [59]. Demnach erfolgt eine Aufspaltung einer perfekten, nicht-beweglichen  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung, welche sich kristallographisch auf einer  $(112)$  Ebene nicht in  $[1\bar{1}\bar{1}]$  Richtung befindet. Unter ausreichend hoher Krafteinwirkung von außen dissoziiert diese wie folgt:

$$\frac{a}{2}\langle 111 \rangle \longrightarrow \frac{a}{3}\langle 112 \rangle + \frac{a}{6}\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle \quad (2.7)$$

Abbildung 2.17 zeigt schematisch den Verlauf der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung und die aus der Aufspaltung resultierenden Partialversetzungen  $\frac{a}{3}\langle 112 \rangle$  (unbeweglich) und  $\frac{a}{6}\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle$  (beweglich). Die Linie OA entspricht dem Burgersvektor  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ , die Linie OB  $\frac{a}{3}\langle 112 \rangle$  und die Linie OFEDB  $\frac{a}{6}\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle$ . Die Linie BDEO entspricht einer beweglichen Schraubenversetzung und kann sich daher von der Linie OB, welches eine nicht bewegliche Stufenversetzung ist, fortbewegen. In der Folge entsteht ein Stapelfehler in der  $(112)$  Ebene vom Typ ABCDEFAB CDEF. Dadurch kann der Abschnitt OE auf die Ebenen  $(112)$  oder  $(1\bar{2}\bar{1})$  quergleiten und so einen Nukleationspunkt für einen Zwilling bilden.

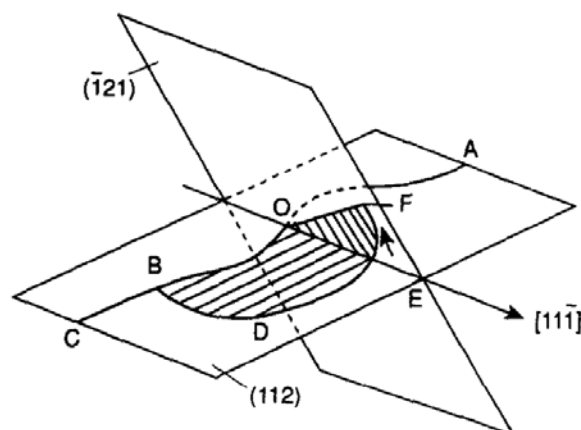


Abb. 2.17: Schematische Darstellung des Polmechanismus nach COTTRELL-BILBY mit den Linien  $AO = \frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ ,  $OB = \frac{a}{3}\langle 112 \rangle$  und  $OFEDB = \frac{a}{6}\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle$ ; die Aufspaltung von Versetzungen entlang der Linie AO führt zur Bildung von Partialversetzungen entlang der Linien **OB** und **OFEDB** und der Möglichkeit des Quergleiten der Partialversetzungen im Abschnitt **OF** [59]

Der Ablauf des Polmechanismus kann neben der in Abbildung 2.17 dargestellten Variante auch als Darstellung in einer Jogversion erfolgen. Diese zeigt Abbildung 2.18 sowie den Querschnitt der Polbildung. Unter Annahme eines Superjogs in der  $\frac{a}{2}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{1}\rangle$  Versetzung erfolgt die Bildung eines intrinsischen Fehlers  $I_1$  in der  $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})$  Ebene. Dieser Fehler allein besitzt jedoch keinen Schraubencharakter. Eine Polbildung ist somit noch nicht erreicht. Dieser Zustand ist in Abbildung 2.18-b gezeigt. Daher windet sich die Partialversetzung  $\frac{a}{6}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{1}\rangle$  um Punkt B, entlang des Pfades 1 und retourniert in Pfad 3, windet um Punkt A entlang Pfad 1 und retourniert in Pfad 2. Die wiederkehrende  $\frac{a}{6}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{1}\rangle$  Partialversetzung ist in beiden Fällen durch die Wiedervereinigung mit der nicht-beweglichen  $\frac{a}{3}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{2}\rangle$  blockiert. Eine erneute Aufspaltung der  $\frac{a}{2}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{1}\rangle$  Versetzung würde weitere Versetzungsbewegungen nur entlang des Pfades 1 erlauben. Die Konsequenz wäre die Bildung des intrinsischen Fehlers  $I_2$ . Zur Bildung eines Zwillings muss die rekombinierte  $\frac{a}{2}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{1}\rangle$  Versetzung auf die Ebene  $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})$  quergleiten. Eine erneute Dissoziation ermöglicht nun die Fortbewegung der  $\frac{a}{6}\langle\bar{1}\bar{1}\bar{1}\rangle$  entlang Pfad 4. Das sukzessive Ablaufen von Polbildung durch Dissoziation, Rekombination, Quergleiten und erneuter Dissoziation führt schließlich zur Bildung eines stabilen Zwillings.

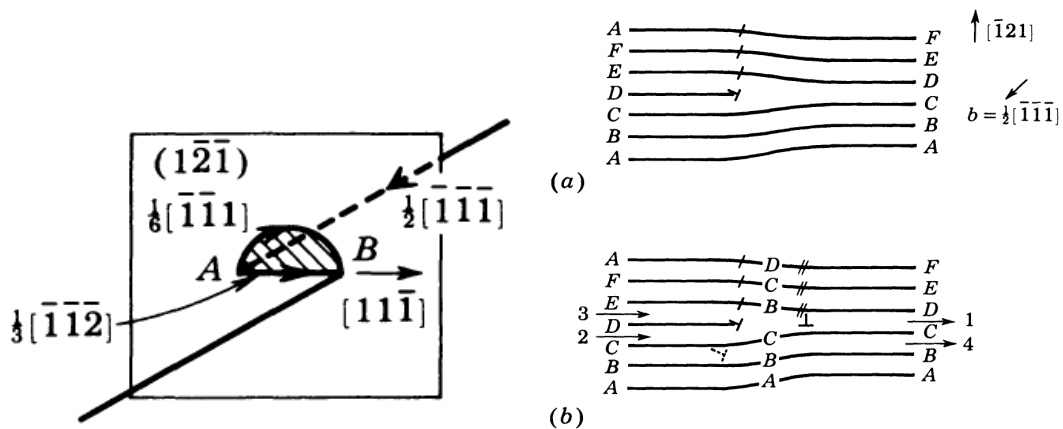
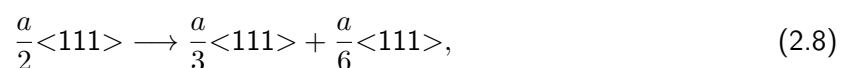


Abb. 2.18: Schematische Darstellung des Polmechanismus nach COTTRELL-BILBY als Jogversion [35]

Eine Erweiterung des von COTTRELL UND BILBY vorgeschlagenen Polmechanismus erfolgte durch SLEESWYK [60, 61]. In seinen Arbeiten bestätigt er das von COTTRELL UND BILBY beschriebene Quergleiten als prinzipiell möglich, energetisch jedoch nicht praktikabel. Das stattfindende Quergleiten würde zunächst zur Bildung eines Nukleationspunkts für einen Zwilling führen. Jedoch führt das Quergleiten gleichzeitig zu einer höheren Gitterstörung und einem größeren Energiebedarf, weshalb der Mechanismus nach einem Umlauf zum Erliegen kommen würde. Die entstandene  $\frac{a}{6}\langle 11\bar{1}\rangle$  würde wieder annihiliert werden und der Prozess stoppen. SLEESWYK schlussfolgert daraus, dass ausschließlich die Bildung eines Stapelfehlers eine stabile Zwillingsbildung ermöglicht. Dazu führt er folgende Versetzungsreaktion ein:



unter der Voraussetzung des reinen Stufencharakters der  $\frac{a}{2}\langle 111\rangle$ -Versetzung.

Die notwendige Bildungsspannung zur Zwillingsnukleation kann mit der Gleichung

$$\sigma = \frac{\gamma}{b} \quad (2.9)$$

berechnet werden, wobei  $\sigma$  die notwendige Spannung,  $\gamma$  die Stapelfehlerenergie und  $b$  der Burgersvektor ist. Mit einer Stapelfehlerenergie von  $617 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$  für Eisen, entnommen aus einer Arbeit von OJHA [68], ergibt sich als Spannung für die Zwillingsnukleation 7,47 GPa. In der Arbeit von HIRTH UND LOTHE ist die dabei notwendige Spannung  $\sigma$  für eine stabile Nukleation eines Zwillings als das 0,005 bis 0,1-fache des werkstoffabhängigen Schubmoduls  $G$  definiert [35]. Für Eisen mit einem Schubmodul von  $G = 82 \text{ GPa}$  entnommen aus [9], ergibt sich als notwendige Spannung ein Wert von 4,1 bis 8,2 GPa. Die nach 2.9 berechnete Spannung von 7,47 GPa liegt demnach in dem von HIRTH UND LOTHE beschriebenen Bereich.

### (ii) Versetzungskernaufspaltung

Einen anderen Ansatz der Zwillingsbildung in  $\{112\}$  Ebenen liefert die Versetzungskernaufspaltung nach SLEESWYK [60] und LAGERLÖF [62]. Wie bereits beim Polmechanismus angemerkt wurde, ist das zugrunde liegende Quergleiten kristallographisch möglich. Jedoch bewirkt dieses Gleiten eine vergleichsweise größere Gitterverzerrung als die Bildung eines Stapelfehlers über denselben Bereich. Daraus resultiert ein größerer Energiebedarf, weshalb die Bildung eines Stapelfehlers energetisch günstiger ist. SLEESWYK geht daher eher von der Bildung eines Stapelfehlers als von Quergleiten aus. Die von COTTRELL UND BILBY vorgeschlagene Dissoziation würde zwar zunächst einen Zwilling erzeugen, jedoch nach einer Schleife zum Erliegen kommen. Dies würde letztendlich zur Auflösung der einzelnen Partialversetzungen  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  führen und den Bildungsprozess zum Erliegen bringen.

Der grundlegende Gedanke des Mechanismus der Versetzungsaufspaltung beruht auf der Schraubenversetzung  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ , wobei der Burgersvektor  $\vec{b}$  dem Gitterparameter  $a$  entspricht. Dadurch wird der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Schraubenversetzung quergleiten innerhalb der drei Gleitsysteme im krz ermöglicht. Von Interesse dabei ist die  $\{112\}$  Zwillings Ebene, in welche die Aufspaltung der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Partialversetzung stattfindet. Die Dissoziation erfolgt dabei wie folgt:

$$\frac{a}{2}\langle 111 \rangle \longrightarrow \frac{a}{6}\langle 111 \rangle + \frac{a}{6}\langle 111 \rangle + \frac{a}{6}\langle 111 \rangle \quad (2.10)$$

mit der Bildung von drei Partialversetzungen in drei zueinander parallelen  $(112)$  Ebenen.

Eine  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  Partialversetzung verursacht die Verschiebung der krz Stapelfolge, gegeben durch HIRTH UND LOTHE [35]. Die beschriebene Stapelfolge ABCDEF erfährt eine Verschiebung durch die Bewegung der  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  Partialversetzung und führt zu der folgenden Stapelfolge:  $A \rightarrow C$ ,  $B \rightarrow D$ ,  $C \rightarrow E$ ,  $D \rightarrow F$ ,  $E \rightarrow A$  und  $F \rightarrow B$ . In entgegengesetzter Richtung ( $\frac{a}{6}\langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle$ ) führt die Verschiebung zur Stapelfolge  $A \rightarrow E$ ,  $B \rightarrow F$ ,  $C \rightarrow A$ ,  $D \rightarrow B$ ,  $E \rightarrow C$  und  $F \rightarrow D$ .

Die Abbildung 2.19 zeigt schematisch das Ausbauchen einer  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung durch den FRANK-READ Mechanismus. Zu Beginn ist die Versetzung zwischen den Punkten  $P$  und  $P'$  gepinnt (Abbildung 2.19 a). Dies führt zur Dissoziation der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung nach Gleichung 2.10 und zur Bildung von drei  $\frac{a}{6}[111]$  auf drei nacheinander liegenden  $(11\bar{2})$  Ebenen. Durch Ausbauchen der Versetzung infolge von Scherbelastung kommt es zur Bildung eines dreilagigen Mikrozwilling (Abbildung 2.19 b - e). Nach komplettem Ausbauchen der Versetzung verbleibt ein äußerer Versetzungsring sowie eine

erneute zwischen den Punkten P und P' gepinnte Versetzung (Abbildung 2.19 f). Jedoch wird dieser Mechanismus nicht ein zweites Mal durchlaufen, da der sich bildende Stapelfehler eine höhere Energie aufweist. Statt dessen findet ein Quergleiten auf eine benachbarte  $\{11\bar{2}\}$  Ebene statt, auf welcher wiederum der beschriebene Mechanismus ablaufen kann. Über das einmalige Aufspalten der  $\frac{a}{2}\langle 111\rangle$  und das anschließende Quergleiten erfolgt die Nukleation sowie das Wachstum des Zwillings.

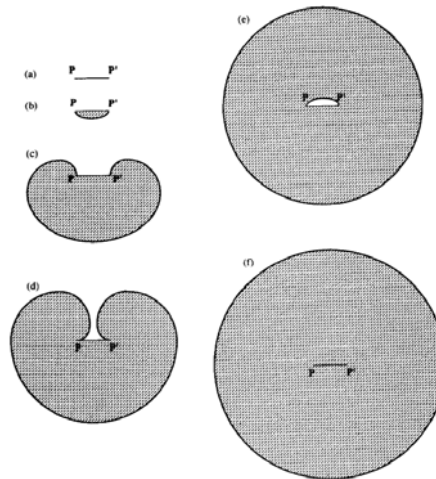


Abb. 2.19: FRANK-READ Mechanismus bei der Versetzungsaufspaltung und Zwillingsbildung infolge gepinnter Versetzung im Segment P-P' nach dem Bildungsmechanismus von LAGERLÖF [62]

Diesen Prozess der Nukleation eines dreilagigen Zwillings zeigt schematisch die Abbildung 2.20. Nach Dissoziation der  $\frac{a}{2}\langle 111\rangle$ , basierend auf der Versetzungsaufspaltung dargestellt in Abbildung 2.19, verlaufen die drei  $\frac{a}{6}[111]$  Partialversetzungen auf den jeweiligen  $\{11\bar{2}\}$  Ebenen. Die äußeren  $\frac{a}{6}[111]$  haben dabei einen Abstand von mehr als einer Ebene [69] und gleiten auf den jeweiligen  $\{11\bar{2}\}$  Ebenen, bis sich die drei  $\frac{a}{6}[111]$  auf nebeneinander liegenden Ebenen befinden. Sobald die drei Partialversetzungen in direkter Nähe liegen, erfolgt die Bildung eines Mikrozwilings mit Stapelfolge ...CDEFABCD..., siehe Abbildung 2.20-c.

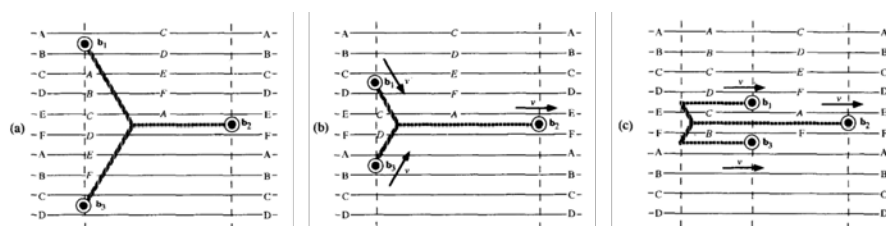


Abb. 2.20: Versetzungskernaufspaltung und Bildung eines dreilagigen Zwillings nach LAGERLÖF; die beiden äußeren Partialversetzungen mit  $b_1$  und  $b_3$  bewegen sich in Richtung  $b_2$  und wechseln durch Quergleiten auf benachbarte  $\{11\bar{2}\}$  Ebenen [62]

Die dreifache Symmetrie der  $\frac{a}{6}[111]$  Partialversetzungen zeigen atomistische Simulationen von OJHA ET AL. [70]. Abbildung 2.21 zeigt die dreifaltige Symmetrie der drei Partialversetzungen entlang der  $\langle 111\rangle$  Richtung. Weiterhin geht für den Aufspaltungsbereich des Versetzungskerns eine Weite von

1 b - 2 b hervor, mit  $b = \frac{\sqrt{3}a}{2}$ . Infolge von Scherkräften bewegen sich zwei der drei Partialversetzungen durch Quergleiten in Richtung der meist beanspruchten Ebene.

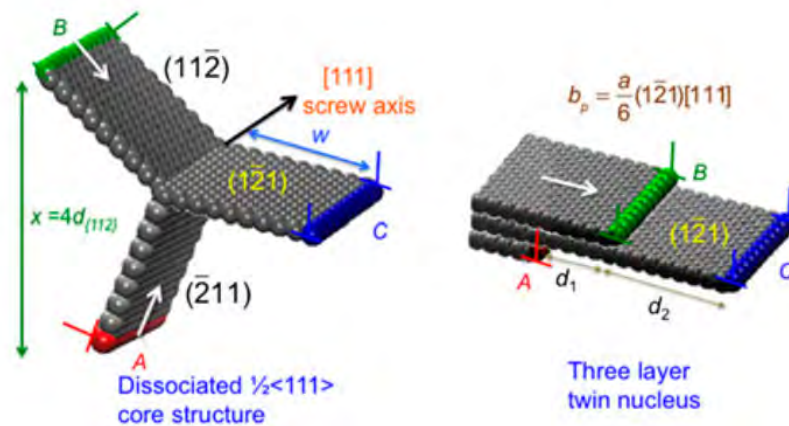


Abb. 2.21: Versetzungskernaufspaltung und Bildung eines dreilagigen Zwillings nach OJHA hervorgehend aus atomistischen Simulationen [70]

Experimentelle Untersuchungen zum Mechanismus erfolgten an Mo-35 at.-% Re und bekräftigen den vorgeschlagenen Mechanismus von SLEESWYK und LAGERLÖF [52]. Einen Auszug der Untersuchungen zeigt Abbildung 2.22. Die Ergebnisse zeigen, dass der Fehler  $F_1$  ein Zwilling ist und von Versetzungen des Typs  $\frac{a}{6}[111]$  umgeben ist.

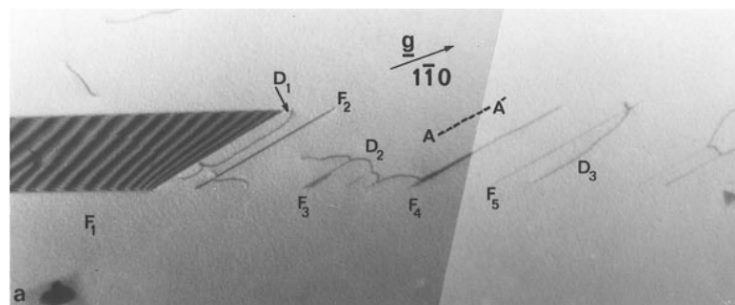


Abb. 2.22: TEM-Studie an Mo-35 at.-% Re mit Hinweisen auf Versetzungskernaufspaltung als Ausgang der Zwillingsbildung [52]

Zu erwähnen ist, dass neben der Dissoziation der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  in der  $\{112\}$  Ebene eine Aufspaltung auch in der  $\{110\}$  Ebene geometrisch möglich ist [71, 72]. Die Versetzungsreaktion würde dabei wie folgt verlaufen:

$$\frac{a}{2}\langle 111 \rangle \longrightarrow \frac{a}{8}\langle 011 \rangle + \frac{a}{4}\langle 211 \rangle + \frac{a}{8}\langle 011 \rangle \quad (2.11)$$

Die Gesamtenergie der erzeugten Partialversetzungen aus Gleichung 2.11 ( $E_{\{110\}}$ ) steht zur Energie der drei erzeugten  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  Partialversetzungen aus Gleichung 2.10 ( $E_{\{112\}}$ ) in folgendem Zusammenhang:  $E_{\{110\}} = 1,75 E_{\{112\}}$  (basierend auf Berechnungen unter Verwendung von Gleichung 2.3). Somit ist die Aufspaltung in der  $\{110\}$  Ebene möglich, jedoch energetisch ungünstiger.

**(iii) Gleitversetzungsinteraktion**

Die Überlegungen von COTTRELL über den Zusammenhang von Gleitversetzung und Riss können als Grundlage für den hier beschriebenen Mechanismus angesehen werden [73]. Die Arbeit von COTTRELL, mit dem Hintergrund der Rissinitiierung in senkrecht zueinander stehenden  $\{011\}$  Ebenen, liefert folgende Versetzungsreaktion:

$$\frac{a}{2}[\bar{1}11] + \frac{a}{2}[1\bar{1}1] \rightarrow a[001], \quad (2.12)$$

wodurch es zur Bildung einer sog. Barrierenversetzung vom Typ  $a[001]$  kommt. Fortführende Arbeiten von STROH zum festigkeitssteigernden Einfluss einer solchen Barrierenversetzung zeigen, dass diese Barrierenversetzung unter Belastung auch in umgekehrter Richtung dissoziieren kann, wobei die dabei auftretende Spannung unterhalb der für Rissinitiierung notwendigen Spannung liegt [74]. Die Dissoziation verläuft dann wie folgt:

$$a[001] \rightarrow \frac{a}{2}[\bar{1}11] + \frac{a}{2}[1\bar{1}1] \quad (2.13)$$

Die Aufspaltung der  $a[001]$  Ebene stellt die Grundlage für den, erstmals von PRIESTNER UND LESLIE beschriebenen Mechanismus der Gleitversetzungsinteraktion dar [63]. Der Mechanismus beschreibt das Lösen einer Partialversetzung aus einem Verbund mehrerer Versetzungen infolge einer Spannungskonzentration [35]. Diese Spannungsspitze, die zum Ausbruch der „führenden“ Partialversetzung führt, ist durch  $\sigma > \frac{\gamma}{b}$  beschrieben und hat ihre Ursache im Aufstauen (pile-up) von Gleitversetzungen an einer  $a[001]$  Barrierenversetzung im Schnittpunkt von  $\{110\}$  und  $\{112\}$  Ebenen. Berechnungen von CHOU ET AL. zeigen, dass im Fall eines pile-ups mit je 10 Versetzungen, die resultierenden Spannungen um den Faktor 77,5 größer sind, für 50 Versetzungen um den Faktor 1360 [75]. Dieser massive, lokale Spannungsanstieg infolge des Aufstauens an einer Barriere ( $a[001]$  Versetzung) führt zur Bewegung einer Partialversetzung. Die restlichen beteiligten Partialversetzungen bleiben unter dem Einfluss dieser Spannungskonzentration gepinnt. Nachdem eine Partialversetzung gelöst wurde, erfolgt im weiteren Verlauf die Stapelfehlerbildung entweder durch einen Polmechanismus (siehe oben) oder einen Reflexionsmechanismus (siehe unten). Den prinzipiellen Ablauf des beschriebenen Mechanismus zeigt schematisch die Abbildung 2.23.

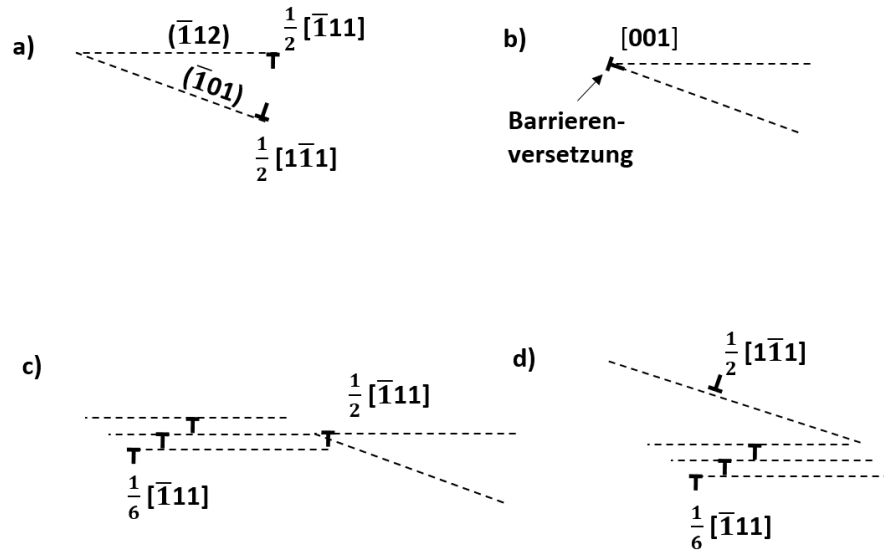


Abb. 2.23: Schematische Darstellung des Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE zeigt den schrittweisen Vorgang, bei dem interagierende Gleitversetzungen aufgestaut werden und zur Entstehung eines dreilagigen Zwillings beitragen [35]

PRIESTNER UND LESLIE unterteilen in ihrer Arbeit zwei Gruppen von Gleitebeneninteraktion, nämlich die der Dissoziation aus dem Schnittpunkt zwischen einer  $\{110\}$  und einer  $\{112\}$  Ebene sowie zwischen zwei  $\{112\}$  Ebenen. Für die Beteiligung einer  $\{112\}$  sind folgende Reaktionen abgeleitet. An der Barriereversetzung  $a[001]$  entsteht durch den beschriebenen, lokalen Spannungsanstieg aus der Reaktion

$$a[001] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}5] + \frac{a}{6}[1\bar{1}1] \quad (2.14)$$

eine gepinnte, nicht-bewegliche  $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}5]$  und eine  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung, beweglich innerhalb der  $\{112\}$  Ebenen [76]. Die weitere Bewegung der  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  entscheidet über die Art des sich bildenden Stapelfehlers. Für den Fall, dass die  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  in Richtung einer Halbebene gleitet bzw. sich von zwei Halbebenen entfernt, erfolgt die Bildung eines Stapelfehlers mit Zwillingscharakter. In anderen Bewegungskonfigurationen der  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  erfolgt die Bildung höher energetischer Fehler.

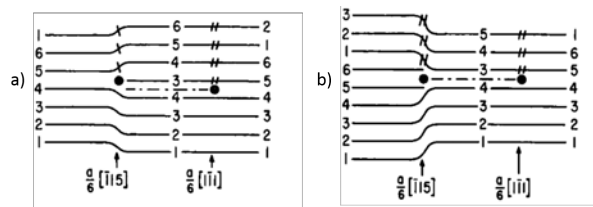


Abb. 2.24: Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE mit zwei gezeigten Ausgangskonfigurationen; a) Interaktion mit Beteiligung einer  $\{112\}$  Ebene und b) Interaktion mit zwei beteiligten  $\{112\}$  Ebenen [63]

Im weiteren Verlauf zerfällt die nicht-bewegliche  $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}5]$  Versetzung folgendermaßen:



$$\frac{a}{6}[\bar{1}15] \rightarrow \frac{a}{3}[\bar{1}12] + \frac{a}{6}[1\bar{1}1] \quad (2.15)$$

Daraus resultieren eine zweite  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung sowie eine neue, nicht-bewegliche Versetzung vom Typ  $\frac{a}{3}[\bar{1}12]$ , die in der Grenzfläche der beiden Gleitebenen liegt. PRIESTNER UND LESLIE beschreiben eine starke Tendenz der  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung in eine parallel liegende  $\{112\}$  Ebene zu gleiten und nicht in die selbe Ebene der ersten  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung. Dadurch bleibt der Zwillingsfehler erhalten und wird nicht in einen höher energetischen Stapelfehler transformiert. Die  $\frac{a}{3}[\bar{1}12]$  zerfällt wiederum in einer letzten Dissoziation unter Ablauf der Reaktion:

$$\frac{a}{3}[\bar{1}12] \rightarrow \frac{a}{2}[\bar{1}11] + \frac{a}{6}[1\bar{1}1] \quad (2.16)$$

in eine  $\frac{a}{2}[\bar{1}11]$  Gleitversetzung und eine dritte  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung. Wie bereits im Fall der zweiten  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung wird ebenso die dritte  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  Partialversetzung in eine dritte  $\{112\}$  Ebene gleiten, da sonst der im Vorfeld gebildete Zwillingsfehler kompensiert werden würde. Durch die Bewegung der  $\frac{a}{6}[1\bar{1}1]$  auf eine dritte  $\{112\}$  Ebene entsteht ein dreilagiger Zwilling. Diesen Vorgang zeigt Abbildung 2.25.

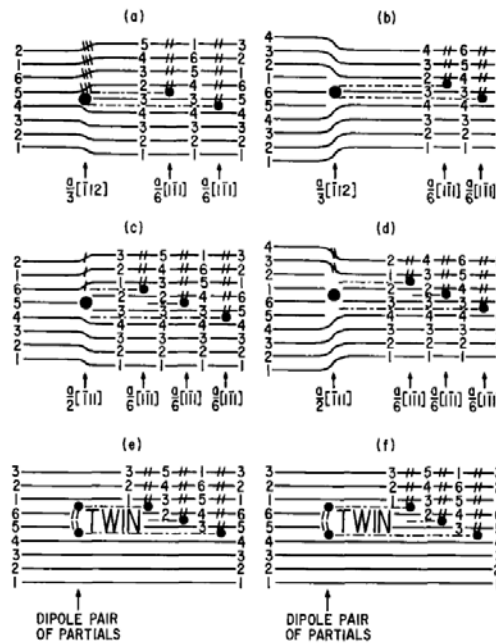
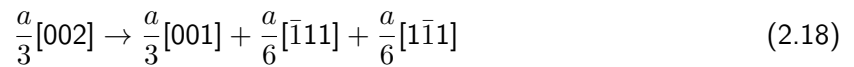


Abb. 2.25: Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE mit zwei gezeigten Verläufen der Dissoziation der Gleitversetzung [63]

Im zweiten Szenario, unter der Bedingung der Interaktion von zwei  $\{112\}$  Ebenen, leiten PRIESTNER UND LESLIE die folgenden drei Versetzungsreaktionen ab. Zunächst dissoziiert die Barrierenversetzung  $a[001]$  wie folgt:

$$a[001] \rightarrow \frac{a}{3}[002] + \frac{a}{6}[\bar{1}11] + \frac{a}{6}[1\bar{1}1] \quad (2.17)$$

Die entstehende  $\frac{a}{3}[002]$  ist nicht beweglich und zwischen beiden Gleitebenen blockiert. Daher erfolgt eine zweite Dissoziation nach folgender Reaktion:



Die  $\frac{a}{3}[001]$  ist wiederum in der Grenzfläche der beiden Gleitebenen blockiert, weshalb eine dritte Dissoziation unter Ablauf folgender Reaktion erfolgt:



In jedem Stadium erfolgt die Dissoziation nicht-beweglicher Versetzungen sowie die Bildung von zwei Partialversetzungen vom Typ  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$ , welche auf separaten  $\{112\}$  beweglich sind. Die Bildung eines Zwillingsfehlers erfolgt dabei nach gleichem Prinzip wie für die beschriebene Interaktion von  $\{110\}$  und  $\{112\}$  Ebenen. Für jede Dissoziation ( $a[001]$ ,  $\frac{a}{3}[002]$  und  $\frac{a}{3}[001]$ ) wächst der Zwillingsfehler um eine Lage, bis in beiden  $\{112\}$  Ebenen ein dreilagiger Zwilling gebildet ist. Elektronenmikroskopische Untersuchungen an schockbelasteten Fe-Si Legierungen zeigen Zwillingsbildung an Kreuzungspunkten von Gleitebenen und liefern somit erste experimentelle Hinweise auf diesen Mechanismus [77].

Eine Übersicht der einzelnen Versetzungsreaktionen für die beiden Interaktionen  $\{110\}$ - $\{112\}$  sowie  $\{112\}$ - $\{112\}$  zeigt die Abbildung 2.26. Zudem sind schematisch die jeweiligen Energien der dissoziierten Partialversetzungen gezeigt sowie für beide Konstellationen die Energieminimierung infolge der verschiedenen Versetzungsaufspaltungen. Die Interaktion von zwei  $\{112\}$  Ebenen führt zur geringsten Gesamtenergie der Versetzung bzw. des Verbundes aus Partialversetzungen und wird daher immer den bevorzugten Ausgangspunkt der Versetzungsaufspaltung darstellen.

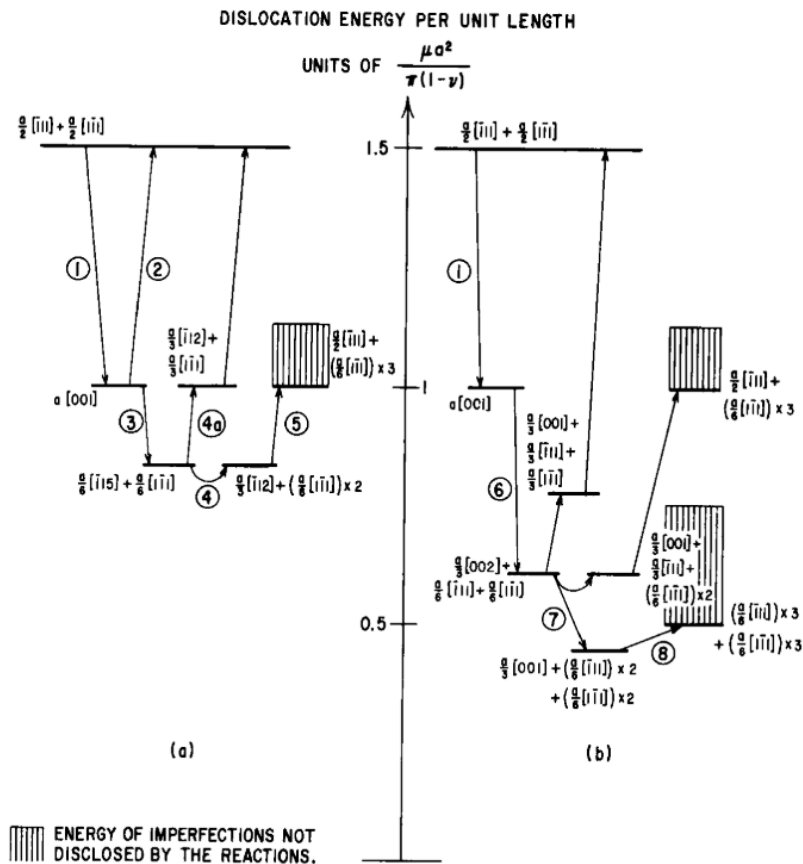


Abb. 2.26: Verlauf der Versetzungsenergie über den Prozess der Gleitversetzungsinteraktion nach PRIESTNER UND LESLIE; a) Interaktion  $\{110\} - \{112\}$  Eben und b) Interaktion  $\{112\} - \{112\}$  Ebene [63]

#### (iv) Stufenversetzungsdissoziation

TEM-Untersuchungen von OGAWA ET AL. an Mo-18 at.-% Re (verformt bei  $-196^\circ\text{C}$ ) liefern keine Hinweise zu aufgespaltenen Versetzungen [78]. Statt dessen sind häufige Versetzungsreaktionen zwischen einer Gleitversetzung und drei Partialversetzungen vom Typ  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  zu beobachten. Zudem ergeben sich Hinweise auf einen Polmechanismus beschrieben durch SLEESWYK [60]. Aus diesen Beobachtungen leitet OGAWA einen Zusammenhang zwischen Gleitversetzung auf der  $\{112\}$  Ebene und Zwillingsversetzung ab [64]. Als Grundlage seiner Annahme nutzt OGAWA die Grenzflächenenergie eines einlagigen, eines zweilagigen sowie eines dreilagigen Zwillings. Durch Reduzierung der Grenzflächenenergie mit zunehmender Anzahl an Lagen des Zwillings resultiert die Schlussfolgerung, dass Stufenversetzungen in drei Partialversetzungen innerhalb drei benachbarter  $\{112\}$  Ebenen dissoziieren. Im Vergleich zu den bereits erläuterten Mechanismen (Versetzungskernaufspaltung und Gleitversetzungsinteraktion) vollzieht sich die Bildung eines Zwillings nicht in einem sondern in drei  $\{112\}$  Ebenen.

