

**Experimentelle und simulationsgestützte Studien der Würfelkeimbildung
basierend auf EBSD Untersuchungen**

Von der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der
Rheinisch -Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

zur Erlangung des akademischen Grades einer

Doktorin der Ingenieurwissenschaften

genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Olga Sukhopar

aus Ufa, Russland

Berichter: Univ.-Prof. em. Dr.rer.nat. Dr.h.c. Günter Gottstein

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Wolfgang Bleck

Tag der mündlichen Prüfung: 24.05.2016

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Hochschulbibliothek online verfügbar

Meiner Familie

Eine Investition in Wissen bringt noch immer die besten Zinsen.

(Benjamin Franklin)

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen. Für eine freundliche und hilfsbereite Arbeitsatmosphäre möchte ich mich an dieser Stelle bei allen Mitarbeitern des Instituts ganz herzlich bedanken!

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Univ.-Prof. Dr.rer.nat. Dr.h.c. Günter Gottstein für die Betreuung dieser Arbeit sowie für die stetige Unterstützung während meines Aufenthalts am IMM und vor allem für viele hilfreiche Diskussionen, Kommentare und Anmerkungen, die einen großen Teil zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Auch für die Möglichkeit Familie und Beruf zu vereinbaren möchte ich mich beim Professor Gottstein ganz herzlich bedanken.

Mein großer Dank gilt Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. Wolfgang Bleck für Übernahme des Korreferates und hilfreiche Anmerkungen.

Bei meinem Gruppenleiter Herrn Priv.-Doz. Dr. rer. nat. Volker Mohles bedanke ich mich herzlich für seine Hilfe und Unterstützung während meiner Arbeit in der Simulationsgruppe des IMM.

Bei meiner ex-Kollegin und guter Freundin Frau Dr.-Ing. Carmen Schäfer bedanke ich mich herzlichst für das kritische Durchlesen meiner Arbeit, viele hilfreiche Anmerkungen und Kommentare, interessante fachliche Diskussionen und vor allem für ihre nette und freundliche

Unterstützung während unserer Zusammenarbeit und auch im Privaten. Unser ausgezeichnetes Unterhaltungsprogramm, das unter anderem gemeinsame Essen, Klettern, Fitness, Karaoke, Kochkurse, Konferenzreisen usw. erhalten hat, wird für mich unvergesslich bleiben!

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft gilt mein großer Dank für die finanzielle Unterstützung meines Forschungsprojektes. Außerdem möchte ich Hydro Aluminium Rolled Products GmbH, insbesondere Prof. Dr.-Ing. Olaf Engler, für die Bereitstellung der in dieser Arbeit verwendeten Al-Legierung bedanken.

Besonderes bedanke ich mich bei meinen Kollegen vom technischen Dienst des Instituts: Herrn Arndt Ziemons und Herrn Tomas Burlet für die große Hilfe bei der Elektronenmikroskopie und Röntgenmessungen, Herrn David Beckers für die ständige und freundliche Hilfsbereitschaft in der Metallographie und Frau Barbara Eigelshoven für ein ausgezeichnetes Fotoservice. Auch den Mitarbeitern unserer feinmechanischen Werkstatt Herrn Detlef Fuchs, Herrn Gerd Schütz, Herrn Alex Teschner und Herrn Nico Poschmann gilt mein großer Dank für die Herstellung der Proben.

Weiterhin möchte ich Herr Matthias Loeck und Herr Sergej Laiko für ihre Hilfestellung bei den Computer- und Softwareproblemen danken. Beim Sergej bedanke ich mich unter anderem für unsere gemeinsame Mittags- und Kaffeepausen im Gelben Salon, die meine Laune stets verbessert haben. Auch für seine Unterstützung während meiner ersten Zeit in Aachen richte ich an ihm einen ganz herzlichen Dank.

Mein großer Dank gilt auch Prof. Shvindlerman für viele interessante und humorvolle wissenschaftliche Debatte mit spezifischen „pädagogischen“ Fragen sowie für die leckere Schokolade!

Meinen Diplom-, Studienarbeiter und HiWis Karl Gillner, Margarita Kuzmina, Markus Kühbach, Olga Lamukhina und Margarita Gorshunova richte ich einen großen Dank für die Problemlösungen, die im Wesentlichen zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Auch für ihre Unterstützung bei der Probenherstellung und für die Durchführung der umfangreichen EBSD-, Röntgen- und Härtemessungen bedanke ich mich bei ihnen ganz herzlich.

Meinen Bürokollegen Ingo Lischewski, Florian Tang, Felix Ulomek und Volker Pankoke gilt mein lieben Dank für die nette Arbeitsatmosphäre. Auch andere Kollegen und Doktoranden

(auch ehemalige) Sabine Lakrache, Gerda Pomana, Kathrin Grätz, Manuel Krott, Jia Song, Thiemo Brüggemann, Marco Witte, Christian Bollmann danke ich für viele lustige Momente und reichliche Bepaßungen (vor allem auf Mallorca).

Letztlich möchte ich meine Familie ganz herzlich bedanken. Bei meinen Eltern Vladimir und Zilya Sukhopar bedanke ich mich ganz besonderes dafür, dass sie mir mein Studium ermöglicht haben und dass ich mich auf ihre Unterstützung über all die Jahre immer verlassen konnte. Meinem persönlichen „Lebensberater“, meinem Ehemann MSc. Denis Novokshanov gilt mein großer und lieber Dank nicht nur für seine bedingungslose Liebe und Unterstützung, sondern auch für die tägliche Motivation sowie sein Geduld und Vertrauen. Meine Schwester Oxana, meine Tante Farida und meine Schwiegereltern danke ich für ihre stetige Hilfsbereitschaft, Verständnis und viele fröhliche Lebensmomente. Auch meine Söhne Maxim und Alexander (Baby Sasha), die ich wahnsinnig lieb habe, danke ich herzlichst, dass sie mit Verständnis den Karriereweg ihrer Mama aufgenommen haben.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Theoretische Grundlagen	5
2.1. Das verformte Gefüge.....	6
2.1.1. Mechanismen der plastischen Verformung.....	5
2.1.2. Mikrostrukturentwicklung während der plastischen Verformung.....	9
2.2. Mechanismen der Rekristallisation.....	11
2.2.1. Rekristallisationskeimbildung.....	12
2.2.2. Keimwachstum.....	13
2.2.3. Rekristallisationskinetik.....	15
2.3. Die kristallographische Textur.....	17
2.4. Entstehung der Würfellage.....	21
2.4.1. Kurze Literaturüberblick.....	21
2.4.2. Keimbildungsorte für Würfelnkörner im verformten Gefüge.....	24
2.5. Rekristallisationsmodellierung.....	26
3. Experimentelle Methoden	33
4. Charakterisierung der untersuchten Legierung	41
4.1. Herstellung des Probenmaterials.....	41
4.2. Mikrostruktur- und Texturentwicklung	44
4.3. Rekristallisationskinetik.....	48
5. Keimbildungsorte für die Würfelnkörner	53
5.1. Vorbemerkung.....	53
5.2. Würfellage im verformten Gefüge.....	54

5.3. In-situ REM EBSD Untersuchung der Würfelkeimbildung.....	57
6. Quantitative Auswertung der Würfelbänder	65
6.1. Vorbemerkung.....	65
6.2. Größe und räumliche Verteilung der Würfelbänder.....	65
6.3. Keimbildung an Würfelbändern.....	68
6.4. Ein geometrisches Keimbildungsmodell.....	80
7. Subkornstrukturentwicklung und Inkubationszeit	85
7.1. Vorbemerkung.....	85
7.2. Subkornstrukturentwicklung innerhalb von verformten Körnern.....	85
7.3. Orientierungsabhängige Inkubationszeit.....	92
8. Rekristallisationssimulation mit dem CORE Modell	99
8.1. Vorbemerkung.....	99
8.2. Einfluss der Keimdichte.....	100
9. Zusammenfassende Diskussion	107
9.1. Problemstellung.....	107
9.2. Keimbildungsorte für die Würfelkörner im verformten Gefüge.....	107
9.2.1. Keimbildung außerhalb von verformten Würfelbändern.....	107
9.2.2. Keimbildung an Würfelbändern.....	110
9.3. Zeitliche Verfügbarkeit der Würfelkeime nach dem Kaltwalzen.....	111
9.4. Quantitative Auswertung der Würfelkeimbildung im CORE Modell.....	113
10. Zusammenfassung	115
11. Summary	119
12. Anhang	123

Kapitel 1

Einleitung

Die Bildung von kristallographischen Texturen spielt in der Materialwissenschaft eine wichtige Rolle aufgrund ihres starken Einflusses auf die Anisotropie des Materials. Plastische Verformung und Rekristallisation gehören zu den wichtigsten physikalischen Prozessen, die die Orientierungsverteilung der Körner im Metall signifikant beeinflussen können. In kommerziellen Al-Legierungen entwickelt sich während der Rekristallisation häufig eine starke Würfelfigur, wobei die Kristallachsen parallel zu den Probenachsen ausgerichtet sind. Diese Texturlage ist für viele technische Anwendungen von Bedeutung. Ein bekanntes Beispiel ist die Produktion von tiefgezogenen Getränkedosen, die in die Milliarden Stück pro Jahr reicht. Bei derart hohen Stückzahlen ist die Optimierung der Werkstoffeigenschaften in Bezug auf Faktoren der Wirtschaftlichkeit, d.h. Qualität und Kosten von herausragender Bedeutung.

Die Mechanismen der Texturentstehung während der plastischen Verformung und Rekristallisation werden schon seit langer Zeit untersucht und sind zum größten Teil verstanden. In Bezug auf die Entwicklung der Würfelfigur während der thermischen Behandlung des verformten Materials gibt es jedoch noch viele strittige Fragen weil in Aluminium die Anteile der Würfelfigur in der Verformungstextur durch makroskopische

Röntgenanalyse nicht zu erkennen sind. Die tatsächliche Anwesenheit von würfelorientierten Körner im stark verformten Material kann nur durch Mikrotexturmessung mittels Beugung rückgestreuter Elektronen auch als EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) bezeichnet in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) oder durch Untersuchung der Kornorientierung in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) nachgewiesen werden. Typischerweise wird während der nachfolgenden Rekristallisation eine vergleichsweise schnelle Entwicklung der Würfelkörner beobachtet, was zu einer starken Würfellage in der Rekristallisationstextur führt. Diese wird einerseits durch ein schnelles Wachstum der Würfelkörner erklärt zufolge ihrer hochbeweglichen Korngrenzen mit einer speziellen Orientierungsbeziehung $40^\circ \langle 111 \rangle$ zu einer Hauptkomponente der Verformungstextur in Aluminium, nämlich zur sogenannten S-Lage. Der Effekt solcher Wachstumsauslese auf die Rekristallisationstextur wurde in zahlreichen experimentellen Untersuchungen bestätigt [Jensen 1992, Gottstein 1999, Taheri 2005]. Ferner ist die Keimbildung der Würfelkörner ein entscheidender, aber auch am wenigsten verstandener Prozess. Die experimentelle Untersuchung der Rekristallisationskeimbildung war in den vergangenen Jahrzehnten zumeist nur auf Transmissionselektronenmikroskopie beschränkt, wobei allerdings nur einige geringe Anzahl von Körnern untersucht werden kann. Die von Lauridsen et al. entwickelte Methode zur zerstörungsfreien Untersuchung von Keimbildung und Keimwachstum während der Rekristallisation mittels dreidimensionaler Röntgenbeugung (3DXRD) mit Synchrotronstrahlung [Lauridsen 2000, Lauridsen 2003, Lauridsen 2006] hat leider keine neuen Erkenntnisse bezüglich der Keimbildung gebracht. Dank der Entwicklung der Orientierungsmikroskopie ist die experimentelle Untersuchung der Keimbildungsprozesse unter Generierung ausreichender statistischer Daten nun seit einigen Jahren möglich. Die EBSD Analyse im REM liefert wichtige quantitative Information über die Keimhäufigkeit und die Keimwachstumskinetik, die als Grundlage für die Entwicklung von Keimbildungsmodellen dienen. In der Literatur beschriebene Untersuchungen mittels EBSD wurden häufig an verformten Proben, sowie an Proben nach Kurzzeit-Glühungen durchgeführt. Hierbei wurden zumeist verschiedene Proben verwendet, was die Beobachtung der Entwicklung individueller Körner unmöglich macht. Aus diesem Grund stehen bisher keine statistischen Daten bezüglich Keimbildungs- und Keimwachstumsraten zur Verfügung. Mittels in-situ EBSD Untersuchungen in einem Rasterelektronenmikroskop kann dieses Problem nun aber angegangen werden.