Die Ausgangssituation vor Dissoziation der Stufenversetzung in der  $(\bar{1}\bar{1}2)$  Ebene zeigt Abbildung 2.27. Zu erkennen ist eine Stufenversetzung bestehend aus mehreren eingeschobenen Halbebenen. Die im Schema eingetragenen Symbole  $\square$  und  $\circ$  kennzeichnen die Bereiche größter Gitterverzerrung.

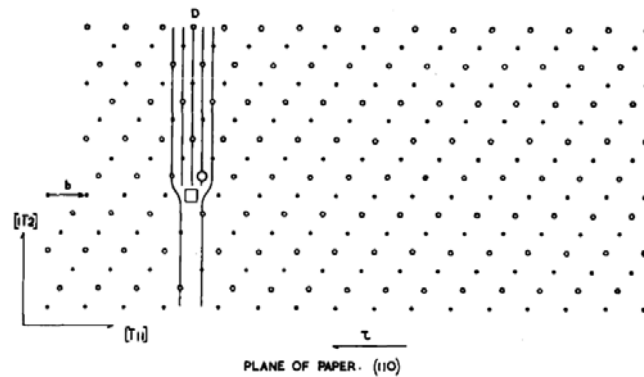


Abb. 2.27: Stufenversetzungsdissoziation nach OGAWA zeigt den Ausgangszustand: eine Stufenversetzung in einer  $(1\bar{1}2)$  Ebene; ○ und □ kennzeichnen die Bereiche größter Gitterverzerrung in der Stufenversetzung [64]

Infolge der eingeschränkten Mobilität der Stufenversetzung erfolgt die Dissoziation in drei benachbarte Atomlagen, siehe Abbildung 2.28. Eine Aufspaltung in die drei Partialversetzungen  $D_1$ ,  $D_2$  und  $D'_3$  erfolgt durch Dissoziation der Stufenversetzung auf drei benachbarte  $\{112\}$  Ebenen. Der Abstand zwischen  $D_1$  und  $D_2$  ist dabei geringer als der zwischen  $D_2$  und  $D'_3$ , was OGAWA mit der größeren Grenzflächenenergie des einlagigen Zwillings ( $D_1 - D_2$ ) als die des zweilagigen Zwillings ( $D_2 - D'_3$ ) begründet. Unter der Annahme, dass  $D'_3$ , durch die größten Verformungen im Bereich von  $D'_3$  nicht gleiten kann, wird die Bildung eines dreilagigen Zwillings erfolgen.

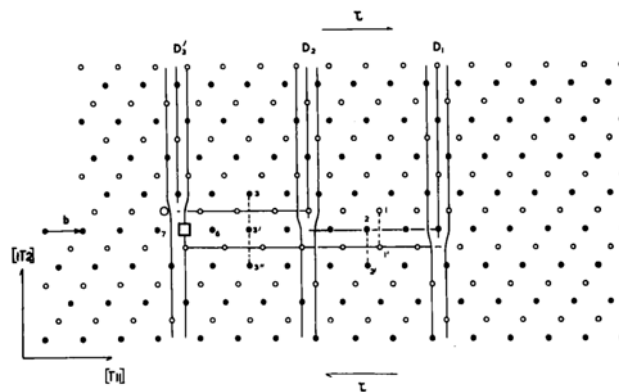


Abb. 2.28: Stufenversetzungsdissoziation nach OGAWA im ersten Stadium der Aufspaltung; durch von außen wirkende Spannung  $\tau$  kommt es zu Spannungskonzentrationen innerhalb des Versetzung und letztendlich zur Versetzungsaufspaltung in drei Partialversetzungen  $D_1$ ,  $D_2$  und  $D'_3$  [64]

Den aus der Konfiguration entstehenden dreilagigen Zwillings zeigt Abbildung 2.29. Im Bereich zwischen  $D_1$  und  $D_2$  erfolgt die Bildung eines einlagigen Zwillingsfehlers, im Bereich zwischen  $D_2$  und  $D_3$  die eines zweilagigen Zwillingsfehlers und links von  $D_3$  die eines dreilagigen Zwillingsfehlers. Begründet mit der sinkenden Gesamtenergie durch die zunehmende Stapelanzahl, ist die Konfiguration des dreilagigen Zwillings stabil. Die auftretende Verzerrung der atomaren Struktur wird dabei im Bereich zwischen 5% und 8% angegeben. Diese Verzerrung ist für alle Stufen des sich bildenden Zwillings (ein-, zwei- und dreilagig) gleich.

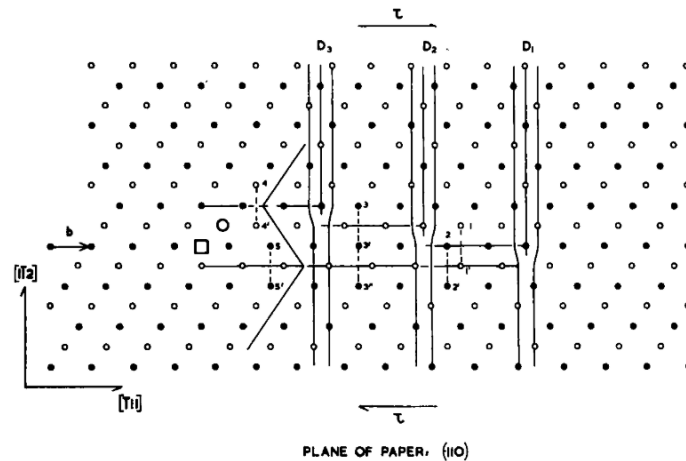


Abb. 2.29: Stufenversetzungsdissoziation nach OGAWA im zweiten Stadium der Aufspaltung; durch von außen wirkende Spannung  $\tau$  kommt es zu weiteren Spannungskonzentrationen innerhalb der Partialversetzungen  $D_1$ ,  $D_2$  und  $D_3$  und zur Bildung eines dreilagigen Zwillings links von  $D_3$  [64]

#### (v) Nukleationsmechanismus

Der Mechanismus der Nukleation beruht auf der Annahme einer homogenen Bildung der ersten Versetzungsschleife bzw. -konfiguration, vergleichbar der des Polmechanismus bzw. der Versetzungskernaufspaltung. In der Folge ist die Stapelfehlerbildung durch die Bewegung einer  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  Versetzung auf einer (112) Ebene sowie die Bildung einer kohärenten Zwillingsgrenze zu beobachten. Auf die Bedeutung von Spannungskonzentrationen als Ausgangspunkt der Nukleation wurde in den vorangegangenen Mechanismen bereits eingegangen. Für den Polmechanismus ist die notwendige Spannung als das 0,05 ... 0,1-fache des materialspezifischen Schubmoduls  $G$  definiert [35]. Diese Annahme gilt für die Nukleation im Atomverbund. An freien Oberflächen kann die notwendige Spannung bereits bei dem 0,01-fachen des Schubmoduls zur Nukleation genügen. Dies zeigen Untersuchungen von PRICE an versetzungsfreiem Zink [65]. Die Untersuchungen zeigen, dass die Bildung der ersten Stapelfehlerlage bevorzugt an freien Oberflächen und dort an Punkten der Spannungskonzentration stattfindet. Diese Bereiche waren im Fall der Untersuchungen von PRICE eingebrachte Ätzgrübchen. Die notwendige Spannung liegt bei  $\sigma \sim 0,02 G$ . HULL zeigt mit Untersuchungen an Mo-35 % Re Legierungen einen ähnlichen Effekt [66]. Die Beobachtungen zeigen die Bildung von Zwillingsversetzungen ( $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$ ) nahe der freien Oberfläche sowie an Korngrenzen. Damit existieren experimentelle Nachweise zum Nukleationsmechanismus, wenngleich eine Zwillingsbildung ausschließlich durch Nukleation als unwahrscheinlich erscheint, da zwar eine Theorie zur Bildung eines Zwillingsnuklids, jedoch keine Beschreibung zum Zwillingswachstum ermöglicht wird. Der Prozess der Nukleation ist schematisch in Abbildung 2.30 gezeigt.

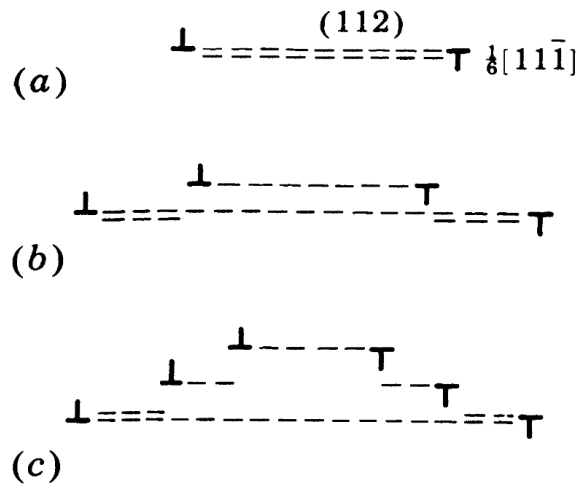


Abb. 2.30: Schematische Darstellung des Nukleationsmechanismus nach PRICE; einfach gestrichelte Linien repräsentieren einen Stapelfehler, zweifach gestrichelte Linien einen Zwillingsfehler; die Darstellung zeigt ein schrittweises Wachstum eines gebildeten Zwillings (a) durch Bildung neuer Partialversetzungen in (b) und (c) [35]

#### (vi) Reflektionsmechanismus

Der von CHRISTIAN vorgeschlagene Mechanismus beschreibt die Reflektion einer Partialversetzung an Korngrenzen und freien Oberflächen [67]. Die für die Zwillingsbildung notwendige Nukleation geschieht durch den Wechsel der Gleitebene. Jedoch bezieht sich dieser Mechanismus auf Stapelfehlerbildung im kubisch-flächenzentrierten Gitter. Eine Anwendbarkeit des Mechanismus ist bislang nicht in der Literatur bekannt. Jedoch existieren Untersuchungen an schockbelasteten, kubisch-raumzentrierten Metallen, in dem dieser Mechanismus eine mögliche Rolle spielt [79]. Trotzdem kann davon ausgegangen werden, dass der Reflektionsmechanismus im kubisch-raumzentrierten Gitter eine untergeordnete Rolle spielt.

### 2.2.4 Versetzungsfreie Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Gitter

Eine Theorie zur Zwillingsbildung ohne Versetzungsbeteiligung beruht auf der Arbeit von WANG ET AL. [80]. In dieser experimentellen Studie wurde polykristallines Eisen durch Explosion schockartig belastet und nachfolgend mittels EBSD und TEM untersucht. Im schockbelasteten Gefüge können Verformungszwillinge vom Typ  $\{112\} \langle 111 \rangle$  nachgewiesen werden. Die Bildung von Verformungszwillingen ist dabei auf die  $\alpha \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$  Phasentransformation des Eisens bei sehr hohen Drücken zurückgeführt. Bei Schockbelastung mit Drücken über 13 GPa erfolgt eine martensitische Phasentransformation von  $\alpha$  zu  $\varepsilon$  [81, 82]. Das Phasendiagramm von Eisen unter Berücksichtigung von Temperatur und Druck ist in Abbildung 2.31 gezeigt [83]. Der Phasenbereich des  $\alpha$ -Fe erstreckt sich bei Raumtemperatur bis 11,5 GPa. Zwar ist dieser Übergang nicht vollständig in Übereinstimmung mit der von BANCROFT ET AL. veröffentlichten Beschreibung, dennoch bestätigt das berechnete Phasendiagramm die Dimensionen des Drucks, der zur  $\alpha \rightarrow \varepsilon$  Phasenumwandlung notwendig ist.

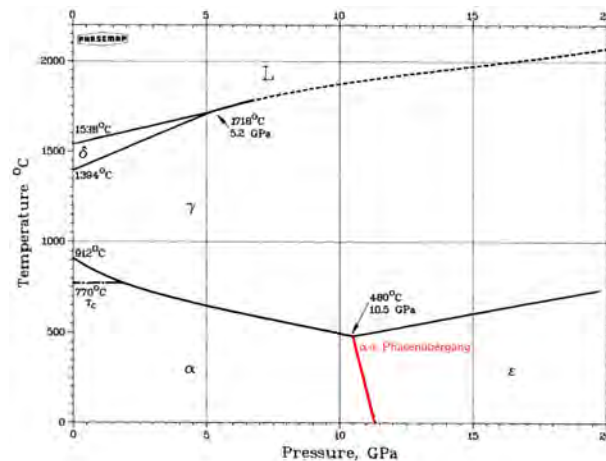


Abb. 2.31: Phasendiagramm von Eisen in Abhängigkeit von Temperatur und Druck [83]

In der Studie von WANG ET AL. liegt der wirkende Druck, der die Bildung von lokalen, nadelförmigen Bereichen mit  $\epsilon$ -Fe propagiert, bei 16,4 GPa. Infolge der Abnahme des Drucks erfolgt eine Rücktransformation von  $\epsilon$  zu  $\alpha$ . Dieser reversible Prozess bewirkt drei mögliche Konfigurationen des für Eisen bekannten  $\{112\}$  Zwillings und die Bildung von Verformungszwillingen innerhalb der bei hohen Drücken kurzzeitig gebildeten  $\epsilon$ -Bereichen. In Abbildung 2.32 ist der Ablauf der beschriebenen Phasentransformation schematisch dargestellt. Auch wenn die druckabhängige Phasentransformation für Eisen bekannt ist, sind die bekannten Ergebnisse in Bezug auf die Initiierung von Zwillingsbildung nicht eindeutig. Zudem ist dieser Mechanismus von, auf Grund der Schockbelastung mit Drücken oberhalb von 13 GPa, von geringerer Bedeutung.

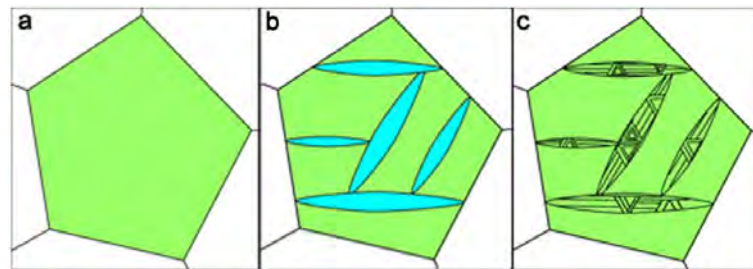


Abb. 2.32: Schematische Darstellung der  $\alpha \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$  Phasentransformation in Eisen [80]

- Ausgangskorn mit einheitlicher kristallographischer Orientierung
- $\alpha \rightarrow \epsilon$  Phasentransformation während Schockbelastung führt zur Bildung von lokalen, nadelförmigen  $\epsilon$ -Gebieten
- $\epsilon \rightarrow \alpha$  Rücktransformation während Abbau der Schockbelastung; in den temporär gebildeten  $\epsilon$ -Gebieten bilden sich spiegelsymmetrische Bereiche der  $\alpha$ -Phase

### 3 Zielstellung der Arbeit

Der Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung der Zwillingsbildung in kubisch-raumzentriertem Eisen und Eisenlegierungen. Die dargestellten theoretischen Grundlagen in Kapitel 2 umfassen die allgemeine Beschreibung der kristallographischen Eigenschaften von Zwillingen, deren Einflussgrößen sowie bekannte Theorien zum Bildungsmechanismus von Zwillingen unter mechanischer Belastung. Die Literaturrecherche offenbart eine Vielzahl an Veröffentlichungen zur Beschreibung der Wirkung äußerer und innerer Einflussgrößen auf den Übergang von versetzungs-basiertem Gleiten zur Zwillingsbildung. Dieser Übergang ist auf Grundlage der Bildungsspannungen von Gleiten bzw. Zwillingsbildung untersucht und diskutiert. Die gezeigten Studien beziehen sich jedoch nur auf den spannungsabhängigen Übergang und stellen somit eine qualitative Beschreibung der Zwillingsbildung dar. Eine quantitative Analyse unter Angabe des Anteils an Zwillingen ist hingegen nicht bekannt.

Daraus kann die Aufgabenstellung der hier vorliegenden Arbeit abgeleitet werden. Diese besteht in der experimentellen Untersuchung verschiedener Einflussgrößen auf die Zwillingsbildung. Untersucht werden die Zusammenhänge zwischen den Einflussgrößen Temperatur, Dehnrage, Stauchungsgrad, Korngröße, Stapelfehlerenergie sowie Versetzungsdichte und dem Anteil an Zwillingen im Gefüge. Dafür liefert das folgende Kapitel 4 eine ausführliche Beschreibung der verwendeten Werkstoffe und stellt die genutzten mikroskopischen und analytischen Untersuchungsmethoden dar. Zudem sind die verschiedenen Methoden der Quantifizierung des Zwillingsanteils gezeigt und deren Eignung bewertet. Die Ergebnisse der Belastungsversuche sind, unter Berücksichtigung der im theoretischen Grundlagenteil beschriebenen Einflussgrößen, in Kapitel 5 dargestellt und im Kontext der bekannten Literatur diskutiert. Die Darstellung der Ergebnisse ist dazu unterteilt in äußere Einflussgrößen (Temperatur, Dehnrage, Stauchung) und innere Einflussgrößen (Korngröße, Stapelfehlerenergie, Versetzungsdichte). Im Fokus der Untersuchung steht dabei die Quantifizierung des Ausmaßes der Zwillingsbildung. Betrachtungen zur Bildung von Zwillingen auf atomarer Ebene erfolgen unter Nutzung molekulardynamischer Simulationen. Aufbauend darauf werden simulative Berechnungen zu Versetzungsinteraktionen und deren Einfluss auf die Zwillingsbildung dargestellt. Ergänzend dazu wird die Transmissionselektronenmikroskopie zur Identifizierung und Beschreibung der Nukleation von Zwillingen in kubisch-raumzentriertem Eisen genutzt.

Die experimentellen und numerischen Erkenntnisse dienen der Interpretation der Zwillingsbildung unter Berücksichtigung der beschriebenen Einflussgrößen. Das Zwillingsverhalten ist in diesem Zusammenhang im Kontext der Literatur dargestellt.



# 4 Material und Methoden

## 4.1 Material

### 4.1.1 Reineisen

Für die Untersuchung der Zwillingsbildung in Eisen wird technisches Reineisen verwendet, nachfolgend als Eisen bezeichnet. Das genutzte Ausgangsmaterial liegt als gewalztes Rundmaterial (EN 10060) mit den Abmessungen 500 mm in der Länge und 20 mm im Durchmesser vor und bildet den Ausgang für alle genutzten Proben. Die chemische Analyse mittels Atomemissionsspektroskopie (AES) zeigt eine Reinheit von  $\approx 99,3$  wt.-%. Die Analyse zeigt die nachfolgende Tabelle 4.1.

Tab. 4.1: Chemische Analyse des Ausgangsmaterials Eisen mittels Atomemissionsspektroskopie; Angabe in wt.-%

C	O	N	S	P	Cr	Al	Ni	Mn	Fe
0,0069	<0,0015	0,0449	0,0043	0,0051	0,0244	0,0349	0,0190	0,0913	bal.-%

Die Probenfertigung aus dem Ausgangsmaterial erfolgt durch wassergekühltes Trennen und anschließendes Fräsen bzw. Drehen. Die verwendeten Probengeometrien sind zum einen Druckproben (Durchmesser x Höhe: (6x6) mm bzw. (6x10) mm), zum anderen Zugproben (Länge x Durchmesser: (40x6) mm). Die Variation der Korngröße erfolgt durch eine Wärmebehandlung. Dazu werden zunächst verschiedene Temperatur-Zeit-Regime erprobt und unterstützt durch metallographische Arbeiten bewertet. Die Wärmebehandlungstemperatur variieren zwischen 950 °C und 1150 °C, die Wärmebehandlungsdauer zwischen 90 min und 48 h. Neben der gezielten Einstellung der gewünschten Korngröße ist vor allem die prozesstechnische Umsetzung eine Herausforderung. Eine Wärmebehandlung ohne Schutzgas erweist sich als nicht zielführend, weshalb die Durchführung der Wärmebehandlung in einem Schutzgasofen realisiert wird. Als geeignete Wärmebehandlungskonzept hat sich das Glühen bei 950 °C für 90 min mit anschließendem Glühen bei 1150 °C für 12 h unter Ar-Atmosphäre erwiesen (Tabelle 4.3).

### 4.1.2 Konzepte für Eisenlegierungen

Die Grundlage zur Herstellung von Eisenlegierungen stellen thermodynamische Berechnungen dar, welche abhängig vom jeweiligen Legierungselement eine Vorhersage über Phasengebiete, Löslichkeitsgrenzen und Umwandlungstemperaturen ermöglichen. Das Ziel dieser Berechnungen ist eine Vorhersage potentieller Legierungskonzepte für die Herstellung einphasiger Eisenmischkristalle mit krz Gitterstruktur. Als Legierungselemente in Betracht gezogen sind Aluminium, Chrom, Mangan,

Molybdän, Nickel, Silizium, Titan, Vanadium und Wolfram. Die Durchführung der Phasendiagrammsimulationen erfolgt mit der Software Thermocalc, welche zur Berechnung der jeweiligen binären Phasendiagramme die freien Enthalpien in Abhängigkeit von Temperatur und Druck verwendet [84, 85]. Auf Basis der errechneten Phasendiagramme sowie nach Abschätzung der verfahrenstechnischen Möglichkeiten werden die Eisenlegierungen mit Aluminium und Chrom als geeignete Legierungselemente angesehen. Hauptgrund dafür war der im Vergleich zu den restlichen Legierungen stark ausgeprägte Phasenbereich für den krz Mischkristall. Die berechneten Phasendiagramme zeigt Abbildung 4.1. Für beide binären Systeme Fe-Al und Fe-Cr ist ein Anteil des jeweiligen Legierungselements von 10 at.-% festgelegt. Die Herstellung der beiden Legierungen erfolgt in industrieller Kooperation mit der Firma *HMW Hauner GmbH & Co. KG*. Gefertigt wurden dabei warmgewalzte Stäbe mit einem Durchmesser von 6,0 mm und einer Länge von 750 mm. Die gefertigten Legierungen Fe-10 at.-% Al ( $\approx 5,1$  wt.-%) bzw. Fe-10 at.-% ( $\approx 9,34$  wt.-%) werden im weiteren Verlauf der Arbeit als Fe-10Al bzw. Fe-10Cr bezeichnet.

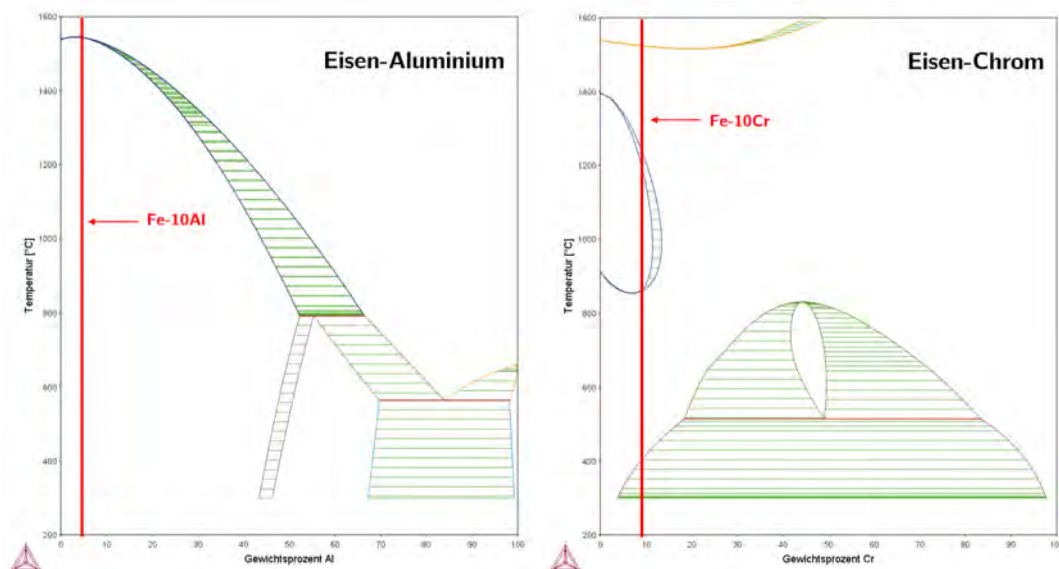


Abb. 4.1: Phasendiagramme von Eisen-Aluminium und Eisen-Chrom basierend auf thermodynamischen Berechnungen mit Thermocalc; die ausgewählte chemische Zusammensetzung (Fe-10Al und Fe-10Cr) ist rot markiert

AES-Analysen beider Legierungen zeigt Tabelle 4.2. Die Legierung Fe-10Cr befindet sich mit  $\sim 9,68$  wt.-% im Bereich der Vorgaben. Messungen von Fe-10Al waren nicht eindeutig, aufgrund des limitierten, kalibrierten Messbereichs des AES-Spektrometers für Al. Dennoch zeigen die Ergebnisse einen Anteil von mindestens 3,36 wt.-%. Zusätzlich durchgeführte Messungen mit EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie) bestätigen einen Gehalt von ca. 5,1 wt.-% ( $\sim 10$  at.-%) Aluminium für die Legierung (siehe Abbildung A.1).

Tab. 4.2: Chemische Analyse der Legierungen Fe-10Al und Fe-10Cr ermittelt mit Atomemissionsspektroskopie AES; Angabe in wt.-%

C	N	S	P	Cr	Al	Si	Ni	Mn	Fe
Fe-10Al									
0,0065	<0,0005	<0,001	<0,001	0,0394	>3,36	0,0016	0,0692	0,0108	bal.
Fe-10Cr									
0,005	<0,0005	<0,001	0,0013	9,68	0,0018	0,0212	0,0067	0,0071	bal.

Als Nachweis eines einphasigen Gefüges mit krz Gitter erfolgten XRD-Messungen an den beiden Eisenlegierungen. Die Ergebnisse der Analysen zeigen sowohl für Fe-10Al als auch Fe-10Cr ein krz Gitter, bestätigt anhand der gefundenen Reflexe (011) bei  $52^\circ$  sowie (002) bei  $77^\circ$ . Die Beugungsdiagramme zeigt Abbildung 4.2.

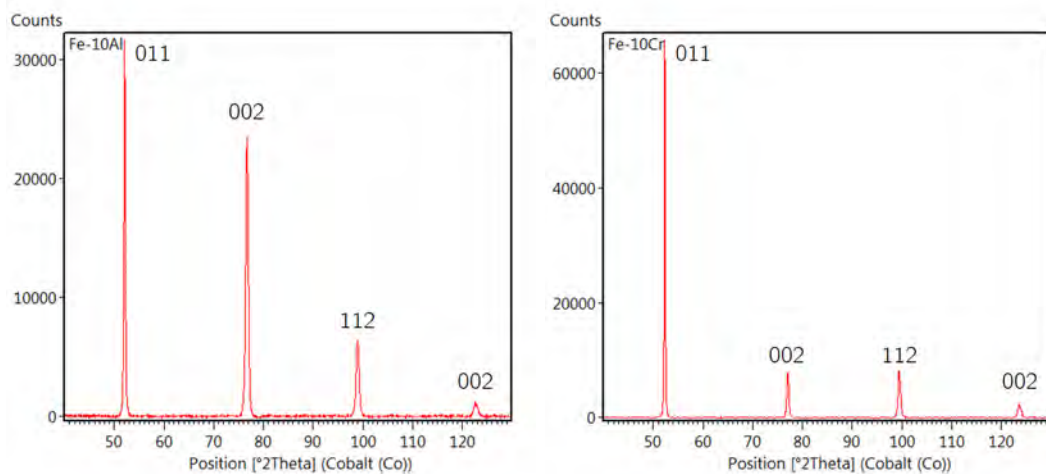


Abb. 4.2: XRD-Analysen der beiden Eisenlegierungen Fe-10Al und Fe-10Cr bestätigen eine einphasige, kubisch-raumzentrierte Mikrostruktur; die unterschiedlichen Intensitäten der Peaks sind vermutlich das Resultat einer, im Herstellungsprozess entstandener, Textur

Ähnlich der Wärmebehandlung des Eisens ergaben sich vergleichbare werkstofftechnische und prozesstechnische Herausforderungen. Diese waren die Oxidation bei hohen Temperaturen, eine martensitische Phasenumwandlung bei Eisen-Chrom sowie das Grobkornwachstum bei Eisen-Aluminium. In Vorstudien wurden daher verschiedene Konzepte der Wärmebehandlung erprobt. Als geeigneter Ansatz für diese Studie erscheint die Durchführung der Glühversuche in einem konventionellen Kammerofen. Zum Schutz vor Oxidation wurden je Legierung immer sechs Proben in einem Quarzglasröhrchen (Innendurchmesser 7 mm) unter Vakuum gekapselt. Eine Oxidation der Proben trat somit nicht auf. Zur Einstellung der benötigten Korngröße für die späteren Experimente, wurden zunächst Temperatur ( $950^\circ\text{C}$  bis  $1150^\circ\text{C}$ ) und Dauer der Wärmebehandlung (0,5 h bis 20 h) optimiert. Die letztendlich gewählten Parameter der Wärmebehandlung für Fe-10Al und Fe-10Cr sowie von Eisen zeigt Tabelle 4.3.

Die Bestimmung des Ausgangszustandes vor Belastung erfolgten lichtmikroskopische Untersuchungen in Verbindung mit Elektronenbeugungsanalysen zur Beschreibung des Gefüges und zur Korngrößenbestimmung. Aus den Untersuchungen lässt sich ableiten, dass für alle drei Werkstoffe ein

Tab. 4.3: Vergleich der verschiedenen Wärmebehandlungskonzepte für -Eisen, Eisen-Aluminium und Eisen-Chrom unter Angabe der Aufheiz- und Abkühlbedingungen sowie der Haltezeiten

Material	Zustand	Aufheizen	Haltedauer	Abkühlung	Korngröße
Eisen	Z-1	Lieferzustand			44 $\mu\text{m}$
	Z-2	RT $\xrightarrow{3\frac{K}{s}}$ 1150°C	12 h	1150°C $\xrightarrow{1\frac{K}{s}}$ RT	116 $\mu\text{m}$
Fe-10Al	Z-1	Lieferzustand			48 $\mu\text{m}$
	Z-2	RT $\xrightarrow{3\frac{K}{s}}$ 950°C	1 h	950°C $\xrightarrow{1\frac{K}{s}}$ RT	140 $\mu\text{m}$
	Z-3	RT $\xrightarrow{3\frac{K}{s}}$ 1150°C	10 h	1150°C $\xrightarrow{1\frac{K}{s}}$ RT	1022 $\mu\text{m}$
Fe-10Cr	Z-1	Lieferzustand			30 $\mu\text{m}$
	Z-2	RT $\xrightarrow{3\frac{K}{s}}$ 1150°C	10 h	1150°C $\xrightarrow{1\frac{K}{s}}$ RT	201 $\mu\text{m}$
	Z-3	RT $\xrightarrow{3\frac{K}{s}}$ 1150°C	20 h	1150°C $\xrightarrow{1\frac{K}{s}}$ RT	195 $\mu\text{m}$

verformungsfreies und homogenes Gefüge vorliegt. Abbildung 4.3 zeigt das unbelastete Gefüge von Eisen. Die ermittelte Korngrößen betragen 44  $\mu\text{m}$  (Zustand 1) und 116  $\mu\text{m}$  (Zustand 2). Die Darstellung der EBSD Messungen erfolgt als Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse unter Verwendung des Farbdreiecks für EBSD Messungen aus Abbildung 4.8.

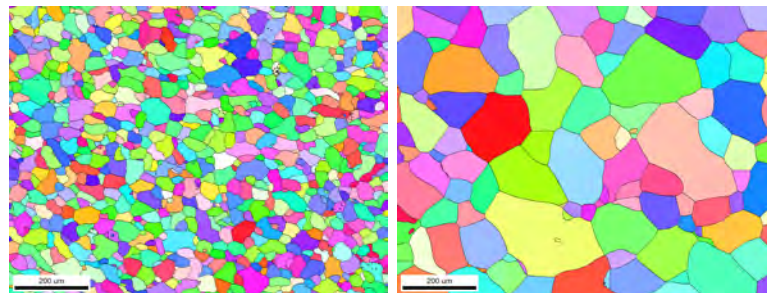


Abb. 4.3: EBSD-Messungen an Eisen zur Bestimmung der Korngröße im Ausgangszustand (Z1) sowie im wärmebehandelten Zustand (Z2); farblich-kodierte Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse

Die unbelasteten Zustände für die Fe-10Al Legierung sind in Abbildung 4.4 gezeigt. Die EBSD-Messungen zeigen in allen drei Zuständen ein homogenes und zwillingsfreies Gefüge. Die Korngrößen betragen 48  $\mu\text{m}$  (Zustand 1), 140  $\mu\text{m}$  (Zustand 2) und  $\sim 1100 \mu\text{m}$  (Zustand 3). Für den Zustand 3 ist anzumerken, dass durch das massive Grobkornwachstum nur eine geringe Anzahl an Körnern für die Korngrößenbestimmung zur Verfügung standen. Abbildung 4.5 zeigt EBSD-Analysen der Fe-10Cr Legierung. Die ermittelten Korngrößen betragen 30  $\mu\text{m}$  (Zustand 1), 201  $\mu\text{m}$  (Zustand 2) und 195  $\mu\text{m}$  (Zustand 3). Zustand 2 und Zustand 3 wurden gezielt auf ähnliche Korngrößen gegläht, um den Einfluss unterschiedlicher Versetzungsdichten, infolge der Wärmebehandlung, auf Zwillingsbildung zu untersuchen.

Die Bestimmung der Korngröße erfolgte nach Linienschnittverfahren (DIN EN ISO 643, [86]).

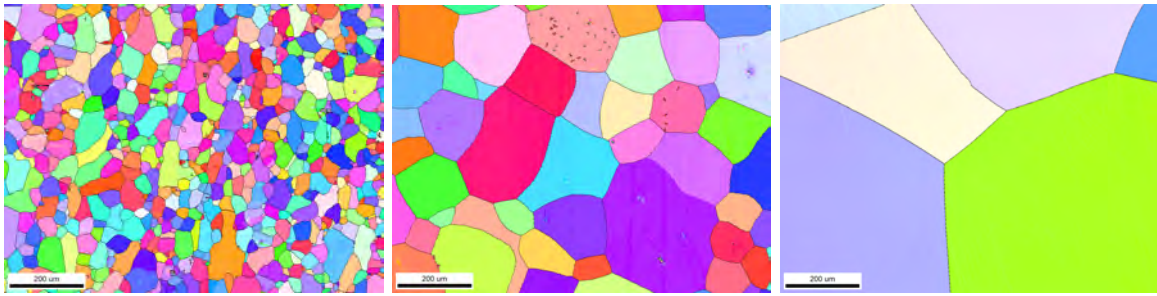


Abb. 4.4: EBSD-Messungen an Fe-10Al zur Bestimmung der Korngröße im Ausgangszustand (Z1) sowie nach Wärmebehandlung (Z2 und Z3); farblich-kodierte Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse

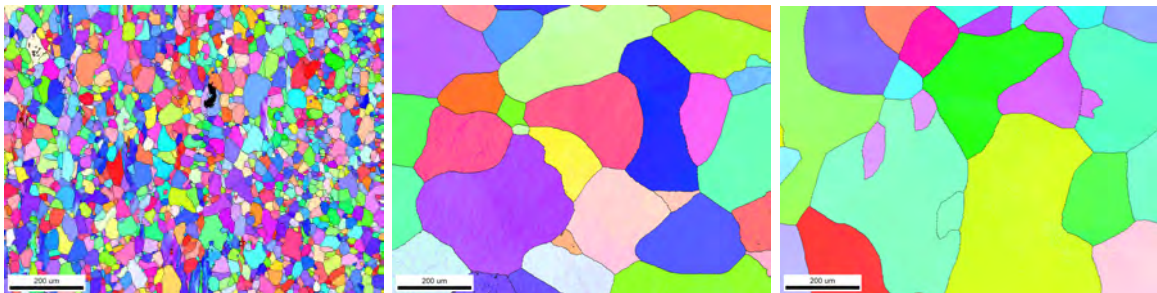


Abb. 4.5: EBSD-Messungen an Fe-10Cr zur Bestimmung der Korngröße im Ausgangszustand (Z1) sowie nach Wärmebehandlung (Z2 und Z3); farblich-kodierte Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse

## 4.2 Mechanische Prüfung und schlagdynamische Belastungen

Die Umsetzung schlagdynamischer Belastungen erfolgt unter Verwendung einer eigens konzipierten und angefertigten Prüfvorrichtung. Diese ermöglicht, Druckproben in verschiedenen Geometrien schlagartig zu belasten, um somit die Bildung von Zwillingen zu ermöglichen. Zudem besteht die Möglichkeit, die Proben mit flüssigem Stickstoff ( $LN_2$ ) auf  $-196\text{ °C}$  bzw. einem Flüssigstickstoff-Isopropanol-Gemisch auf  $-89\text{ °C}$  abzukühlen. Dadurch können die beschriebenen Parameter auch bei tiefen Temperaturen untersucht werden. Der grundsätzliche Aufbau des Prüfstandes basiert auf einem Bolzenschussgerät, welches durch Zündung einer Treibladung einen Bolzen beschleunigt und diesen in Richtung der Probe bewegt. Für die Belastungsversuche stehen zwei Versuchsaufbauten zur Verfügung. Im ersten Aufbau wird der Bolzen in waagerechter Richtung beschleunigt und trifft auf die im Probenhalter platzierte Probe, schematisch dargestellt in Abbildung 4.6. Der Bolzen trifft die Probe, welche infolge des Impuls beschleunigt und in einem Kugelfang aufgefangen wird. Bei einem Abstand zwischen Mündung und Probe von 25 mm bis 35 mm beträgt die Auftreffgeschwindigkeit des Bolzens zwischen  $40\frac{m}{s}$  bis  $60\frac{m}{s}$ . Die somit erzielte Dehnrates liegt im Bereich von  $10^4\text{ s}^{-1}$ . Die Messung der Geschwindigkeit des Bolzens erfolgte im Vorfeld und unter Nutzung einer Hochgeschwindigkeitskamera (*Photron SA3 C2*). Diese Belastungsart kann als elastischer Stoß betrachtet werden. Die auftretende plastische Verformung nach schlagdynamischer Belastung beträgt für alle belasteten Proben im Mittel 1%.