In der industriellen Praxis lohnt sich der hohe Aufwand für experimentelle Untersuchungen aus Zeit- und Kostengründen nicht. Deshalb wurde eine Vielzahl von Rekristallisationsmodellen entwickelt, die zum Teil empirischer bzw. phänomenologischer Natur sind, bis hin zu Modellen, die auf physikalischen Grundlagen basieren. Mit der Komplexität der Modelle nehmen die Geschwindigkeit ihrer Berechnung ab und die Anzahl der Ausgabeparameter zu. Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Rekristallisationsmodell CORE (Cellular Operator for Recrystallization) [Reher 1998, Marx 1995a, 1995b, 1996, 1999, Mukho 2007, Schäfer 2010] handelt es sich um ein physikalisch basiertes Modell. Es wurde am IMM auf der Basis des zellulären Operators entwickelt. Obwohl die mittels dieses Modells vorgenommenen Textur-Simulationen das Auftreten der Würfellage in der Regel korrekt vorhersagen, verhalten sich die berechneten Intensitäten der Würfelkomponente oft im Widerspruch zu experimentellen Ergebnissen. Um auch die Intensitäten der Würfellage möglich exakt abzubilden, ist es wichtig, die Mechanismen der Würfeltexturbildung zu verstehen, wozu umfangreiche experimentelle Untersuchungen erforderlich sind.

Die vorliegende Arbeit fokussiert sich daher speziell auf die Entstehung der Würfellage während der Rekristallisation. Dazu werden die physikalischen Prozesse der Keimbildung und des Keimwachstums der Würfelkörner in einer kommerziellen Aluminium-Legierung bei verschiedenen Prozessbedingungen identifiziert und letztlich in einem Keimbildungsmodell abgebildet. Auf der Basis der im Rahmen dieser Arbeit gesammelten experimentellen Ergebnisse (quantitative Auswertung der Keimbildungsstellen, Inkubationszeit, Entwicklung der Substruktur, Keimdichte und Keimwachstumsrate usw.) wird eine Keimbildungsroutine ReNuc modifiziert, um eine belastbarere Prognose der Rekristallisationstextur, speziell der Würfellage zu realisieren.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Das verformte Gefüge

Neben dem Gießen stellt die plastische Verformung eine der wichtigsten Methoden der Formgebung metallischer Werkstoffe dar. Bei der Herstellung von Aluminium-Flachwalzprodukten umfasst die Prozesskette nach dem Gießen und Homogenisieren das Warm- und Kaltwalzen in Abfolge mit Wärmebehandlungszyklen. Insbesondere durch die Änderung der Mikrostruktur und Textur während der zwischengelagerten Wärmebehandlungsschritte werden die mechanischen Eigenschaften des Walzblechs stark beeinflusst. Daher ist eine korrekte Erfassung der Mikrostruktur- und Texturentwicklung während des Walzens und der nachfolgenden Wärmebehandlung von essentieller Bedeutung für die Endigenschaften eines Halbzeugs. Während der Verformung entstehen im Kristall viele Defekte, die die freie Energie des Materials erhöhen. Im Fall der Verformung wird der größte Teil der Energie in Form von Versetzungen gespeichert. Die Zunahme der Versetzungsdichte bei der Umformung verursacht eine starke Festigkeitserhöhung des Materials. Der wesentliche Unterschied zwischen dem verformten und rekristallisierten Zustand liegt in der Dichte und Anordnung der Versetzungen. Generell wird eine

Verformbarkeit der metallischen Werkstoffe durch die Befähigung der Versetzungen zur Bewegung bestimmt, d.h. je stärker die Versetzungsbewegung eingeschränkt wird, desto fester ist das Material. Die gespeicherte Energie der Versetzungen stellt die Quelle für Mikrostrukturentwicklungen während des anschließenden Glühens dar. Durch das Einbringen von Wärme versucht das System einen niederenergetischen Zustand anzustreben. Im folgenden Kapitel werden wichtige Mechanismen der plastischen Verformung und der entsprechenden Mikrostrukturentwicklung gezeigt.

2.1.1 Mechanismen der plastischen Verformung

In Metallen mit kubischem Kristallgitter gibt es zwei Basismechanismen der plastischen Verformung: Gleitung durch Versetzungsbewegung und mechanische Zwillingsbildung. Ein wichtiger Materialparameter, der die Versetzungsmobilität maßgeblich beeinflusst, ist die Stapelfehlerenergie (γ_{SFE}). Metalle mit niedriger γ_{SFE} (z.B. Kupfer) zeigen eine hohe Aufspaltungsweite der Versetzungen, wodurch das Quergleiten von Schraubenversetzungen behindert wird. Ist die Versetzungsbewegung eingeschränkt, wird das Material zusätzlich zur Versetzungsgleitung durch mechanische Zwillingsbildung verformt. In Metallen mit hoher bzw. mittlerer γ_{SFE} , wie Aluminium, α -Eisen oder Nickel, ist die kristallographische Gleitung der wichtigste Verformungsprozess.

Während der plastischen Verformung kristalliner Werkstoffe werden die Bereiche eines Kristalls parallel zu kristallographischen Ebenen verschoben, was eine Veränderung der äußeren Form aber nicht der Kristallstruktur bewirkt (Abb. 2.1) [Gottstein 2007]. Die dazu notwendige Schubspannung τ_{max} (theoretische Schubfestigkeit) lässt sich durch

$$\tau_{\text{max}} = \frac{G}{2\pi} \cdot \frac{b}{d} \quad (2.1)$$

beschreiben, wobei die Parameter G – Schubmodul, b – Atomabstand und d – Netzebenenabstand sind.

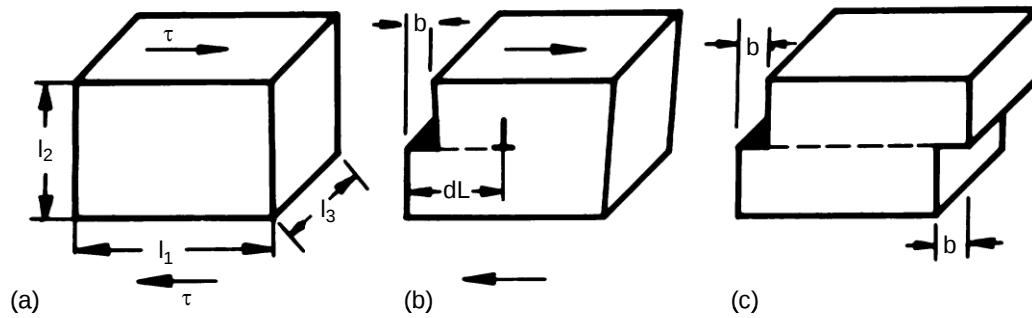


Abbildung 2.1: Formänderung eines Kristalls bei Bewegung einer Versetzung
[Gottstein 2007].

Die Tatsache, dass sich Atome bei der plastischen Verformung nicht gleichzeitig sondern nacheinander bewegen, erniedrigt die kritische Schubspannung von Metallen auf Werte weit unterhalb der theoretisch berechneten Schubfestigkeit. Die Beziehungen zwischen den makroskopischen Verformungsparametern, wie angelegter Spannung und Formänderungsgeschwindigkeit, und den mikroskopischen Versetzungseigenschaften werden durch die *Orowan-Gleichung* wiedergegeben. Diese beschreibt die Geschwindigkeit einer Kristallscherung, die mit einer Versetzungsbewegung verbunden ist:

$$\dot{\gamma} = \rho \cdot b \cdot v \quad (2.2)$$

mit ρ – Versetzungsdichte, b – Burgersvektor und v – Versetzungsgeschwindigkeit.

Die *Peach-Koehler-Gleichung* charakterisiert den Zusammenhang zwischen der Schubspannung in Gleitsystemen und der Kraft pro Längeneinheit, die auf eine Versetzung wirkt:

$$K = \tau \cdot b \quad (2.3)$$

Um eine Versetzung auf ihrer Gleitebene durch den Kristall hindurchzubewegen und dabei eine Konfiguration erhöhter Energie zu überwinden (Abb. 2.2), ist eine Schubspannung notwendig, die auch als Peierls-Spannung bekannt ist.

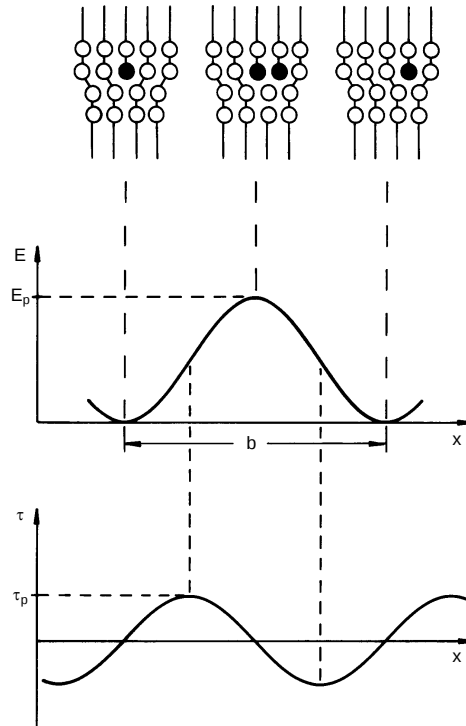


Abbildung 2.2: Zur Definition von Peierls-Energie E_p und Peierls-Spannung τ_p
[Gottstein 2007].

Die Peierls-Spannung τ_p lässt sich wie folgt berechnen:

$$\tau_p = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi}{(1-\nu)} \frac{d}{b}\right) \quad (2.4)$$

An dieser Gleichung lässt sich ablesen, dass die Peierls-Spannung τ_p mit großem Netzebenenabstand d und kleinerem Burgersvektor b abnimmt. Der Netzebenenabstand ist bei kubischer Kristallsymmetrie mit den Miller-indizes $\{hkl\}$ der Gleitebenen durch

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.5)$$

verknüpft und hat den größten Wert für Ebenen mit dem kleinsten Miller-indizes $\{hkl\}$. Die Gleitung erfolgt daher am einfachsten auf den am dichtest gepackten Ebenen und in der

dichtest gepackten Richtung, da hier die Peierls-Spannung wegen der kleinste „atomaren Reibung“ beim Abgleiten der Versetzungen am kleinsten ist. Die Ebenen und Richtungen im Kristall, auf denen sich die Gleitung vollzieht, sind die Gleitsysteme mit der größten Schubspannung und daher in polykristallinen Werkstoffen von Korn zu Korn unterschiedlich. Tabelle 2.1 gibt eine Übersicht der verschiedenen Gleitsysteme für kubische Gitter [Gottstein 2007].

Tabelle 2.1: Gleitsysteme der kubischen Gittertypen.

<i>Kristallstruktur</i>	<i>Gleitebene</i>	<i>Gleitrichtung</i>	<i>Anzahl der nicht parallelen Ebenen</i>	<i>Gleit- richtungen pro Ebene</i>	<i>Anzahl der Gleitsysteme</i>
kfz	{111}	$\langle 1-10 \rangle$	4	3	12
krz	{110}	$\langle -111 \rangle$	6	2	12
	{112}	$\langle 11-1 \rangle$	12	1	12
	{123}	$\langle 11-1 \rangle$	24	1	24

2.1.2 Mikrostrukturentwicklung während der plastischen Verformung

Veränderungen in der Mikrostruktur eines Metalls während der Verformung laufen in mehrfacher Hinsicht ab. Zum einen ändern die Körner ihre Form, wobei neue Korngrenzenbereiche gebildet werden müssen (Abb. 2.3). Dies wird durch Einführung neuer Versetzungen möglich, die während der plastischen Verformung kontinuierlich erzeugt werden. Zum anderen kommt es zur Ausbildung von Versetzungsstrukturen innerhalb der verformten Körner als Ergebnis der Speicherung von Versetzungen während der fortschreitenden Verformung. In vielen Metallen bilden diese Versetzungen Zellen oder Subkörner, deren Größe, Form und Orientierungsbeziehung hauptsächlich vom Umformgrad und von der Umformtemperatur abhängig sind (Abb. 2.4). In Kristallen mit niedriger Stapelfehlerenergie, die keine Zellstruktur bilden, existieren die Versetzungen nach größeren Verformungsgraden in Form einer regellosen Struktur.



Abbildung 2.3: Das typische Verformungsgefüge einer 50% kaltgewalzten AA8079L Legierung.

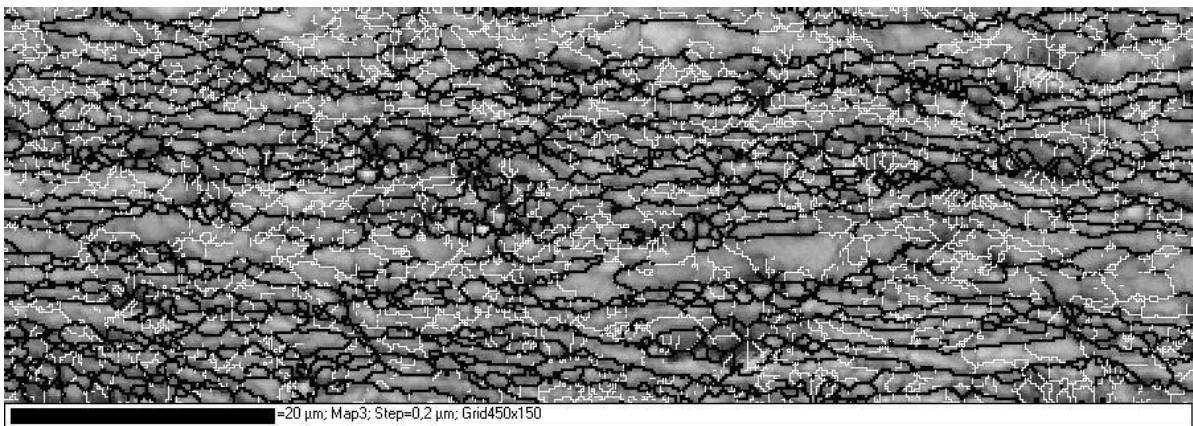


Abbildung 2.4: Substruktur innerhalb der verformten Körner in der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung. Die Subkorngrenzen mit Desorientierung von 2° bis 10° sind als weiße Linien gekennzeichnet.