Eine geänderte Anordnung des oben beschriebenen Versuchsaufbaus ermöglicht die Stauchung der Proben während schlagdynamischer Belastung. Die dazu notwendige Modifikation des Prüfstandes besteht zum einen in einer in senkrechte Position gedrehte Beschussachse. Weiterhin sind die Proben

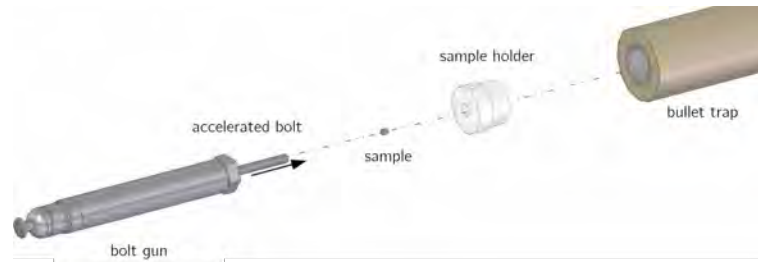


Abb. 4.6: Schematische Darstellung des schlagdynamischen Prüfstands bestehend aus einem Bolzenschussgerät und zu beschleunigendem Bolzen, einem Probenhalter zur Aufnahme der Probe sowie zur Kühlung mit flüssigem Stickstoff und einem Kugelfang zum verformungsfreien Auffangen der belasteten Probe

nicht länger frei gelagert sondern auf einem Amboss positioniert. Durch Variation des Abstandes von Bolzenschussgerät und Probe können Stauchgrade zwischen 20 % und 50 % eingestellt werden. Eine Kühlung mit flüssigem Stickstoff ist weiterhin möglich. Ergänzend dazu wurden Stauchversuche mit einer servohydraulischen Druckprüfmaschine (*TiraTest 28100*) durchgeführt. Mit der maximalen Verfahrensgeschwindigkeit der Maschine von  $500 \frac{mm}{min}$  beträgt die Dehnrage ca.  $10^0 s^{-1}$ . Prüftemperatur sind ebenfalls  $-196^\circ C$  und Raumtemperatur.

Die Untersuchungen zum Einfluss der Versetzungsdichte bestehen im ersten Schritt aus der Durchführung von Zugversuchen an einer Zugprüfmaschine (*TiraTest 2825*). Ziel ist, eine definierte plastische Vorverformung einzustellen, welche mit einer unterschiedlichen Versetzungsdichte korreliert. Dazu werden Zugversuche an Eisenproben durchgeführt und nach verschiedenen plastischen Verformungen gestoppt. Die somit definierten Stadien der Vorverformung sind neben dem nicht-verformten Ausgangszustand (0%) die vorverformten Stadien mit 15 % und 50 % plastischer Verformung. Nachfolgend werden Proben aus den verformten Bereichen der Zugproben getrennt und wie oben beschrieben, schlagdynamisch belastet. Abbildung 4.7 zeigt dabei schematisch die Vorgehensweise.

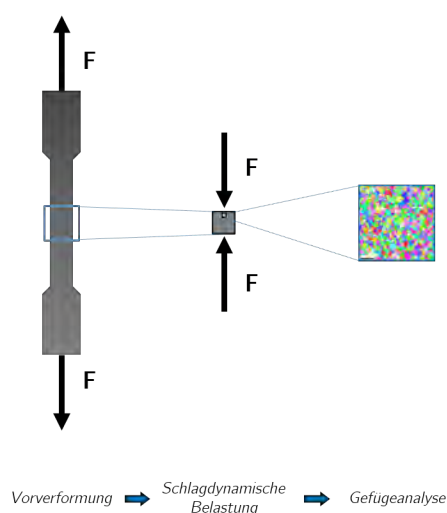


Abb. 4.7: Schematische Darstellung der Vorverformung und der nachfolgenden schlagdynamischen Belastung zur Untersuchung des Einflusses der Versetzungsdichte auf die Zwillingsbildung in Eisen



## 4.3 Mikroskopische und analytische Methoden

### 4.3.1 Metallographie und Lichtmikroskopie

Die Untersuchung des Gefüges stellt eine grundlegende Notwendigkeit zur Beurteilung der mikrostrukturellen Gegebenheiten dar. Davon abgeleitet sind Aussagen zu beispielsweise Korngrößen, Phasenverteilungen oder Inhomogenität ebenso möglich wie die Korrelation zwischen dem vorliegenden Gefüge und vorangegangenen mechanischen, thermischen oder chemischen Belastungen. Zur Durchführung dieser Untersuchungen stehen eine Vielzahl mikroskopischer und analytischer Verfahren zur Verfügung. In den meisten Fällen beruhen diese auf einer vorangegangenen metallographischen Präparation. Diese beinhaltet neben dem Einbetten, das Einebnen der Probenoberfläche durch Schleifen und Polieren sowie im Normalfall das Ätzen zur Kontrastierung des Gefüges. Lichtmikroskopische Untersuchungen ermöglichen im Anschluss daran die Abbildung des kontrastierten Gefüges. Für die lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden die Proben zunächst wassergekühlt getrennt und anschließend in leitfähigem Einbettmittel (Struers PolyFast) warmeingelegt. Anschließend wurden die Proben mit Siliziumkarbid geschliffen und bis 1  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension poliert. Zur Kontrastierung des Eisens und der beiden Eisenlegierungen wurden verschiedene Ätzlösungen erprobt. Für Eisen erwies sich 3%-ige  $\text{HNO}_3$  als geeignetste Ätzlösung zur Kontrastierung. Das Ätzen der Eisen-Legierungen erfolgte mit V2A-Beize. Mit der Verwendung von Nital konnte nur teilweise ein erfolgreiches und zufriedenstellendes Ätzresultat erlangt werden. Die Probenpräparation für elektronenmikroskopischen Untersuchungen erfolgte nach selber Vorgehensweise. Nach der Politur mit Diamantsuspension wurde jedoch nicht geätzt. Stattdessen erfolgte eine weitere Politur mit einer Oxidpartikel-Suspension (OP), da die geplanten EBSD-Untersuchungen eine verformungs- und kratzerfreie Oberfläche ohne Topographie erforderten. Wie bereits beim Ätzen, zeigte sich auch hier unterschiedliches Materialverhalten. Daher wurden verschiedene OP-Suspensionen für die jeweiligen Materialien erprobt und gewählt. Für Eisen und Fe-10Cr wurden eine OP-S Suspension, für Fe-10Al eine OP-U Suspension verwendet (beides Firma Struers). Je nach Material sowie Wärmebehandlungs- und Belastungszustand variierten die Polierzeiten zwischen 30 und 90 s. Zusätzlich wurde während der Präparation mit destilliertem Wasser gespült. Der Anpressdruck während der Endpolitur variierte ebenfalls zwischen 10 und 20 N. Die Umdrehungsgeschwindigkeit betrug  $150 \frac{U}{min}$ .

Lichtmikroskopische Aufnahmen wurden an einem Zeiss Axiovert 200M unter Nutzung der Software AxioVison 4 durchgeführt. Die vorhandenen Objektive ermöglichten je nach Probe und Fragestellung eine Vergrößerung zwischen 12,5x und 1000x.

### 4.3.2 Elektronenmikroskopie und Elektronenbeugung

Die Rasterelektronenmikroskopie in Kombination mit Rückstreuungselektronenbeugung (Electron Backscattered Diffraction, EBSD) ermöglicht Aussagen über die kristallographischen Orientierungsverhältnisse im Gefüge [87]. Dies wurde zum einen zur Bestimmung der Korngröße nach verschiedenen Wärmebehandlungen genutzt. In Kombination mit der lichtmikroskopischen Korngrößenbestimmung fand somit eine umfassende Untersuchung des Gefüges und der Korngröße statt. Zudem konnten durch die EBSD-Messungen die lichtmikroskopischen Ergebnisse überprüft und bestätigt werden. Zum anderen konnte durch EBSD-Messungen das Ausmaß an Verformungszwillingen nach Belastung

untersucht und quantifiziert werden. Die Untersuchungen dienen ebenfalls einer Erweiterung und gleichzeitigen Überprüfung der lichtmikroskopischen Analysen zur Bestimmung der Zwillingsanteile. Für die Durchführung der EBSD-Messungen kommt ein DualBeam (FEI SCIOS) ausgestattet mit einem EBSD-System (AMETEK-EDAX Hikari) zum Einsatz. Die Datenaufnahme erfolgte mit der Software EDAX TEAM v4.5, die Datenverarbeitung in TSL OIM 8.0. Die gewählten Scanbereiche haben eine Größe zwischen  $100 \times 100$  und  $1000 \times 1000 \mu\text{m}$ . Die dabei festgelegte Schrittweite liegt zwischen 100 und 500 nm. Als Strahlparameter sind Beschleunigungsspannungen zwischen 20 und 30 kV und Strahlströme zwischen 0,8 und 6,4 nA gewählt. In Abhängigkeit der Probe wird ein Binning der Detektorkamera von  $4 \times 4$  bzw.  $5 \times 5$  gewählt. Daraus resultieren EBSD-Scans mit Patternraten von 200 bis 800  $\frac{\text{Pattern}}{\text{s}}$ . Zur Auswertung und Darstellung der Messergebnisse wird die farblich-kodierte Darstellung der Inversen Polfigur (inverse pole figure, IPF) genutzt. Die Grundlage bildet das Standardfarbdreieck, das abhängig von der kristallographischen Orientierung eine bestimmte Farbe zuordnet. Somit sind verschieden orientierte Bereiche einfach und schnell visualisierbar.

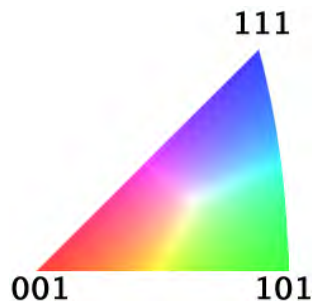


Abb. 4.8: Farbdreieck zur Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse für kubische Systeme

### 4.3.3 Quantitative Bildverarbeitung

Auf Basis lichtmikroskopischer Aufnahmen wurden Korngrößenbestimmungen durchgeführt. Durch Verwendung des Linienschnittverfahrens (DIN EN ISO 643) an drei Bereichen je Probe, kann für alle Probenmaterialien und -zustände die Korngrößen bestimmt werden. In Ergänzung dazu, wurden aus den EBSD-Messungen die Korngrößen näherungsweise bestimmt und mit den lichtmikroskopischen Ergebnissen abgeglichen. Signifikante Abweichungen treten dabei nicht auf. Die ermittelten Korngrößen zeigen lediglich die zu erwartenden, verfahrensbedingten Schwankungen.

Die Bestimmung der Zwillingshäufigkeit bzw. des Zwillingsflächenanteils im Gefüge ist eine entscheidende Voraussetzung zur Bewertung der variierten Parameter auf die Zwillingsbildung. Zur Ermittlung der Häufigkeiten wurden mehrere Vorgehensweisen erprobt. Diese beruhen auf der Bestimmung der Zwillingsfläche, unter Ausgabe eines Flächenanteils, bezogen auf die Gesamtfläche. Ein standardmäßiges Verfahren zur Bestimmung des Zwillingsanteils ist nicht bekannt, weshalb zunächst unterschiedliche Ansätze erprobt und genutzt worden. Diese sind:

- Manuelle Auszählung aus lichtmikroskopischen Hellfeldaufnahmen

In diesem Verfahren wurde in lichtmikroskopischen Hellfeldaufnahmen jeder Zwilling in der Länge vermessen, siehe Abbildung 4.9. Zusätzlich wurden für jeden Korngrößenzustand und jede Temperatur



jeweils 50 Messungen zur Bestimmung der durchschnittlichen Breite  $b_Z$  eines Zwillings durchgeführt. Die Gesamtlänge  $l_Z$  aller Zwillinge in der jeweiligen Aufnahme multipliziert mit der durchschnittlichen Breite ergibt eine Abschätzung der Flächenanteils an Zwillingen  $A_Z$  in der betrachteten Hellfeldaufnahme. Bezogen auf die Gesamtfläche der Aufnahme kann somit der prozentuale Anteil an Verformungszwillingen in jeder Aufnahme bestimmt werden.

$$A_Z = l_Z b_Z \quad (4.1)$$

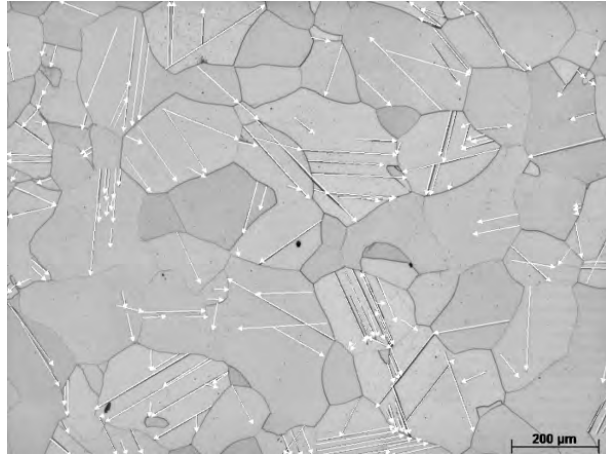


Abb. 4.9: Beispielbild für die Hellfeld-Messung im Rahmen der Zwillingsquantifizierung

- Automatische Bildverarbeitung an Dunkelfeldaufnahmen

Bei diesem Verfahren wurden Dunkelfeldaufnahmen an geätzten Schlifffen aufgenommen (Abbildung 4.10 a) und anschließend binarisiert, so dass nur Korngrenzen, Zwillingsgrenzen sowie im Material auftretende Inhomogenitäten Berücksichtigung sichtbar sind (Abbildung 4.10 b und c). An diesen Aufnahmen wurde unter Nutzung bildverarbeitender Software (ImageJ 1.5) der Flächenanteil ermittelt. Dies erfolgte sowohl für Aufnahmen im verzwilligten ( $A_{Information}$ ) als auch im unverzwilligten Bereich ( $A_{Hintergrund}$ ) der Proben jedes Zustands. Mit Hilfe mathematischer Operationen können abschließend der jeweilige Flächenanteil an Zwillingen ( $A_Z$ ) vom Flächenanteil an Korngrenzen ( $A_K$ ) und Verunreinigungen ( $A_V$ ) getrennt werden.

$$A_{Information} = A_K + A_V + A_Z \quad (4.2)$$

$$A_{Hintergrund} = A_K + A_V \quad (4.3)$$

- Quantifizierung aus EBSD-Messungen

Die Bestimmung der Zwillingsanteile ist ebenfalls aus EBSD-Messungen möglich. Die Darstellung der EBSD-Daten in der IPF-Map bietet die Möglichkeit, nur die Bereiche mit Verformungszwillingen zu berücksichtigen. Anschließend lässt sich der Flächenanteil an Zwillingen  $A_Z$  in Bezug auf die

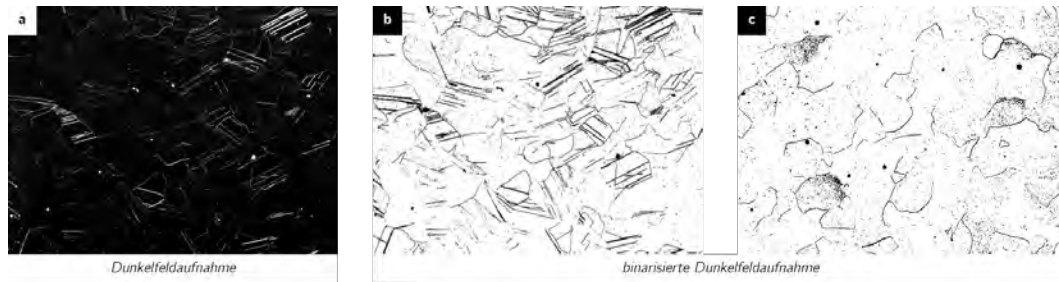


Abb. 4.10: Prozedur der „Dunkelfeld-Messung“ zur Bestimmung des Flächenanteils an Zwillingen; a) zeigt beispielhaft eine Dunkelfeldaufnahme mit Zwillingen, Korngrenzen und Verunreinigungen; b) und c) zeigen binarisierte Dunkelfeldaufnahmen, Subtraktion von b) und c) ergibt den Anteil an Zwillingen ( $A_Z$ )

Gesamtfläche als prozentualer Anteil auswerten. Die Ermittlung des Flächenanteils erfolgte in der Software OIM Analysis 8.

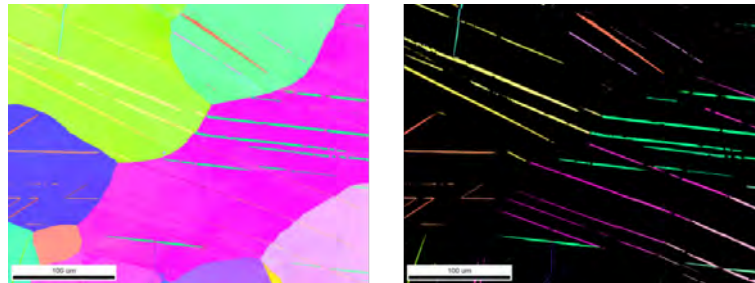


Abb. 4.11: Beispielbild einer EBSD-Messung zur Bestimmung des Flächenanteils an Zwillingen; basierend auf kristallographischen Orientierungsbeziehungen ist die Identifikation verzwilligter Anteile möglich

Die Bestimmung der Zwillingsanteile erfolgte im Rahmen der Arbeit durch die manuelle Auszählung aus lichtmikroskopischen Hellfeldaufnahmen, mit Ausnahme für Untersuchungen zum Einfluss Stapelfehlerenergie. Die Bestimmung der Zwillingsanteile erfolgte dort über die quantitative Bildverarbeitung von Dunkelfeldaufnahmen.

#### 4.3.4 Ionenstrahlpräparation und Transmissionselektronenmikroskopie

Die Beschreibung der Zwillingsnukleation erfordert Untersuchungen auf nanoskaliger Ebene. Wie in Kapitel 2.2 beschrieben, existieren in der Literatur mehrere Theorien zum Bildungsmechanismus von Zwillingen. Die meisten dieser Theorien beruhen auf Versetzungsreaktionen, welche eine Zwillingsnukleation zur Folge haben. Daher sind Untersuchungen auf atomarer Ebene unerlässlich, um Rückschlüsse auf den Bildungsmechanismus zu ziehen. Die konventionelle Rasterelektronenmikroskopie ist dabei durch Anregungsvolumen und Beschleunigungsspannung limitiert und daher nur bedingt geeignet. Aus diesem Grund kommen transmissionselektronenmikroskopische Methoden zum Einsatz [88]. Zur Auswahl stehen im Rahmen der Untersuchungen zwei Methoden. Die erste Methode umfasst die Nutzung des STEM-Modus (Scanning Transmission Electron Microscopy) am DualBeam FEI SCIOS. Durch die Kombination von Elektronenmikroskop und Ionenmikroskop ist es möglich, zielpräparierte Lamellen herzustellen und anschließend durchstrahlend zu untersuchen. Die Lamellen werden dabei

durch einen fokussierten Ionenstrahl bis zur Elektronentransparenz auf höchstens 100 nm gedünnt. Der STEM-Detektor besteht aus segmentierten Halbleiterschalen und ermöglicht durchstrahlende Abbildungen der Lamellen im Hell- und Dunkelfeldbereich. Das Ziel der STEM-Untersuchungen am REM ist zunächst eine erste Aussage über die Gegebenheiten von Versetzungen in Zwillingen und an Zwillingsgrenzflächen zu erhalten. Aufbauend darauf werden die zielpräparierten Lamellen für TEM Untersuchungen genutzt. Diese zweite Methode nutzt ein Transmissionselektronenmikroskop (FEI Tecnai F20) mit STEM-Modus. Ausgestattet mit einem HAADF- und ADF-Detektor können Hell- und Dunkelfeldaufnahmen sowie Beugungsanalysen durchgeführt werden. Im Gegensatz zur begrenzten Beschleunigungsspannung eines REM bis 30 kV können im TEM bis zu 200 kV realisiert werden. Die dadurch geringere Wellenlänge der Elektronen ermöglicht Abbildungen mit kleinerer lateraler Auflösung. In einigen Fällen erfolgte an den FIB-präparierten Lamellen ein zusätzliches Ionenätzen mit einer Ar-PIPS (Precision Ion Polishing System) zum nachträglichen Dünnen der Lamellen sowie der Säuberung der Oberfläche.

#### 4.3.5 Röntgenbeugungsanalyse

Die Röntgenbeugungsanalysen (X-Ray Diffraction, XRD) dienen einerseits der Struktur- und Phasencharakterisierung der hergestellten Legierungen Fe-10Al und Fe-10Cr. Somit kann sichergestellt werden, dass die untersuchten Materialien in einem einphasigen, kubisch-raumzentrierten Gitter vorliegen. Dazu wurden Proben im Ausgangszustand als auch nach Wärmebehandlung mit XRD untersucht. Die Probenvorbereitung erfolgte analog zur metallographischen Präparation bis zum verformungsfrei polierten Zustand. Die genutzte Anregungsstrahlung ist  $\text{Co-K}\alpha_1$ .

Weiterhin werden die XRD-Messungen genutzt, um eine qualitative Bestimmung der Zwillingsanteile durchzuführen. Aus mehreren Arbeiten an kfz Metallen geht hervor, dass mittels XRD unterschiedliche Anteile an Stapelfehlern und Zwillingsgrenzen im Gefüge ermittelt werden können [89, 90]. Das beschriebene Verfahren basiert auf einer asymmetrischen Peakverschiebung im Beugungsdiagramm, hervorgerufen durch Stapelfehler und Zwillingsgrenzen. Die Verschiebung der Beugungsreflexe kann auf Gitterdefekte und -verzerrungen zurückgeführt werden. Auch Änderungen in der Intensität sind damit verbunden. Inwieweit diese Methode Anwendung bei kfz Metallen finden kann, wird im Rahmen dieser Arbeit geprüft.

### 4.4 Molekulardynamische Simulationen

Die Beobachtung und Untersuchung der Zwillingsnukleation während dynamischer Belastungen ist mit einem extrem hohen experimentellen Aufwand verbunden. Eine Realisierung ist daher praktisch fast nicht möglich. Um dennoch auf atomarer Ebene stattfindende Prozesse während schlagartiger Belastungen zu untersuchen, stellen Molekulardynamische (MD) Simulationen eine geeignete Untersuchungsmethode dar [91]. Molekulardynamik ist eine numerische Methode auf atomarer Skala, welche zur Beschreibung von Wechselwirkung einzelner Atome genutzt werden kann. Zwar finden die Berechnungen auf sehr kleiner Skala statt, dennoch sind durch Zusammenfassen mehrerer Atome auch Rückschlüsse auf größere Skalen möglich, wodurch Spannungen, Dehnungen oder Temperaturen berücksichtigt und ermittelt werden können. Grundlegend beruht die Methode auf der Berechnung der

wirkenden Kräfte auf jedes einzelne Atom. In Verbindung mit der bekannten Masse des Atoms kann dadurch die Beschleunigung berechnet und durch Integration der Ortsverlauf des Atoms ermittelt werden. Prinzipiell basiert die Berechnung auf dem 2. Newtonschen Gesetz:

$$\vec{F} = m \vec{a} \iff \vec{a} = \frac{\vec{F}}{m} \quad (4.4)$$

Die Implementierung der Methode erfolgt unter Verwendung zeitdiskreter Integrationsmethoden (beispielsweise Verlet-Integration) zur Vereinfachung der Berechnung. Durch die Berücksichtigung des thermischen Schwingens der Atome mittels Debye-Frequenz, sind nur sehr begrenzte Zeitschritte möglich. Diese liegen im Größenbereich unter 1 fs wodurch Gesamtzeiten der Simulationen auf unter 1 ns begrenzt sind. Für die Umsetzung der Berechnungen kommt in dieser Arbeit die Simulationssoftware LAMMPS (*Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator*) zum Einsatz unter Verwendung eines *Finnis-Sinclair-Potential* für Eisen [92]. Dieses Potential zeigt in allen durchgeführten Simulationen valide Ergebnisse und konnte dadurch seine Eignung nachweisen. Die durchgeführten Arbeiten dienen der Klärung der folgenden Schwerpunkte:

- Simulation der Zwillingsbildung mit Bezug zu realen EBSD-Messungen
- Versetzungserkennung während Zwillingsnukleation
- Spannungsberechnung im Verlauf der Zwillingsbildung

In allen Simulationen erfolgt die Verwendung eines periodischen Aufbaus. Dies hatte den Nutzen, Oberflächeneffekte am Rand des Simulationsraums nicht beachten zu müssen. Die eingestellte Temperatur wird, anders als bei den Experimenten, auf 30 K bzw.  $-243,15^\circ\text{C}$  festgelegt. Der Grund dafür liegt im sehr kleinen Simulationsvolumen, welches mittels MD betrachtet wird. Um Zwillingsbildung zu beobachten, muss die Temperatur daher weiter abgesenkt werden, um die Bildung zu begünstigen. Die Abbildung einer schlagartigen Belastung war mittels LAMMPS-Sonderfunktion `fix/piston` möglich. Dabei wird die obere freie Rand des Probenvolumens fixiert, der untere Rand von einem „Zylinder“ mit einer Geschwindigkeit von  $1,5 \frac{\text{\AA}}{\text{s}}$  bzw.  $150 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  in Richtung des fixierten oberen Rands gepresst. Das Auftreffen des Zylinders auf die Atome des Probenvolumens gleicht einem elastischen Stoß. Die erzeugte Schockwelle läuft durch das Simulationsvolumen nach oben. Wie für die Temperatur beschrieben, wird auch für die Auftreffgeschwindigkeit ein höherer Wert gewählt als die experimentell verwendeten  $50 \frac{\text{m}}{\text{s}}$ . Die Visualisierung der Ergebnisse erfolgt unter Nutzung der Software OVITO [93], das Daten aus LAMMPS direkt integrieren kann. Der Vergleich von EBSD-Messung und MD-Simulation sollte in erster Linie die Plausibilität der Simulation überprüfen. Als geeignete Methode für den direkten Vergleich bietet sich die Invertierung der LAMMPS-Ausgabedatei in eine IPF-Darstellung an. Zur Umsetzung wird daher ein Algorithmus entwickelt, welcher aus LAMMPS-Dateien eine solche farblich kodierte Map errechnet. Für EBSD-Messungen beruht die farblich kodierte Darstellung der kristallographischen Orientierung auf einer Überführung drei-dimensionaler Kristalleigenschaften in eine zwei-dimensionale Ebene, bekannt als stereographische Projektion [94]. Unter Verwendung des Farbdreiecks lässt sich dieser Vektor dann einer jeweiligen Farbe zuordnen, welche die kristallographische Richtung repräsentiert. Für atomistische Simulationen ergibt sich diese Information aus dem lokalen Koordinatensystem des Kristalls bzw. des Atoms. Zur Bestimmung der Lage des Atoms dienen die benachbarten Atome. Da die Gitterkonstante bekannt ist, wird lediglich der Abstand zwischen den Atomen benötigt. Mit diesen Daten ist anschließend die Vektorbestimmung der kristallographischen

Orientierung und somit auch die farblich Kodierung möglich. Die farbliche Zuordnung erfolgt dabei nach dem, in EBSD-Messungen genutztem, Farbdreieck. Das bedeutet, die farbliche Zuweisung der Eckpunkte [001] als rot, [101] als grün und [111] als blau.

Zur Beobachtung von Versetzungen bietet das *Crystal Analysis Tool* (CAT) die Möglichkeit einer Approximation der aus LAMMPS erhaltenen Daten [95, 96]. Das dabei genutzte DXA-Verfahren (*Dislocation Extraction Algorithm*) beruht auf der Berechnung von Burgers-Umläufen in gitterdefektnahen Bereichen. Durch Zusammenfassung mehrerer Burgers-Vektoren in defektnahen Bereichen kann die Richtung sowie der Typ der Defekte, beispielsweise der Versetzungen, bestimmt werden. Die Visualisierung erfolgt dann wie beschrieben in OVITO, wobei die Integration in die atomistische Simulation die Darstellung von Versetzungslinien ermöglicht.

Zur Klärung der eingangs erläuterten Arbeitsschwerpunkte erfolgt die Konstruktion eines Simulationsvolumens auf Basis experimentell bestimmter EBSD-Datensätze. Die dafür verwendete EBSD-Messung sowie das daraus abgeleitete Simulationsvolumen zeigt Abbildung 4.12. Ausgehend von diesem Simulationsaufbau werden zunächst die Zwillingsbildung infolge dynamischer Belastung bei tiefen Temperaturen untersucht. Weiterhin sollen daraus durch Analyse von Versetzungsbewegungen und -interaktionen während der Zwillingsbildung Aussagen zum Bildungsmechanismus sowie kritische Scherspannungen abgeleitet werden.

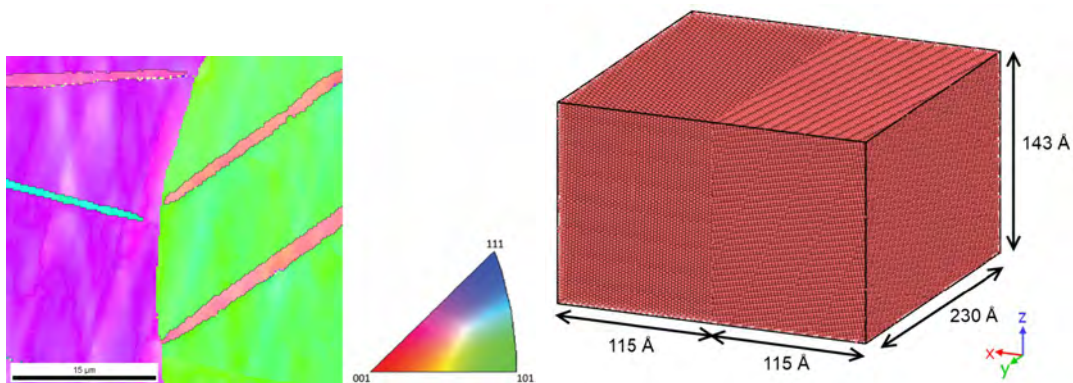


Abb. 4.12: EBSD-Messung an Eisen (links) dient als Ausgang für die Kozeptionierung des Simulationsvolumens (rechts); die EBSD-Messung zeigt die kristallographischen Orientierungsverhältnisse von zwei Körnern mit Zwillingen, der Orientierungsunterschied zwischen den Körnern beträgt  $\sim 40^\circ$  und zwischen den Verformungszwillingen und der Kristallmatrix  $\sim 60^\circ$

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Kapitel 2 liefert eine umfassende Beschreibung der verschiedenen Einflussgrößen auf die Bildung von Verformungszwillingen im metallischen Gitter mit Fokus auf den Übergangsbereich von versetzungs-basiertem Gleiten hin zur Zwillingsbildung. Zudem ist eine ausführliche Übersicht der bekannten Theorien und Mechanismen zur versetzungs-basierten und versetzungsfreien Bildung von Zwillingen in krz Metallen präsentiert. Daraus leiteten sich die in Kapitel 3 definierten Arbeitsschwerpunkte ab. Diese umfassen die Quantifizierung des Ausmaßes an Zwillingen im Gefüge in Abhängigkeit von Temperatur, Dehnrates, Stauchung, Korngröße, Stapelfehlerenergie sowie Versetzungsdichte. Dazu werden metallographische und lichtoptische Analysen genutzt, um den Zwillingsanteil nach Belastung zu bestimmen.

Weiterhin erfolgen Molekulardynamische Simulationen zur Beschreibung der Zwillingsbildung während mechanischer Belastung und zur Ableitung und Identifikation eines bevorzugten Bildungsmechanismus. Die MD-Simulationen dienen ebenfalls der Beschreibung von Versetzungseinflüssen und deren Wirkung auf die Zwillingsbildung. Ergänzend dazu werden STEM- und TEM-Untersuchungen durchgeführt, um eine experimentelle Nachweise von versetzungs-basierter Zwillingsbildung zu erbringen. Zudem sollen die experimentellen Methoden (EBSD, TEM) einer Validierung der MD-Simulationen dienen. Das nachfolgende Kapitel beinhaltet die Ergebnisse dieser Untersuchungen und deren Diskussion. Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt durch Unterteilung in äußere Einflussfaktoren, in innere Einflussfaktoren und einer abschließenden Betrachtung der gewonnenen Erkenntnisse dieser Studie mit Berücksichtigung der bekannten Literatur und Theorien. Davon ausgehend ergibt sich die in Kapitel 4 aufgestellte Untersuchungs- und Versuchsplanung, welche die verwendeten Belastungsversuche sowie die mikroskopischen, analytischen und simulativen Verfahren beschreibt.

Zusammengefasst zeigt Tabelle 5.1 die einzelnen Einflussgrößen und deren jeweils durchgeführte Parametervariation. Die Ergebnisse der Untersuchungen zum Ausmaß der Zwillingsbildung in Abhängigkeit dieser Faktoren zeigt das folgende Kapitel.

Tab. 5.1: Übersicht der untersuchten Einflussgrößen der Zwillingsbildung und einzelne Variationen

Einflussgröße	Parameter
Material (Stapelfehlerenergie)	Eisen, Fe-10Al, Fe-10Cr
Temperatur	RT, -80 °C, -196 °C
Korngröße	40 µm...1100 µm
Stauchung	20 %...50 %
Dehnrates	$10^0 s^{-1}$ , $10^4 s^{-1}$
Versetzungsdichte	mechanisch nach 0 %, 15 % und 50 % Vorverformung thermisch nach 10 h und 20 h Glühen

## 5.1 Äußere Einflussgrößen der Zwillingsbildung

### 5.1.1 Einfluss der Temperatur

Der temperaturabhängige Übergang zwischen dem versetzungsbasierten Gleiten und der Zwillingsbildung im krz Gitter ist im Abschnitt 2.2 ausführlich erläutert [13, 36]. Die Darstellung der dazugehörigen Literatur zeigt, dass für Beanspruchungen bei niedrigen Temperaturen, d.h. unterhalb der Raumtemperatur bis hin zu  $-196\text{ °C}$ , plastische Verformung nicht länger und ausschließlich über das versetzungsbasierte Gleiten erfolgt, sondern zunehmend durch Zwillingsbildung unterstützt wird [30, 97]. Aus diesem Grund ist es von Interesse, die Wirkung einer Temperaturabsenkung auf das Ausmaß an Zwillingen im Gefüge zu ermitteln. Dazu wurden Belastungsversuche unter Variation der Temperatur durchgeführt, deren Ergebnisse nachfolgend gezeigt werden. In den lichtmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 5.1 werden zunächst die Gefüge von Fe-Z1 nach schlagdynamischer Belastung ( $\dot{\epsilon} = 10^4\text{ s}^{-1}$ ) bei  $20\text{ °C}$ ,  $-80\text{ °C}$  und  $-196\text{ °C}$  gezeigt. Die Bildung von Verformungszwillingen ist für alle drei Temperaturen erkennbar. Die Belastung bei  $20\text{ °C}$  resultiert dabei scheinbar in der geringsten Anzahl an Zwillingen im Gefüge, siehe Abbildung 5.1 a). Die Belastung bei niedrigeren Temperaturen ( $-80\text{ °C}$  bzw.  $-196\text{ °C}$ ) führt zu einem Anstieg an Zwillingen im Gefüge (Abbildung 5.1 b) und und c)).

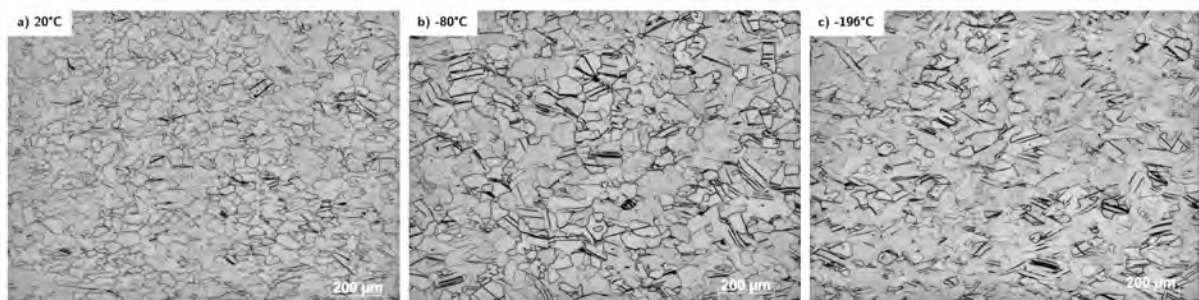


Abb. 5.1: Lichtmikroskopische Aufnahme von Fe-Z1 ( $44\text{ }\mu\text{m}$ ) nach schlagdynamischer Belastung mit einer Dehnrates von  $10^4\text{ s}^{-1}$  in Abhängigkeit der Temperatur: a)  $20\text{ °C}$ , b)  $-80\text{ °C}$  und c)  $-196\text{ °C}$

Auf Basis der metallographischen Aufnahmen erfolgt die Quantifizierung der Zwillingsanteile unter Verwendung der in Kapitel 4.3 präsentierten lichtmikroskopischen Bildanalyse. Die daraus erhaltenen Ergebnisse zeigt Abbildung 5.2. Dargestellt sind die ermittelten Zwillingsanteile für Fe-Z1 (Korngröße:  $44\text{ }\mu\text{m}$ ). Der mittlere Zwillingsanteil nach Belastung bei Raumtemperatur beträgt  $1,8\%$ . Für  $-80\text{ °C}$  steigt dieser auf  $2,2\%$  und für  $-196\text{ °C}$  auf  $2,5\%$ .



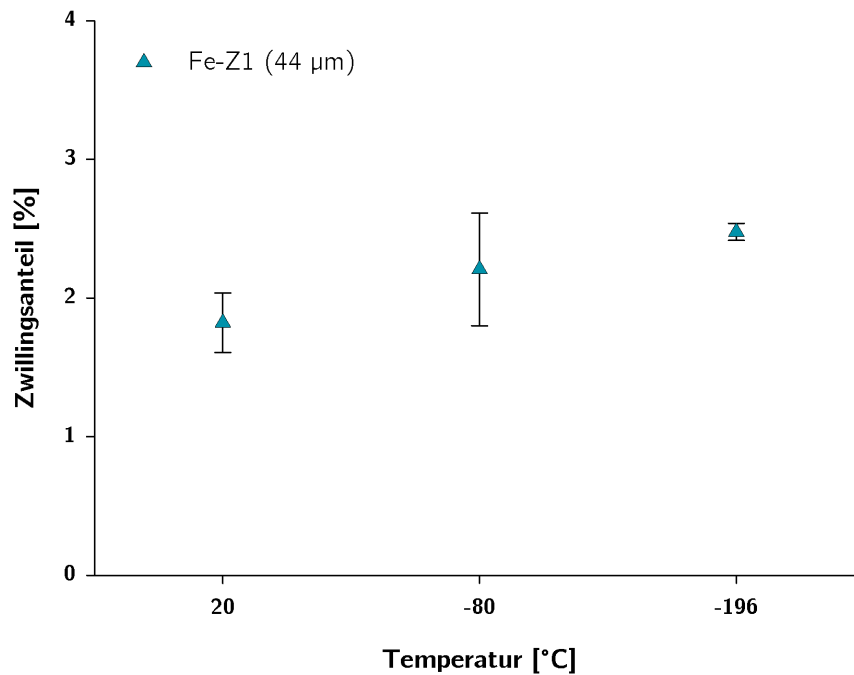


Abb. 5.2: Zwillingsanteil in Fe-Z1 (44  $\mu\text{m}$ ) in Abhängigkeit der Temperatur (20 °C, -80 °C und -196 °C) infolge schlagdynamischer Belastung mit einer Dehnrates von  $10^4 \text{s}^{-1}$

Für Fe-Z2 (Korngröße: 116  $\mu\text{m}$ ) zeigen die Untersuchungen ein ähnliches Verhalten. Lichtmikroskopische Aufnahmen in Abbildung 5.3 deuten auf zunehmende Zwillingsbildung mit sinkender Temperatur hin. Der aus den Untersuchungen bestimmte Mittelwert des Zwillingsanteils nach Belastung bei 20 °C beträgt 3,9%. Eine Reduzierung der Temperatur auf -80 °C erhöht den Anteil an Zwillingen auf 5,1%. Belastungen bei -196 °C resultieren in 4,6%. Im Vergleich zu -80 °C nimmt der Zwillingsanteil damit zwar ab, dennoch ist ein Trend zu beobachten, wonach mit sinkender Temperatur Zwillingsbildung begünstigt wird.

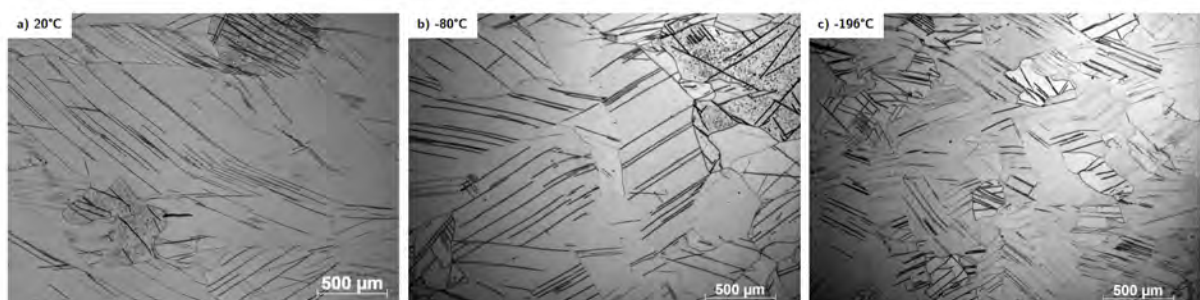


Abb. 5.3: Lichtmikroskopische Aufnahme von Fe-Z2 (116  $\mu\text{m}$ ) nach schlagdynamischer Belastung mit einer Dehnrates von  $10^4 \text{s}^{-1}$  in Abhängigkeit der Temperatur: a) 20 °C, b)-80 °C und c) -196 °C



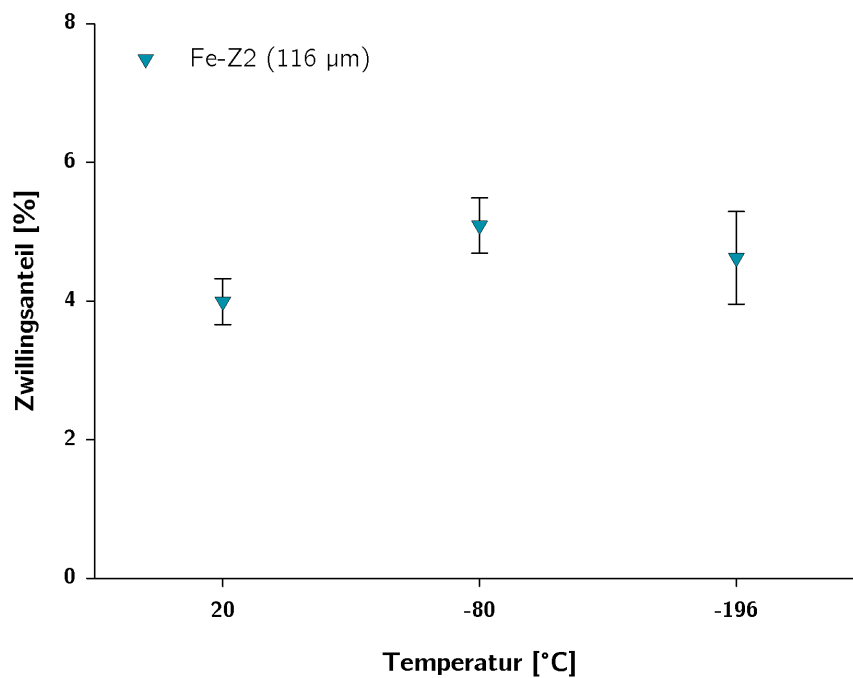


Abb. 5.4: Zwillingsanteil in Fe-Z2 (116 µm) in Abhängigkeit der Temperatur (20°C, -80°C und -196°C) infolge schlagdynamischer Belastung mit einer Dehnrates von  $10^4 s^{-1}$

Der Einfluss der Temperatur wurde auch bei quasistatischen Belastungen mit geringeren Dehnraten ( $10^0 s^{-1}$ ) untersucht. Die Untersuchungen an Fe-Z1 und Fe-Z2 bestätigen den gezeigten Trend. Mit Abnahme der Temperatur nimmt der Anteil an Zwillingen im Gefüge zu. Die dazugehörigen Ergebnisse zeigt Abbildung A.2 im Anhang.

Aus den Untersuchungen kann ein Einfluss der Temperatur auf die Bildung von Verformungszwillingen abgeleitet werden, welcher mit der bekannten Literatur übereinstimmt und bereits in anderen Materialsystemen beobachtet wurde [20]. In sämtlichen hier durchgeführten Experimenten begünstigt die Temperaturreduzierung von Raumtemperatur auf -80 °C bzw. -196 °C die Zwillingsbildung. Für quasistatische Belastungen ist der Effekt noch stärker ausgeprägt, da Zwillingsbildung nicht bei Raumtemperatur sondern erst bei -196 °C eintritt. Die Ergebnisse stehen damit in guter Übereinstimmung mit dem in der Literatur genannten Spröd-Duktil-Übergang sowie dem daraus resultierenden erschwerten Versetzungsgleiten. Anhand der dargestellten Überlegungen zu diesem Werkstoffverhalten kann geschlossen werden, dass die notwendige Spannung zur Zwillingsbildung temperaturunabhängig bzw. nur geringfügig temperatursensitiv ist [20, 32], siehe dazu Abbildung 2.12. Die Zwillingsbildung an sich, kann daher als ein nicht thermisch aktivierter Prozess betrachtet werden. Dem gegenüber zeigt das versetzungsbasierte Gleiten eine stark ausgeprägte Temperaturabhängigkeit. Mit sinkender Temperatur nimmt die notwendige Spannung zur Versetzungsbewegung zu, siehe dazu Abbildung 2.13. Diese Einschränkung in der Versetzungsmobilität ermöglicht nur noch erschwerte Verformung durch Atomgleiten. Im Resultat und unter der Randbedingung des gleichen Materials mit gleichen mikrostrukturellen Eigenschaften sowie identischen Belastungsparametern, tritt vermehrt Zwillingsbildung auf. Dieses Verhalten wird in den durchgeführten Untersuchungen beobachtet und bestätigt. Die Temperaturreduzierung provoziert nicht direkt die Zwillingsbildung, begünstigt diese jedoch durch ein

erschwertes versetzungsbasiertes Gleiten. Eine Bestätigung der Beobachtungen kann auf Grundlage der aus dem Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy ermittelten Übergangsbereiche getätigt werden. Für Eisen ist diese bei ca.  $-50\text{ °C}$  definiert [98]. Oberhalb dieser Temperatur ist Versetzungsbewegung möglich und Verformung wird über Gleiten vollzogen. Unterhalb dieser Temperatur wird die Versetzungsbewegung zunehmend erschwert. Damit kein Materialversagen durch Bruch erfolgt, tritt Zwillingsbildung als zusätzlicher Beitrag zur plastischen Verformung ein. Für unlegierte Stähle und in Abhängigkeit interner Faktoren wie Korngröße, Legierungselemente und Verunreinigungen, wird dieser Übergang zu höheren Temperaturen nahe  $0\text{ °C}$  und teilweise darüber hinaus verschoben [99]. Da der Übergang keinen diskreten Verlauf hat und vielmehr als kontinuierlicher Übergang stattfindet, begründet dies auch die bereits bei  $20\text{ °C}$  auftretende Zwillingsbildung in den durchgeführten schlagartigen Versuchen. Gleiten durch Versetzungsbewegung wird zunehmend erschwert und Zwillingsbildung begünstigt. Dies ist hauptsächlich mit dem Aufstauen von Versetzungen und der Bildung lokaler Spannungskonzentrationen zu begründen. Die Bildung derartiger „pile-ups“ ist bereits zahlreich publiziert und als Ausgangspunkt von Zwillingsbildung anerkannt [20, 30, 56, 63, 100]. Zudem bildet das Aufstauen sowie die resultierende Spannungskonzentration die Grundlage der meisten in Abschnitt 2.2 beschriebenen Bildungsmechanismen.

### 5.1.2 Einfluss der Dehnrates

Der Dehnrates kommt vor allem für das krz Gitter große Bedeutung zu. Das zeigen die Ausführungen im Abschnitt 2.2. Dort gezeigt ist, dass neben Temperaturänderungen auch die Variation der Dehnrates einen Einfluss auf die Versetzungsbewegung und somit die Bildung von Zwillingen hat. Zur Klärung des genauen Einflusses auf das Ausmaß an Zwillingen erfolgen Belastungsversuche bei  $20\text{ °C}$  mit Dehnrates von  $\dot{\epsilon} \sim 10^0\text{ s}^{-1}$  und  $\dot{\epsilon} \sim 10^4\text{ s}^{-1}$ . Als Untersuchungswerkstoff dient dabei Eisen. Die aus der quantitativen Bestimmung hervorgehenden Zwillingsanteile sind in Abbildung 5.5 dargestellt. Gezeigt sind die ermittelten Zwillingsanteile für Fe-Z1 und Fe-Z2 nach Belastung bei einer Temperatur von  $20\text{ °C}$ . Beide Zustände weisen nach quasistatischer Belastung mit  $\dot{\epsilon} \sim 10^0\text{ s}^{-1}$  keine Verformungszwillinge im Gefüge auf. Dies zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Gefüges in Abbildung 5.6 a). Eine Erhöhung der Dehnrates auf  $\dot{\epsilon} \sim 10^4\text{ s}^{-1}$  führt hingegen zur Bildung von Zwillingen im Gefüge, gezeigt in 5.6 b). Im Zustand Z1 beträgt der Zwillingsanteil im Mittelwert  $1,9\%$ , für den Zustand Z2 ergibt sich ein Anteil von  $5,2\%$  als Mittelwert. Für beide Untersuchungschargen kann gezeigt werden, dass die Zwillingsbildung bei niedrigen Dehnrates, in diesem Fall  $\dot{\epsilon} \sim 10^0\text{ s}^{-1}$ , nicht stattfindet. Erst die Durchführung bei höheren Dehnrates ( $\dot{\epsilon} \sim 10^4\text{ s}^{-1}$ ) führt zur Bildung von Verformungszwillingen.

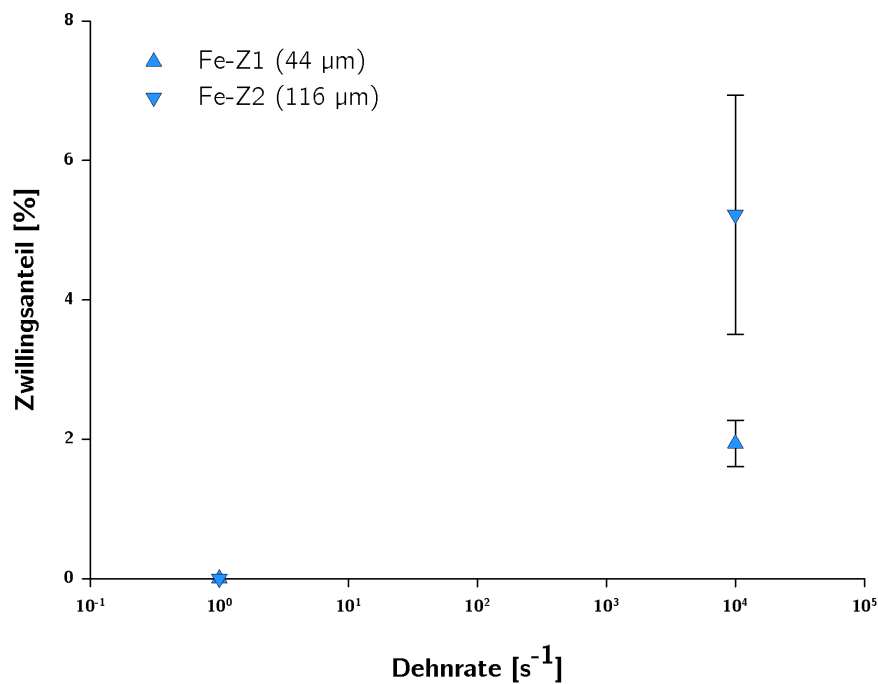


Abb. 5.5: Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Dehnrate ( $10^0 s^{-1}$  und  $10^4 s^{-1}$ ); dargestellt sind experimentell ermittelte Daten für die Zustände Z1 und Z2; für quasistatische Belastung ( $10^0 s^{-1}$ ) tritt in keinem der beiden Zustände Zwillingsbildung auf, erst die Erhöhung der Dehnrate auf  $10^4 s^{-1}$  führt zur Bildung von Zwillingen

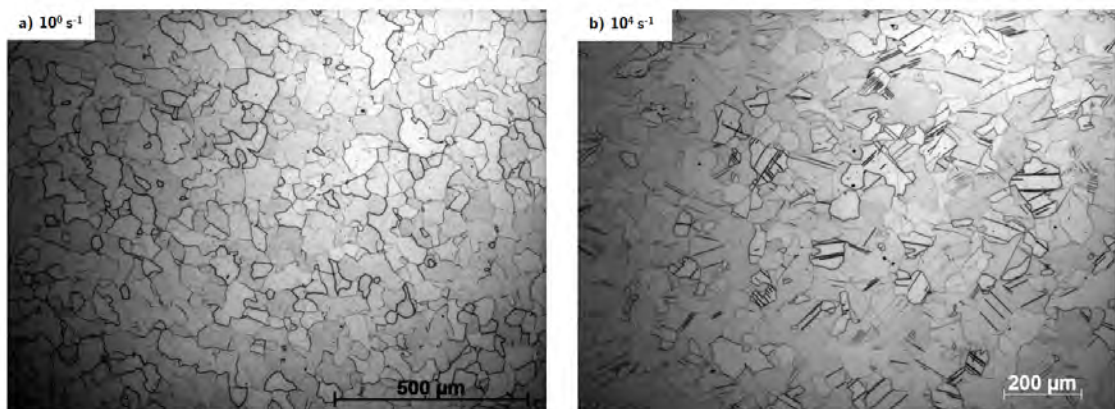


Abb. 5.6: Lichtmikroskopische Aufnahme von Eisen im Zustand Z1 nach Belastung bei  $20^\circ C$  mit Dehnraten von  $10^0 s^{-1}$  und  $10^4 s^{-1}$ ; wie bereits gezeigt tritt bei geringen Dehnraten ( $10^0 s^{-1}$ ) keine Zwillingsbildung auf (a), erst die Erhöhung der Dehnrate auf  $10^4 s^{-1}$  führt zur Bildung von Zwillingen (b)

Der Einfluss der Dehnrate auf die Zwillingsbildung kann durch die Dehnratensensitivität (strain rate sensitivity, SRS) erläutert werden. Dieser Effekt resultiert aus einer dynamischen Verfestigung, welche für die meisten Metalle in einer ansteigenden Fließspannung infolge zunehmender Dehnraten auftritt [101, 102, 103, 104]. Diese Abhängigkeit wirkt ebenfalls auf die Zwillingsbildung, wobei der Einfluss für verschiedene Gitterstrukturen unterschiedlich stark ausgeprägt ist. In Metallen

mit kubisch-flächenzentrierter Gitterstruktur hat die Dehnratensensitivität einen geringen Einfluss, wodurch Zwillingsbildung bereits bei Dehnraten im statischen Bereich, unterhalb  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-2} \text{s}^{-1}$ , auftritt [105, 106, 107]. Für kubisch-raumzentrierte Metalle ist hingegen eine deutlich ausgeprägte Dehnratenabhängigkeit zu beobachten [20, 47, 108]. Für den Mechanismus der Zwillingsbildung im kubisch-raumzentrierten Eisen bedeutet dies, dass erst mit Überschreiten des quasistatischen Belastungsbereichs hin zur dynamischen Belastung Zwillingsbildung bevorzugt stattfindet. Grundsätzlich ist die dafür bekannte Ursache eine erschwerte Versetzungsbewegung, welche bereits im Abschnitt 5.1.1 diskutiert ist. Bestätigt wird dieser Verlauf durch Untersuchungen an Eisen in den Zuständen Z1 und Z2 nach schlagartiger Belastung bei  $-196^\circ\text{C}$ . Die mikroskopischen Untersuchungen zeigen ebenfalls, dass mit steigender Dehnrates auch eine Zunahme der Zwillingsbildung stattfindet. Die Quantifizierung des Zwillingsanteils bestätigen dabei den hier gezeigten Trend. Die dazugehörigen Ergebnisse zeigt Abbildung A.3 im Anhang.

Infolge des Effektes der Dehnratesensitivität steigt die notwendige Fließspannung metallischer Werkstoffe mit zunehmender Dehnrates. Dies führt bei hohen Dehnrates zu einer eingeschränkten Mobilität von Versetzungen und zu einem reduzierten Anteil von Versetzungsbewegung an der plastischen Verformung. Dies hat zur Folge, dass die eingeleitete Spannung einen zusätzlichen Verformungsmechanismus aktiviert, in diesem Fall durch die Bildung von Zwillings. Ähnlich des Temperatureinflusses wirkt auch die Dehnrates indirekt auf die Zwillingsbildung. Dies zeigen Untersuchungen von MEYERS ET AL. [20] dargestellt in Abbildung 5.7, unter Einordnung der untersuchten Zustände Fe-Z1 und Fe-Z2. Die kritische Scherspannung, welche für Versetzungsbewegung notwendig ist, steigt mit zunehmender Dehnrates an. Im Gegensatz dazu ist die kritische Scherspannung für die Zwillingsbildung bei gleichbleibender Dehnrates als konstant anzunehmen.

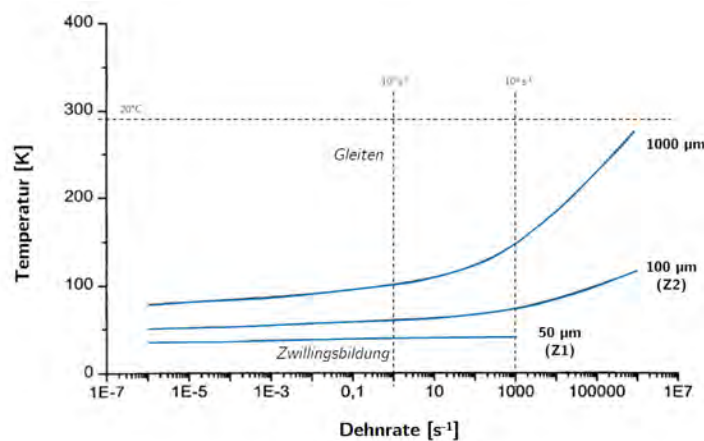


Abb. 5.7: Berechnete Übergänge von versetzungsbasiertem Gleiten zu Zwillingsbildung in Eisen unter Einordnung der in dieser Studie untersuchten Zustände;  $50 \mu\text{m} \approx \text{Fe-Z1}$  und  $100 \mu\text{m} \approx \text{Fe-Z2}$ , nach [20]

### 5.1.3 Einfluss der Stauchung

Im Einsatz technischer Werkstoffe sind schlagartige Belastungen oftmals auch mit einhergehender plastischer Verformung verbunden. Die dabei auftretende Stauchung des Werkstoffes kann ebenfalls

einen Einfluss auf die Bildung von Verformungszwillingen haben. In mehreren Publikationen wird auf die Wirkung von lokalen Spannungskonzentrationen und Mikroplastizität auf die Zwillingsbildung hingewiesen [20, 22, 48, 109]. Zu makroskopischer Verformung bzw. Stauchung als treibende Einflussgröße sind jedoch keine Arbeiten bekannt, weshalb derartige Untersuchungen von Interesse sind. Die Ergebnisse der dazu durchgeführten Versuche sind nachfolgend gezeigt. Dabei wurden Proben aus Eisen in den Zuständen Z1 und Z2 bei 20 °C und -196 °C schlagartig verformt. Die Stauchung der Proben beträgt zwischen 20 % bis 50 %, um für die verschiedenen Randbedingungen den Einfluss der Stauchung auf die Zwillingsbildung zu untersuchen.

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Versuche an Fe-Z1 nach schlagartiger Belastung bei 20 °C und -196 °C gezeigt. Abbildung 5.8 zeigt zunächst Übersichtsaufnahmen unterschiedlich stark gestauchter Proben (20 °C). Die erzielte Stauchung in den Versuchen beträgt 29 %, 37 % und 44 %. Erkennbar ist eine heterogene Verformung über den Probenquerschnitt. Dieses Werkstoffverhalten kann auf Reibungseffekte im Material zurückgeführt werden und ist für Stauchversuche häufig zu beobachten [110]. Bedingt durch die schlagartige Belastung ( $\dot{\epsilon} = 10^4 \text{ s}^{-1}$ ) ist dieser Effekt intensiver ausgeprägt als nach quasistatischer Belastung.

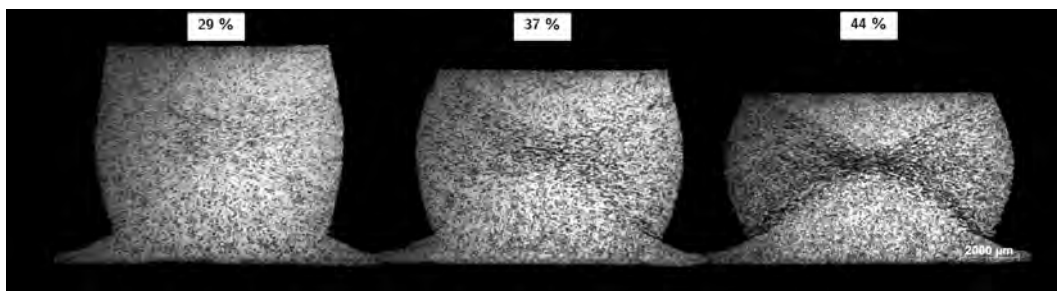


Abb. 5.8: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Fe-Z1 nach schlagdynamischer Belastung ( $\dot{\epsilon} = 10^4 \text{ s}^{-1}$ ) bei 20 °C und verschiedenen Stauchungen (29 %, 37 % und 44 %); gezeigt sind Übersichtsaufnahmen der verformten Proben mit erkennbarer, heterogener Verformung infolge der Stauchversuche

Detailaufnahmen der jeweiligen Probenbereiche (Randbereich und Kernbereich) sind in Abbildung 5.9 dargestellt und zeigen die entstehenden Unterschiede im Gefüge. Abbildung 5.9 a) - c) zeigt den Randbereich der drei unterschiedlichen Stauchungen. Erkennbar ist Zwillingsbildung in allen Proben, welche mit zunehmender Stauchung einen offensichtlichen Anstieg zeigt. Im Gegensatz dazu zeigen die Aufnahmen d) bis f) den Kernbereich der gestauchten Proben. Die Kornmorphologie zeigt deutliche Verformungen, welche auf die heterogene Stauchung zurückgeführt werden kann. Zwar sind Zwillinge erkennbar, jedoch ist eine Unterscheidung zwischen Zwillingslamelle und Korngrenze nicht möglich. Aus diesem Grund wird der Kernbereich der Proben in der Quantifizierung der Zwillingsanteile nicht berücksichtigt. Die Bestimmung der Zwillingsanzahl erfolgt ausschließlich im Randbereich der Proben (oben und unten). Dies bedeutet jedoch, dass die Stauchung der Probe nicht der tatsächlichen (lokalen) Stauchung entspricht. Die Zwillingsbildung scheint somit nicht eine direkte Folge von Stauchung zu sein. Dennoch resultiert die Änderung der Gesamtstauchung in unterschiedlichen Zwillingsanteilen, deren Quantifizierung nachfolgend gezeigt wird.

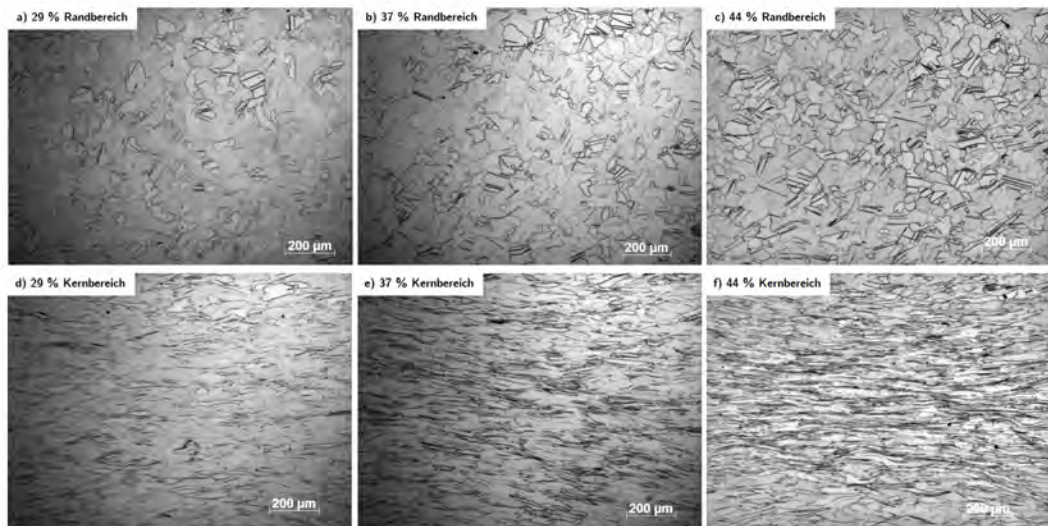


Abb. 5.9: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Fe-Z1 nach schlagdynamischer Belastung ( $\dot{\epsilon} = 10^4 \text{ s}^{-1}$ ) bei 20 °C und verschiedenen Stauchungen (29 %, 37 % und 44 %); gezeigt sind Detailaufnahmen von Randbereich und Kernbereich, welche die heterogene Verformung infolge der Stauchversuche zeigen

Die ermittelten Zwillinganteile für Fe-Z1 bei 20 °C zeigt Abbildung 5.10. Für die anfängliche Stauchung von 29 % beträgt der mittlere Zwillinganteil 1,9 %. Eine Erhöhung der Stauchung auf 37 % führt zum Anstieg des Zwillinganteils auf 2,3 %. Nach 44 % Stauchung beträgt der Anteil an Zwillingen im Gefüge 2,8 %. Der bereits in den lichtmikroskopischen Aufnahmen zu erkennende Einfluss spiegelt sich auch im Zwillinganteil.

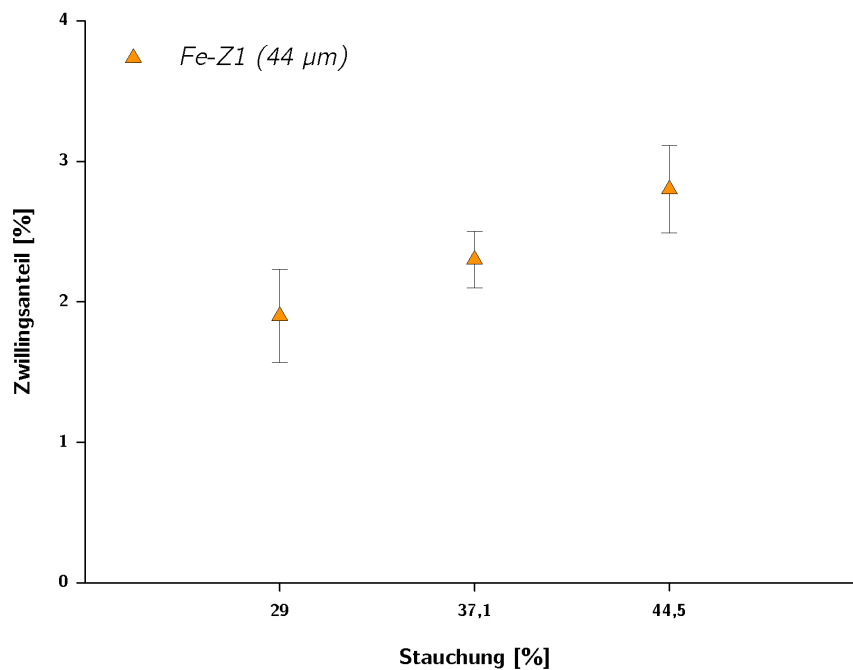


Abb. 5.10: Zwillinganteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung nach schlagartiger Belastung bei 20 °C; gezeigt sind die Ergebnisse für Fe-Z1 (44 µm Korngröße)

Stauchversuche an Fe-Z1 bei  $-196\text{ °C}$  zeigen ein gleiches Verhalten, wenngleich die Ausbildung der Stauchkegel weniger stark ausgeprägt sind. Die ermittelten Zwillingsanteile zeigt Abbildung 5.11. Nach 23 % Stauchung beträgt der ermittelte Zwillingsanteil 2,5 %. Mit Anstieg der Stauchung auf 36 % beträgt der Zwillingsanteils ebenfalls 2,5 % im Mittelwert. Nach 42 % Stauchung kann ein Anstieg auf 2,7 % ermittelt werden. Die Versuche zeigen, dass schlagartige Belastungen in Verbindung mit gleichzeitig auftretender Stauchung keine offensichtliche Behinderung der Zwillingsbildung darstellt.