In grobkörnigen Materialien werden oft sogenannte Verformungs- und Übergangsbänder in individuellen Körnern gebildet (s. Abb. 2.5). Sie sind die Folge einer inhomogenen Belastungen durch benachbarte Körner oder einer Instabilität der

Kornorientierung im Zuge der plastischen Verformung. Verformungsbänder werden durch Orientierungsänderung während der Verformung verursacht. Solche Bereiche spielen während der anschließenden Wärmebehandlung eine wichtige Rolle als potentielle Keimbildungsorte.

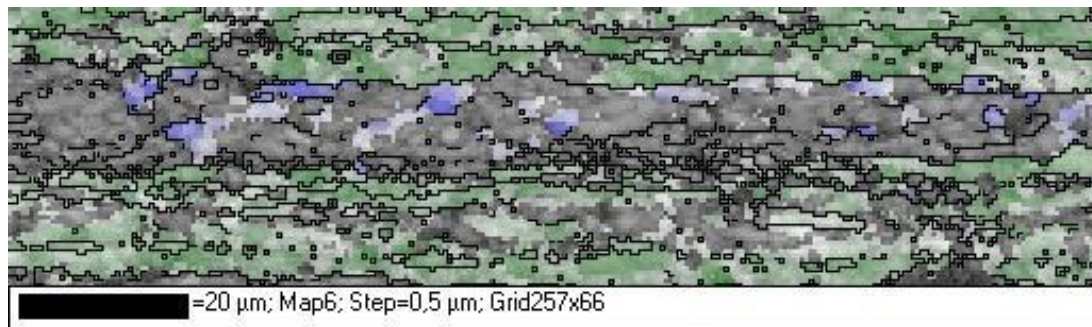


Abbildung 2.5: Übergangsbänder innerhalb eines verformten Würfel-Korns (in Blauschattierungen koloriert) in der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung.

Die Orientierungsveränderung der individuellen Körner hängt von der Richtung der makroskopisch angelegten Spannung. Während der Verformung bilden sich bestimmte Orientierungen bereits aus, die in der Summe die Verformungstextur darstellen. Im Falle des Walzens von Aluminium handelt es sich um Orientierungen entlang der β -Faser. Bereiche unterschiedlicher Orientierung können sich auch innerhalb der Kristalle entwickeln.

2.2 Mechanismen der Rekristallisation

Die während der Verformung neugenerierten Kristalldefekte erhöhen die freie Energie des Materials, deren Freisetzung bei nachfolgender Wärmebehandlung die treibende Kraft für Erholung und Rekristallisation darstellt. Wird das Material nach der Verformung gegläht, können abhängig von der Temperatur zwei Entfestigungsprozesse, Erholung und Rekristallisation, stattfinden. Sie führen zum Abbau der gespeicherten Energie, die in Form der während der Verformung gespeicherten Versetzungen vorliegt, und aktivieren unterschiedliche Mechanismen. Unter Erholung versteht man alle thermisch aktivierten Prozesse der Versetzungsbewegung zwischen Umordnung und Auslöschung. Die Kristallstruktur des Materials bleibt dabei unverändert. Eine Änderung der Textur im Sinne

einer Neubildung erfolgt nicht. Der Begriff primäre statische Rekristallisation bezeichnet hingegen die Gefügeneubildung während der Glühbehandlung des verformten Materials und beinhaltet Prozesse der Entstehung und Bewegung von Großwinkelkorngrenzen (Keimbildung und Keimwachstum), wodurch das verformte Gefüge komplett erneuert wird. Hierbei wird eine Änderung der Textur beobachtet.

2.2.1 Rekristallisationskeimbildung

Die Rekristallisationskeimbildung ist ein kritischer Faktor, der Größe und Orientierung der rekristallisierenden Körner bestimmt. Deshalb ist es wichtig, ihre Mechanismen zu verstehen, um Korngröße und Textur des rekristallisierten Metalls zu beeinflussen. 1952 haben Burke und Turnbull die klassische Keimbildungstheorie für Phasenumwandlungen auch als möglichen Mechanismus für die Rekristallisationskeimbildung betrachtet [Burke 1952]. Die Keimbildung entspricht dem ersten Auftreten kleiner, neuer, versetzungsfreier Kristallite im Gefüge umgeben von einer Großwinkelkorngrenze. Solche Keime sind nur dann stabil, wenn ein Unterschied in der Energie zwischen einem lokal deformierten Zustand und einem rekristallisierten Zustand größer als die Bildungsenergie des Keims ist, was zu einem Gewinn in der freien Enthalpie führt. Daraus kann ein kritischer Keimradius r_c abgeleitet werden:

$$r_c = \frac{2\gamma}{p} = \frac{4\gamma}{\rho G b^2} \quad (2.6)$$

mit p – treibende Kraft, ρ – Versetzungsdichte, γ – Grenzflächenenergie, G – Schubmodul und b – Burgersvektor.

Die treibende Kraft für die Rekristallisation ist jedoch im Vergleich zu einer Phasenumwandlung klein. Im Fall der Rekristallisation wäre ein Keim mit kritischem Radius zu groß und folglich wäre die Keimbildungsrate zu gering. Deshalb ist davon auszugehen, dass Keime mit kritischer Größe bereits im verformten Gefüge existieren (thermodynamische Instabilität). Damit der Rekristallisationskeim eine ausreichend gute Beweglichkeit besitzt, muss er von einer Großwinkelkorngrenze zur verformten Matrix umgeben sein (kinetische Instabilität). Zudem ist ein lokales Ungleichgewicht der treibenden Kraft erforderlich, damit die Korngrenze des Keims eine Bewegungsrichtung erhält (mechanische Instabilität). Dies

wird durch den Unterschied der Versetzungsdichte im Keim und in der umgebenden verformten Matrix ermöglicht. Die drei genannten Instabilitätskriterien sind zur Keimbildung notwendig. In der verformten Mikrostruktur gibt es nur wenige definierte Regionen, die diese drei Bedingungen gleichzeitig erfüllen können. Insbesondere werden dabei bestimmte Gefügebereiche mit stark inhomogener Verformung, wie Scher- und Übergangsbänder oder Verformungszonen um große Partikeln bevorzugt. Diese Regionen enthalten hohe lokale Orientierungsdifferenzen und Versetzungsdichten und erfüllen deshalb leicht die kritischen Bedingungen zur Keimbildung. Die bereits im Verformungsgefüge vorhandenen Großwinkelkorngrenzen können selbst als Keimstellen agieren.

Die Rekristallisationskeimbildung wird stark von der chemischen Zusammensetzung des Materials beeinflusst. Segregation von Fremdatomen erhöht die Aktivierungsenergie für das Klettern und Quergleiten der Versetzungen und verhindert dadurch Erholungsprozesse, die für die Keimaktivierung notwendig sind [Holm 1970]. Außerdem, können feine Ausscheidungen ($d < 0,5 \mu\text{m}$) die Bewegung von Subkorngrenzen stark behindern oder unterdrücken, was zu einer sehr langsamen Keimbildungskinetik führt [Doherty 1962, Detert 1965, Hutchinson 1978, Jones 1980].

2.2.2 Keimwachstum

Das Wachstum der neuen rekristallisierten Körner in das verformte Gefüge wird durch eine Korngrenzenbewegung unter Wirkung einer treibenden Kraft charakterisiert. Die gespeicherte Verformungsenergie pro Längeneinheit einer Versetzung ist in 1. Näherung gegeben durch

$$E_v = \frac{1}{2} G b^2 \quad (2.7)$$

mit G – Schubmodul und b – Burgersvektor.

Bei einer Versetzungsdichte ρ lässt sich die treibende Kraft für die Rekristallisation herleiten zu

$$p = \rho E_v = \frac{1}{2} \rho G b^2 \quad (2.8)$$

wobei ρ hier die Versetzungslänge/Volumen ist.

Der Zusammenhang der Korngrenzengeschwindigkeit v und der treibenden Kraft p ergibt sich zu

$$v = m \cdot p \quad (2.9)$$

Die Beweglichkeit der Korngrenze m wird als Funktion der Temperatur durch eine Arrheniusbeziehung beschrieben

$$m = m_0 \exp(-Q_m / kT) \quad (2.10)$$

mit Q_m – Aktivierungsenergie und k – Boltzmann-Konstante.

Der Mechanismus der Korngrenzenbewegung beinhaltet Diffusionsprozesse und ist von verschiedenen Parametern, wie Korngrenzenstruktur, experimentellen Bedingungen und chemischer Zusammensetzung abhängig, was die experimentelle Bestimmung der Korngrenzengeschwindigkeit sehr schwierig macht. Das Verhältnis von Korngrenzenbeweglichkeit zu treibender Kraft lässt sich durch Experimente an Bikristallen ermitteln [Gottstein 2007, 2010].

Schon geringe Verunreinigungen des Materials können die Korngrenzenbeweglichkeit stark beeinflussen (s. Abb. 2.6). Wenn Fremdatome sich in der Korngrenze anreichern, können sehr hohe Aktivierungsenergien Q_m auftreten. Die Fähigkeit einer Korngrenze, Fremdatome aufzunehmen, hängt stark von ihrer Orientierungsbeziehung ab. Sogenannte Koinzidenzkorngrenzen können besonders wenige Fremdatome absorbieren und sind deswegen durch hohe Mobilität ausgezeichnet [Gottstein 2007]. Korngrenzen mit einer Orientierungsbeziehung $40^\circ < 111 \rangle$ sind in Aluminum als besonders schnelle Korngrenzen bekannt (Abb. 2.7) [Liebmann 1956 I und II, Parthasarathi 1961, Gleiter 1972, Ibe 1966, Molodov 1995].

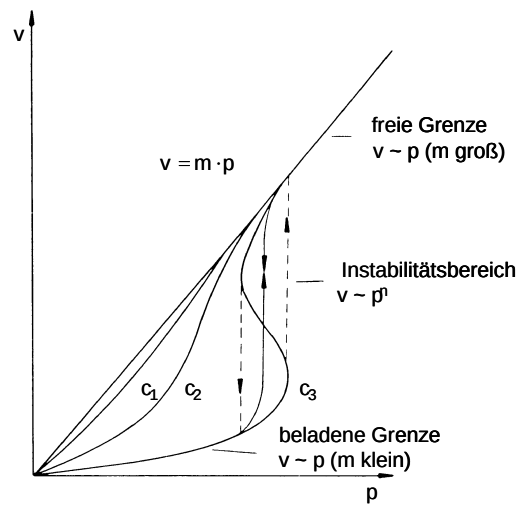


Abbildung 2.6: Theoretische Anhängigkeit der Korngrenzengeschwindigkeit von der treibenden Kraft bei Anwesenheit von Fremdatomen [Gottstein 2007].

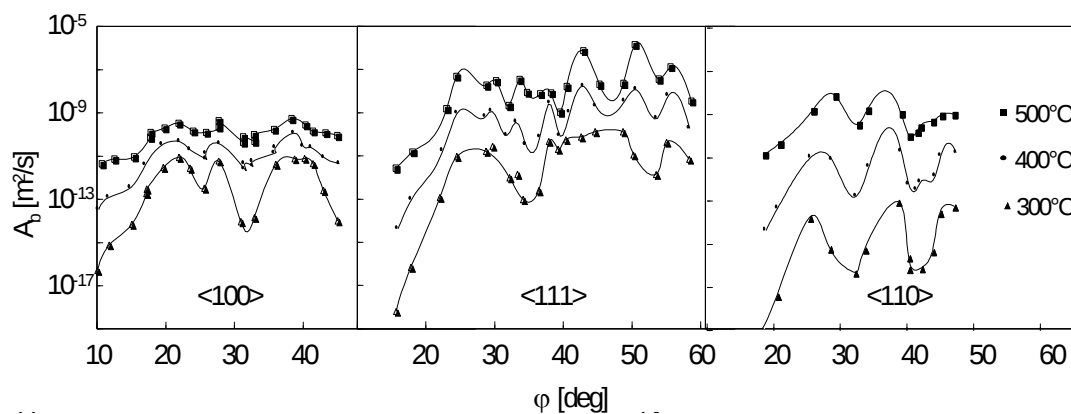


Abbildung 2.7: Abhängigkeit der Korngrenzenbeweglichkeit von der Desorientierung bei $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ und $\langle 110 \rangle$ Kippkorngrenzen in Aluminum bei unterschiedlichen Temperaturen [Gottstein 2010].