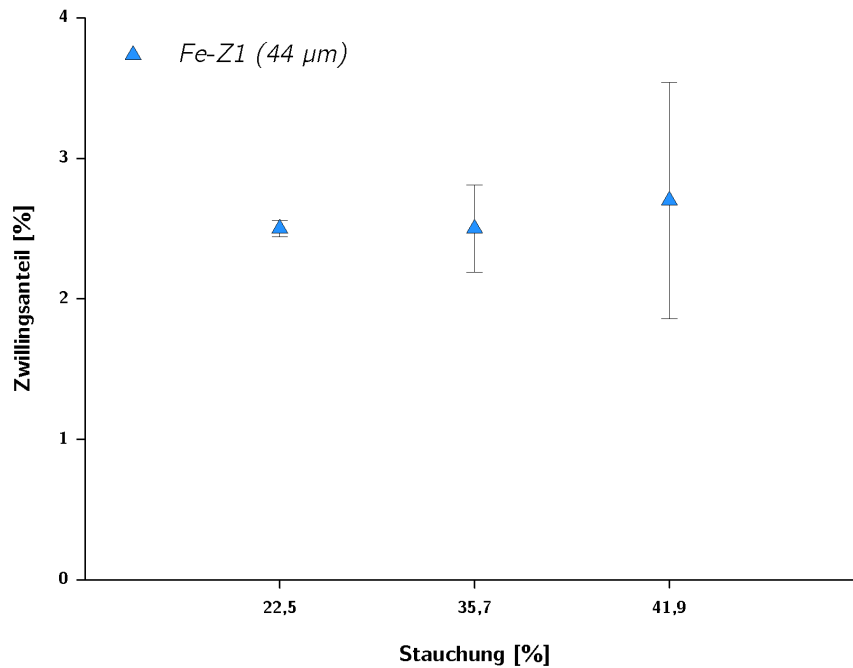


Abb. 5.11: Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung nach schlagartiger Belastung bei  $-196\text{ °C}$ ; gezeigt sind die Ergebnisse für Fe-Z1 ( $44\text{ }\mu\text{m}$  Korngröße)

Stauchversuche bei gleichen Dehnraten ( $\dot{\epsilon} = 10^4\text{ s}^{-1}$ ) an Fe-Z2 zeigen ein ähnliches Werkstoffverhalten. Infolge der schlagartigen Belastung kommt es zu heterogener Verformung im Werkstoff, weshalb auch für diese Proben die Quantifizierung nur im Randbereich erfolgt. Die Ergebnisse der Quantifizierung zeigt Abbildung 5.12. Eine Belastung bei  $20\text{ °C}$  resultiert nach 27 % Stauchung in einem Zwillingsanteil von 5,2 %. Für 40 % Stauchung steigt dieser Anteil auf 6,4 % und für 48 % Stauchung auf 6,3 %. Einen ähnlichen Trend ist für schlagartige Belastungen in Verbindung mit Stauchung ( $-196\text{ °C}$ ) beobachtbar. Eine Stauchung von 21 % führt zu einem Zwillingsanteil von 4,6 %, 37 % Stauchung zu einem Zwillingsanteil 6,0 % und 41 % Stauchung zu einem Anteil von 6,1 %. Ähnlich den Ergebnissen von Fe-Z1 ist eine geringe Zunahme der Zwillingsanzahl mit steigender Stauchung zu beobachten. Ein ausgeprägter Effekt ist jedoch nicht erkennbar, da bei hohen Stauchungen, die Zwillingsanzahl in einigen Proben wieder abnimmt. Zudem ist nochmals darauf hingewiesen, dass die Gesamtstauchung nicht der lokalen Stauchung im Bereich der Zwillingsbildung entspricht.

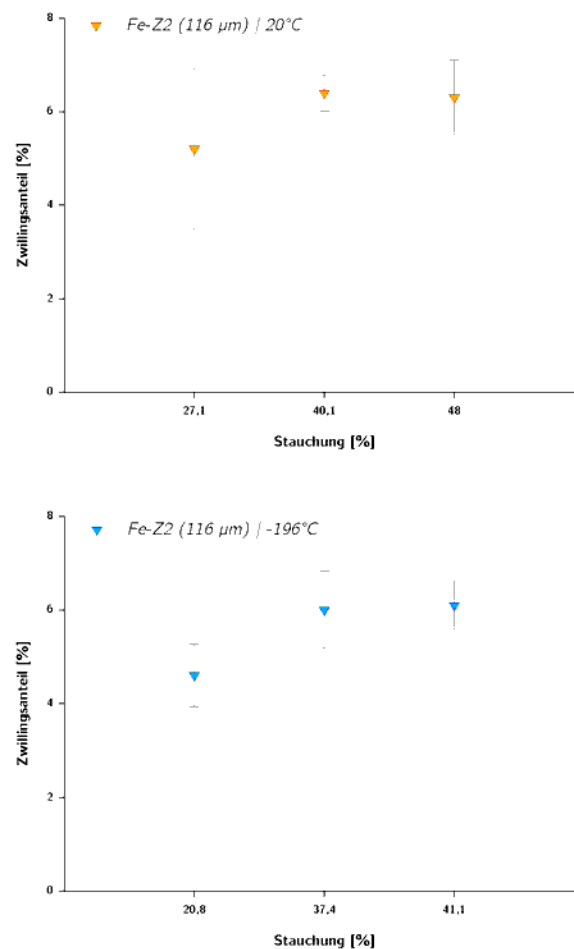


Abb. 5.12: Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung nach schlagartiger Belastung; gezeigt sind die Ergebnisse für Eisen im Zustand 2 nach Belastung bei 20 °C und -196 °C

Im Vergleich zu den schlagartigen Belastungen erfolgten Untersuchungen zum Einfluss der Stauchung ebenfalls bei geringeren Dehnraten ( $\dot{\epsilon} = 10^0 s^{-1}$ ). In Abbildung 5.13 sind exemplarisch lichtmikroskopische Übersichtsaufnahmen von Fe-Z1 nach quasistatischer Belastung mit verschiedenen Stauchungen gezeigt.

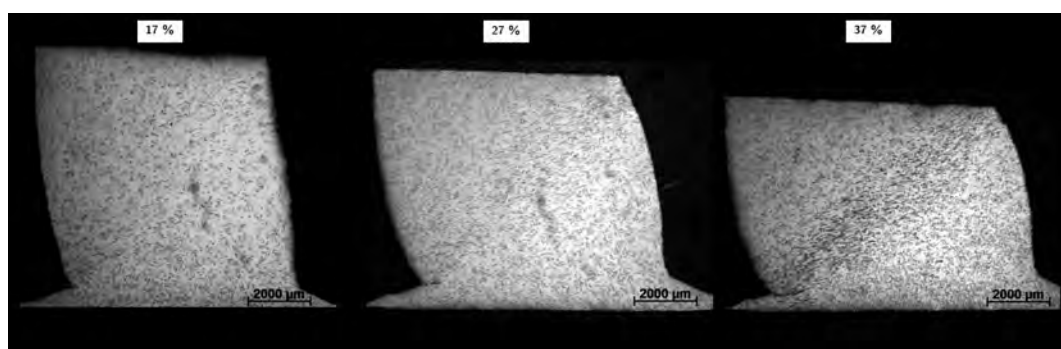


Abb. 5.13: Lichtmikroskopische Aufnahme von Fe-Z1 nach quasistatischer Belastung mit einer Dehnrates von  $10^0 s^{-1}$  in Abhängigkeit verschiedener Stauchungen (17 %, 27 % und 37 %); gezeigt sind Übersichtsaufnahmen der verformten Proben mit erkennbarer, heterogener Verformung infolge der Stauchversuche



Detailaufnahmen der jeweiligen Probenbereiche (Randbereich und Kernbereich) sind in Abbildung 5.14 gezeigt. Dargestellt sind für jeden Zustand Aufnahmen im Randbereich (a) - c)) und im Kernbereich (d) - f)). Die heterogene Verformung ist zwar geringer ausgeprägt als nach schlagartiger Belastung, aber dennoch in den Aufnahmen zu erkennen.

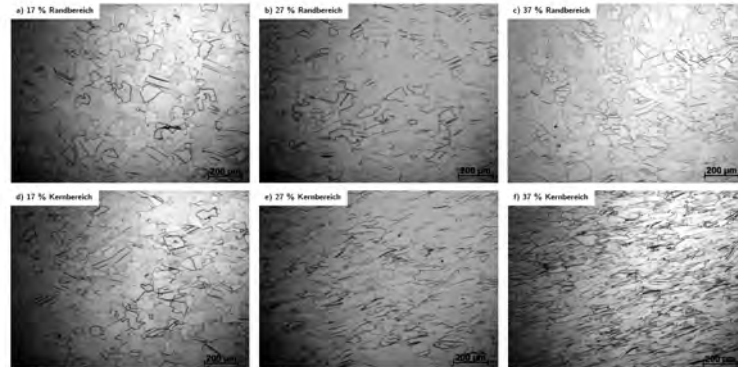


Abb. 5.14: Lichtmikroskopische Detailaufnahmen von Fe-Z1 nach quasistatischer Belastung mit einer Dehnrates von  $10^0 s^{-1}$  in Abhängigkeit verschiedener Stauchungen (17 %, 27 % und 37 %); gezeigt sind heterogene Verformung infolge der Ausbildung von Druckkegeln

Für Fe-Z1 beträgt der Zwillingsanteil nach 18 % Stauchung 1,4 %. Nach 28 % Stauchung liegt der Zwillingsanteil bei 1,6 % und nach 37 % Stauchung bei 1,8 %. Zwar nimmt der Zwillingsanteil mit zunehmender Stauchung zu, dennoch ist diese Zunahme sehr gering ausgeprägt. Zudem kann durch die Streuung der Messwerte (vorallem für 18 %) keine valide Aussage getätigt werden. Für Fe-Z2 ist darüber hinaus ein negativer Einfluss der Stauchung auf die Zwillingsbildung zu beobachten. Eine Stauchung von 17 % führt zu einem Zwillingsanteil von 3,1 %. Eine Stauchung um 27 % führt zu 2,8 % Zwillingsanteil, eine Stauchung um 37 % zu 1,9 % Zwillingsanteil. Abbildung 5.15 zeigt die ermittelten Verläufe zum Einfluss der Stauchung bei geringen Dehnrates.

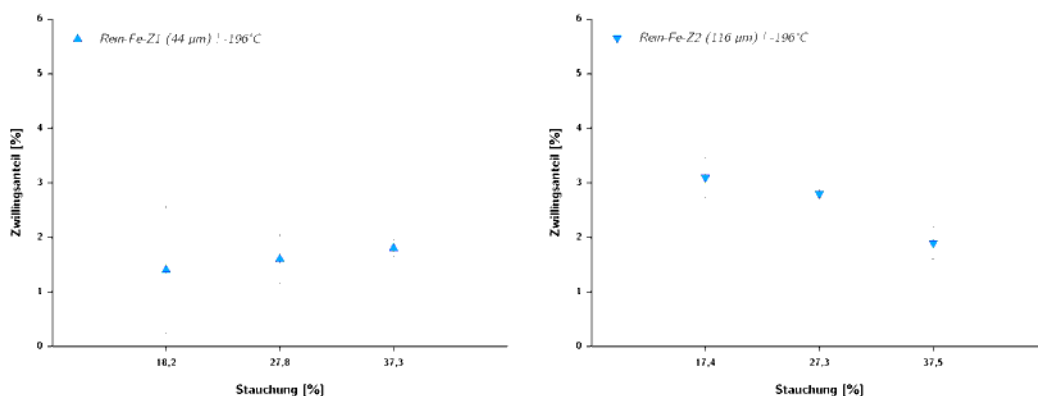


Abb. 5.15: Zwillingsanteil in Eisen in Abhängigkeit der Stauchung nach schlagartiger Belastung; gezeigt sind die Ergebnisse für Eisen im Zustand 2 nach Belastung bei 20 °C und -196 °C

Die Änderung der Stauchung beeinflusst zwar die Zwillingsbildung, ist jedoch vergleichsweise schwach ausgeprägt. Einerseits erschweren Schwankungen in den Ergebnissen eine genauere Interpretation des

Bildungsverhaltens, wodurch Rückschlüsse auf die tatsächliche Wirkung der Stauchung nicht vollständig möglich sind. Zudem variiert der Einfluss der Stauchung für verschiedene Stauchgeschwindigkeiten. Im Fall von schlagartiger Verformung deutet sich ein begünstigender Effekt an, wohingegen für quasistatische Versuche dieser nicht zu erkennen ist und teilweise sogar negativ auf die Zwillingsbildung wirkt. Denkbar ist, dass mit steigender Stauchung die Belastung im Werkstoff steigt. Die Folge ist die Zunahme bereits erwähnter Spannungskonzentrationen, welche wiederum Zwillingsbildung bewirken. Im Gegenzug wird auch die Versetzungsdichte mit steigender Stauchung zunehmen. Dies kann zwar zu weiteren Spannungskonzentrationen führen, jedoch auch zu Lasten der Zwillingsbildung wirken. Dem Einfluss der Versetzungsdichte ist daher der Abschnitt 5.2.3 gewidmet.

## 5.2 Innere Einflussgrößen der Zwillingsbildung

### 5.2.1 Einfluss der Korngröße

Wie bereits in Kapitel 2.2 erläutert, besteht eine Abhängigkeit zwischen Zwillingsbildung und Korngröße, welche unter Verwendung der HALL-PETCH Beziehung beschrieben werden kann [49], siehe Gleichung 2.2. Für die Zwillingsbildung erstmalig erwähnt wurde dieser Zusammenhang von ARMSTRONG UND WORTHINGTON [48] und nachfolgend durch LÖHE UND VÖHRINGER [111] für Eisen bestätigt. Eine ausführliche Beschreibung des Einflusses der Korngröße auf die Bildungsspannung lieferte MEYERS ET AL. [20]. Bislang nicht bekannt war eine quantitative Ermittlung der Zwillingshäufigkeit in Abhängigkeit der Korngröße. Die Ergebnisse der dazu durchgeführten Untersuchungen sind nachfolgend gezeigt. Zunächst werden die Ergebnisse von Eisen in den Zuständen Z1 (44  $\mu\text{m}$  Korngröße) und Z2 (116  $\mu\text{m}$  Korngröße) präsentiert. Nach schlagartiger Belastung bei 20 °C ist in allen Proben Zwillingsbildung zu beobachten. Dies zeigen die EBSD-Messungen in Abbildung 5.16. Die Quantifizierung des Zwillingsanteils, ebenfalls in Abbildung 5.16 dargestellt, ergibt für Fe-Z1 einen mittleren Anteil an Zwillingen von 3,1 %. Im Vergleich dazu nimmt mit steigender Korngröße auch der Anteil an Zwillingen zu. Für Fe-Z2 beträgt der Zwillingsanteil im Mittel 6,5 %

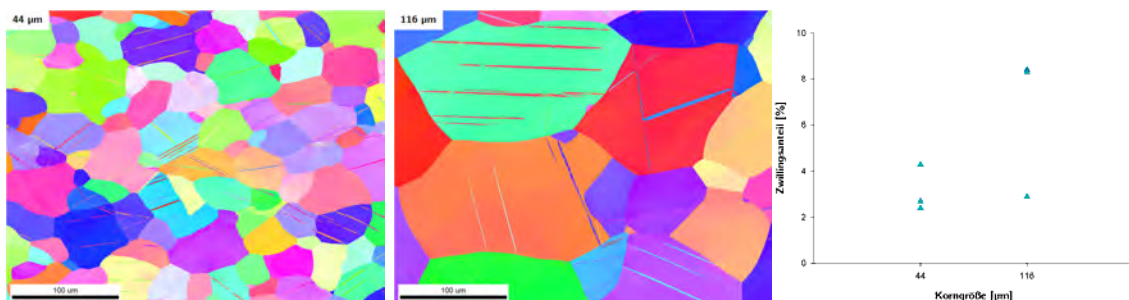


Abb. 5.16: EBSD-Messungen an schlagartig-belastetem Eisen zur Untersuchung der Zwillingsbildung in Abhängigkeit der Korngröße; gezeigt sind die Zustände Z1 (44  $\mu\text{m}$ ) und Z2 (116  $\mu\text{m}$ ) und die quantifizierten Zwillingsanteile nach schlagartiger Belastung

Ergänzend dazu wurden schlagartige Belastungsversuche an Fe-10Al bei 20 °C durchgeführt, um das gezeigte Verhalten der Zwillingsbildung in einem der Legierungssysteme zu überprüfen. Die untersuchten Proben liegen dabei in den Zuständen Z1 (48  $\mu\text{m}$ ), Z2 (140  $\mu\text{m}$ ) und Z3 (1022  $\mu\text{m}$ ) vor. Untersuchungen der schlagartig belasteten Proben mittels EBSD zeigen Zwillingsbildung in allen

drei Zuständen. Exemplarisch zeigt Abbildung 5.17 EBSD-Messungen der drei Zustände. Aus der Quantifizierung der Zwillingsanteile resultiert für Z1 ein mittlerer Anteil von 7,9 %. Für den Zustand Z2 steigt der Anteil auf einen mittleren Wert von 9,1 % und für Z3 auf 10,7 %. Der für Eisen gezeigte Trend in Abbildung 5.16 ist auch für Fe-10Al zu beobachten. Die untersuchte Korngrößeneinfluss zeigt, dass ein feinkörniges Gefüge (48  $\mu\text{m}$ ) zur geringsten Zwillingsanzahl neigt und der Anteil an Zwillingen mit steigender Korngröße (140  $\mu\text{m}$  bzw. 1022  $\mu\text{m}$ ) zunimmt.

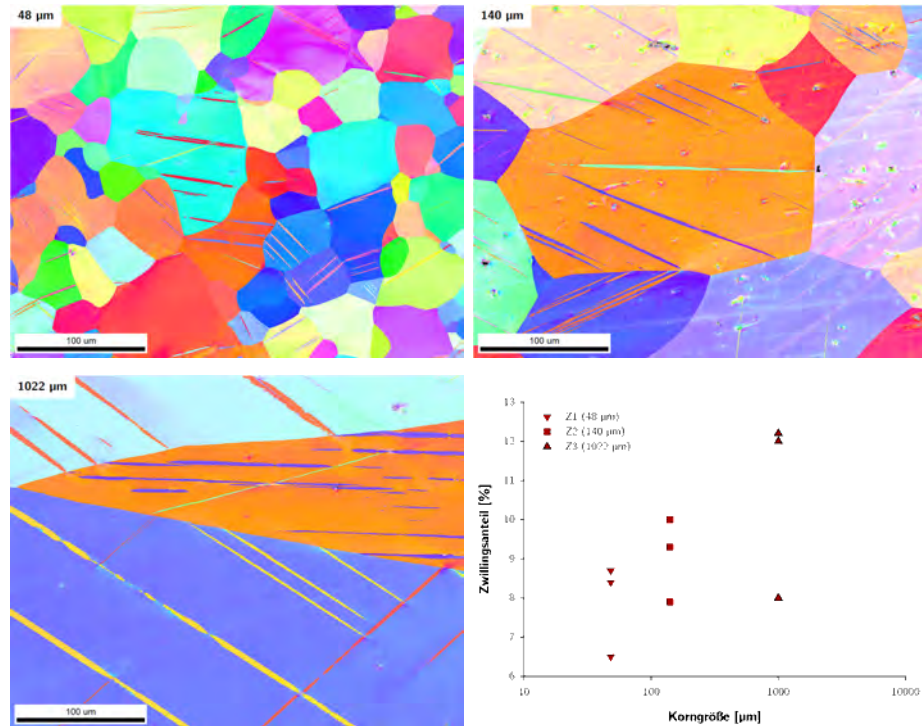


Abb. 5.17: EBSD-Messungen an schlagartig-belastetem Fe-10Al zur Untersuchung der Zwillingsbildung in Abhängigkeit der Korngröße; dargestellt sind die Zustände Z1 (48  $\mu\text{m}$ ), Z2 (140  $\mu\text{m}$ ) und Z3 (1022  $\mu\text{m}$ ) und die quantifizierten Zwillingsanteile nach schlagartiger Belastung

Die vorangegangenen Ergebnisse sind auch in allen anderen Untersuchungen zu beobachten. Eine Zunahme der Zwillingsanteile steht in direktem Verhältnis zum Kornwachstum. Dieses Werkstoffverhalten kann mit der HALL-PETCH Beziehung begründet werden. Die Fließspannung bzw. die Bildungsspannung sowohl für Zwillingsbildung als auch versetzungs-basiertes Gleiten ist unterschiedlich groß. Dennoch ist für beide Verformungsmechanismen ein linearer Anstieg mit zunehmender Korngröße bekannt [50]. Wie Abbildung 2.14 im Abschnitt 2.2 zeigt, ist für kleine Korngrößen bzw. große  $d^{-\frac{1}{2}}$ -Werte Verformung hauptsächlich durch Gleiten gesteuert. Mit Zunahme der Korngröße wird Zwillingsbildung begünstigt. Dies ist ausgedrückt in den unterschiedlichen Steigungen der HALL-PETCH Geraden  $k_T$  und  $k_S$ , wobei  $k_T > k_S$  ist. Dieser Zusammenhang gilt für die meisten Werkstoffe, ist jedoch abhängig von verschiedenen Faktoren wie der Dehnrage, der Temperatur und der Gitterstruktur [20, 112]. Eine mögliche Begründung dieses unterschiedlichen Verhaltens ist die Annahme, dass Zwillingsbildung und Mikroplastizität in direktem Zusammenhang stehen [48]. Somit findet Versetzungsaktivität statt noch bevor makroskopische Verformung durch versetzungs-basiertes Gleiten ermöglicht ist. Diese unterschiedlichen Mechanismen für Mikroplastizität und makroskopische Verformung sind denkbar und stehen auch im Einklang mit den Theorien der versetzungs-basierten Zwillingsbildung.

## 5.2.2 Einfluss der Stapelfehlerenergie

Die bisher gezeigten Ergebnisse umfassen fast ausschließlich die Untersuchung der Zwillingsbildung in Eisen. Jedoch ist bekannt, dass Legierungselemente einen starken Einfluss auf die Zwillingsbildung haben können. Ausführungen dazu beinhaltet Abschnitt 2.2. Zur Untersuchung der Wirkung von Legierungselementen auf kubisch-raumzentriertes Eisen, wurden die Versuche um die Werkstoffe Fe-10Al und Fe-10Cr erweitert. Mittels schlagartiger Belastungsversuche ( $\dot{\epsilon} \approx 10^4 \text{ s}^{-1}$ ) bei 20 °C soll die Zwillingsbildung in diesen Legierungen untersucht und mit Eisen verglichen werden. Die betrachteten Zustände sind Z1 und Z2. Zunächst zeigt Abbildung 5.18 exemplarische EBSD-Messungen der drei Werkstoffe im Zustand Z1 nach Belastung. nach schlagartiger Belastung. Zwillingsbildung kann in allen Proben nachgewiesen werden.

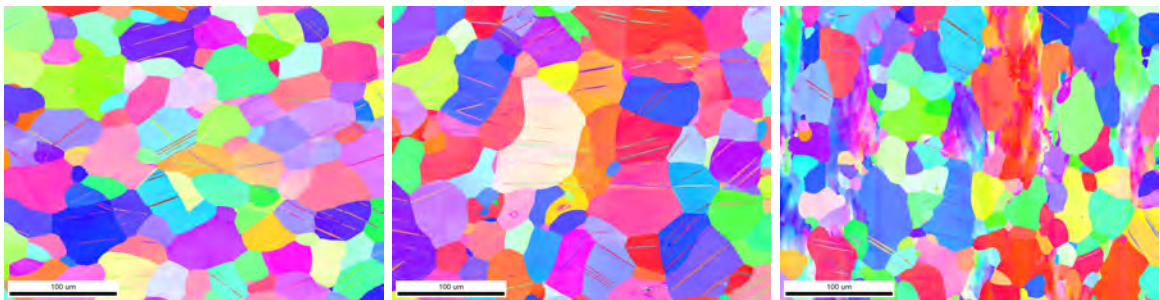


Abb. 5.18: EBSD-Messungen an schlagartig-belasteten Proben aus Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr im Zustand Z1 v.l.n.r.

Die ermittelten Zwillingsanteile sind in Abbildung 5.19 gezeigt. Für Eisen beträgt der mittlere Anteil 3,1 %. Für die Legierung Fe-10Cr liegt der Mittelwert des Zwillingsanteils bei 3,4 % und somit in einem ähnlichen Bereich wie im Eisen. Die Legierung Fe-10Al zeigt hingegen eine deutliche Abweichung mit einem mittleren Zwillingsanteil von 7,9 %.

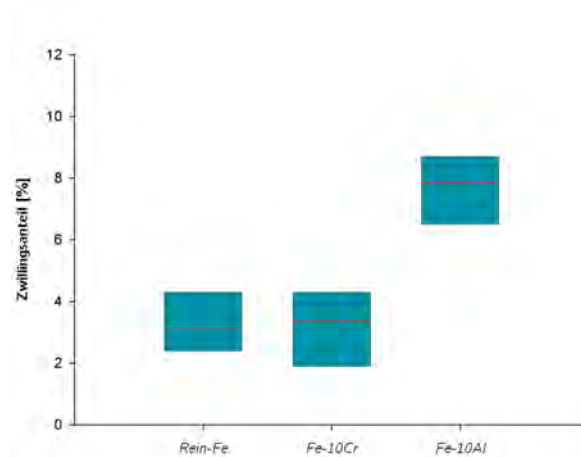


Abb. 5.19: Darstellung der quantifizierten Zwillingsanteile in Abhängigkeit der Stapelfehlerenergie; gezeigt sind die Zwillingsanteile für Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr im Zustand Z1; die rot markierte Linie repräsentiert den Mittelwert der Quantifizierung

EBSD-Messungen nach schlagartiger Belastung an Proben im Zustand 2 zeigt die Abbildung 5.20, wodurch die Zwillingsbildung in allen drei Werkstoffen nachgewiesen wurde.



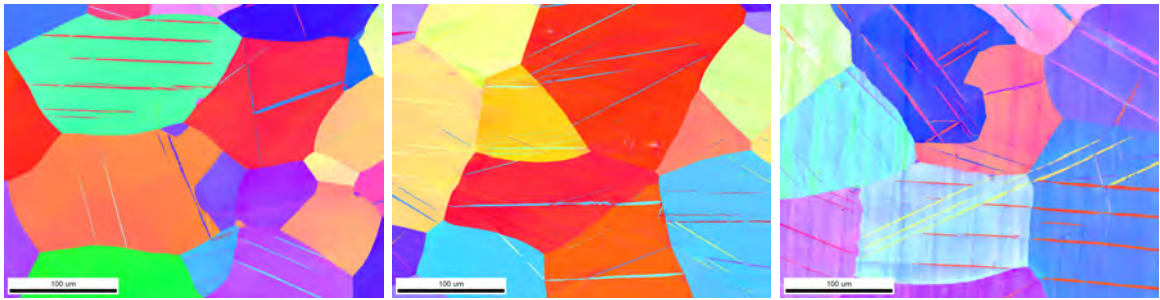


Abb. 5.20: EBSD-Messungen an schlagartig-belasteten Proben aus Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr im Zustand Z2 v.l.n.r.

Die Auswertung des Zwillingsanteils ist in Abbildung 5.21 gezeigt. Für Eisen beträgt dieser 6,5%. Fe-10Cr besitzt einen mittleren Zwillingsanteil von 7,5%. Ähnlich dem Zustand Z1 liegt der ermittelte Zwillingsanteil für Fe-10Al mit im Mittel 9,1% höher als die der anderen beiden Werkstoffe. Der messbare Unterschied des Zwillingsanteils von Z1 auf Z2 für alle drei Werkstoffe ist mit dem in Abschnitt 5.2.1 diskutierten Korngrößeneinfluss zu begründen.

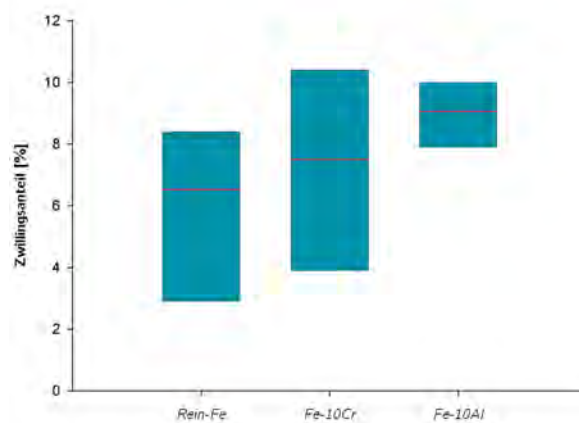


Abb. 5.21: Darstellung der quantifizierten Zwillingsanteile in Abhängigkeit der Stapelfehlenergie; gezeigt sind die Zwillingsanteile für Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr im Zustand Z2; die rot markierte Linie repräsentiert den Mittelwert der Quantifizierung

Die Untersuchungen zeigen, dass beide Legierungen im Vergleich zum Eisen zu einer stärkeren Zwillingsbildung neigen. Dies gilt für beide untersuchte Gefügestände (Z1 und Z2). Ein Vergleich der Zwillingsanteile in Fe-10Al und Fe-10Cr deutet zudem auf einen größeren Einfluss von Aluminium als von Chrom hin. Dieser ist auch in den durchgeführten XRD-Messungen nachweisbar. In Abbildung 5.22 sind röntgenographische Untersuchungen der drei Werkstoffe gezeigt. Dargestellt ist der Winkelbereich von  $50^\circ$  bis  $55^\circ$  mit dem (011) Reflex für jeden der Werkstoffe. Die Messungen offenbaren den Einfluss der Legierungselemente im Eisengitter. Erkennbar ist eine Verschiebung der Reflexlage, welche mit der elastischen Verzerrung des Gitters begründet werden kann. Der Netzebenenabstand des (011) Reflexes im Eisen beträgt 202,68 nm. Mit 10 at.-% Cr verschiebt sich dieser auf 203,05 nm, für 10 at.-% Al auf 203,85 nm. Die in Abschnitt 4.1 beschriebenen XRD-Messungen am Ausgangsmaterial zeigen für beide Legierungen ein einphasiges Gefüge mit kubisch-raumzentrierter Gitterstruktur. Somit ist davon auszugehen, dass die Zwillingsbildung in beiden Legierungen durch das Einbringen von Fremdatomen beeinflusst wird und nicht durch Effekte einer weiteren Phase im Gefüge überlagert ist.

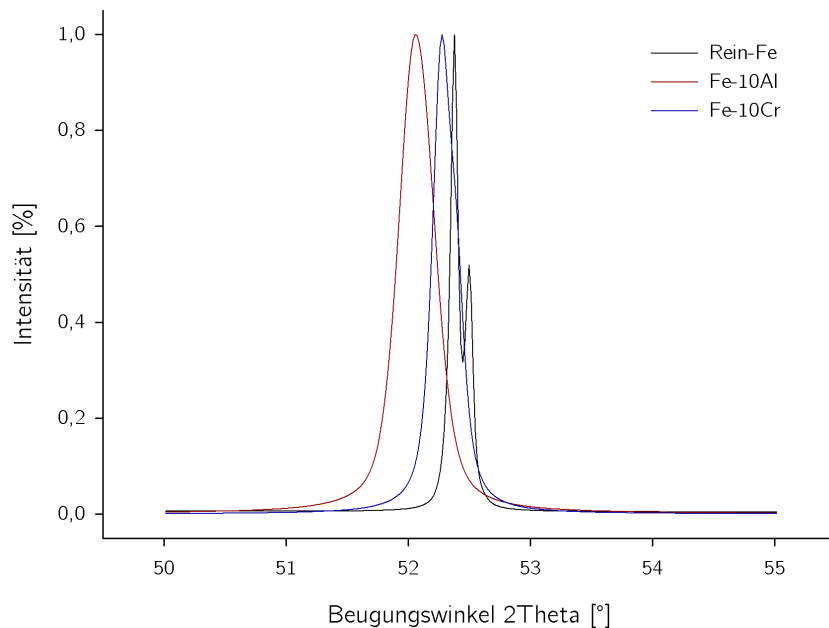


Abb. 5.22: XRD-Messungen der drei Werkstoffe Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr; erkennbar ist die Peakverschiebung durch elastische Gitterverzerrung

Zur Beschreibung des Einflusses von Fremdatomen auf die Zwillingsbildung soll die Stapelfehlerenergie herangezogen werden, analog den TWIP-Stählen mit kfz Gitter [6]. Jedoch offenbart die bekannte Literatur für das kubisch-raumzentrierte Gitter eine andere Ausgangslage. Als einer der ersten beschäftigte sich VITEK mit der Existenz stabiler Stapelfehler im kfz Gitter [69, 113]. Die Arbeiten legen nahe, dass stabile intrinsische Stapelfehler im kfz Gitter nicht wahrscheinlich sind. Selbst die Bildung eines einlagigen Stapelfehlers würde keinen energetischen Vorteile bringen. Diese Tatsache umfasst ebenfalls die für Zwillingsbildung bevorzugte (112) Ebene. Jedoch werden extrinsische Stapelfehler nicht ausgeschlossen, die infolge der Versetzungsaufspaltung gebildet werden und stabil sind. Eine verallgemeinerte Stapelfehlerenergie (generalized stacking fault energy, GSF energy) wurde daher definiert, um die Versetzungsaufspaltung beschreiben zu können. Dieser Ansatz wurde seitdem in einer Vielzahl von computerbasierten Untersuchungen mit verschiedenen Methoden weiterentwickelt [114]. Grundsätzlich ist die Frage zur Existenz von Stapelfehlern im kfz Eisen nicht vollständig geklärt und bedarf einer Vielzahl weiterer Untersuchungen. Für diese Arbeit wichtig ist die Erkenntnis, dass die Bildung stabiler Stapelfehler als unwahrscheinlich gilt, jedoch ein vergleichbarer atomarer Vorgang die Versetzungsaufspaltung und letztlich die Zwillingsbildung auf (112) Ebenen ermöglicht. Neben der grundsätzlichen Frage von Stapelfehlern im kubisch-raumzentrierten Eisen erfordern deren Messung einen hohen experimentellen Aufwand unabhängig von der Gitterstruktur. Die existierende Literatur zu Stapelfehlerenergien der drei reinen Metalle Eisen, Aluminium und Chrom ist daher überschaubar. Für Eisen schwanken die Angaben der Stapelfehlerenergie zwischen  $180 \frac{mJ}{m^2}$  und  $617 \frac{mJ}{m^2}$  [68, 115]. Im Fall von Aluminium beträgt der in der Literatur ermittelte Wert  $166 \frac{mJ}{m^2}$  [115]. Für Chrom konnte hingegen kein valider Wert der SFE ausfindig gemacht werden.

Zusammenfassend kann nicht eindeutig geklärt werden, ob die verbesserte Zwillingsbildung infolge gesenkter Stapelfehlerenergien erfolgt, oder ob die Bildungsspannung durch die elastische Verzerrung der Fremdatome im Gitter geändert ist. Bekannt ist für kfz Kupferlegierungen, dass eine Senkung der

Stapelfehlerenergie die Bildungsspannung von Zwillingen ebenfalls absenkt [116]. Dies führt folglich zu vermehrter Zwillingsbildung. Ob dieser Einfluss auch für kubisch-raumzentriertes Eisen gültig ist oder Gitterverzerrungen die Ursache sind, ist abschließend nicht eindeutig zu klären. Dennoch zeigen die Ergebnisse den begünstigenden Einfluss von Al und Cr auf die Zwillingsbildung, der in einer Zunahme des Zwillingsanteils nachgewiesen werden konnte.

Der anhand der Reflexverschiebung in Abbildung 5.22 identifizierte Einfluss der Legierungselemente Al und Cr auf das Eisengitters, kann zudem mit mechanischer Prüfung bestätigt werden. Abbildung 5.23 zeigt Messungen mit Mikrohärteprüfung (HV 0,05) der drei Ausgangswerkstoffe Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr. Dargestellt sind die Messdaten als Härte-Mapping. Die Mikrohärte von Fe beträgt 108 HV, die von Fe-10Cr 127 HV und die von Fe-10Al 165 HV. Die Unterschiede in der Härte sind zurückzuführen auf die Mischkristallverfestigung infolge der Einlagerung von Al- und Cr-Atomen im Eisengitter [117].

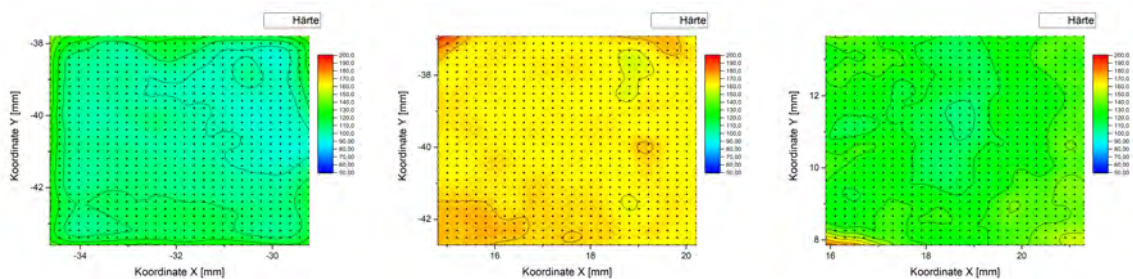


Abb. 5.23: Härtemapping der drei untersuchten Eisenwerkstoffe (Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr v.l.n.r.); die Ergebnisse korrelieren mit der Gitterverzerrung und stehen im Bezug  $HV_{Rein-Fe} < HV_{Fe-10Cr} < HV_{Fe-10Al}$

### 5.2.3 Einfluss der Versetzungsdichte und der Versetzungsinteraktionen

Mit zunehmender plastischer Verformung steigt die Versetzungsdichte im Material infolge der Kaltverfestigung an [12]. Dieser Mechanismus wurde zur Variation der Versetzungsdichte in Eisen genutzt. EBSD Messungen nach Vorbelastung zeigen mit steigender Vorverformung eine ebenfalls zunehmende Verformung im Gefüge. Erkennbar ist die zunehmende Kristallrotation infolge der plastischen Verformung innerhalb der Körner. Abbildung 5.24 zeigt für den Ausgangszustand (0 %) sowie 15 % und 50 % plastisch verformt die kristallographischen Orientierungsverhältnisse aus den EBSD Messungen. Für 0 % sind keine plastischen Verformungen im Gefüge erkennbar. Nach 15 % Vorverformung ist beginnende Verformung durch lokale Kristallrotation zu beobachten. Nach 50 % plastischer Vorverformung zeigt das Gefüge eine vollständige Deformation in Form von Kristallrotation in allen Körnern. Aus den EBSD-Messungen ist zudem eine Bestimmung der Geometrisch Notwendigen Versetzungen (Geometrically Necessary Dislocations, GND) möglich. Die Messung der Versetzungsdichte  $\rho$  erfolgt generell direkt in TEM-Untersuchungen [88] oder indirekt über XRD-Messungen [118]. Jedoch erfordern diese Verfahren einen hohen Messaufwand, weshalb für die Bestimmung der Versetzungsdichte die GND-Dichte aus EBSD Messungen als Referenzwert herangezogen wird. Die Visualisierung der GND der drei untersuchten Zustände ist ebenfalls in Abbildung 5.24 gezeigt. Im Ausgangszustand ist eine homogene Verteilung der GND-Dichte erkennbar. Für die beiden vorverformten Zustände steigt die GND-Dichte entsprechend der gezeigten Kristallrotation an. Für 0 % liegt die GND-Dichte

bei  $62,3 \times 10^{12} m^{-2}$ . Mit zunehmender Vorverformung steigt die GND-Dichte auf  $80,5 \times 10^{12} m^{-2}$  (15 %) bzw.  $208,7 \times 10^{12} m^{-2}$  (50 %).

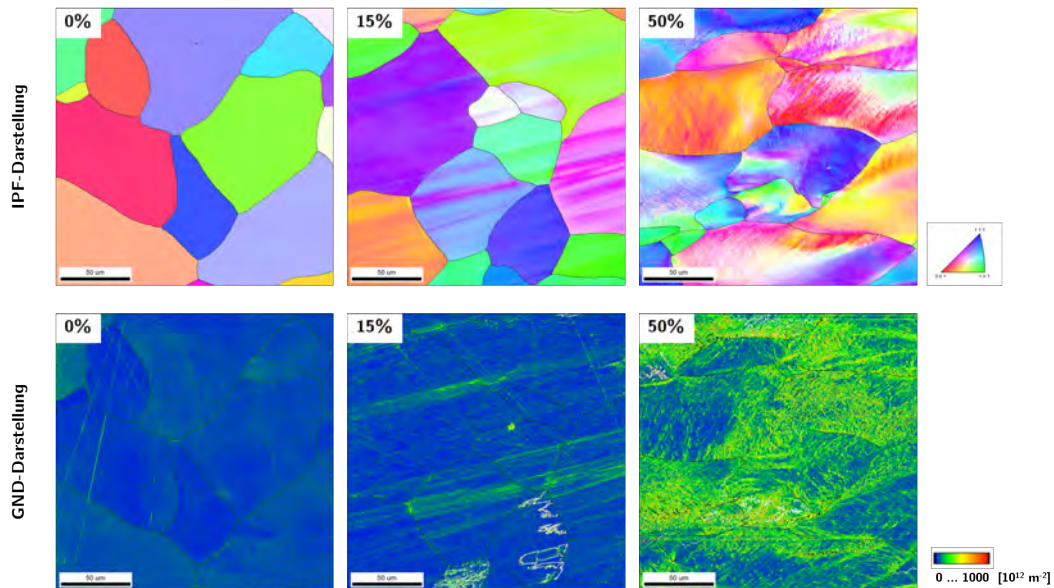


Abb. 5.24: EBSD-Messungen an Eisen nach Vorverformung; gezeigt sind die farblich-kodierte Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse (IPF) sowie die Verteilung der Geometrisch Notwendigen Versetzungen (GND) im unbelasteten Ausgangszustand (0 %) sowie nach 15 % und 50 % plastischer Verformung; die ermittelte GND-Dichte beträgt  $62,3 \times 10^{12} m^{-2}$  für 0 %,  $80,5 \times 10^{12} m^{-2}$  für 15 % und  $208,7 \times 10^{12} m^{-2}$  für 50 % Vorverformung

Diese drei Zustände repräsentieren den Ausgangszustand für die schlagdynamischen Belastungsversuche. Die Ergebnisse der EBSD Untersuchungen zeigt Abbildung 5.25. Nach schlagdynamischer Belastung bei 20 °C zeigen die EBSD Messungen am Ausgangszustand (0 %) vermehrte Zwillingsbildung. In nahezu jedem Korn wurden Zwillinge detektiert. Der ermittelte Flächenanteil an Zwillingen liegt bei durchschnittlich 4,3 %. Im Vergleich dazu zeigen die Messungen am 15 % vorverformten Zustand einen Abfall der Zwillingshäufigkeit. Sowohl die Anzahl an Zwillingen pro Korn als auch die Anzahl an Körnern mit Zwillingen sinkt. Zudem verringert sich scheinbar die Zwillingsbreite im Vergleich zum 0 % Zustand. Weiterhin fällt auf, dass sich nicht alle Zwillinge zwischen zwei Korngrenzen erstrecken. Oftmals beginnen bzw. enden Zwillinge vielmehr in der Mitte eines Kornes. Der Zwillingsanteil liegt bei durchschnittlich 2,3 %. Die Untersuchungen am 50 % vorverformten Zustand bestätigen den Trend der zunehmend erschwerten Zwillingsbildung mit steigender Vorverformung. In einem Großteil der Körner wurden keine Zwillinge detektiert. Nur einige wenige Körner zeigen Zwillinge. Der Anteil an Zwillingen liegt durchschnittlich bei nur noch 0,5 %.

Nach schlagdynamischer Belastung zeigt sich im 0 % Zustand keine signifikante Änderung der GND-Dichte. Wie auch vor der schlagdynamischen Belastung identifiziert, sind lediglich lokale Erhöhungen an Korn- und Zwillingsgrenzen zu beobachten. Der 50 % Zustand zeigt ebenfalls keine Änderung im Vergleich zum Zustand vor schlagdynamischer Belastung. Die durchgeführten Untersuchungen haben zum Ergebnis, dass Vorverformung und Versetzungsdichte direkt korrelieren. Ein Anstieg der Vorverformung bzw. der Versetzungsdichte behindert die Zwillingsbildung.



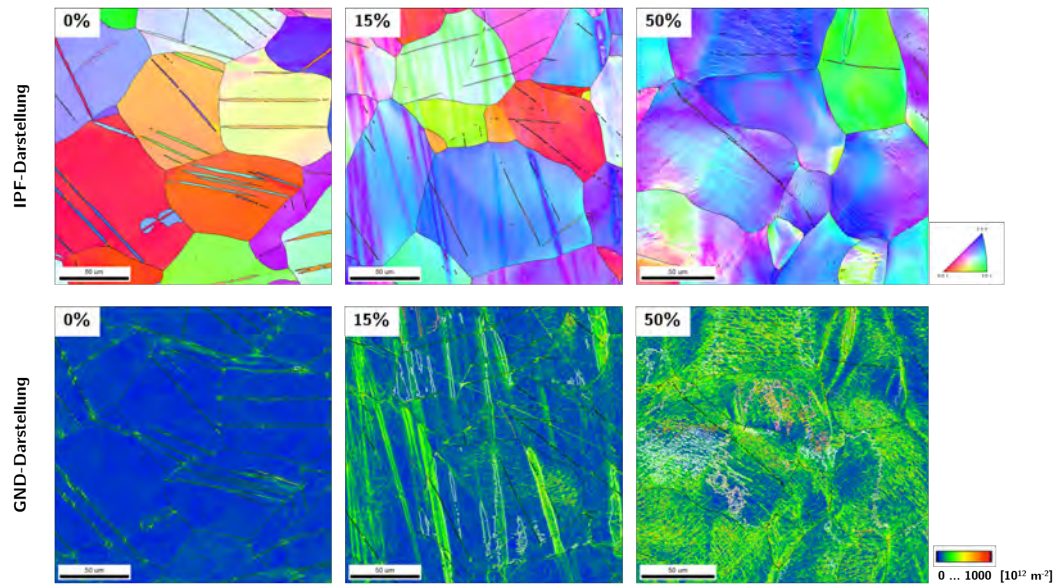


Abb. 5.25: Farblich-kodierte Darstellung der kristallographischen Orientierungsverhältnisse von an Eisen nach 0 % , 15 % und 50 % plastischer Vorverformung und anschließender schlagdynamischer Belastung; die ermittelte GND-Dichte beträgt  $62,3 \times 10^{12} m^{-2}$  für 0 %,  $80,5 \times 10^{12} m^{-2}$  für 15 % und  $208,7 \times 10^{12} m^{-2}$  für 50 % Vorverformung

Wie bereits Abbildung 5.25 präsentiert, bewirkt die ansteigende GND-Dichte eine reduzierte Zwillingsbildung. Die Quantifizierung des Zwillingsausmaßes zeigt Abbildung 5.26.

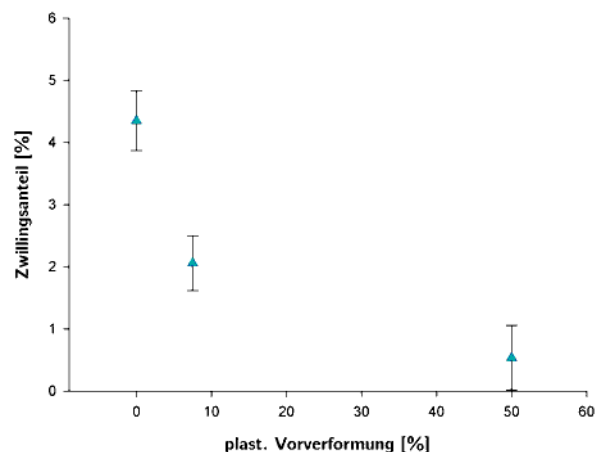


Abb. 5.26: Quantifizierung des Zwillingsanteils in Eisen mit 0 %, 15 % und 50 % plastischer Vorverformung und anschließender schlagdynamischer Belastung; für 0 % Vorverformung beträgt der mittlere Zwillingsanteil 4,3 %, für 15 % sinkt dieser auf 2,3 % und für 50 % auf 0,5 %

Abbildung 5.27 zeigt einen Auszug aus den Beugungsdiagrammen der drei untersuchten Zustände (0 %, 15 % und 50 %) im Winkelbereich zwischen  $52,0^\circ$  und  $53,0^\circ$ . Zu beobachten ist eine asymmetrische Peakverschiebung [89, 90], die auf die eingebrachte plastische Vorverformung zurückgeführt werden kann.

Neben dem Einfluss plastischer Vorverformung auf die Versetzungsdichte sind nachfolgende auch Ergebnisse der Untersuchungen zum Glühdauereinfluss dargestellt. Dazu wurden Proben der Fe-10Cr

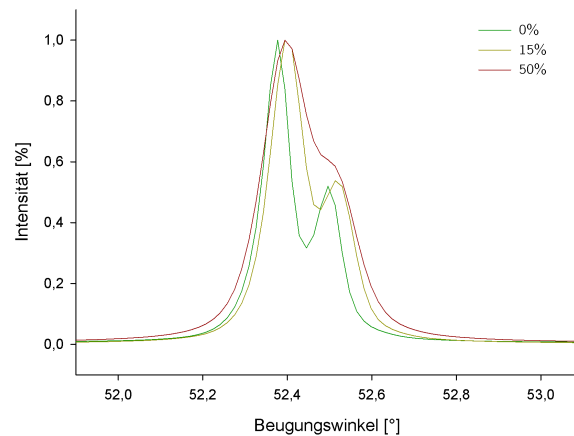


Abb. 5.27: XRD-Messungen an Eisen mit 0 %, 15 % und 50 % Vorverformung

Legierung in verschiedenen Zuständen schlagartig belastet. Zwillingsbildung ist in beiden Zuständen zu sehen, sowohl nach 10 h (Zustand Z2) als auch nach 20 h (Zustand Z3). Exemplarisch zeigt Abbildung 5.28 EBSD-Messungen der beiden Zustände nach Belastung. Die ermittelte GND-Dichte beträgt nach 10 h Glühen  $90,7 \times 10^{12} m^{-2}$ . Nach einer Glühdauer von 20 h sinkt der Wert auf  $48,4 \times 10^{12} m^{-2}$ . Den Verlauf der ermittelten GND bestätigen Untersuchungen PESICKA ET AL. [119]. Für steigende Glühdauern zeigen die Untersuchungen eine Reduzierung der Versetzungsdichte von  $9,40 \times 10^{14} m^{-2}$  im gehärteten Zustand auf  $8,6 \times 10^{13} m^{-2}$  nach 1 h Glühen bzw.  $9,0 \times 10^{12} m^{-2}$  nach 100 h Glühen.

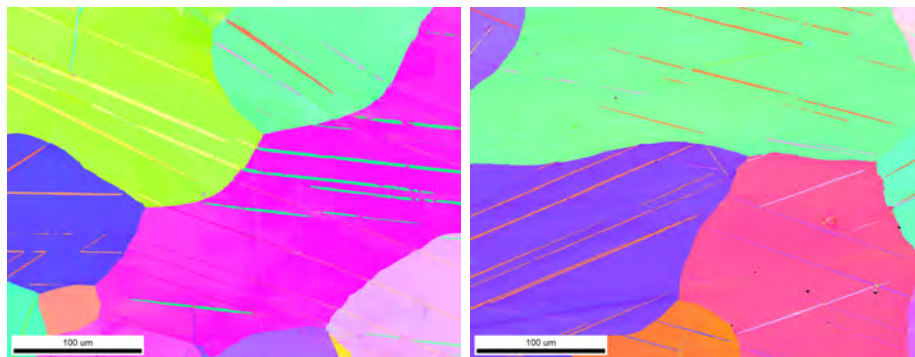


Abb. 5.28: EBSD Messungen an wärmebehandelten Proben aus Fe-10Cr; gezeigt sind die Zustände Z2 und Z3

Die Bestimmung des Zwillingsausmaßes ist in Abbildung 5.29 dargestellt. Nach einer Glühdauer von 10 h beträgt der mittlere Anteil an Zwillingen 7,5 %. Dieser steigt auf 12,3 % im Mittel für 20 h Glühdauer. Die Ergebnisse zeigen, dass die Änderung der Versetzungsdichte infolge thermischer Beanspruchung, ebenfalls einen Einfluss auf die Bildung von Zwillingen hat.

### Molekulardynamische Simulationen der Zwillingsnukleation

Die experimentellen Untersuchungen zeigen den Einfluss der Versetzungsdichte auf die Zwillingsbildung. Sowohl durch verschiedene Vorverformungen (0 %, 15 % und 50 % plastische Verformung) als auch durch unterschiedliche Glühdauern (10 h und 20 h) konnte einen Einfluss auf die Versetzungsdichten (GND-Dichte) erzielt werden. Die Auswirkung auf die Zwillingsbildung ist für beide

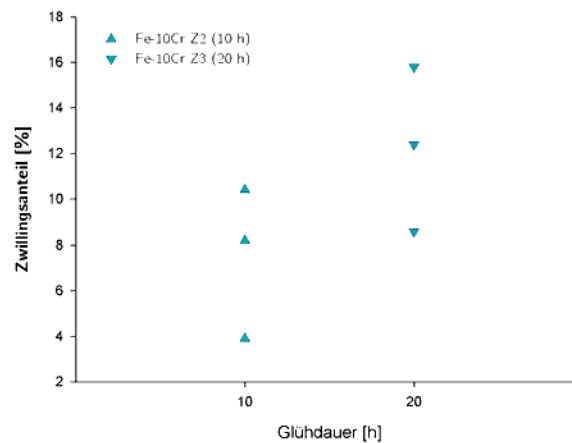


Abb. 5.29: Zwillingsanteil in Abhängigkeit der Glühdauer für Fe-10Cr in den Zuständen Z2 (10 h) und Z3 (20 h); die ermittelte GND-Dichte beträgt nach einer Glühdauer von 10 h  $90,7 \times 10^{12} m^{-2}$  und nach einer Glühdauer von 20 h  $48,4 \times 10^{12} m^{-2}$

Randbedingungen gleich. Mit steigender Versetzungsdichte wird die Zwillingsbildung erschwert. Im Fall der 50 % plastischen Vorverformung wurde Zwillingsbildung fast vollständig unterdrückt. Da die bekannte Literatur zum Einfluss von Versetzungsdichten auf die Zwillingsbildung wenige belastbare Erkenntnisse bringt und zudem die Messung von Versetzungsdichten einen hohen experimentellen Aufwand verlangt, soll zur Verbesserung des Verständnis der grundsätzliche Einfluss von Versetzungen auf die Bildung von Zwillingen untersucht werden. Zudem scheint die Überlagerung von versetzungs-basiertem Gleiten und Zwillingsbildung keinen negativen Einfluss auf die Ausbildung von Zwillingen zu haben. In Untersuchungen mit verschiedenen Stauchung von Eisen tritt mit steigender Stauchung ein zunehmender Zwillingsanteil auf. Zur Umsetzungen von Untersuchungen des Versetzungseinflusses dient die Methode der Molekulardynamischen Simulationen, deren Ergebnisse im Folgenden gezeigt sind.

Nach der zu Beginn durchgeführten Entwicklung und Optimierung des Simulationsaufbaus in *LAMMPS* sowie der genutzten Auswertung der Daten mittels *OVITO*, beschrieben in Abschnitt 4.4, ist nachfolgend ein exemplarischer Simulationsauszug gezeigt. Abbildung 5.30 zeigt ein Simulationsvolumen im Ausgangszustand (Kristallmatrix). Die farbliche Kodierung ist analog der IPF-Farbkodierung der EBSD-Scans. Vor Belastung ist der Kristallbereich verformungsfrei. Infolge der Belastung tritt Zwillingsbildung in der Kristallmatrix ein. Die Übereinstimmung mit dem EBSD-Datensatz, welcher als Vorlage für das konstruierte Simulationsvolumen genutzt wurde, ist sehr hoch.

Auf Grundlage der gezeigten MD-Simulation der Zwillingsbildung, siehe Abbildung 5.30, erfolgen weiterführende Untersuchungen zur Versetzungsaktivität während der Belastung. Die Untersuchungen sollen Aufschluss über Versetzungsaktivitäten und -reaktionen geben. Die daraus abgeleiteten Ergebnisse zeigt Abbildung 5.31. In der Ausgangskonfiguration sind die Atome in einer kristallographischen Orientierung angeordnet (blaue Atome). Zusätzlich ist ein Versetzungsnetzwerk bestehend aus unterschiedlichen partiellen Versetzungen gezeigt (grau). Farblich hervorgehoben ist die  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung (grün). Mit fortschreitender Verformung bewegt sich das Versetzungsnetzwerk samt grün markierter  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung. Bei Überschreitung einer kritischen Spannung erfolgt die Aufspaltung dieser perfekten Versetzung. Der Punkt der Aufspaltung fungiert gleichzeitig als Nukleationskeim der

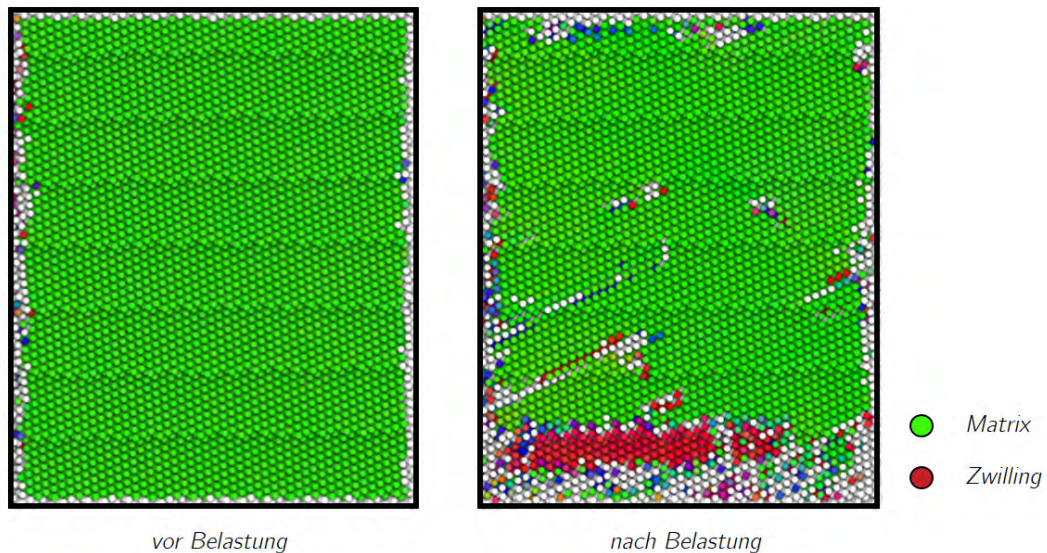


Abb. 5.30: Auszug aus der Simulation als Vergleich zum experimentell ermittelten EBSD-Scan in Abb. 4.12 im unbelasteten Ausgangszustand (links) und nach Belastung (rechts); erkennbar ist die Ausbildung von Zwillingen die eine hohe Übereinstimmung zum realen EBSD-Scan besitzen

Zwillingsbildung. In diesem Bereich klappt das Kristallgitter infolge der Aufspaltung in eine andere kristallographische Orientierung und bildet somit einen Zwillingskeim. Mit fortschreitender Verformung wandert die gesamte Versetzungsfront einschließlich  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  weiter voran. Die Aufspaltung der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung findet weiter statt und somit auch das Umklappen des Kristallgitters. Dadurch wächst der anfängliche Zwillingskeim in die Länge, was in der der Bildung eines Verformungszwillings mit mehreren Atomlagen Dicke endet.

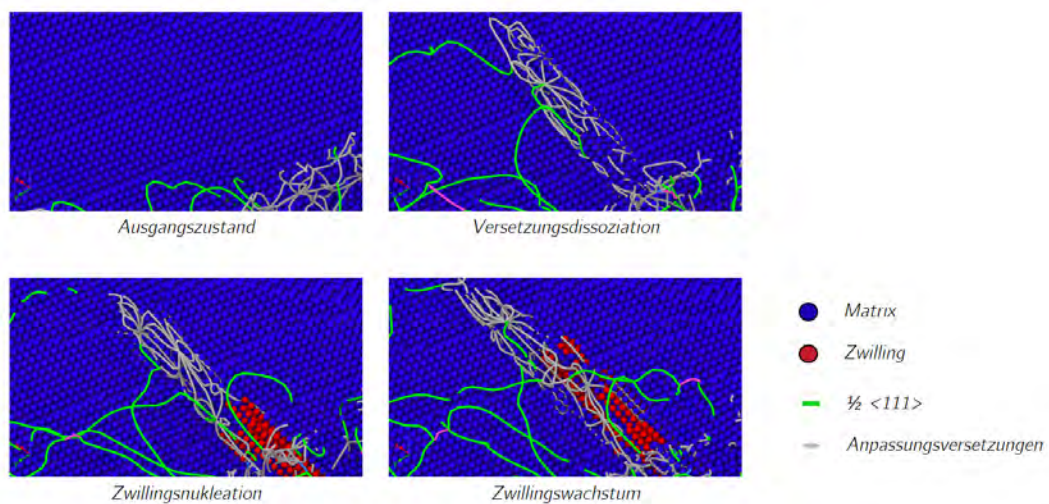


Abb. 5.31: Auszug aus der Simulation der Versetzungsaktivitäten während schlagartiger Belastung; infolge der dynamischen Beanspruchung dissoziiert die  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung und führt zu einer Zwillingsnukleation

Die identifizierte Versetzungsaufspaltung erweist sich als Dissoziation der perfekten  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung in die Partialversetzungen  $\frac{a}{3}\langle 111 \rangle$  und  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$ , gezeigt in Abbildung 5.32. Im Ablauf



dieser Reaktion eilt die Versetzungsdissoziation nicht mehrere Atomabstände voraus, sondern vollzieht sich unmittelbar an der Oberfläche bzw. der Spitze des sich bildenden Zwillings. Die beobachtete Versetzungsreaktion besitzt eine gute Übereinstimmung mit der von SLEESWYK [60] dargelegten Theorie zur Zwillingsnukleation aus Gleichung 2.8:

$$\frac{a}{2}\langle 111 \rangle \longrightarrow \frac{a}{3}\langle 111 \rangle + \frac{a}{6}\langle 111 \rangle$$

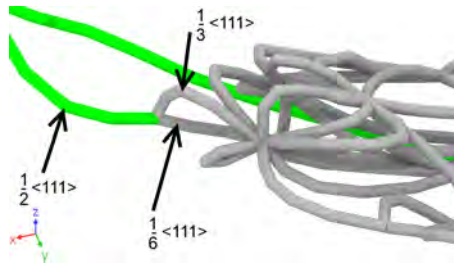


Abb. 5.32: Identifizierte Versetzungsreaktion aus den MD-Simulationen; gezeigt ist eine Versetzungsaufspaltung in folgender Weise:  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle \rightarrow \frac{1}{3}\langle 111 \rangle + \frac{1}{6}\langle 111 \rangle$ ; die Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung zum modifizierten Polmechanismus von SLEESWYK [60]

Die in Abbildung 5.24 und 5.25 gezeigten GND-Darstellungen können auch als Indikator der Versetzungsdichte herangezogen werden. Daraus kann abgeleitet werden, dass die plastische Vorverformung zu einem drastischen Anstieg der Versetzungsdichte führt. Über den Einfluss der Versetzungsdichte auf die Zwillingsdichte wurde bereits eingegangen. Auf Grundlage der bereits erarbeiteten Erkenntnisse aus den gezeigten MD-Simulationen kann dieser Effekt untersucht werden. Dazu wurden Simulationen mit geringer und mit hoher Versetzungsdichte konfiguriert. Die Ergebnisse dieser Untersuchung zeigt Abbildung 5.33. In der Ausgangskonfiguration mit geringer Versetzungsdichte ist infolge der Belastung Zwillingsbildung zu beobachten. Diese erfolgt nach der bereits in Abbildung 5.31 gezeigten Prozedur. Die  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung dissoziiert und bildet einen Nukleationspunkt für einen Zwilling. In der zweiten Konfiguration mit hoher Versetzungsdichte besteht der Kristall bereits aus einer Vielzahl von Anpassungsversetzungen. Die einsetzende Belastung aktiviert ebenfalls die  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung. Diese ist jedoch sofort bzw. nach wenigen Atomabständen von den bereits existierenden Anpassungsversetzungen gepinnt. In der Folge tritt keine Dissoziation und somit keine Zwillingsbildung, wie in den experimentellen Untersuchungen zu beobachten ist (Abbildung 5.25), ein.

Zum besseren Verständnis wird eine Betrachtung der internen Scherspannungen auf die Atome herangezogen. Gleichung 2.9 bildet die Grundlage zur Berechnung der kritischen Schubspannung der Zwillingsbildung. Mit einer Stapelfehlerenergie von  $617 \frac{mJ}{m^2}$  für Eisen entnommen aus [68] und dem Burgersvektor  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  beträgt der Mittelwert der berechneten kritischen Schubspannung 7,94 GPa. Dieser Wert steht in sehr guter Übereinstimmung mit den Untersuchungen von OJHA ET AL. aus denen eine kritische Schubspannung von 7,47 GPa hervorgeht [68]. Die Berechnung erfolgt durch Nutzung der Vergleichsspannung der Gestaltänderungshypothese nach VON MISES [120]. Die nachfolgende Abbildung 5.34 zeigt den Verlauf der Schubspannungen für die beiden Zustände aus Abbildung 5.25. Die Bestimmung der Schubspannung erfolgte dabei unter Betrachtung eines

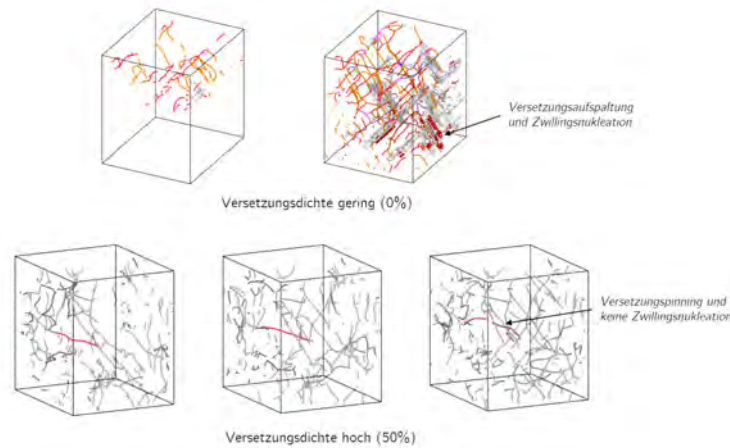


Abb. 5.33: Auszug aus der Simulation der Versetzungsbewegungen während schlagartiger Belastung; eine geringe Versetzungsdichte ermöglicht eine uneingeschränkte Bewegung und Aufspaltung der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung in dessen Folge die Nukleation eines Zwillings zu beobachten ist; eine hohe Versetzungsdichte hingegen pinnt  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung wodurch Dissoziation und Nukleation nicht stattfinden

markierten Atoms über den gesamten Simulationsprozess (siehe dazu Abbildung A.4 im Anhang). Der Zustand ohne vorhandene Versetzungen (0 % plastische Vorverformung) zeigt einen Anstieg der Spannung auf 8,26 GPa zu jenem Zeitpunkt, als die Versetzungsfront das markierte Atom passiert (blaue Kurve). Die Spannung führt zur Dissoziation der  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung und dies wiederum zur Bildung eines Zwillings, in welchem sich das markierte Atom ab dann befindet. Die gleiche Betrachtung unter Berücksichtigung bereits vorhandener Versetzungen (50 % plastische Vorverformung) führt zu einem anderen Verlauf der Schubspannung (rote Kurve). Die Spannung erreicht in diesem Fall einen Maximalwert von 3,47 GPa, wodurch keine Dissoziation und keine Zwillingsbildung stattfindet.

### Elektronenmikroskopische Untersuchungen des Zwillingsmechanismus

Die experimentellen Untersuchungen zum Einfluss der Versetzungsdichte sowie die MD-Simulationen zeigen einen ausgeprägten Zusammenhang zwischen Versetzungsaktivität und Zwillingsbildung. Daher sollen TEM-Untersuchungen unterstützt durch STEM-Studien im REM einen experimentellen Nachweis zum versetzungsbasierten Bildungsmechanismus liefern sowie eine Validierung der MD-Simulationen ermöglichen. Für die TEM-Untersuchungen wurde als Ausgangsmaterial Eisen gewählt, das infolge schlagartiger Belastungen ( $10^4 \text{ s}^{-1}$ ) bei tiefen Temperaturen ( $-196^\circ\text{C}$ ) Zwillinge gebildet hatte. Die Auswahl des Werkstoffes sowie der Belastungsparameter erfolgt mit dem Hintergrund einer Minimierung weiterer metallphysikalischer Effekte wie beispielsweise versetzungs-basiertes Gleiten. Dadurch sollten die Untersuchungen zum Zwillingsmechanismus nicht durch weitere Effekte überlagert werden. Die Fertigung und Präparation der TEM-Lamellen erfolgte unter Nutzung der in Abschnitt 4.3 beschriebenen Geräte und Methoden.

In allen durchgeführten TEM-Untersuchungen ist die Anwesenheit von Versetzungen zu beobachten. Dabei sind vor allem im Zwilling sowie im zwillingsnahen Bereich (Zwillingsgrenze) hohe Versetzungsdichten erkennbar. Abbildung 5.35 zeigt den Ausgangszustand für die TEM-Untersuchungen. Mittels TEM-Untersuchungen kann zunächst bestätigt werden, dass die entstandenen Verformungszwillinge die im Abschnitt 2.2 erläuterte Spiegelsymmetrie entlang der  $\{112\}$  Ebene besitzen. Diese

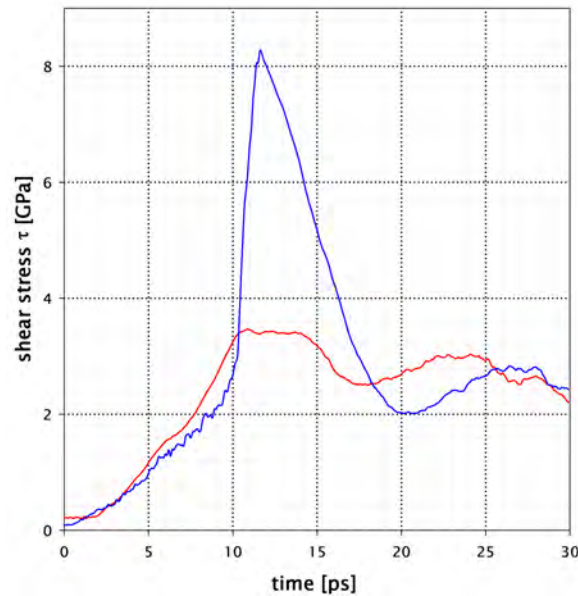


Abb. 5.34: Verlauf der Scherspannung während schlagartiger Belastung; für den unverformten Zustand (0% Vorverformung bzw. geringe Versetzungsdichte) erreicht die Scherspannung einen kritischen Wert, weshalb Versetzungsaufspaltung und Zwillingsbildung stattfinden (blaue Kurve), für einen stark verformten Zustand (50% Vorverformung bzw. hohe Versetzungsdichte) tritt dieser Spannungsanstieg nicht ein, weshalb keine Versetzungsaufspaltung und keine Zwillingsbildung stattfinden (rote Kurve)

kristallographischen Verhältnisse zwischen Matrix und Zwilling können in den TEM-Untersuchungen nachgewiesen werden, siehe Abbildung 5.35.