2.2.3 Rekristallisationskinetik

Der Fortschritt der Rekristallisation mit der Zeit während einer isothermen Glühung wird durch die thermische Aktivierung der Keimbildung und des Keimwachstums bestimmt und

durch die Abhängigkeit des Volumenanteils des rekristallisierten Materials als Funktion der Zeit dargestellt (Abb. 2.8).

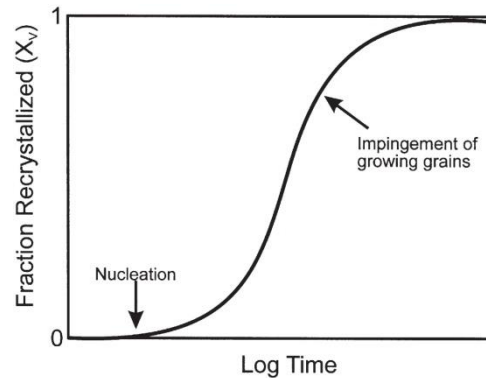


Abbildung 2.8: Typische Rekristallisationskinetik während einer isothermen Glühung.

Eine quantitative Beschreibung der Rekristallisationskinetik ermöglicht die Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) Gleichung [Avrami 1939, 1940, 1941, Kolmogorov 1937]

$$X = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{t}{t_r} \right)^q \right\} \quad (2.11)$$

mit t_r – Rekristallisationszeit, X – rekristallisierte Bruchteil und q – Avrami Exponent.

Unter Rekristallisationszeit wird eine Zeit definiert, bei der ein bestimmter Wert von $X < 1$ erreicht wird. Mathematisch kann man festlegen

$$X(t_r) = 1 - (1/e) = 0.63 \quad (2.12)$$

Das besondere Merkmal des JMAK Ansatzes ist die Annahme, dass alle Keime homogen im Gefüge verteilt sind und kugelförmig wachsen (isotropes Wachstum), bis es zur Berührung der Keime kommt. Sind die Keimbildungsgeschwindigkeit $\dot{N}$ und Keimwachstumsgeschwindigkeit v während des gesamten Vorgangs konstant, ergibt sich der rekristallisierte Volumenbruchteil zu

$$X = 1 - \exp \left\{ -\frac{\pi}{3} \dot{N} v^3 t^4 \right\} \quad (2.13)$$

Daraus kann die Rekristallisationszeit t_r

$$t_r = \left(\frac{\pi}{3} \dot{N} v^3 \right)^{-1/4} \quad (2.14)$$

und die rekristallisierte Korngröße d

$$d = 2vt_r \cong 2 \left(\frac{3}{\pi} \frac{v}{\dot{N}} \right)^{1/4} \quad (2.15)$$

abgeleitet werden.

Sowohl Keimbildungs- als auch Keimwachstumsgeschwindigkeit beeinflussen die rekristallisierte Korngröße. Im Falle einer höheren Keimbildungsgeschwindigkeit bildet sich während der Rekristallisation eine sehr feine Mikrostruktur aus, während eine Steigerung der Wachstumsgeschwindigkeit bei gleicher Keimbildungsgeschwindigkeit zu einem größeren Korngefüge führt [Gottstein 2007]. Im Gegensatz zu den theoretischen Annahmen, zeigen experimentelle Messungen keine homogene Verteilung der Keimbildungsorte im Gefüge und die Keimbildungs- und Keimwachstumsgeschwindigkeit bleiben während der Glühung nicht konstant, was eine Folge der Verformungsinhomogenität und der gleichzeitigen Erholung ist. Solche Abweichungen sind durch die Abnahme des Avrami Exponenten q erkennbar, der sich aus der Steigung der Geraden eines Avrami-Plots ($\lg \ln[1/(1-X)]$ gegen $\lg t$) bestimmen lässt [Gottstein 2007].

2.3 Die kristallographische Textur

Unter der kristallographischen Textur versteht man die Summe aller Orientierungen der Körner in einem Vielkristall. Im Gegensatz zu einer regellosen Verteilung, die z.B. in einem Metallpulver zu beobachten ist, besitzen metallische Werkstoffe durch technische Formgebungs- und Wärmebehandlungen Vorzugsorientierungen. Während der plastischen

Umformung ist die Änderung der Kornorientierungen eine Folge der stattfindenden Scherung auf den Gleitsystemen. Wird das Material anschließend rekristallisiert, tritt die Keimbildung in Bereichen mit bestimmten bevorzugten Orientierungen auf, was zu einer weiteren Texturänderung führt (Abb. 2.9).

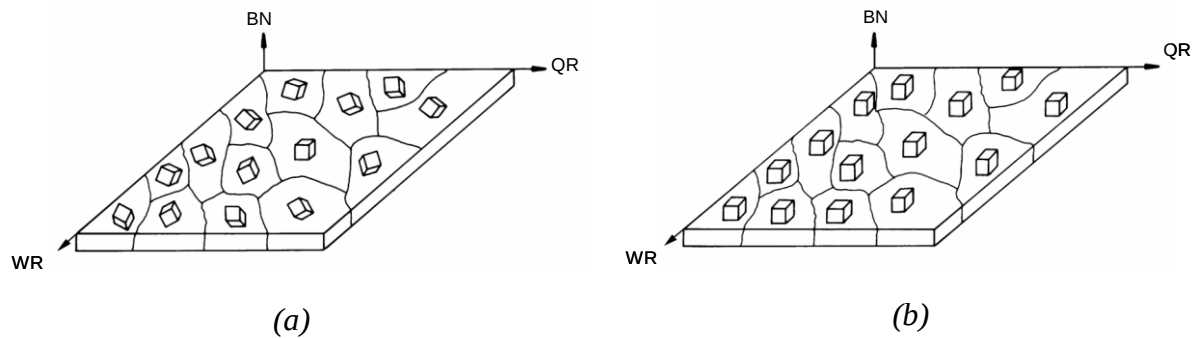


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung der kristallographischen Textur bei einer regellosen Orientierungsverteilung (a) und bei Auftreten einer Vorzugsrichtung (b) [Gottstein 2007].

Zur Makrotexturanalyse wird gewöhnlich die Texturmessung mittels Röntgenbeugung mit einem Texturgoniometer verwendet, wobei die Beugungsintensität von bestimmten kristallographischen Ebenen, bzw. der Volumenanteil der Probe mit einer spezifischen Orientierung, gemessen wird. Diese Messung gibt jedoch keine Auskunft darüber, wie die verschieden orientierten Körner in der Probe verteilt sind. Hierzu muss auf die Mikrotexturanalyse mittels Beugung rückgestreuter Elektronen oder EBSD in einem REM und einem TEM zurückgegriffen werden. Zur Texturdarstellung wird heutzutage meistens die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) verwendet, zu deren Berechnung eine ausreichende Anzahl an Polfiguren gemessen werden muss (in Aluminium 4 Polfiguren: $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ und $\{311\}$). Die OVF gibt eine vollständige Beschreibung der Textur und kann bspw. durch Reihenentwicklungsmethoden nach Bunge ausgewertet werden [Bunge 1981, Dahms 1988, Dahms 1989]. Eine Orientierung wird durch ihre drei Eulerwinkel φ_1 , Φ , φ_2 definiert [Bunge 1965, Bunge 1985] und kann im Eulerraum dargestellt werden (Abb. 2.10) [Morris 1968].

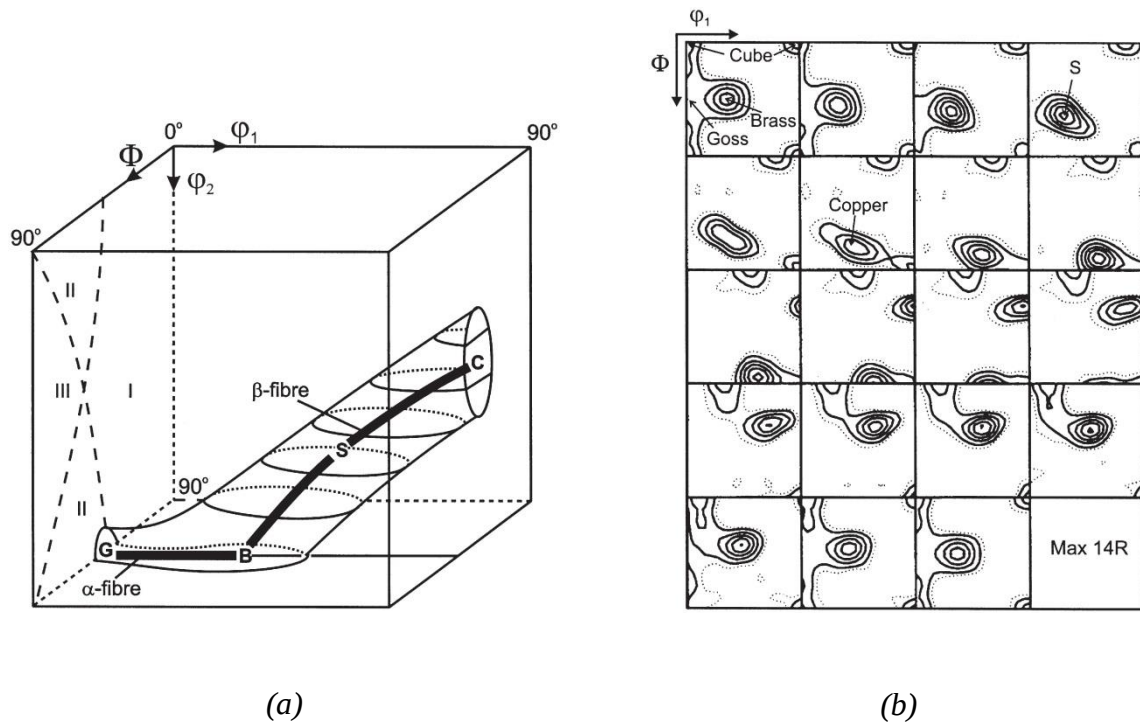


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung der kfz Walztextur im dreidimensionalen Eulerraum (a) und Schnitte durch den Eulerraum in 5° Schritte in φ_1 (b).

Die Verformungstextur ist von vielen Parametern, wie Stärke und Typ der Verformung, Verformungstemperatur oder Anwesenheit von Sekundärphasen im Gefüge, abhängig. Außerdem wird die Verformungstextur von kfz Metallen hauptsächlich durch die Stapelfehlerenergie bestimmt. Nach dem Walzen bis zu hohen Walzgraden bildet sich in Metallen mit hoher SFE (z.B. in Aluminium) eine Textur vom Kupfer-Typ aus, während bei niedriger SFE der Messing-Typ entsteht (Abb. 2.11).

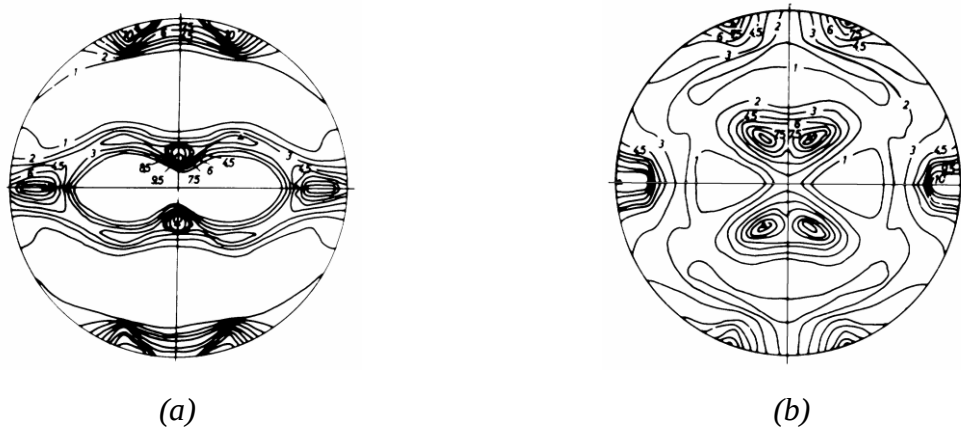


Abbildung 2.11: Gemessene $\{111\}$ Polfiguren typischer kfz-Walztexturen: (a) Kupfer und (b) Messing gewalzt bei Raumtemperatur [Gottstein 2007].

In Tabellen 2.2 und 2.3 sind die wichtigste Walz- und Rekristallisationstexturkomponenten der Kfz-Metalle zusammengefasst.

Tabelle 2.2: Wichtigste Walztexturkomponenten von kfz-Metallen.

Lage	Miller-Indizes $\{hkl\} \langle uvw \rangle$	Eulerwinkel		
		φ_1	ϕ	φ_2
Cu-Lage	$\{112\} \langle 111 \rangle$	90	35	45
S-Lage	$\{123\} \langle 634 \rangle$	59	37	63
Ms-Lage	$\{011\} \langle 211 \rangle$	35	45	0
Goss-Lage	$\{011\} \langle 100 \rangle$	0	45	0
Gedr. W.-Lage	$\{001\} \langle 110 \rangle$	45	0	0
WR g. W.-Lage	$\{025\} \langle 100 \rangle$	0	22	0

Tabelle 2.3: Wichtigste Rekristallisationstexturkomponenten von kfz-Metallen.

Lage	Miller-Indizes $\{hkl\} \langle uvw \rangle$	Eulerwinkel		
		φ_1	ϕ	φ_2
Würfellage	$\{001\} \langle 100 \rangle$	0	0	0
BN gedrehte Würfellage	$\{001\} \langle 310 \rangle$	20	0	0
R-Lage	$\{123\} \langle 634 \rangle$	59	37	63
	$\{124\} \langle 211 \rangle$	57	29	63
Ms-Rekr.-Lage	$\{236\} \langle 385 \rangle$	79	31	33
Q-Lage	$\{0\ 3\ 10\} \langle 392 \rangle$	70	15	0
P-Lage	$\{011\} \langle 111 \rangle$	55	45	0

Die Rekristallisationstextur, die sich während der Wärmebehandlung eines verformten Metalls entwickelt, ist weitestgehend für die Einstellung der Eigenschaften in vielen Fertigprodukten verantwortlich, weshalb sie industriell von hohem Interesse ist. Ihre Intensität ist von vielen Faktoren wie z.B. Art der Verformung, Verformungsgrad, Anfangstextur, Anzahl der Glühbehandlungen und Reinheit der Legierung abhängig. Nach dem Kaltwalzen tritt beim Glühen in hochreinem Aluminium häufig die Würfellage auf, die eine typische Rekristallisationstexturkomponente in Metallen hoher SFE darstellt. Der Ursprung dieser oft prägnanten Würfellage hat in den letzten Jahrzehnten großes wissenschaftliches und technisches Interesse hervorgerufen. Eine quantitative Prognose der Rekristallisationstextur ist jedoch ohne Verständnis der zugrunde liegenden physikalischen Prozesse nicht möglich. Daher ist die experimentelle Untersuchung der Würfelkeimbildung von hohem Interesse für die Anwendung.

2.4 Entstehung der Würfellage

2.4.1 Kurzer Literaturüberblick

Die Entwicklung der Würfeltextur während der Rekristallisation von kaltgewalzten Al-Legierungen ist eines der prägnanten Beispiele einer ausgeprägten Textur-Bildung. Aufgrund

ihres starken Einflusses auf die Blechumformung wurde die Würfellage in den vergangenen Jahrzehnten häufig untersucht [Burgers 1931, Barrett 1940, Burgers 1953, Hu 1985, Duggan 1993, Vatne 1996 I und II, Engler 1996, Inagaki 2005]. Hieraus haben sich zwei unterschiedlichen Theorien zur Entstehung von ausgeprägten Rekristallisationstexturen entwickelt: orientierte Keimbildung und orientiertes Keimwachstum. Unter orientierter Keimbildung versteht man eine vergleichsweise schnellere Entwicklung von einigen spezifischen Orientierungen. Dabei wird angenommen, dass das Wachstum für die Texturentwicklung keine entscheidende Rolle spielt. Trotz zahlloser Untersuchungen [Burgers 1951, Dillamore 1974, Doherty 1985, Hjelen 1991, Kamijo 1993 I und II, Engler 1996, Daaland 1996 I und II, Samajdar 1998] konnte die bevorzugte Keimbildung von Würfeln nicht abschließend geklärt werden. Experimentelle Versuche an hochreinem Aluminium haben gezeigt, dass Würfeln schon während des Walzens bei Raumtemperatur stark erholen können [Hirsch 1986], was die Rekristallisationskeimbildung begünstigt. In technischen Legierungen wird jedoch diese starke Erholung der Würfeln durch Wechselwirkung mit Fremdatomen, zumeist Eisen und Mangan, behindert. Nach dem Warmwalzen von Aluminium wurde eine stark erholte Substruktur innerhalb der verformten Würfeln beobachtet [Dillamore 1974, Vatne 1996 I, Samajdar 1994]. Diese ausgeprägte Erholung wurde durch eine Hypothese von Ridha und Hutchinson [Ridha 1982] begründet, die auf der Aktivierung von vier symmetrischen Gleitsystemen mit zwei zueinander orthogonalen Burgersvektoren beruht, die für eine homogene Verformung in kfz-Metallen notwendig seien. Es wurde vermutet, dass es in diesem Fall keine elastische Wechselwirkung zwischen den Versetzungen der verschiedenen Gleitsysteme gibt und sich keine stabilen Verbindungen (Lomer-Cottrell-Locks) bilden können. Generell kann eine Wechselwirkung von Versetzungen auf dem gleichen Gleitsystemen dabei nicht vernachlässigt werden, was dieser Hypothese widerspricht. Folglich gibt es derzeit keine hinreichende physikalische Erklärung für die schnelle Erholung der Würfeln.

Bei der Theorie des orientierten Keimwachstums wird hingegen angenommen, dass ein schnelles Kornwachstum bestimmter Orientierung zu einer Betonung der Hauptkomponenten der Rekristallisationstextur führt, während die Orientierungen des Keimspektrums als regellos angenommen werden. Diese Theorie basiert auf experimentellen Beobachtungen von höherbeweglichen Korngrenzen, die auf einer speziellen

Orientierungsbeziehung $40^\circ \langle 111 \rangle$ beruhen [Beck 1953, Lücke 1970]. Da die Würfellage diese spezielle Orientierungsbeziehung zur S-Lage $\{123\} \langle 634 \rangle$, einer Hauptkomponente der Verformungstextur in Aluminium aufweist [Lücke 1976], erwartet man dementsprechend ein schnelles Wachstum der Würfelnkörner, was in zahlreichen experimentellen Untersuchungen bestätigt wurde (s. Abb. 2.12) [Jensen 1992, Gottstein 1999, Taheri 2005]. Juul Jensen et al. [Jensen 1995] hat postuliert, dass das schnelle Wachstum von Würfelnkörner allein durch ihre große Desorientierung zur verformten Matrix und nicht durch spezielle Orientierungsbeziehung erklärt werden kann. Diese Arbeit lässt jedoch keine Rückschlüsse darauf zu, inwieweit der hohe Anteil der Würfellage in der Rekristallisationstextur davon abhängig ist.

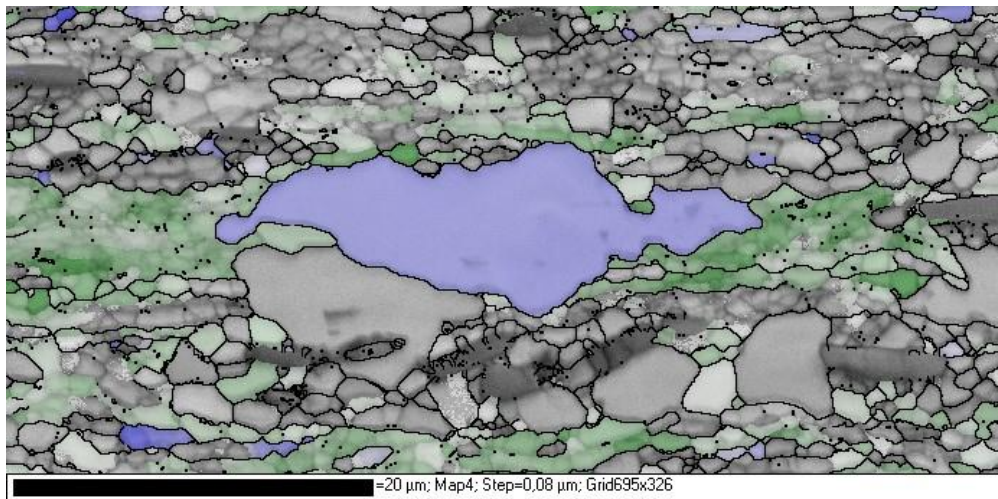


Abbildung 2.12: EBSD Aufnahme einer 70% kaltgewalzten Legierung AA3103 nach 30 Minuten isothermer Glühung bei 300°C. Die in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert. Körner mit S-Lage $\pm 15^\circ$ sind in Grünschattierungen koloriert. Großwinkelkorngrenzen (GWKG) mit Desorientierung von mehr als 15° wurden durch schwarze Linien gekennzeichnet.

Seit den 80er Jahren wurde diskutiert, ob eine der beiden Theorien allein ausreicht, um die starke Würfellage in der Rekristallisationstextur zu erklären. Je nach Herstellungsprozess des Materials, Verformungstemperatur oder Verformungsgrad kann entweder bevorzugte Keimbildung oder eine bestimmte Wachstums Umgebung die dominierende Rolle spielen.

Weitere mögliche Faktoren, die die Texturentwicklung während der Rekristallisation beeinflussen, sind die unterschiedliche gespeicherte Versetzungsenergie von Körnern unterschiedlicher Orientierung [Vatne 1996 I, Godfrey 2001], sowie der „Orientation Pinning“ – Prozess, der von Jensen [Jensen 1995] und Engler [Engler 1998] vorgeschlagen wurde.

2.4.2 Keimbildungsorte für Würfeln Körner im verformten Gefüge

Während des Walzens neigt bei $\{111\}\langle 110 \rangle$ Gleitung (Oktaedergleitung) die Würfelorientierung zur Rotation um die Walzrichtung und ist folglich instabil. Werden bei Raumtemperatur hohe Walzgrade erreicht, wird die Würfellage in der Verformungstextur stark abgebaut. Allerdings spielen die verbleibenden, verformten Würfeln Körner (sogenannte Würfelbänder), die ihre Orientierung während des Verformungsprozesses weitestgehend behalten, beim weiteren Rekristallisationsglühen eine wichtige Rolle. Sie werden als potentielle Keimbildungsorte betrachtet, die zudem kaum Erholung zur Aktivierung als Keime benötigen. Der Ursprung dieser Würfelbänder im verformten Gefüge ist je nach Verformungstemperatur unterschiedlich. Im kaltverformten Material handelt es sich um sogenannte Übergangsbänder, die infolge der Aufspaltung von ehemaligen Würfeln Körnern entstehen und aufgrund ihrer starken Desorientierung zu benachbarten verformten Körnern sich schnell zu Rekristallisationskeimen ausbilden (s. Abb. 2.5 und 5.8) [Dillamore 1974, Ridha 1982, Kamijo 1993 I und II, Vatne 1996 II]. Die Bildung von Übergangsbändern wurde 1974 von Dillamore und Katoh im Rahmen von Untersuchungen der Walztexturentwicklung in reinem Kupfer beschrieben [Dillamore 1974] und wurde später durch die experimentellen Beobachtungen von Ridha und Hutchinson bestätigt [Ridha 1982]. Die Inklinations der Übergangsbänder im Gefüge ist vom Verformungsgrad abhängig. Im stark verformten Material (über 90% Walzgrad) können sie sich parallel zur Walzrichtung ausrichten.

Im Gegensatz zum Kaltwalzen verbleiben nach dem Warmwalzen wesentlich mehr potentielle Keimbildungsstellen aufgrund der Stabilität der Würfellage und der bei höherer Temperatur zusätzlich aktivierten nicht oktaedrischen Gleitsysteme. Da diese Körner nach der Verformung normalerweise in Walzrichtung lang gestreckt sind, werden sie auch als Würfelbänder bezeichnet [Vatne 1994, Vatne 1996, Samajdar 1995]. Der höhere Anteil der Würfellage in der Rekristallisationstextur nach dem Warmwalzen wurde in den voran

genannten Untersuchungen direkt mit dem höheren Anteil der Würfellage in der Verformungstextur in Verbindung gebracht. Der Keimbildungsmechanismus, der zu rekristallisierten Körnern an solchen Würfelbändern führt, ist die so-genannte SIBM (strain-induced boundary migration) [Vatne 1996 I].

Es wurde lange Zeit angenommen, dass die Würfelbänder die einzige Quelle für Würfelkeime im verformten Gefüge darstellen. Experimentelle Untersuchungen von Kamijo et al. [Kamijo 1993 I und II] haben jedoch gezeigt, dass eine Würfelorientierung durch einfaches Walzen eines Aluminium-Einkristalls mit anfänglicher S-Orientierung entstehen kann. Diese neu entstandenen Orientierungen können während der nachfolgenden Glühung eine bedeutende Rolle für die Keimbildung der Würfelkörner spielen. Ihre Ergebnisse wurden durch Finite-Elemente-Simulationen von Beaudoin et al. [Beaudoin 1996] bestätigt. Sie fanden, dass sich Orientierungen nahe der Würfellage in stark verformten Regionen bilden können, in denen auch Körner verschiedener S-Orientierungsvarianten vorliegen. Tatsächlich ist es aber unwahrscheinlich, einen Bereich mit vier kristallographisch äquivalenten Varianten der S-Lage in direkter Nachbarschaft in einem verformten Polykristall zu finden, so wie es in dieser FEM Simulation angenommen wurde. Neuere Untersuchungen von Albou et al. [Albou 2010, Albou 2012] an einer hochverformten Al-0.1% Mn Legierung zeigten, dass kleine Fragmente der Würfelorientierung während der Warm- und Kaltverformung innerhalb von Körnern anderer Orientierung generiert werden können. An Hand von FEM Simulationen des Warmverformungsprozesses wurde ein solches Verhalten für die Körner mit ursprünglicher 20-30° rotierte Würfelorientierung festgestellt. Solche Würfelfragmente haben Körner mit Orientierungen entlang der β -Faser (s. Abb. 2.10) als nächste Nachbarn. Weitere Glühexperimente, wobei die gleiche Probenstelle im verformten und im rekristallisierten Zustand gemessen wurde, zeigten eine hohe Effizienz solcher Bereiche für die Keimbildung. Solche ex-situ Experimente lassen jedoch keine Rückschlüsse auf die Keimbildungskinetik zu. Ein Mangel an experimentellen Daten kann in diesem Fall durch kontinuierliche in-situ Glühexperimente im REM gelöst werden.