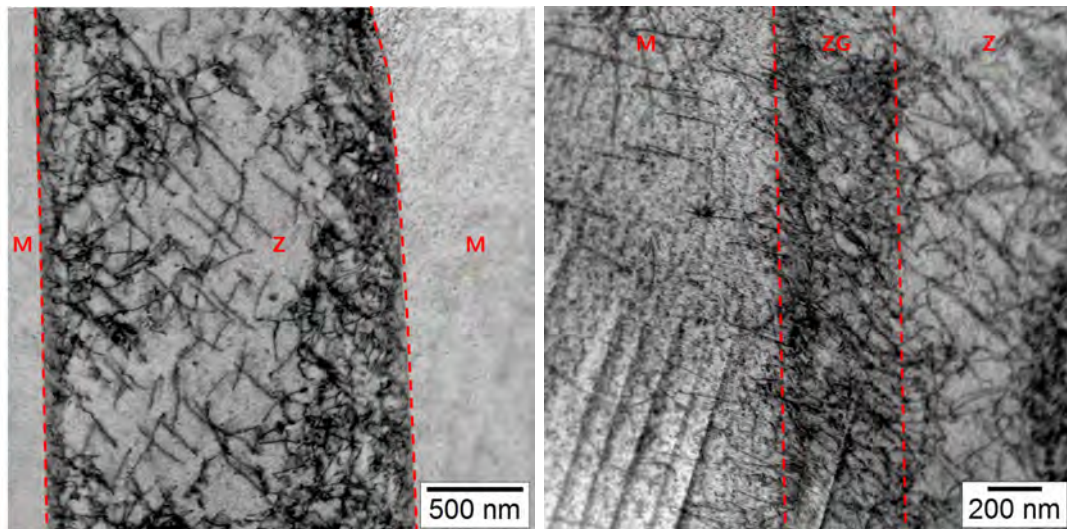


Abb. 5.35: TEM-Hellfeldaufnahmen eines Verformungszwillings in Eisen an FIB-präparierten Lamellen zeigen Verformungszwillinge und Versetzungsstrukturen im Zwilling und an den Zwillingsgrenzen  
links: Übersicht des Verformungszwillings (Z) mit erkennbarem Übergang im Ausgangskristall (M)  
rechts: Nahaufnahme der Zwillingsgrenze (ZG) mit erkennbarem Versetzungsnetzwerk im Übergangsbereich zwischen Kristallmatrix (M) und Verformungszwilling (Z)

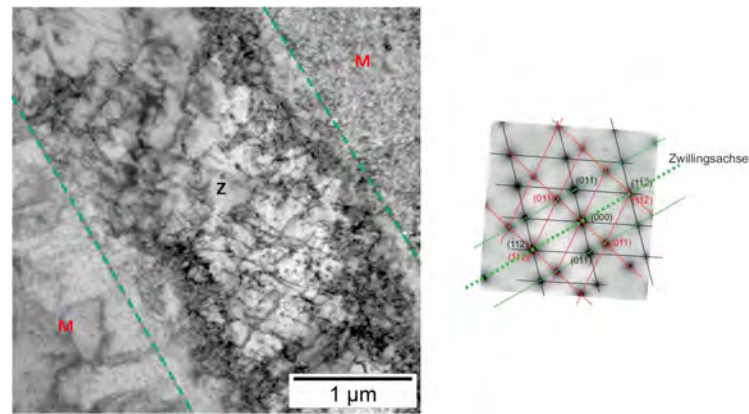


Abb. 5.36: STEM Hellfeld-Aufnahme an FIB-präparierter Lamelle zeigt einen Verformungszwilling sowie Versetzungsstrukturen im Zwillingen und an den Zwillingsgrenzen; die Untersuchungen offenbaren die bekannte Spiegelsymmetrie entlang der (112) Ebene

Die Untersuchungen zum Bildungsmechanismus liefern einen Beitrag zum besseren Verständnis der Zwillingsbildung. Jedoch sind die Ergebnisse der Untersuchungen von weiteren Artefakten überlagert, wodurch eine eindeutige Identifizierung der Versetzungstypen und somit ein Rückschluss auf den Bildungsmechanismus verhindert war. Ein Beispiel dieser Problematik zeigt die Abbildung 5.37. Gezeigt ist ein Mikrozwilling mit wenigen Nanometern Dicke. Die gezeigte Abbildung ist überlagert von Hintergrundsignalen, die wahrscheinlich auf Präparationseffekte sowie auf Mikroausscheidungen im Gefüge zurückgeführt werden können. Dadurch entstehen in der Beugungsabbildung zusätzliche Reflexe, die eine Interpretation der Versetzungstypen unmöglich machen. Aussagen über die versetzungs-basierte Zwillingsbildung sind damit ausgeschlossen.

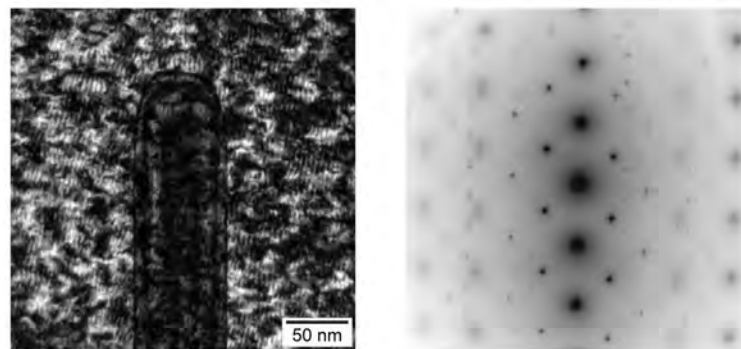


Abb. 5.37: TEM-Aufnahme und Beugungsabbildung eines Mikrozwillings in Eisen; Hintergrundsignale erschweren sowohl die TEM-Abbildung als auch die Beugungsanalyse, wodurch die Bestimmung von Versetzungstypen nicht möglich ist

Grundsätzlich liefert die FIB-Präparation in Kombination mit Ar-Ionenätzung (PIPS) für TEM-Experimente geeignete Lamellen. Die daran durchgeführten TEM-Untersuchungen zeigen ein Versetzungsnetzwerk vor allem nahe der Zwillingsgrenze sowie im Zwilling. Die Zwillingsbildung entlang der {112} Ebene kann bestätigt werden. Die Identifikation des Versetzungstyps zur Ableitung des Bildungsmechanismus ist hingegen nicht realisierbar. Gründe dafür sind vorrangig die in der Mikrostruktur erkennbaren kohärenten Mikroausscheidungen. Diese überlagern die Beugungsabbildungen (Moire-Struktur) und ermöglichen somit keine eindeutige Zuordnung der erhaltenen Reflexe. Weiterhin



führt die hohe Versetzungsdichte zu erschwerten Bedingungen in der Versetzungsuntersuchung.

Auf Grundlage der erzielten Erkenntnisse erfordert eine eindeutige Identifizierung des Versetzungstyps einige Anpassungen in der experimentellen Durchführung, ohne die eine erfolgreiche Untersuchung des Versetzungstyps und somit die Ableitung des Bildungsmechanismus im kubisch-raumzentrierten Eisen nicht möglich ist. Diese umfassen:

- Verbesserung der Materialreinheit: Das verwendete Eisen zeigt in den TEM-Untersuchungen Mikroausscheidungen, das sowohl die Abbildung im Hell- und Dunkelfeld als auch die Beugungsbilder negativ überlagern. Die Zuordnung einzelner Reflexe ist somit nicht möglich. Das verwendete Eisen besitzt einen Eisenanteil von 99,3 wt.-% und somit einen zu hohen Grad an Verunreinigungen. Vermutlich ist eine Reinheit von Eisen von mindestens 99,9 % erforderlich.
- Verformungsfreie Belastung: Die durchgeführte Belastungen der Proben für die entnommenen TEM-Lamellen erfolgt in schlagartiger Belastung mit einer Dehnrates von  $10^4 \text{ s}^{-1}$ . Die dabei auftretende plastische Verformung kann durch die genutzte Probenhalterung auf unter 1 % plastischer Verformung gehalten werden. Zwar ist dieser Anteil für die untersuchten Einflussgrößen vernachlässigbar, jedoch ist diese „quasi verformungsfreie“ Belastung in den TEM-Untersuchungen nachweisbar. Der Anteil dadurch eingebrachter Versetzungen überlagert die Untersuchungen an Zwillingsgrenzen. Dies ist erkennbar im Aufstauen von Versetzungen an den Zwillingsgrenzen, was ein Indiz für Versetzungsbewegung nach Zwillingsentstehung infolge weiterer plastischer Verformung ist. Daher empfiehlt sich eine Änderung der Belastung, womit keine zusätzliche Deformation durch die äußere Belastung eingebracht wird. Dies kann beispielsweise durch pulsartige Beanspruchung mittels Split-Hopkinson-Pressure-Bar erfolgen.
- Reduzierung der Temperatur: Der Einfluss der Temperatur auf die Versetzungsbewegung wurde bereits erwähnt. Mit sinkender Temperatur wird die Beweglichkeit von Versetzungen gehemmt. Daher dienen für die Herstellung der TEM-Lamellen auch bei  $-196 \text{ °C}$  belastete Proben. Trotz dieser tiefen Temperaturen ist eine Versetzungsbewegung, wenn auch eingeschränkt, möglich. Neben dem Gleiten von Versetzungen können diese auch in andere Netzebenen klettern. Auch dies führt zu einer Überlagerung von Versetzungsaktivitäten und somit zu erschwerten TEM-Untersuchungen. Versuche bei niedrigeren Temperaturen, beispielsweise durch Heliumkühlung auf  $-269 \text{ °C}$ , sind dabei denkbar.
- Optimierung der Probenpräparation: Die TEM-Probenpräparation mittels FIB sollte optimiert und vor allem die Lage der Zwillingsgrenze in der Lamelle dabei angepasst werden. Die TEM-Untersuchungen zeigen Wechselwirkungen in der Zwillingsgrenze, welche sowohl Abbildung als auch Beugung überlagern. Weiterhin sollten keine Lamellen sondern Dünnprouben Verwendung finden. Somit auftretende Signale aus dem Untergrund ( $\sim 50 \text{ nm}$ ) beeinflussen die Abbildung und Beugung massiv. Diesen Effekt, hervorgerufen durch Überlagerungen in der Grenzfläche, zeigt Abbildung A.5 im Anhang.

### 5.3 Einordnung der Ergebnisse und Interpretation der Zwillingsbildung

Zum Abschluss dieses Kapitels sind die wichtigsten der bereits gezeigten Ergebnisse nochmals kurz erläutert und im Kontext der Literatur interpretiert. Dies umfasst die experimentell ermittelten Einflüsse auf die Zwillingsbildung, den mittels MD-Simulationen ermittelten Bildungsmechanismus von Zwillingen sowie eine allgemeine Fehlerbetrachtung möglicher Beeinflussungen und Schwankungen der gewonnenen Ergebnisse.

#### Wirkung der Einflussfaktoren auf die Zwillingsbildung

Die Untersuchungen zeigen, dass alle betrachteten Parameter (Temperatur, Dehnrage, Stauchung, Korngröße, Stapelfehlerenergie, Versetzungsdichte) einen Einfluss auf die Zwillingsbildung in kubisch-raumzentriertem Eisen ausüben. Durch die Quantifizierung von lichtmikroskopischen Aufnahmen konnte dieser Einfluss auf den Zwillingsanteil im Gefüge ermittelt werden. Daraus geht hervor, dass Temperatur und Dehnrage einen großen Einfluss auf die Zwillingsbildung haben. Mit sinkender Temperatur und steigender Dehnrage war ein Anstieg der Zwillingsanteile im Gefüge zu beobachten. Dies ist mit einer Zunahme der kritischen Schubspannung für Gleiten zu begründen, der zur Aktivierung der Gleitbewegung notwendig ist. Die kritische Schubspannung für Zwillingsbildung zeigt hingegen einen deutlichen geringeren Anstieg auf Dehnrage und Temperatur. Die hohe PEIERLS Spannung, die Versetzungen zur Überwindung interner Hindernisse überschreiten müssen, übersteigt in diesen Fällen die Bildungsspannung von Verformungszwillingen [36]. Weiterhin sind Effekte wie Gitterschwingung und Phonen-Drage thermisch aktiviert, was eine starke Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrage bedeutet. Diese Abhängigkeiten zeigt Abbildung 5.38, basierend auf Berechnungen nach ZERILLI-ARMSTRONG [20, 121]. Im Resultat wird Versetzungsbewegung energetisch ungünstiger und die Aufspaltung der  $\frac{\sigma}{2}[111]$  dadurch begünstigt. Diese ist als Ausgangspunkt für die Zwillingsbildung durch die in Abschnitt 2.2 genannten Bildungsmechanismen zu betrachten.

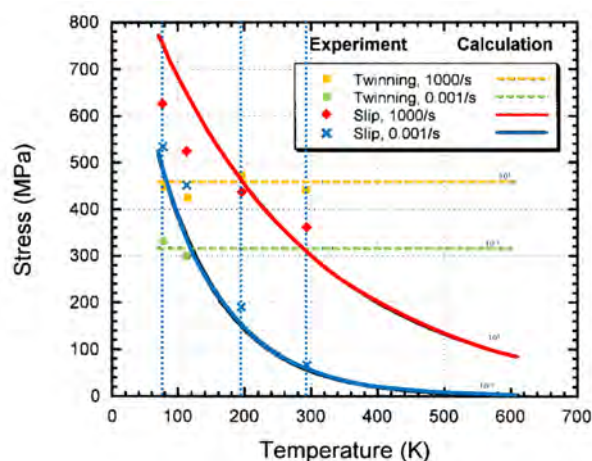


Abb. 5.38: Verlauf der Fließspannung in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrage

Eine zunehmende Stauchung der Proben führt zu gering zunehmender Zwillingsbildung. Dies ist für Fe-Z1 und Fe-Z2 bei 20 °C und -196 °C und nach schlagartiger Belastung zu beobachten. Im Bereich von 20 % bis 50 % Stauchung ist eine Steigerung der Zwillingsanzahl im Trend erkennbar, wenn auch sehr

gering ausgebildet. Die MD-Simulationen zeigen, dass eine hohe Versetzungsdichte zu eingeschränkter bzw. unterdrückter Zwillingsbildung führt. Dies ist im Fall der gestauchten Proben nur bedingt in Übereinstimmung. Am Beispiel von Fe-Z2 ist nach 48 % Stauchung eine heterogene plastische Verformung erkennbar. Diese Erscheinung in Form ausgebildeter Stauchkegel ist für Druckversuche zunächst nicht unüblich und in Abhängigkeit der Stauchung unterschiedlich stark ausgeprägt. Abbildung 5.39 liefert lichtmikroskopische Aufnahmen dazu. Ein Vergleich der beiden Bereiche *a* und *b* zeigt unterschiedliche Morphologien der Zwillinge. Im weniger plastisch verformten Bereich *a* sind Zwillinge als gerade Lamellen erkennbar. Im Bereich *b* ändert sich dies. Die Zwillinge zeigen eine gebogene Form. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass beide Verformungsmechanismen zu unterschiedlichen Zeitpunkten ablaufen. Die Geschwindigkeit einer Schraubenversetzung in der Zwillingsfront wird mit  $2,5 \frac{mm}{\mu s}$  angegeben [122]. Die Bildung durch Versetzungsaufspaltung und Ausbreitung des entstandenen Zwillings wird dem versetzungsbasierten Gleiten vorweg eilen. Sobald plastische Verformung infolge der Stauchung auftritt, sind Zwillinge bereits entstanden und werden folglich verformt. Zudem zeigen die unterschiedlichen Bereiche mit plastischer Verformung, dass der Einfluss der Stauchung wahrscheinlich nur im mittleren Bereich existent ist. Im oberen und unteren Bereich wird die Stauchung geringer sein.

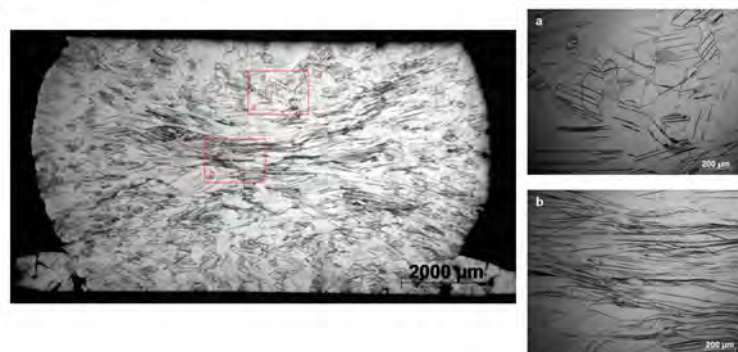


Abb. 5.39: Lichtmikroskopische Aufnahmen von schlagartig belastetem Eisen in Verbindung mit 48 % Stauchung; erkennbar sind unterschiedliche Bereiche plastischer Verformung und daraus resultierend eine unterschiedliche Morphologie an Zwillingen (a) und b)) durch lokal unterschiedliche, nachgelagerte Deformation durch versetzungsbasiertes Gleiten

Besitzt der Werkstoff bereits vor schlagartiger Verformung eine hohe Versetzungsdichte, wird Zwillingsbildung stark eingeschränkt bzw. fast vollständig unterdrückt. Diese zeigen die Versuche mit vorverformten Proben aus Fe-Z1. Die Erhöhung der Versetzungsdichte von  $62,3 \times 10^{12} m^{-2}$  (0 %) auf  $80,5 \times 10^{12} m^{-2}$  (15 %) bzw. auf  $208,7 \times 10^{12} m^{-2}$  (50 %) verringert die Zwillingsanteile im Gefüge. Begleitende MD-Simulationen zeigen, dass dieser Effekt auf Interaktionen von Versetzungen zurückzuführen ist. Der identifizierte Mechanismus der Zwillingsbildung kann nur für geringe Versetzungsdichten erfolgen. Bei hohen Versetzungsdichten ist eine gegenseitige Behinderung von Versetzungen zu erkennen, die die Aufspaltung von Versetzungen und somit die Bildung von Zwillingen erschwert bzw. ganz unterdrückt. Weiterhin zeigt die Korngröße einen ebenfalls starken Einfluss auf die Zwillingsbildung. Durch Steigerung der Korngröße von Größenordnung  $\sim 50 \mu m$  (Z1) auf Größenordnung  $\sim 100 \dots 200 \mu m$  (Z2) ist in allen untersuchten Eisenwerkstoffen (Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr) eine Zunahme der Zwillingsanteile zu erkennen. Mit steigender Korngröße nimmt dieser Effekt weiter zu, gezeigt am Beispiel von Fe-10Al-Z3.

Die Effekte von Temperatur und Korngröße werden zusätzlich verstärkt durch den Einfluss der Stapelfehlerenergie. Eine Klärung ob die Stapelfehlerbildung oder die durch zulegierten erfolgte Gitterverzerrung Ursache ist, kann abschließend nicht gegeben werden. Nichts desto weniger zeigen die Ergebnisse, ähnliche Zwillingsanteile in den Zuständen Fe-Z1 und Fe-10Cr-Z1. Im Vergleich von Eisen-Z2 und Fe-10Cr-Z2 bilden die Cr legierten Proben eine höhere Anzahl an Zwillingen und im Vergleich dazu bewirkt Al eine massive Erhöhung der Zwillingsanteile, sowohl im Zustand Z1 als auch Z2.

Allgemein betrachtet stehen die erzielten Ergebnisse in guter Übereinstimmung mit der bisherigen Literatur. Gezeigt werden kann, dass Zwillingsbildung bereits bei höheren Temperaturen bzw. geringeren Dehnraten auftritt. Daraus geht ebenfalls die enge Verknüpfung von Temperatur und Dehnrate hervor. Stauchungen beeinflussen die Ausbildung von Zwillingen nur in geringem Maße. In Abbildung 5.40 sind die Zwillingsanteile für Eisen in das von MEYERS ET AL. [20] vorhergesagte Diagramm zum Übergang von Gleiten zu Zwillingsbildung eingeordnet.

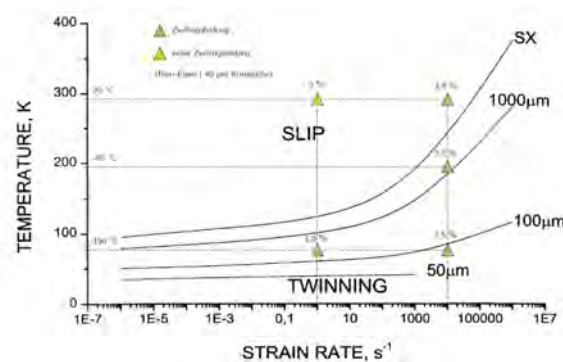


Abb. 5.40: Verlauf der Fließspannung in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrate basierend auf Berechnungen von MEYERS ET AL. mit Einordnung der in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse am Beispiel von Eisen im Zustand Z1

### Rückschluss auf Bildungsmechanismus

Die MD-Simulationen zeigen die Bedeutung von Versetzungen bei der Zwillingsbildung sowie den Effekt von Versetzungsinteraktionen. Der identifizierte Bildungsmechanismus ist in guter Übereinstimmung mit dem Polmechanismus von COTTRELL UND BILBY sowie von SLEESWYK. Die in der Literatur beschriebene Versetzungsreaktion konnte mit Hilfe von MD-Simulationen identifiziert werden. Abbildung 5.41 zeigt einen Vergleich zwischen Theorie und MD-Simulation. Die Ergebnisse führen zur Schlussfolgerung, dass von den beschriebenen, versetzungsbasierten Mechanismen, mit Blick auf die durchgeführten Experimente und Simulationen, nur der Polmechanismus und die Versetzungskernaufspaltung als plausible Bildungsmechanismen in Frage kommen. Bedingt durch die geringe plastische Verformung in einem Großteil der Versuche ist die durch Gleitbewegung initiierte Bildung von Zwillingen als unwahrscheinlich einzustufen. Zudem ist die Ursache lokaler Spannungskonzentrationen zwar wichtig, jedoch nicht als alleinige Ursache anzusehen. Daher sind die Mechanismen der Gleitversetzungsinteraktion sowie der Stufenversetzungsdissoziation ebenfalls nicht als bevorzugter Mechanismus anzusehen.

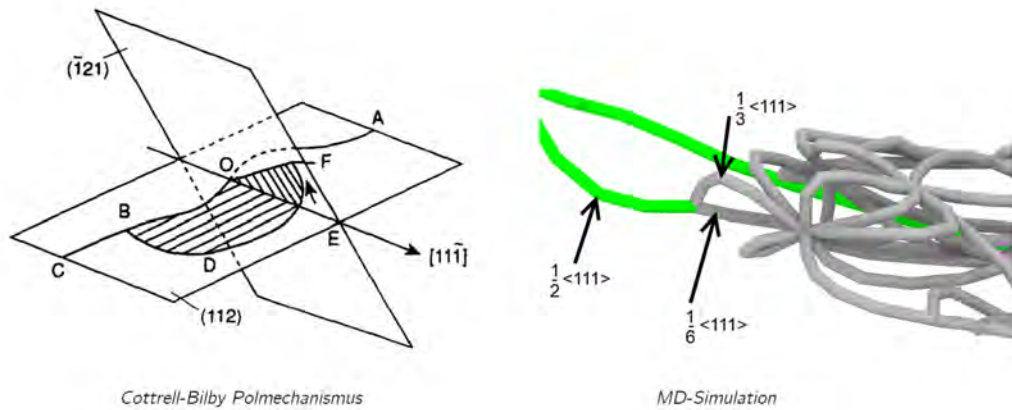


Abb. 5.41: Vergleich zwischen dem in Literatur bekannten Polmechanismus nach COTTRELL UND BILBY sowie SLEESWYK (links) und der in den MD-Simulationen (rechts) identifizierten Versetzungsreaktion; die in der Theorie beschriebene Versetzungsaufspaltung  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle \rightarrow \frac{a}{3}\langle 111 \rangle + \frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  kann in den MD-Simulationen nachgewiesen werden

Auch wenn die Simulationen valide Aussagen zur Zwillingsbildung liefern, sind weitere Untersuchungen zur Validierung der Simulation und zum eindeutigen Nachweis des Polmechanismus notwendig. Daher sind weitere Anpassungen der Simulationen notwendig. Die ergänzend dazu durchgeführten TEM-Untersuchungen liefern grundsätzliche Erkenntnisse zur Spiegelsymmetrie entlang der (112) Ebene und bestätigen die Literatur. Eine Identifizierung der gezeigten Versetzungsstrukturen war jedoch nicht erfolgreich. Die Gründe dafür sind bereits genannt. Dennoch dienen die Erkenntnisse als Grundlage für eine Optimierung der Untersuchungen und somit für weiterführende Studien. Durch Anpassung der verschiedenen Einflussgrößen (Probenmaterial, Belastungsart, TEM-Probenpräparation etc.) ist eine erfolgreiche Bestimmung des Versetzungstyps in und an der Zwillingsgrenze und somit die Identifizierung des bevorzugten Bildungsmechanismus potentiell möglich.

### Fehlerbetrachtung

Zum Abschluss des Kapitels werden die gewonnenen Ergebnisse unter Berücksichtigung der ausgewählten Materialien und Methoden hinsichtlich möglicher systematischer oder zufälliger Fehlern diskutiert. Die verwendeten Materialien (Eisen, Fe-10Al und Fe-10Cr) zeigen mit Blick auf die experimentellen Untersuchungen individuelle Eigenschaften, die bei der Interpretation zu berücksichtigen sind. Für Eisen ergeben sich Herausforderungen in den TEM-Untersuchungen und somit in der Identifizierung des bevorzugten Bildungsmechanismus. Wie bereits erläutert, sind der Grund dafür Mikroausscheidungen im Ausgangsmaterial. Eine Verbesserung der Materialreinheit sowie schockartige Belastung bei tieferen Temperaturen als  $-196^\circ\text{C}$  können die genannten Beeinflussungen minimieren. Besonderheiten bestehen ebenfalls für die Eisenlegierungen Fe-10Al und Fe-10Cr. Im Ausgangsmaterial der Fe-10Al Legierung, das aus einem  $\sim 700\text{ mm}$  langem Stab besteht, sind im Kernbereich teilweise Seigerungen und Risse erkennbar. Abbildung 5.42 zeigt diese Materialinhomogenität, die mit hoher Wahrscheinlichkeit aus dem Walzprozess während der Fertigung stammt. Für schlagartige Belastungen bei Raumtemperatur scheinen die Materialfehler keinen signifikanten Einfluss zu haben. Für gleiche Versuche bei  $-196^\circ\text{C}$  ergeben sich hingegen massive Auswirkungen auf die Zwillingsbildung. Die während der schlagartigen Belastung eingebrachte Energie fließt nicht in die Zwillingsbildung sondern bewirkt eine Aufweitung der vorhandenen Risse im Material und in einigen Fällen einen Bruch der Probe längs



zur Belastungsrichtung. Dies bewirkt einen nachweislichen Einbruch der Zwillingshäufigkeiten. Im Fall der Fe-10Cr Legierung bestehen Materialinhomogenitäten über den Querschliff. Beim Vergleich von Rand- und Kernbereich ist eine unterschiedliche Kornmorphologie erkennbar (Abbildung 5.42). Diese Heterogenität des Korns führt zu einer Vorzugsorientierung im Randbereich. Zwar wurden im Verlauf der experimentellen Untersuchungen weder positive noch negative Beeinflussungen auf die Zwillingsbildung festgestellt, dennoch erfolgte die lichtmikroskopische Quantifizierung ausschließlich im Randbereich der Proben.

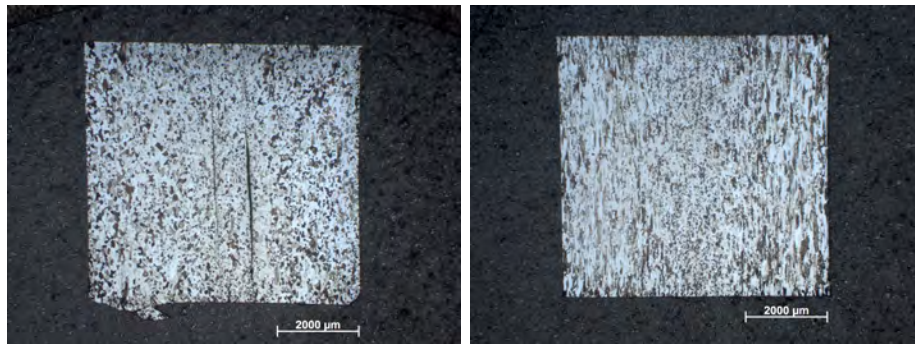


Abb. 5.42: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungen Fe-10Al (links) und Fe-10Cr (rechts) zeigen Materialinhomogenitäten im Ausgangsmaterial; für Fe-10Al sind Risse im mittleren Bereich der Probe zu erkennen und für Fe-10Cr heterogene Korngrößen zwischen Rand und Mitte

Die zur Einstellung der unterschiedlichen Korngrößen durchgeführten Wärmebehandlungen beeinflussen die Zwillingsbildung ebenfalls. Die hohen Temperaturen (1150 °C) und langen Glühdauern bis zu 20 h bewirken neben einer Kornvergrößerung auch immer den Abbau interner Spannungen. Das bedeutet konkret eine Reduzierung der Versetzungsdichte im Werkstoff. Ein Anstieg der Korngröße geht somit sehr häufig mit einer Reduzierung der Versetzungsdichte einher. Es ist davon auszugehen, dass im feinkörnigen Zustand eine höhere Versetzungsdichte vorliegt als in den Zuständen größerer Korngröße. Dies zeigen auch die Ergebnisse aus Abschnitt 5.2.3. Es gilt daher zu berücksichtigen, dass sich die Effekte von Korngröße und Versetzungsdichte mit Hinblick auf die Bildung von Zwillingen überlagern. Eine vollständig separate Betrachtung beider Einflussgrößen ist daher nur unter der Voraussetzung möglich, dass zwei unterschiedliche Korngrößen mit annähernd identischen Versetzungsdichten vorliegen. Die Umsetzung ist sowohl aus thermodynamischer sowie technologischer Sicht äußerst schwierig zu realisieren.

Die Betrachtung des Prüfstands zur schlagartigen Belastung ergibt potentielle Fehlerquellen in der Belastungsgeschwindigkeit sowie Temperierung der Proben. Die genutzten Treibladungen zur Beschleunigung des Bolzens unterliegen herstellungsbedingten Schwankungen. Dies führt zu einer variierenden eingebrachten Energie in die Beschleunigung des Bolzens und somit einer schwankenden Auftreffgeschwindigkeit des Bolzens auf der Probe. Die mittels Hochgeschwindigkeitskamera ermittelte Geschwindigkeit des Bolzens schwankt zwischen  $40 \frac{m}{s}$  und  $60 \frac{m}{s}$ . Diese Angabe bezieht sich jedoch nur auf die Messungen mittels Hochgeschwindigkeitskamera. Da die Parametrisierung des Prüfstandes zur Geschwindigkeitsmessung nicht möglich war, können Abweichungen in der Geschwindigkeit im Einzelfall nicht ausgeschlossen werden. Selbiges gilt für die Temperatur der Proben. Der Kühlzyklus wurde für mehrere Proben durch Messung der Temperatur mittels Thermoelement bestimmt. Dazu wurden Probekörper mit einer Bohrung versehen und mit einem Thermoelement bestückt. Auch

hier ist Parametrisierung der Temperatur nur im Vorfeld an Testproben möglich gewesen. Während schlagartiger Belastungen ist dies nicht möglich, weshalb Schwankungen in der Temperatur der jeweiligen Probe zwar unwahrscheinlich, aber nicht auszuschließen sind.

Die Quantifizierung des Zwillingsausmaßes ist die Grundlage zur Untersuchung der verschiedenen Einflussgrößen. Grundsätzlich muss dabei beachtet werden, dass die Messungen immer nur eine lokale Betrachtung des Gefüges in einer zwei-dimensionalen Fläche sind. Die Ermittlung der Zwillingsanteile aus lichtmikroskopischen Aufnahmen hat sich dabei als geeignetste Methode gezeigt. Zwar unterliegt diese Methode auch verschiedenen Einflüssen, dennoch liefert das Verfahren die zuverlässigsten Ergebnisse. Die Vorgehensweise besteht in der Aufnahme lichtmikroskopischer Abbildungen mit Vergrößerungen, bei denen Zwillinge optisch erkennbar sind. Die alternativ dazu getestete Quantifizierung über EBSD Messungen zeigt Einschränkungen im zu erfassenden Bildausschnitt sowie größere Schwankungen in den ermittelten Zwillingsanteilen. EBSD liefert zwar durch Messung der kristallographischen Orientierungen im Bereich von 100 nm bis 500 nm den genauesten Nachweis von Zwillingen, jedoch zeigen einige Messungen nicht indizierte Zwillinge, die folglich in der Quantifizierung nicht berücksichtigt werden. Zudem ist die Auswertung nur auf wenige hundert Mikrometer in Breite und Länge begrenzt. Umfassende Quantifizierungen erfordern daher eine sehr hohe Anzahl an EBSD-Messungen, die im Vergleich zum lichtmikroskopischen Verfahren deutlich zeit- und kostenintensiver sind. Beim Vergleich der erprobten Verfahren stellt die Quantifizierung über eine lichtmikroskopische Analyse die sicherste Methode dar. Dabei wurden zwei Vorgehensweisen entwickelt, die beide zu validen Ergebnissen führen. Daraus resultierend sind Schwankungen und Ausreißer in den einzelnen experimentellen Studien erkennbar. In Verbindung mit geringer Probenanzahl und Versuchswiederholungen ist die Identifizierung derartiger Messartefakte schwer zu interpretieren. Dennoch zeigen die Ergebnisse für jeden Einflussfaktor einen eindeutigen Einfluss auf die Zwillingshäufigkeit, welche im Einklang mit der Literatur stehen.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Nachfolgend sind die wesentlichen Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen und der Molekular Dynamischen Simulationen zur Bildung von Zwillingen in Eisen und Eisenlegierungen, unter Berücksichtigung der bereits genannten Einflussgrößen, zusammenfassend dargestellt.

- Die Untersuchung des Einfluss von äußeren Faktoren (Temperatur, Dehnrates und Stauchung) und inneren Faktoren (Korngröße, Stapelfehlerenergie, Versetzungsdichte) auf die Bildung von Zwillingen in kubisch-raumzentriertem Eisen zeigt verschiedene Ausprägungen. Für die äußeren Einflussgrößen Temperatur, Dehnrates und Stauchung beruhen die metallphysikalischen Effekte in erster Linie auf der Behinderung von Gleitbewegungen von Versetzungen. Vor allem bei sinkender Temperatur und steigender Dehnrates wird versetzungsbasiertes Gleiten zunehmend inaktiv. Die Folge ist eine Zunahme der Zwillingsanteile im Gefüge. Die inneren Faktoren haben eine andere Wirkung auf die Zwillingsbildung. Eine zunehmende Korngröße bewirkt einen drastischen Anstieg der Zwillingshäufigkeit. Im Vergleich der drei Werkstoffe zeigt sich, dass Fe-10Al am stärksten zur Zwillingsbildung neigt. Eisen und Fe-10Cr zeigen in etwa die gleichen Anteile an Zwillingen nach Belastung. Versetzungsdichten haben einen direkten Einfluss auf die Zwillingsbildung. Unabhängig von mechanischer Vorbelastung oder Wärmebehandlung ist zu erkennen, dass geringe Versetzungsdichten die Zwillingsbildung begünstigen. Ein Anstieg der Versetzungsdichte führt hingegen zur Abnahme der Zwillingsbildung bis hin zum fast vollständigen Unterdrücken.
- Molekuldynamische Simulationen zeigen die Bedeutung von Versetzungen in der Nukleation von Zwillingen. Aus den durchgeführten Simulationen geht hervor, dass der Polmechanismus, beschrieben von COTTRELL UND BILBY sowie SLEESWYK, ein potentieller Bildungsmechanismus ist. Die in der Literatur beschriebene Dissoziation der perfekten  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  Versetzung in eine  $\frac{a}{3}\langle 111 \rangle$  und eine  $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$  Partialversetzung sowie das Quergleiten kann mit Hilfe der Simulationen abgebildet werden. Die Folge dieser Versetzungsreaktion ist die lokale Verschiebung einzelner Atome, was zur Nukleation eines Zwillings führt. Weiterhin können mittels MD-Simulationen die Interaktionen von Versetzungen während der Zwillingsbildung beobachtet werden. Dabei wurden Konfigurationen geringer und hoher Versetzungsdichte untersucht. Die Ergebnisse zeigen, dass eine hohe Veretzungsdichte im Ausgangszustand den identifizierten Bildungsmechanismus blockieren. Die Ergebnisse sind in sehr guter Übereinstimmung mit den experimentellen Versuchen.
- TEM Untersuchungen erfolgten an verzwilligten Lamellen mit dem Hintergrund, einen experimentellen Nachweis der MD-Simulationen zu erbringen. Die Untersuchungen bestätigen eine vermehrte Versetzungsaktivität, die vor allem an der Zwillingsgrenze sowie im Zwilling erkennbar ist. Zwar können die TEM Untersuchungen die Zwillingsbildung in der  $\{112\}$  Ebene bestätigen, Versuche zur Versetzungsidentifikation waren hingegen nicht erfolgreich. Die Gründe dafür sind



vielfältig und im Abschnitt der TEM Untersuchungen näher erläutert. Daraus abgeleitet sind Handlungsanweisungen für künftige TEM Untersuchungen.

### **Ausblick auf fortzuführende Arbeiten**

Die vorliegende Arbeit leistet einen Beitrag zum verbesserten Verständnis der Zwillingsbildung unter Berücksichtigung verschiedener Einflussgrößen. Auf dieser Grundlage sind potentielle Anwendungsgebiete besser einzuschätzen, wobei primär als Funktionswerkstoff und weniger als Konstruktionswerkstoff. Weitere Aufgaben bestehen in der Erweiterung von Untersuchungen zum Einfluss von Korngröße und Stapelfehlerenergie, da insbesondere diese Eigenschaften einen sehr großen Einfluss auf die Zwillingsbildung haben. In Verbindung mit unterschiedlichen Temperaturen und Dehnraten können die gezeigten Einflüsse untersucht und bestätigt werden. Die Ergebnisse zeigen dabei vor allem Potential für die Fe-10Al Legierung. Variationen der Legierungszusammensetzung sowie Berücksichtigung weiterer Legierungskonzepte sind daher ebenfalls anzustreben.

Ebenso ist es sinnvoll, die bereits getätigten Arbeiten zu Verfahren der Zwillingsquantifizierung fortzuführen. Gezeigt werden konnte, dass die lichtmikroskopische Analyse über Dunkelfeldverfahren geeignet ist, auch in anderen werkstofftechnischen Fragestellungen zum Einsatz zu kommen. Eine softwaregestützte Formerkennung sollte dennoch in künftigen Untersuchungen eine Berücksichtigung finden, um subjektive Fehler in der Auswertung zu minimieren und den Durchsatz der Quantifizierung zu erhöhen. Somit können deutlich mehr Gefügeaufnahmen (auch in z-Richtung) ausgewertet werden und eine Überführung der zwei-dimensionalen Betrachtung in eine drei-dimensionale Betrachtung erfolgen. Eine Verbesserung dieser Prozedur ist bspw. durch Integration eines Lernalgorithmus basierend auf künstlicher Intelligenz denkbar.

Weiterführende Arbeiten zum Bildungsmechanismus sind in jedem Fall sinnvoll, da die in dieser Arbeit getätigten Simulationen einen ersten und wichtigen Beitrag dazu leisten. Zur Weiterführung der simulativen Untersuchungen sind Anpassungen der Potentiale, für die Berücksichtigung der Eisenlegierungen (Fe-10Al und Fe-10Cr), sowie der Simulationsvolumen sinnvoll. Letztendlich wird eine eindeutige Identifizierung des Bildungsmechanismus im kubisch-raumzentrierten Eisen nur über experimentelle Untersuchungen mittels TEM möglich sein. Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten TEM-Untersuchungen liefern keine klare Aussage zum vorliegenden, bevorzugten Bildungsmechanismus. Die Gründe dafür sind ausgiebig erläutert. Dennoch bilden die Untersuchungen und deren Erkenntnisse eine breite Grundlage für fortführende TEM-Studien, die einen erfolgreichen Nachweis des Bildungsmechanismus von Zwillingen im kubisch-raumzentrierten Eisen versprechen.

# A Anhang

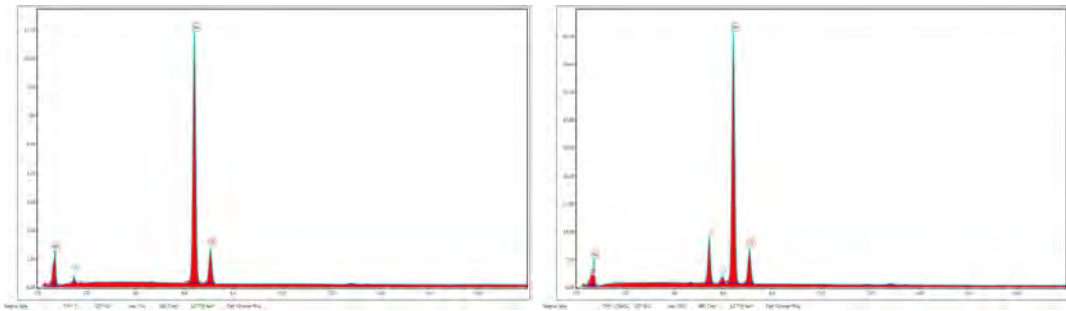


Abb. A.1: EDX-Messungen der beiden Eisenlegierungen Fe-10Al und Fe-10Cr im Ausgangszustand zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung in Ergänzung zu den durchgeführten chemischen Analysen mit AES

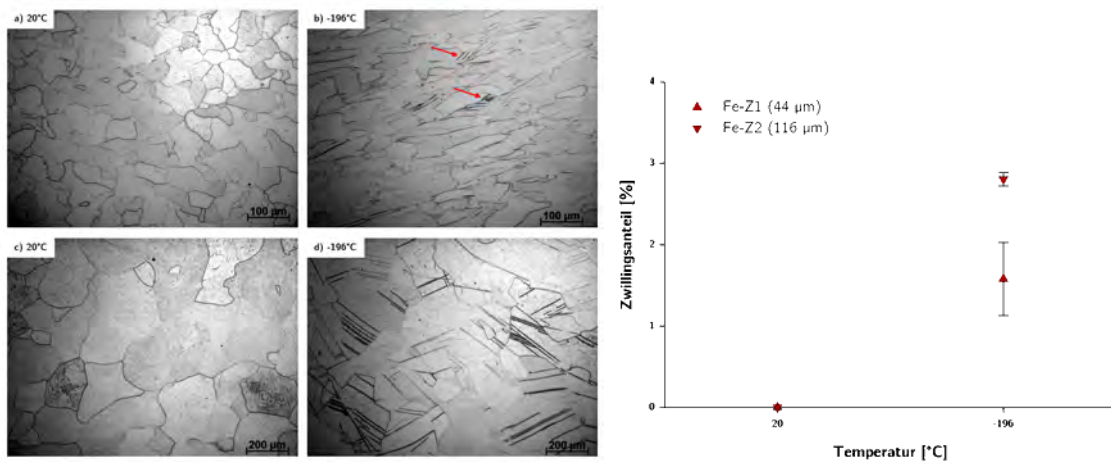


Abb. A.2: Lichtmikroskopische Aufnahme von Fe-Z1 (44 μm) und Fe-Z2 (116 μm) nach quasistatischer Belastung mit einer Dehnrage von  $10^0 s^{-1}$  für a) und b) 20°C bzw. c) und d) -196°C. Weiterhin ist der Zwillingsanteil der beiden untersuchten Zustände gezeigt. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen nach Belastung bei 20°C in keinem der beiden Zustände erkennbare Zwillingsbildung. Erst die Belastung bei -196°C führt zu Zwillingsbildung im Gefüge. Die ermittelten Zwillingsanteile betragen im Mittelwert für Fe-Z1 1,6% und für Fe-Z2 2,8%.

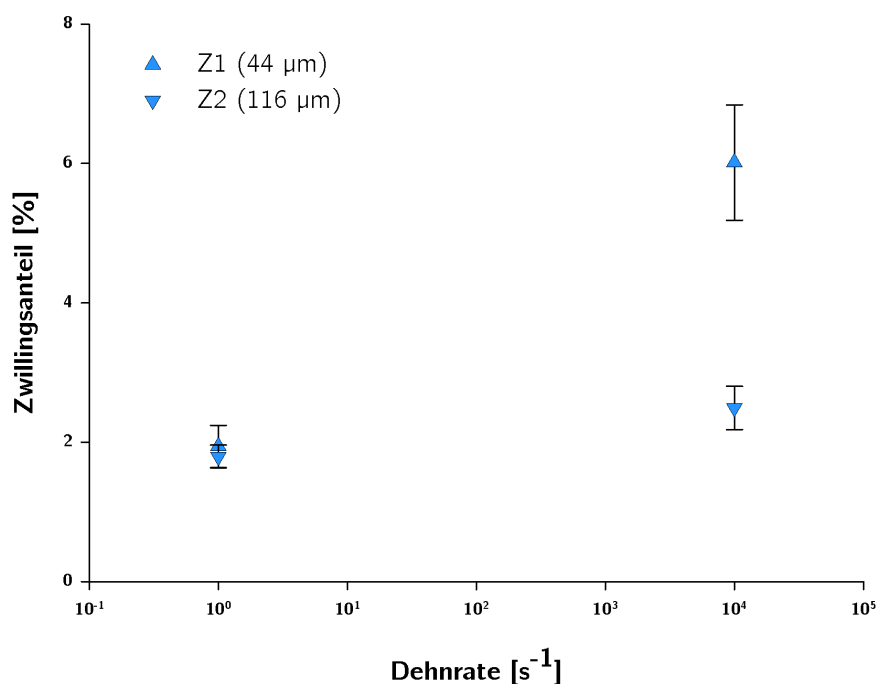


Abb. A.3: Ermittelte Zwillinganteile in Eisen in Abhängigkeit der Dehnrates ( $10^0 s^{-1}$  und  $10^4 s^{-1}$ ) nach Belastung bei  $-196\text{ °C}$ . Für Fe-Z1 beträgt bei  $\dot{\epsilon} \sim 10^0 s^{-1}$  der Zwillinganteil 1,8%, mit Erhöhung der Dehnrates auf  $\dot{\epsilon} \sim 10^4 s^{-1}$  steigt der Zwillinganteil auf 2,5%. Für Fe-Z2 beträgt der Zwillinganteil nach Belastung bei  $\dot{\epsilon} \sim 10^0 s^{-1}$  1,9% und nach  $\dot{\epsilon} \sim 10^4 s^{-1}$  6,0%. Eine Erhöhung der Dehnrates führt in beiden Zuständen zu vermehrter Zwillingbildung und bestätigt den bereits gezeigten Trend für die Untersuchungen bei  $20\text{ °C}$

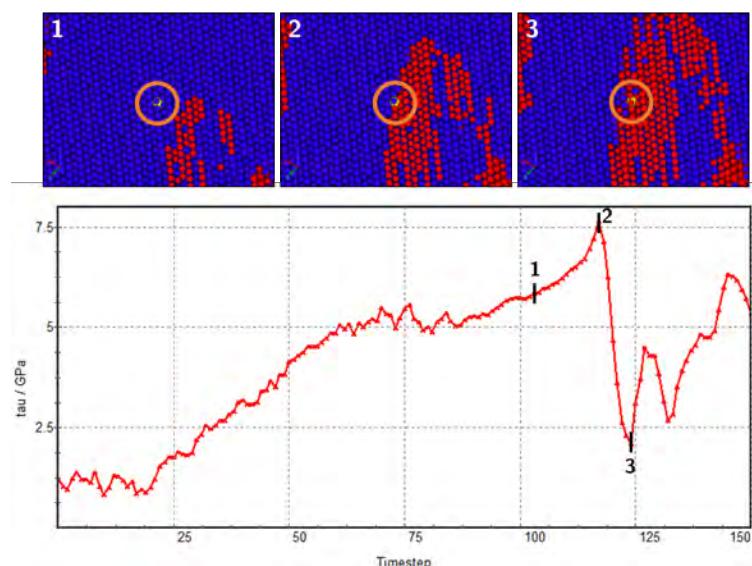


Abb. A.4: Verlauf der Scherspannung als Funktion der Zeit während der Zwillingbildung; das markierte Atom befindet sich im Ausgangskristall (1), infolge der Belastung steigt die Scherspannung im Kristall an, bis diese einen kritischen Wert erreicht, der zur kristallographischen Umorientierung führt (2), nach dem Umklappen fällt die Spannung ab und das markierte Atom verbleibt im gebildeten Zwilling (3)

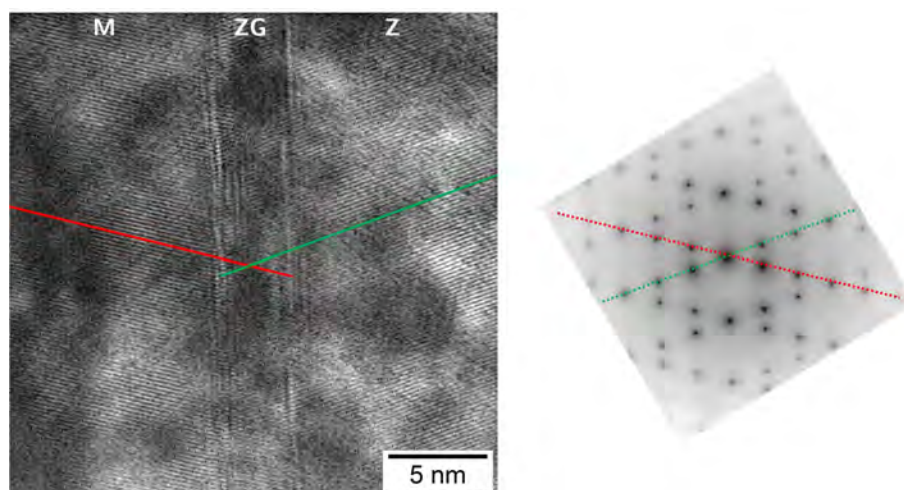


Abb. A.5: Hochaufgelöste TEM-Aufnahme (links) einer Zwillingsgrenze (ZG) in Eisen zwischen Matrix und Zwilling mit gezeigter Orientierung für Matrix (rot) und Zwilling (grün) im dazugehörigen Beugungsbild (rechts); durch Überlagerung der atomaren Struktur, Mikroausscheidungen und einer zu großen Probendicke ( $\sim 100$  nm) kommt es zu Störsignalen, welche die Untersuchung der Versetzungen in und an der Zwillingsgrenze erschweren und eine Bestimmung des Versetzungstyps verhindert

# Literaturverzeichnis

- [1] F. B. Foley and S. P. Howell, "Neumann Bands as Evidence of Action of Explosives upon Metal," *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, no. 1186, pp. 1–25, 1922.
- [2] M. Ecke, M. Wilke, H. Heyse, U. Wendt, M. Krüger, F. Schwarz, and L. Krüger, "Characterization of deformation twins in meteorites and dynamically loaded ferrous materials by means of electron backscatter diffraction, EBSD," *Praktische Metallographie/Practical Metallography*, vol. 51, no. 11, 2014.
- [3] D. Raabe, D. Ponge, O. Dmitrieva, and B. Sander, "Nanoprecipitate-hardened 1.5GPa steels with unexpected high ductility," *Scripta Materialia*, vol. 60, no. 12, pp. 1141–1144, jun 2009.
- [4] G. Frommeyer, U. Brück, and P. Neumann, "Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes," *ISIJ International*, vol. 43, no. 3, pp. 438–446, 2003.
- [5] B. C. D. Cooman, L. Chen, H. S. Kim, Y. Estrin, S. K. Kim, and H. Voswinckel, "State-of-the-Science of High Manganese TWIP Steels for Automotive Applications," in *Microstructure and Texture in Steels*. Springer London, 2009, pp. 165–183.
- [6] O. Grässel, L. Krüger, G. Frommeyer, and L. W. Meyer, "High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application," *International journal of plasticity*, vol. 16, no. 10, pp. 1391–1409, 2000.
- [7] M. Koyama, E. Akiyama, K. Tsuzaki, and D. Raabe, "Hydrogen-assisted failure in a twinning-induced plasticity steel studied under in situ hydrogen charging by electron channeling contrast imaging," *Acta Materialia*, vol. 61, no. 12, pp. 4607–4618, jul 2013.
- [8] L. Keßler, "Unveröffentlichte Arbeit: Spezifische Energieaufnahmefähigkeit im Crashfall - Ein Vergleich zwischen hochfesten Stählen TRIP, TWIP, DP, HC und DC," thyssenKrupp Stahl AG Duisburg.
- [9] K.-H. T. Manfred Merkel, *Taschenbuch der Werkstoffe*. Hanser Fachbuchverlag, 2008.
- [10] "Werkstoffuntersuchungen an Vergleichsblechen und Prüfstücken aus Schiffbaustahl," Bundesanstalt für Materialforschung- und Prüfung, Tech. Rep., 2011.
- [11] W. Weißbach, M. Dahms, and C. Jaroschek, *Werkstoffe und ihre Anwendungen*. Springer-Verlag GmbH, 2018.
- [12] R. W. Hertzberg, R. P. Vinci, and J. L. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, fifth edition ed. Wiley, 2012.
- [13] J. Rösler, H. Harders, and M. Bäker, *Mechanisches Verhalten Der Werkstoffe*. Springer Fachmedien Wiesbaden, 2012.

- [14] G. Gottstein, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen*, ser. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [15] H. J. Frost and M. F. Ashby, *Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Pergamon Press, 1982.
- [16] S. Pappu, S. Sen, L. Murr, D. Kapoor, and L. Magness, "Deformation twins in oriented, columnar-grained tungsten rod ballistic penetrators," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 298, no. 1-2, pp. 144–157, jan 2001.
- [17] L. Murr, E. Trillo, A. Bujanda, and N. Martinez, "Comparison of residual microstructures associated with impact craters in fcc stainless steel and bcc iron targets : the microtwin versus microband issue," *Acta Materialia*, vol. 50, no. 1, pp. 121–131, jan 2002.
- [18] L. E. Murr, A. A. Bujanda, E. A. Trillo, and N. E. Martinez, "Deformation twins associated with impact craters in polycrystalline iron targets," *Journal of Materials Science Letters*, vol. 21, no. 7, pp. 559–563, 2002.
- [19] P. Haasen and B. L. Mordike, *Physical Metallurgy*. Cambridge University Press, apr 1996.
- [20] M. Meyers, O. Vöhringer, and V. Lubarda, "The onset of twinning in metals: a constitutive description," *Acta Materialia*, vol. 49, no. 19, pp. 4025 – 4039, nov 2001.
- [21] M. H. Yoo, "Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals," *Metallurgical Transactions A*, vol. 12, no. 3, pp. 409–418, mar 1981.
- [22] A. Ghaderi and M. R. Barnett, "Sensitivity of deformation twinning to grain size in titanium and magnesium," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 20, pp. 7824–7839, dec 2011.
- [23] V. Läpple, *Wärmebehandlung des Stahls: Grundlagen, Verfahren und Werkstoffe*. Europa Lehrmittel Verlag, 2014.
- [24] J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic, and M. A. Gibson, "A review of shape memory alloy research, applications and opportunities," *Materials and Design*, vol. 56, pp. 1078–1113, 2014.
- [25] M. Krauß, *Zur thermischen Ermüdung der Magnesiumbasislegierungen AZ31 und AZ91*, ser. Forschungsberichte aus dem Institut für Werkstofftechnik, Metallische Werkstoffe der Universität Kassel. Kassel University Press, 2007.
- [26] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaeferrer, and D. Raabe, "The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22wt.% Mn-0.6wt.% C TWIP steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 15, pp. 3552–3560, 2010.
- [27] R. W. Cahn, "Twinned crystals," *Advances in Physics*, vol. 3, no. 12, pp. 363–445, 1954.
- [28] B. A. Bilby and A. G. Crocker, "The theory of the crystallography of deformation twinning," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 288, no. 1413, pp. 240–255, oct 1965.
- [29] G. Sachs, *Praktische Metallkunde*. Springer Vienna, 1934.
- [30] T. Mizuguchi, K. Ikeda, and N. Karasawa, "Effects of Temperature and Strain Rate on Deformation Twinning in Fe-Si Alloy," *ISIJ International*, vol. 55, no. 7, pp. 1496–1501, 2015.

- [31] K. P. D. Lagerlöf, J. Castaing, P. Pirouz, and A. H. Heuer, "Nucleation and growth of deformation twins - a perspective based on the double-cross-slip mechanism of deformation twinning," *Philosophical Magazine A*, vol. 82, no. 15, pp. 2841–2854, oct 2002.
- [32] J. Christian and S. Mahajan, "Deformation Twinning," *Progress in Materials Science*, vol. 39, pp. 1–157, 1995.
- [33] V. Vitek, "Theory of the core structures of dislocations in body-centered cubic metals," *Cryst Lattice Defects*, vol. 5, no. 173, pp. 1–34, may 1974.
- [34] D. Hull and B. D. J., *Introduction to Dislocations*. Elsevier Science & Technology, 2011.
- [35] P. Anderson, J. Hirth, and J. Lothe, *Theory of Dislocations*. Cambridge University Press, 2017.
- [36] R. Smallman and A. Ngan, "Plastic deformation and dislocation behaviour," in *Modern Physical Metallurgy*. Elsevier, 2014, pp. 357–414.
- [37] R. Bürgel, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen*. Vieweg+Teubner Verlag, 2013.
- [38] K. Farrell and P. R. Evans, "Some observations on mechanical twinning in polycrystalline niobium," *Journal of The Less-Common Metals*, vol. 8, no. 4, pp. 222–234, 1965.
- [39] N. P. Allen, B. E. Hopkins, and J. E. McLennan, "The tensile properties of single crystals of high-purity iron at temperatures from 100 to  $-253^{\circ}\text{C}$ ," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 234, no. 1197, pp. 221–246, feb 1956.
- [40] I. Berlec, "On the deformation of polycrystalline tungsten at high temperatures," *Acta Metallurgica*, vol. 11, no. 1, pp. 68–70, jan 1963.
- [41] H. Schadler, "Mobility of edge dislocations on  $\{110\}$  planes in tungsten single crystals," *Acta Metallurgica*, vol. 12, no. 8, pp. 861–870, Aug. 1964.
- [42] S. Mahajan and D. F. Williams, "Deformation Twinning in Metals and Alloys," *International Metallurgical Reviews*, vol. 18, no. 2, pp. 43–61, jun 1973.
- [43] G. Bolling and R. Richman, "Continual mechanical twinning," *Acta Metallurgica*, vol. 13, no. 7, pp. 709–757, jul 1965.
- [44] R. Reed-Hill, *The Inhomogeneity of Plastic Deformation*. American Society for Metals, 1973, p. 285 ff.
- [45] J. Harding, "The yield and fracture behaviour of high-purity iron single crystals at high rates of strain," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 299, no. 1459, pp. 464–490, jul 1967.
- [46] —, "The yield and fracture of high-purity iron single crystals under repeated tensile impact loading," *Mem. Sci. Rev. Met.*, vol. 64, p. 245, 1968.
- [47] C. Zener and J. H. Hollomon, "Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel," *Journal of Applied Physics*, vol. 15, no. 1, p. 22, 1944.

- [48] R. W. Armstrong and P. J. Worthington, *A Constitutive Relation for Deformation Twinning in Body Centered Cubic Metals*. Boston, MA: Springer US, 1973, pp. 401–414.
- [49] E. O. Hall, "The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results," *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 64, no. 9, pp. 747–753, sep 1951.
- [50] M. Barnett, "A rationale for the strong dependence of mechanical twinning on grain size," *Scripta Materialia*, vol. 59, no. 7, pp. 696–698, oct 2008.
- [51] R. Twardowski, "Mikrostrukturelle Beschreibung von Verformung und Schädigung hochmanganhaltiger Stähle mit TRIP und TWIP Effekt," 2013.
- [52] S. Mahajan, "Deformation twinning," in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, 2002, pp. 1–14.
- [53] C. L. Magee, D. W. Hoffman, and R. G. Davies, "The effect of interstitial solutes on the twinning stress of B.C.C. metals," *Philosophical Magazine*, vol. 23, no. 186, pp. 1531–1540, 1971.
- [54] R. I. Jaffee, C. T. Sims, and J. J. Harwood, *Hochschmelzende Metalle - Vorträge des 3. Plansee Seminar De Re Metallica*. Springer, 1959, p. 380 ff.
- [55] T. L. Altshuler and J. W. Christian, "Low temperature twinning in pure iron," *Acta Metallurgica*, vol. 14, no. 7, pp. 903–908, jul 1966.
- [56] W. Biggs and P. Pratt, "The deformation and fracture of alpha-iron at low temperatures," *Acta Metallurgica*, vol. 6, no. 11, pp. 694–703, 1958.
- [57] F. Cao, I. J. Beyerlein, F. L. Addessio, B. H. Sencer, C. P. Trujillo, E. K. Cerreta, and G. T. G. III, "Orientation dependence of shock-induced twinning and substructures in a copper bicrystal," *Acta Materialia*, vol. 58, no. 2, pp. 549–559, jan 2010.
- [58] A. H. Cottrell, "Theory of dislocations," *Progress in Metal Physics*, vol. 4, pp. 205–264, 1953.
- [59] A. Cottrell and B. Bilby, "A mechanism for the growth of deformation twins in crystals," *Philosophical Magazine*, vol. 42, no. 329, pp. 573–581, 1951.
- [60] A. Sleswyk, "Screw Dislocations and the Nucleation of  $\{112\}\langle 111\rangle$  Twins in the B.C.C. Lattice," *Philosophical Magazine*, vol. 8, no. 93, pp. 1467–1486, 1963.
- [61] A. W. Sleswyk, "Perfect dislocation pole models for twinning in the f.c.c. and b.c.c lattices," *Philosophical Magazine*, vol. 29, no. 2, pp. 407–421, feb 1974.
- [62] K. P. D. Lagerlöf, "On deformation twinning in b.c.c. metals," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 41, no. 7, pp. 2143–2151, jul 1993.
- [63] R. Priestner and W. C. Leslie, "Nucleation of deformation twins at slip plane intersections in B.C.C. metals," *Philosophical Magazine*, vol. 11, no. 113, pp. 895–916, 1965.
- [64] K. Ogawa, "Edge dislocations dissociated in  $\{112\}$  planes and twinning mechanism of b.c.c. metals," *Philosophical Magazine*, vol. 11, no. 110, pp. 217–233, feb 1965.
- [65] P. B. Price, "Nucleation and growth of twins in dislocation-free zinc crystals," *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical and Physical Sciences*, vol. 260, pp. 251–262, 1961.



- [66] R. Reed-Hill, Ed., *Deformation Twinning : proceedings of a conference sponsored by the Metallurgical Society*, 1964.
- [67] J. W. Christian, "A theory of the transformation in pure cobalt," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 206, no. 1084, pp. 51–62, mar 1951.
- [68] A. Ojha, H. Sehitoglu, L. Patriarca, and H. Maier, "Twin nucleation in Fe-based bcc alloys - modeling and experiments," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 22, no. 7, oct 2014.
- [69] V. Vitek, "On the stability of stacking faults in b.c.c. crystals," *Philosophical Magazine*, vol. 21, no. 174, pp. 1275–1278, jun 1970.
- [70] A. Ojha and H. Sehitoglu, "Twinning stress prediction in bcc metals and alloys," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 94, no. 10, pp. 647–657, sep 2014.
- [71] J. B. Cohen, R. Hinton, K. Lay, and S. Sass, "Partial dislocations on the {110} planes in the b.c.c. lattice," *Acta Metallurgica*, vol. 10, no. 9, pp. 894–895, sep 1962.
- [72] J. T. M. de Hosson, "An atomic model for the interaction between a  $1/2$  111 110 edge dislocation and carbon in alpha-Fe," *Solid State Communications*, vol. 17, no. 6, pp. 747–750, Sep. 1975.
- [73] A. H. Cottrell, "Theory of brittle fracture in steel and similar metals," *Trans. Metallurgical Soc. AIME* ., vol. 212, pp. 192–203, 1958.
- [74] A. N. Stroh, "Crack nucleation in body-centered cubic metals," in *Proceedings of the Conference on Fracture*, 1959.
- [75] Y. T. Chou, F. Garofalo, and R. W. Whitmore, "Interactions between glide dislocations in a double pile-up in alpha-iron," *Acta Metallurgica*, vol. 8, no. 7, pp. 480–488, jul 1960.
- [76] F. C. Frank and J. F. Nicholas, "Stable dislocations in the common crystal lattices," *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. 44, no. 358, pp. 1213–1235, nov 1953.
- [77] F. M. Hamer and D. HÄCELL, "Nucleation of twinning and fracture," *Acta Metallurgica*, vol. 12, no. 5, pp. 682–684, may 1964.
- [78] K. Ogawa and R. Maddin, "Transmission electron-microscopic studies of twinning in mo-re alloys," *Acta Metallurgica*, vol. 12, no. 6, pp. 713–721, jun 1964.
- [79] C. S. Smith, "Metallographic studies of metals after explosive shock," *Trans. Met. Soc. AIME*, vol. 212, p. 574, 1958.
- [80] S. J. Wang, M. L. Sui, Y. T. Chen, Q. H. Lu, E. Ma, X. Y. Pei, Q. Z. Li, and H. B. Hu, "Microstructural fingerprints of phase transitions in shock-loaded iron," *Scientific Reports*, vol. 3, no. 1, jan 2013.
- [81] J. M. Walsh and R. H. Christian, "Equation of state of metals from shock-wave measurements," *Physical Review*, vol. 97, no. 6, pp. 1544–1556, mar 1954.
- [82] D. Bancroft, E. L. Peterson, and S. Minshall, "Polymorphism of iron at high pressure," *Journal of Applied Physics*, vol. 27, no. 3, pp. 291–298, mar 1956.

- [83] L. J. Swartzendruber, "Alloy phase diagrams provisional," *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, vol. 3, no. 2, pp. 222–276, sep 1982.
- [84] B. Jansson, B. Jönsson, B. Sundman, and J. Ågren, "The thermo calc project," *Thermochimica Acta*, vol. 214, no. 1, pp. 93–96, jan 1993.
- [85] T. Yamashita, K. Okuda, and T. Obara, "Application of thermo-calc to the developments of high-performance steels," *Journal of Phase Equilibria*, vol. 20, no. 3, pp. 231–237, may 1999.
- [86] *DIN EN ISO 643:2013, Stahl - Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße*, Beutner-Verlag Std.
- [87] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, and D. P. Field, Eds., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, 2009.
- [88] D. B. Williams and C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy*. Springer US, 2009.
- [89] L. Velterop, R. Delhez, T. H. de Keijser, E. J. Mittemeijer, and D. Reefman, "X-ray diffraction analysis of stacking and twin faults in f.c.c. metals: a revision and allowance for texture and non-uniform fault probabilities," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 33, no. 2, pp. 296–306, apr 2000.
- [90] L. Balogh, G. Ribárik, and T. Ungár, "Stacking faults and twin boundaries in fcc crystals determined by x-ray diffraction profile analysis," *Journal of Applied Physics*, vol. 100, no. 2, p. 023512, jul 2006.
- [91] R. Haberlandt, S. Fritzsche, G. Peinel, and K. Heinzinger, *Molekulardynamik*. Vieweg+Teubner Verlag, 1995.
- [92] M. I. Mendeleev, S. Han, D. J. Srolovitz, G. J. Ackland, D. Y. Sun, and M. Asta, "Development of new interatomic potentials appropriate for crystalline and liquid iron," *Philosophical Magazine*, vol. 83, no. 35, pp. 3977–3994, dec 2003.
- [93] A. Stukowski, "Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO—the open visualization tool," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 18, no. 1, p. 015012, dec 2010.
- [94] W. Borchardt-Ott and H. Sowa, *Kristallographie*. Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [95] A. Stukowski and K. Albe, "Extracting dislocations and non-dislocation crystal defects from atomistic simulation data," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 18, no. 8, p. 085001, sep 2010.
- [96] A. Stukowski, V. Bulatov, and A. Arsenlis, "Automated identification and indexing of dislocations in crystal interfaces," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 20, no. 8, p. 085007, oct 2012.
- [97] T. Šmida and J. Božanský, "Deformation twinning and its possible influence on the ductile brittle transition temperature of ferritic steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 287, no. 1, pp. 107–115, jul 2000.
- [98] W. A. Spitzig, "The effects of phosphorus on the mechanical properties of low-carbon iron," *Metallurgical Transactions*, vol. 3, no. 5, pp. 1183–1188, may 1972.

- [99] W. F. Hosford, *Mechanical Behavior of Materials*, ser. Mechanical Behavior of Materials. Cambridge University Press, 2005.
- [100] A. Sleswyk, "Twinning and the origin of cleavage nuclei in alpha-iron," *Acta Metallurgica*, vol. 10, no. 9, pp. 803–812, sep 1962.
- [101] J. A. C. Ambrosio, "Material strain rate sensitivity," in *Crashworthiness*. Springer Vienna, 2001, pp. 33–47.
- [102] J. May, H. W. Höppel, and M. Göken, "Strain rate sensitivity of ultrafine grained FCC- and BCC-type metals," *Materials Science Forum*, vol. 503-504, pp. 781–786, jan 2006.
- [103] N. Cristescu, *Dynamic Plasticity*, ser. ISSN. Elsevier Science, 2012.
- [104] G. I. Taylor, "The testing of materials at high rates of loading," *Journal of the Institution of Civil Engineers*, vol. 26, no. 8, pp. 486–519, oct 1946.
- [105] I. Gutierrez-Urrutia and D. Raabe, "Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an fe–22wt.% mn–0.6wt.% c TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 16, pp. 6449–6462, sep 2011.
- [106] H. Yang, Y. Tian, Z. Zhang, and Z. Zhang, "Different strain rate sensitivities between fe–22mn–0.6c and fe–30mn–3si–3al twinning-induced plasticity steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 655, pp. 251–255, feb 2016.
- [107] Y. Li, Z. Luo, Z. Liang, and M. Huang, "Effect of carbon on strain-rate and temperature sensitivity of twinning-induced plasticity steels: Modeling and experiments," *Acta Materialia*, vol. 165, pp. 278–293, feb 2019.
- [108] R. W. Armstrong and S. M. Walley, "High strain rate properties of metals and alloys," *International Materials Reviews*, vol. 53, no. 3, pp. 105–128, may 2008.
- [109] C. Barrett, H. E. Kadiri, and M. Tschopp, "Breakdown of the schmid law in homogeneous and heterogeneous nucleation events of slip and twinning in magnesium," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 60, no. 12, pp. 2084–2099, dec 2012.
- [110] H. Blumenauer, *Werkstoffprüfung*. Wiley-VCH, 1994.
- [111] D. Löhe and O. Vöhringer, "Zur Auswirkung der mechanischen Zwillingsbildung auf das Verformungsverhalten ferritischer Eisenwerkstoffe," *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 77, no. 9, pp. 557–563, 1986.
- [112] N. Stanford, U. Carlson, and M. Barnett, "Deformation twinning and the hall-petch relation in commercial purity ti," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 39, no. 4, pp. 934–944, feb 2008.
- [113] V. Vitek, "Intrinsic stacking faults in body-centred cubic crystals," *Philosophical Magazine*, vol. 18, no. 154, pp. 773–786, oct 1968.
- [114] J.-A. Yan, C.-Y. Wang, and S.-Y. Wang, "Generalized-stacking-fault energy and dislocation properties in bcc Fe: a first-principles study," *Physical Review B*, vol. 70, no. 17, nov 2004.
- [115] K. Edalati, Y. Hashiguchi, H. Iwaoka, H. Matsunaga, R. Z. Valiev, and Z. Horita, "Long-time stability of metals after severe plastic deformation: Softening and hardening by self-annealing

- versus thermal stability," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 729, pp. 340–348, jun 2018.
- [116] N. Narita and J. I. Takamura, *Dislocations in Solids*. North-Holland, 1992, pp. 135–189.
- [117] F. R. N. Nabarro, "The mechanical properties of metallic solid solutions," *Proceedings of the Physical Society*, vol. 58, no. 6, pp. 669–676, nov 1946.
- [118] T. Ungár, S. Ott, P. Sanders, A. Borbély, and J. Weertman, "Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution x-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis," *Acta Materialia*, vol. 46, no. 10, pp. 3693–3699, jun 1998.
- [119] J. Pešička, R. Kužel, A. Dronhofer, and G. Eggeler, "The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels," *Acta Materialia*, vol. 51, no. 16, pp. 4847–4862, sep 2003.
- [120] R. v. Mises, "Mechanik der festen Körper im plastisch-deformablen Zustand," *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse*, no. 1, pp. S. 582–592, 1913.
- [121] F. J. Zerilli and R. W. Armstrong, "Dislocation-mechanics-based constitutive relations for material dynamics calculations," *Journal of Applied Physics*, vol. 61, no. 5, pp. 1816–1825, mar 1987.
- [122] T. Takeuchi, "Dynamic Propagation of Deformation Twins in Iron Single Crystals," *Journal of the Physical Society of Japan*, vol. 21, no. 12, pp. 2616–2622, dec 1966.