2.5 Rekristallisationsmodellierung

Die physikalische Modellierung metallkundischer Phänomene und ihre Computersimulation ist eine Methode, die eine schnelle Kontrolle der Materialeigenschaften bei der Herstellung eines Al Blechs unter industriellen Bedingungen erlaubt. Während der gesamten Prozesskette führt die thermische Behandlung des Materials zwischen oder während der Verformungsprozesse zu starken Einflüssen auf die Festigkeit, die Mikrostruktur und im Falle von Rekristallisation auch auf die Textur. Es gibt unterschiedliche Ansätze zur Mikrostruktur- und Texturentwicklung während der Rekristallisation, die auf Basis von Monte-Carlo Simulationen [Potts 1952, Srolovitz 1986], zellulären Automaten [Hesselbarth 1991, Reher 1998, Gottstein 2001], Avrami Modellen [Avrami 1939, 1940, 1941, Kolmogorov 1937, Cahn 1996] oder statistischen Modellen basieren [Sebald 2002 I und II]. Da die Änderung der Mikrostruktur während der Rekristallisation nicht homogen abläuft, wird ein Rekristallisationsmodell mit einer örtlichen und zeitlichen Auflösung benötigt. Extrinsisch skalierbare zelluläre Automaten sind vor allem dazu geeignet. Das grundlegende Arbeitsprinzip solcher Modelle basiert auf der Unterteilung des Probenvolumens in diskrete Zellen. So wird die Mikrostruktur im Modell abgebildet. Die Änderung des Zellzustandes unter festgelegten Bedingungen wird während der gesamten Rekristallisationszeit neu berechnet. Ein Korn des Ausgangsgefüges setzt sich aufgrund seiner Größe aus mehreren solchen Zellen zusammen (Abb. 2.13). Für jedes Korn wird die Orientierung und Versetzungsdichte als Startkonfiguration für die Rekristallisation gespeichert. Ab einem Zeitpunkt, der durch ein Keimbildungsmodell vorgegeben ist, können Keime gesetzt werden, die in ihre Nachbarschaft hinein wachsen können. Hierbei wird das verformte Gefüge durch neues rekristallisiertes Gefüge mit geringerer Versetzungsdichte ersetzt. Die Wachstumsgeschwindigkeit ist von der lokalen Energie, Chemie und Kristallographie abhängig.

Das Thema Rekristallisationsprozesse ist seit langer Zeit Forschungsthema am Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen, und wird sowohl in experimenteller Hinsicht als auch bezüglich der Modellierung und Simulationen untersucht. Dabei wurden zunächst die Bedingungen der Zelltransformationen im Gegensatz zu den klassischen zellulären Automaten geändert. Als Ergebnis wurde am IMM das physikalische

Rekristallisationsmodell auf Basis von zellulären Automaten CORE (Cellular Operator for Recrystallization) entwickelt [Reher 1998, Marx 1995 I, 1995 II, 1996, 1999, Mukho 2007, Schäfer 2010]. Statt nur homogene und ganzzahlige Wachstumsschritte zuzulassen, wurde das Gitter im CORE Modell lokal adaptiv verändert, um eine hohe Auflösung der Wachstumsfront zu erhalten. Der Einfluss von Verformung, Textur und Ausscheidungszustand auf die Mikrostrukturentwicklung wurde im Rahmen der Arbeiten von Mukhopadhyay [Mukho 2007] und Schäfer [Schäfer 2010] im CORE Modell implementiert. Nun kann das Modell in direkter Kopplung zum Verfestigungsmodell 3IVM+ (3 Internal Variables Model) [Roters 2000, Goerdeler 2004, Goerdeler 2007, Gurla 2007, Mohles 2008], zum Ausscheidungsmodell ClaNG (Classical Nucleation and Growth) [Schneider 2006, Löchte 2004, Liu 2013] und zum Texturmodell GIA (Grain InterAction) [Crumbach 2005, Crumbach 2006 I und II] verwendet werden.

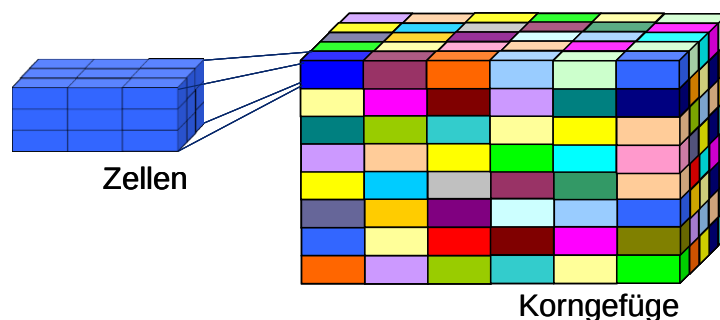


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung des Korngefüges im Rekristallisationsmodell CORE.

Da CORE ein reines Wachstumsmodell ist, werden die Keime aus zusätzlichen Keimbildungsmodellen, wie z.B. ReNuc (Recrystallization Nucleation) [Crumbach 2005, Crumbach 2006 I] importiert. Im ReNuc Modell werden spezielle Keimbildungsmechanismen betrachtet, weil eine regellose Keimbildung zu einer unrealistisch schwachen Rekristallisationstextur führte. Zu diesen Mechanismen gehören die Keimbildung an Scherbänder, die Keimbildung an Übergangsbändern, die Keimbildung an Korngrenzen und die Keimbildung an Partikeln (so genannte PSN Particle-Stimulated Nucleation [Schäfer 2009, Schäfer 2010]). Die Wahrscheinlichkeit einer spezifischen Keimbildung wird aus den

Daten der Verformungssimulation GIA-3IVM+ abgelesen und für jedes einzelnes Korn angegeben. Die absolute Keimanzahl wird dabei aus der Anzahl der Keime eines jeden Keimbildungsmechanismus summiert:

$$N_{tot} = N_{rand} + N_{GB} + N_{TB} + N_{PSN} \quad (2.16)$$

wobei N_{rand} , N_{GB} , N_{TB} und N_{PSN} die Anzahl der Keime, die an Scherbändern, an Korngrenzen, an Übergangsbändern (Würfelkeime) und an Partikeln entstanden. Der relative Beitrag F_i von jedem Keimbildungsmechanismus wurde durch Funktion (2.17) berechnet:

$$F_i = \frac{n_i \cdot f_i}{\sum_{k=1}^3 n_k \cdot f_k} \quad (2.17)$$

Hier ist n_i die Anzahl der verformten Körner, die zu dem entsprechenden Keimbildungsmechanismus i beitragen und f_i – ist die in das CORE Modell eingeführte Konstante (so genannte Keimbildungseffizienz), die die entsprechende Keimbildung entweder fördern oder unterdrücken kann. Falls kein Keimbildungsmechanismus bevorzugt ist, werden alle Konstanten gleich 1 angenommen.

Um die Keimbildung in einem verformten Korn zu erlauben, wurden folgende Kriterien verwendet: einen kritischen Wert der Scherrelaxation für die Keimbildung an Scherbändern, die Anzahl der aktivierten Gleitsystemen für die Keimbildung an Korngrenzen und einen kritischen Wert der Desorientierung innerhalb des Kornes für die Keimbildung an Übergangsbändern [Crumbach 2005].

Da eine ausführliche Beschreibung des CORE Modells in der Literatur zu finden ist [Mukho 2007, Schäfer 2010], werden in der vorliegenden Arbeit nur die wichtigsten Aspekte des Modells zusammengefasst. Die durchschnittliche Korngröße (in allen drei Richtungen WR, QR und BN) und die Anzahl der Körner für die Ausgangsmikrostruktur des CORE Modells werden durch GIA-3IVM+ Rechnungen angegeben. Weitere wichtige Input-Parameter für das CORE Modell sind in Tabelle 2.4 zusammengestellt. Da die in der vorliegenden Arbeit dargestellten Simulationen (s. Kapitel 7) ohne Berücksichtigung der zeitlichen Änderung des Lösungsgehaltes während der Rekristallisation durchgeführt wurden, sind die Input-Parameter für das ClaNG Modell in dieser Tabelle nicht dargestellt.

Tabelle 2.4: Übersicht der Input-Parameter für Rekristallisationsmodell CORE.

Quelle oder Kopplungsprogramm	Input-Parameter	Beschreibung
GIA-3IVM+	Versetzungsdichte, ρ	Für jedes Korn gespeicherte mittlere Versetzungsdichte in Zellenwänden und Zelleninneren
GIA-Split Up	Verformungstextur	OVF Liste der verformten Körner
	Ausgangsmikrostruktur	Anzahl und die mittlere Korngröße der verformten Körner in drei Richtungen WR, QR und BN (in Kombination mit experimentellen Daten)
	Keimbildungskriterien	Wert der Scherrelaxation, Anzahl der aktivierten Gleitsystemen und die mittlere Desorientierung innerhalb der verformten Körner
Experiment	Physikalische Parameter des Materials	Diffusionskoeffizienten, Aktivierungsenergie für das Kornwachstum, Partikeln Verteilung, Lösungsgehalt der Legierungselementen usw.

Tabelle 2.5: Übersicht der im CORE Rekristallisationsmodell verwendeten Orientierungsklassen.

Index der Orientierungsklasse	Ideale Orientierung	Miller-Indizes $\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Eulerwinkel $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$
1	Würfellage $\pm 15^\circ$	$\{001\}\langle 100 \rangle$	0, 0, 0
2	Goss-Lage $\pm 15^\circ$	$\{011\}\langle 100 \rangle$	0, 45, 0
3	Kupfer-Lage $\pm 15^\circ$	$\{112\}\langle 111 \rangle$	90, 35, 45
4	S/R-Lage $\pm 15^\circ$	$\{123\}\langle 634 \rangle$	59, 37, 63
5	Messing-Lage $\pm 15^\circ$	$\{011\}\langle 211 \rangle$	35, 45, 0
6	45° BN gedrehte Würfellage $\pm 15^\circ$	$\{001\}\langle 100 \rangle$	45, 0, 0
7	P-Lage $\pm 11^\circ$	$\{011\}\langle 111 \rangle$	55, 45, 0
8	Q-Lage $\pm 11^\circ$	$\{0\ 3\ 10\}\langle 392 \rangle$	70, 15, 0
9	Inverse Goss-Lage $\pm 11^\circ$	$\{011\}\langle 011 \rangle$	90, 45, 0
10	22 WR gedrehte Würfellage $\pm 15^\circ$	$\{025\}\langle 100 \rangle$	0, 22, 0
11	22 QR gedrehte Würfellage $\pm 15^\circ$	$\{001\}\langle 100 \rangle$	90, 22, 0

Das Kornwachstum wird im Rekristallisationsmodell CORE durch die Korngrenzengeschwindigkeit gemäß Gleichung 2.9 berechnet. Die treibende Kraft berechnet sich aus der gespeicherten Energie der Versetzungen gemäß Gleichung 2.8, die für Körner einer bestimmten Orientierungsklasse gemittelt wurde (s. Tabelle 2.5).

Während der Rekristallisation wurde die treibende Kraft aufgrund von Erholung, die durch Kopplung zum 3IVM+ Verfestigungsmodell ins CORE implementiert wurde, reduziert [Schäfer 2010]. Die Erholungskinetik ist in diesem Fall orientierungsabhängig und wird durch Abnahme der Versetzungsdichte in jedem einzelnen Korn des Ausgangsgefüges angegeben. Die Korngrenzengeschwindigkeit wurde im CORE Modell durch drei Geschwindigkeitsniveaus dargestellt: für Kleinwinkelkorngrenzen, für Großwinkelkorngrenzen und für Korngrenzen mit einer speziellen Orientierungsbeziehung von $40^\circ\langle 111 \rangle$ mit einer zusätzlichen Erhöhung (s. Abb. 2.14).

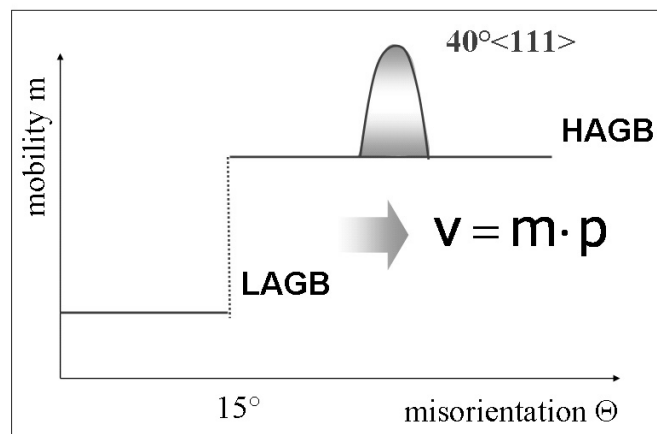


Abbildung 2.14: Schematische Darstellung der Korngrenzengeschwindigkeit für Kleinwinkelkorngrenzen, für Großwinkelkorngrenzen und für Korngrenzen mit einer speziellen Orientierungsbeziehung von $40^\circ\langle 111 \rangle$ im Rekristallisationsmodell CORE [Schäfer 2010].

Das CORE Modell ist nicht zur ortaufgelösten Modellierung der Rekristallisation in kommerziellen Al-Legierungen geeignet, die gelöste Legierungselemente und kleine Partikel (Dispersoide) in ihrer Mikrostruktur erhalten. Eine Abbildung von Dispersoiden erfolgt daher

gemittelt über eine rücktreibende Kraft, da die minimale Zellgröße innerhalb des CA eine explizite Darstellungen von Dispersoiden nicht zulässt. Die Anwesenheit von Fremdatomen wird gemäß der „impurity drag“ Theorie durch eine reduzierte Korngrenzenmobilität berücksichtigt:

$$m = \frac{m_{GWKG}}{1 + c_s \cdot \beta \cdot z \cdot \frac{D}{D_{fremd}}} \quad (2.18)$$

wobei m_{GWKG} – die Korngrenzenmobilität ohne Wirkung gelöster Fremdatome, c_s – der Lösungsgehalt von entsprechendem Legierungselement, z – die Anzahl von Absorptionsstellen in der Korngrenze, β – die in der Korngrenzen Anreicherung, D – der Selbstdiffusionskoeffizient des Materials und D_{fremd} – der Diffusionskoeffizient der gelösten Fremdatome sind [Gottstein 2010]. Wenn die Legierung kleine und fein verteilte Dispersoide enthält, beeinflusst die rücktreibende Zener-Kraft die Korngrenzenbewegung durch:

$$p_z = -\frac{3}{2} \cdot \gamma \cdot \frac{f}{r_p} \quad (2.19)$$

wobei γ – die Korngrenzenenergie, f – der Volumenbruchteil der Dispersoiden und r_p – der Partikelradius darstellen [Gottstein 2010].

Zu den wichtigsten Output-Daten des Rekristallisationsmodells CORE zählen die Rekristallisationstextur, die Rekristallisationskinetik und die Parameter der rekristallisierten Mikrostruktur, wie Korngrößenverteilung und rekristallisierter Bruchteil.

Kapitel 3

Experimentelle Methoden

Das Rekristallisationsverhalten der verwendeten Legierung AA8079L wurde mit den im Folgenden beschriebenen Methoden charakterisiert. Die Rekristallisationskinetik wurde mittels Härtemessungen nach der Vickers Methode abgeleitet, wobei eine Diamantpyramide mit einem Öffnungswinkel von 136° auf die Oberfläche der Probe unter einer Prüfkraft F von 100g 10 Sekunden eingedrückt wurde. Mit Hilfe eines optischen Mikroskops wurden die Diagonalen d_1 und d_2 des hinterlassenen Härte-Eindrucks vermessen. Die Vickershärte berechnet sich unter Einbeziehung von Kraft und gemessenem Durchmesser wie folgt:

$$HV = 1854.4 \cdot F / d^2 \quad (3.1)$$

wobei $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$.

Zur Darstellung der Texturentwicklung während der Rekristallisation wurden sowohl Makro- als auch Mikrotexturmessungen durchgeführt. Makrotexturmessungen erfolgten mittels eines Röntgertexturgoniometers unter Verwendung von Co $K\alpha$ -Strahlung ($\lambda_{Co}=1,79\text{\AA}$) im Rückstrahlmodus [Schulz 1949, Hirsch 1984, Randle 2000]. Für die Polfigurmessung

wurden zuerst die charakteristischen Reflexionswinkel der entsprechenden $\{hkl\}$ -Netzebenen mittels eines Diffraktogramms (Thetascan) durch Bestrahlung der Probe mit monochromatischer Röntgenstrahlung bestimmt (Abb. 3.1). An Hand der in diesem Diagramm enthaltenen Intensitätspeaks können diejenigen Netzebenen identifiziert werden, die das Braggsche Gesetz erfüllen:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.2)$$

wobei n -Beugungsordnung, λ -Wellenlänge der Röntgenstrahlung, d -Netzebenenabstand und θ -Reflexionswinkel sind.

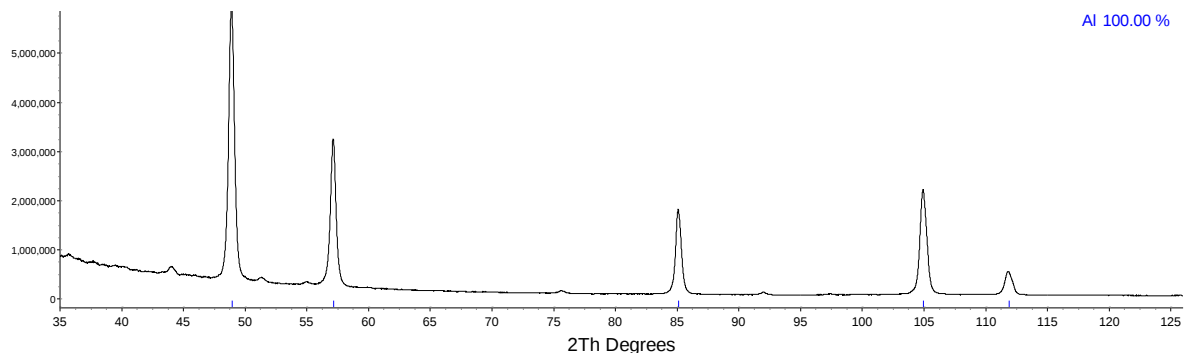


Abbildung 3.1: Darstellung des Diffraktogramms einer Rein-Al Probe.

Bei der Polfigurmessung wurde der Detektor auf diesen charakteristischen Beugungswinkel eingestellt, und die Probe wurde zum Eingangsstrahl ebenfalls um diesen Winkel verkippt. Dann wurde die Probe zum Eingangsstrahl um den Winkel α verkippt und in jeweils 5° -Schritten um den Azimut β gedreht (Abb. 3.2). Aus den gemessenen Intensitäten, die bei den jeweiligen Winkeln auftraten, wurden die Polfiguren ermittelt. Um die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) für Aluminium und seine Legierungen zu bestimmen, ist es notwendig die folgenden vier Polfiguren zu messen: $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ und $\{113\}$. Die OVF wurde aus diesen Polfiguren unter Verwendung der Reihentwicklungsmethode nach Bunge [Bunge 1981] berechnet. Dabei wurde zur Bestimmung der ungeraden Koeffizienten ein Positivitätskriterium [Dahms 1989] verwendet.

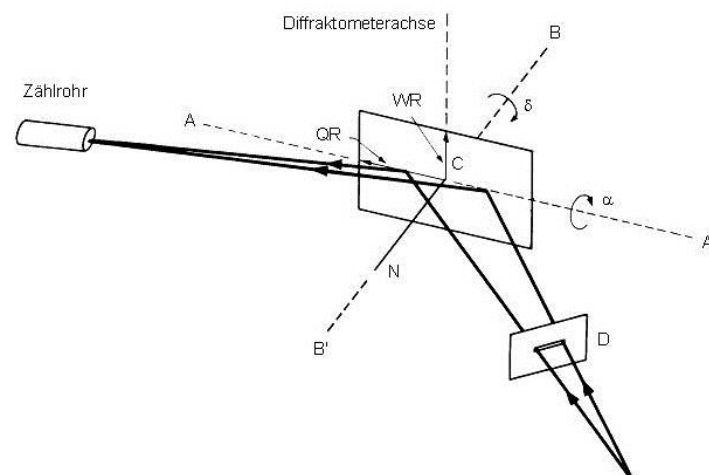


Abbildung 3.2: Schema der Polfigurmessung in einem Röntgertexturgoniometer
[Gottstein 2007].

Um hingegen die Mikrostruktur, d.h. die Orientierung individueller Körner in der Mikrostruktur zu untersuchen, wurden Messungen mittels Beugung rückgestreuter Elektronen, d.h. EBSD Analyse (Electron Back Scatter Diffraction) durchgeführt (Abb. 3.3). Dies ist heutzutage die am häufigsten verwendete Methode für die Untersuchung lokales Orientierungsphänomens wie bspw. der Rekristallisationskeimbildung [Venables 1973, Dingley 1988]. Elektronenrückstreubeugung basiert auf der Aufnahme des Beugungsmusters einzelner Körner innerhalb massiver Proben mit einem Rasterelektronenmikroskop.

Eine Innovation in den letzten Jahrzehnten war die Verwendung von EBSD in Verbindung mit einem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop. Die daraus resultierende höhere, räumliche Auflösung hat das Spektrum der Anwendungen von EBSD erheblich erweitert. Nach aktuellem Stand der EBSD Technik kann die Orientierung eines Kristallites mit einer Winkelauflösung von 2° und einer räumlichen Auflösung von 0.4 nm gemessen werden. In der vorliegenden Arbeit wurden EBSD Aufnahmen (sogenannte EBSD Mappings) unter Verwendung eines Feldemissions-Rasterelektronenmikroskops vom Typ LEO1530 (Abb. 3.4) mit einer EBSD Einheit erstellt. Die Steuerung des REM erfolgte durch die Software HKL Channel 5.

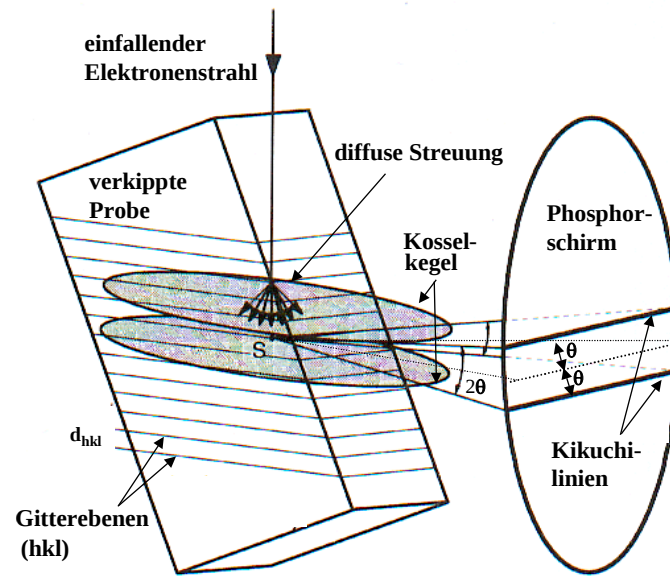


Abbildung 3.3: Schema der Bildung von Kikuchi-Pattern im Rahmen einer EBSD-Messung [Gottstein 2007].



Abbildung 3.4: Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop vom Typ LEO1530 am IMM.

Typischerweise werden bei EBSD Untersuchungen des Rekristallisationsprozesses in einer Probe diskontinuierliche Glühexperimente durchgeführt. Hierbei werden die Proben für

definierte Zeiten gegläht und zur Vermeidung eines weiteren Rekristallisationsfortschritts schnellstmöglich, d.h. im gegenwärtigen Fall in Wasser abgeschreckt. Danach erfolgt Orientierungsmessung bei Raumtemperatur. Bei solchen „post mortem“ Untersuchungen ist die zeitliche Entwicklung der Mikrostruktur in der Regel unbekannt. Dies macht die Untersuchung der Rekristallisationskeimbildung besonders problematisch, da wichtige Informationen über die Keimumgebung und bzw. die Randbedingungen, die das Keimwachstum bestimmen, nicht abgelesen werden können, da diese bereits zerstört wurden. Die Problematik der "verlorenen Beweise" wurde von Duggan et al. im Detail diskutiert [Duggan 1993]. Es besteht jedoch die Möglichkeit, dieselbe Stelle an der Probenoberfläche durch Markierung im verformten Zustand nach jedem Glühexperiment zu untersuchen (sogenannte „quasi“ in-situ Messungen). Die Probe sollte zwischen den einzelnen Glühungen nicht neu präpariert werden, um die bereits untersuchte Probenoberfläche nicht durch Abtrag zu entfernen. Mit Hilfe dieser Untersuchungsmethode kann das Problem der „verlorenen Beweise“ durch Beobachtung derselben Körner im verformten und geglähten Zustand beseitigt werden. Jedoch kann eine wiederholte Unterbrechung der Mikrostrukturentwicklung während des Glühens den Rekristallisationsprozess beeinflussen. Das wiederholte Aufheizen der Probe führt zu einem höheren Anteil an Erholung in der Probe, was auf die Rekristallisationskinetik, die Kornwachstumsrate und die Korngröße einen Einfluss hat [Vandermeer 1963]. Im Gegensatz dazu erlauben in-situ EBSD Messungen die direkte Aufzeichnung einer störungsfreien Gefügeveränderung [Seward 2002, Hurley 2004]. Die ersten Experimente, die eine in-situ Beobachtung der Erholungs- und Rekristallisationsprozesse in verformten Metallen erlaubten, wurden in einem TEM durchgeführt [Hu 1962, Berger 1988]. Ein Vorteil solcher Untersuchung ist die sehr hohe räumliche Auflösung, die in einem Hochspannungs-TEM erreicht werden kann. Allerdings ist die Dicke der TEM Folienprobe meistens geringer als die kritische Größe des Rekristallisationskeims. Aus diesem Grund sind in-situ TEM Beobachtungen der Keimbildung kaum mit Rekristallisationsuntersuchungen an massiven Proben vergleichbar. In-situ Glühexperimente im REM bieten hingegen die Möglichkeit, mit vergleichsweise geringer, aber ausreichender Auflösung bei geringerem Probenpräparationsaufwand, nur einer freien Probenoberfläche, und somit geringen Randeffekte, Daten bezüglich der Rekristallisation zu erhalten. Dass der Einfluss der freien Oberfläche auf potentielle Erholungsvorgänge bzw. das Einstellen des Gleichgewichts an Korngrenzen unerheblich ist,

haben folgende Untersuchungen gezeigt. Humphreys et al. haben anhand von Experimenten im REM an verformtem Aluminium eine ähnliche Gefügeentwicklung an der Probenoberfläche und im Probeninneren beobachtet [Humphreys 1996, Hurley 2004]. Einen unerheblichen Einfluss der freien Oberfläche auf die Korngrenzenbewegung in Aluminium wurde später in Arbeiten von Huang und Lens gezeigt [Huang 1999, Lens 2005].

Um in-situ Untersuchungen im REM zu ermöglichen, wurde ein spezieller Heiztisch am IMM [Kirch 2008] entwickelt. Der Heiztisch wurde in einem JEOL JSM-6100 Rasterelektronenmikroskop montiert (Abb. 3.5) und bestand aus drei Hauptkomponenten: SiC Probenhalter, inneres Hitze-Reflektorschild aus Tantal und ein aus Kupfer bestehendes äußeres Hitzeschild. Da eine ausführliche Beschreibung aller Komponenten in der Literatur zu finden ist [Kirch 2008, Lischewski 2010], sei an dieser Stelle der Aufbau der in-situ Heizeinrichtung auf eine schematische Skizze begrenzt (Abb. 3.6a). Das Arbeitsprinzip besteht darin, dass die Probe auf der SiC Heizplatte fixiert wird und mit der Energie eines Infrarotlasers über Wärmeleitung erhitzt wird. Um eine Messung dünner gewalzter Proben zu ermöglichen, wurde am IMM ein spezieller Probenhalter entwickelt (Abb. 3.6b). Die Proben wurden auf diesem Halter mechanisch mittels Wolframklammern fixiert. Das Mikroskop ist mit einem EBSD Nordlys HKL Detektorsystem ausgerüstet. Alle experimentellen Parameter (Temperatur, Zeit, Aufheizrate) werden mit Hilfe einer speziellen Software gesteuert und aufgezeichnet. Die Temperatur wird mit drei Thermoelementen gemessen, die am vorderen Teil des äußeren Hitzeschildes, im Probenhalter und direkt an der Probe montiert sind.

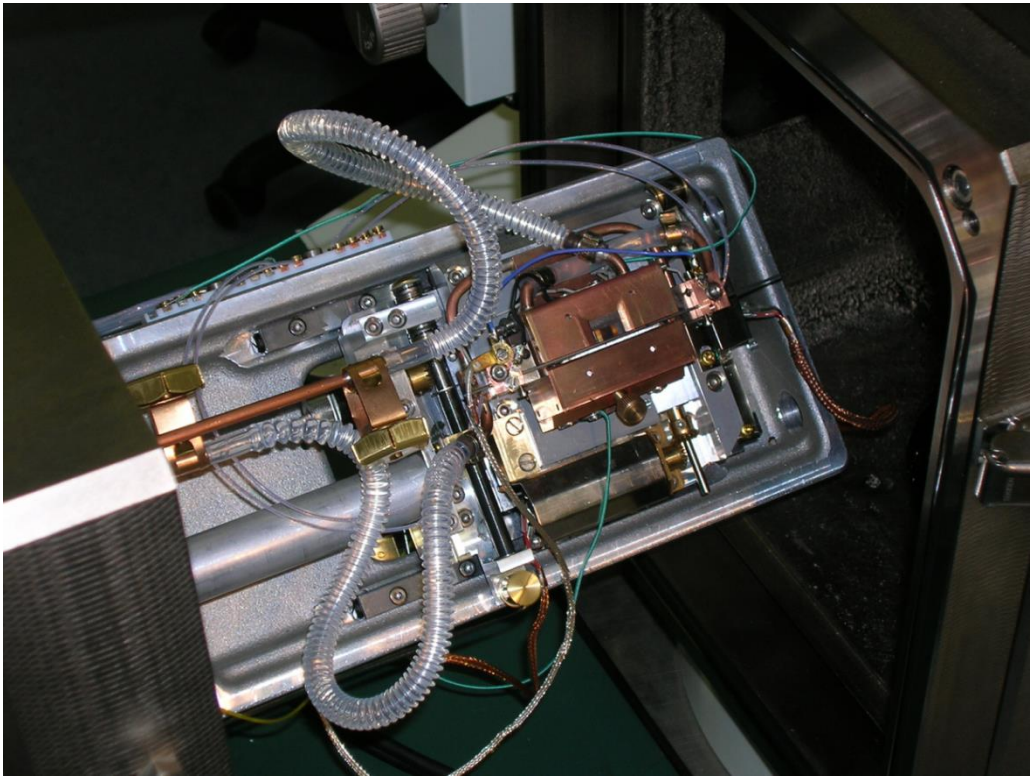


Abbildung 3.5: Laserheizbühne für in-situ Messungen montiert in der Vakuumkammer eines JEOL JSM-6100 Rasterelektronenmikroskops am IMM.

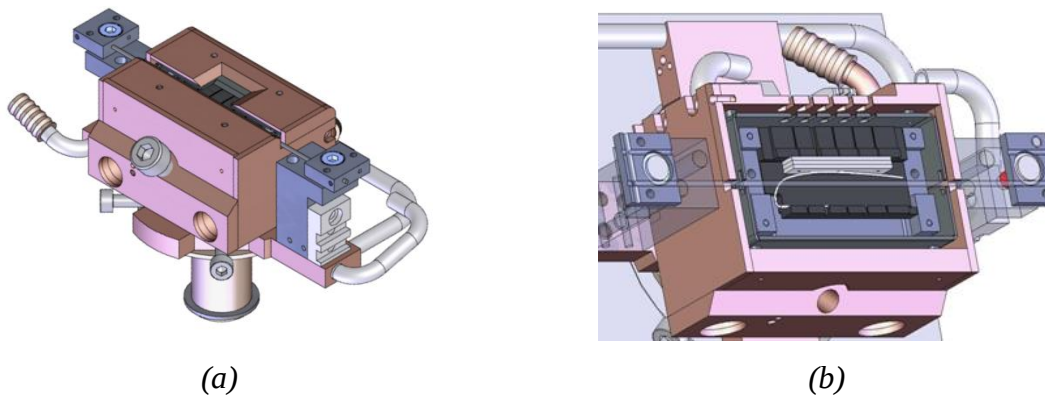


Abbildung 3.6: Vorderansicht der Heizbühne mit Basiskomponenten (a) und mit einem speziellen SiC Probenhalter zur Messung der Proben in Querrichtung (b).

Kapitel 4

Charakterisierung der untersuchten Legierung

4.1 Herstellung des Probenmaterials

In vielen wissenschaftlichen Studien, die einer Entwicklung der Würfelfaktur gewidmet sind, wurde reines Aluminium verwendet. Das liegt an dem hohen Anteil der Würfelfaktur in der Rekristallisationstextur, der im geglähten Material fast 100% erreichen kann (bei <10 ppm gelöstem Fe). Deshalb ist hochreines Aluminium das ideale Ausgangsmaterial für eine wissenschaftliche Untersuchung der Würfelformbildung. In der industriellen Praxis wird hochreines Aluminium außer für spezifische Anwendungsbereiche (z.B. Kondensatorfolie) jedoch selten verwendet und hat daher wenig technische Bedeutung. In kommerziellen Al Legierungen wird die Intensität der Würfelfaktur in der Rekristallisationstextur durch Einwirkung anderer Legierungselemente stark reduziert. Schon kleinste Zusätze von bestimmten Fremdatomen (z.B. Fe, Mg oder Mn) führen zur Verstärkung anderer Texturkomponenten [Masing 1956, Holm 1970, Hirsch 1988]. Weiterhin ist eine Änderung des Lösungsgehaltes mit dem Ausscheiden von Partikel der Primärphase verbunden, die als potentielle Keimbildungsorte dienen und Keime mit zumeist regellosen Orientierungen produzieren [Humphreys 2004]. Um den Volumenanteil der Würfelfaktur in der

Rekristallisationstextur einer kommerziellen Al Legierung abzuschätzen, muss der Einfluss des Lösungsgehaltes, des Ausscheidungszustandes, der Ausscheidungsgröße und Volumenbruchteile der Sekundärphasen auf die Textur- und Mikrostrukturentwicklung während der Rekristallisation berücksichtigt werden. Deshalb wurde in der vorliegenden Arbeit eine kommerzielle Al-Legierung AA8079L mit der chemischen Zusammensetzung: Al –0.8% Fe–0.05% Si–0.1% Zn–0.05% Cu (in Gewichtsprozent) verwendet, die die Entwicklung der Würfellage im Zusammenhang mit den oben genannten Mikrochemieeffekten ermöglicht. Bei dem vorliegenden Fe-Gehalt wird die Würfellage in der Rekristallisationstextur nicht unterdrückt und weiterhin von der S/R-Lage begleitet [Gottstein 1984]. Die S/R-Lage ist wie auch die Würfellage eine schnellwachsende Orientierung. Die Ursache liegt in der speziellen Orientierungsbeziehung von $40^\circ \langle 111 \rangle$ zur S-Lage. Aufgrund der zusätzlichen Wachstumskonkurrenz durch die R-Lage wird der Entwicklung der Würfelorientierung unter eben dieser Voraussetzung ein besonderes Interesse zugetragen.

Die Legierung AA8079L wurde als Blech unter Industriebedingungen hergestellt (Abb. 4.1). Das Material wurde in einer zweistufigen Prozedur 600°C – 520°C 5 Stunden homogenisiert und danach bei 300°C an eine Warmbanddicke von 4.2 mm gewalzt und anschließend warm aufgewickelt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wurde das Material in mehreren Stichen an die Enddicke von 0.7 mm kaltgewalzt, was einem Walzgrad von 70% entsprach.

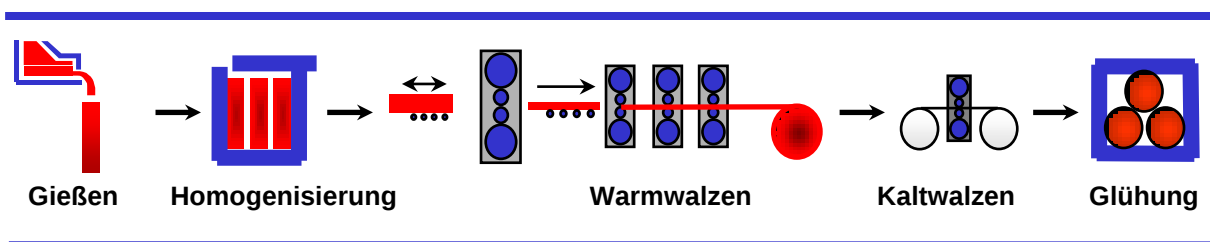


Abbildung 4.1: Blechherstellung einer kommerziellen Al Legierung.

Die Legierung wies nach dem Kaltwalzen eine Verteilung von primären Al_3Fe und α - AlFeSi Phasen mit einem Anteil von 3.1% vol. und einem mittleren Durchmesser von $1.1\ \mu\text{m}$ auf. Außerdem wurden kleine α - AlFeSi und Al_3Fe Partikel zweiter Phase mit einem Anteil von 3.8% vol. und einem Durchmesser von $0.62\ \mu\text{m}$ im Gefüge beobachtet. In der

Mikrostruktur wurde zwischen beiden primären Phasen und zwischen beiden Sekundärphasen nicht unterschieden; daher sind nur ein Radius und ein Volumenbruchteil angegeben. Die verformten Proben wurden anschließend in einem Sandbad und in einem Luftumwälzofen labortechnisch bei unterschiedlichen Temperaturen geglüht, um den Rekristallisationsprozess zu initiieren. Die Aufheizraten für beiden Öfen bis zu einer Temperatur von 205°C sind in Abb. 4.2 dargestellt. Für eine nachfolgende EBSD Analyse wurden die Proben zunächst mechanisch geschliffen und anschließend mit Diamantpaste poliert (6 µm bis 1 µm) und zusätzlich in einer Lösung (5% Perchlorsäure in Ethanol) bei -20°C elektroliert. Für die Makrotexturmessung wurden die Proben mechanisch geschliffen und anschließend in einer 20%igen NaOH Lösung geätzt.

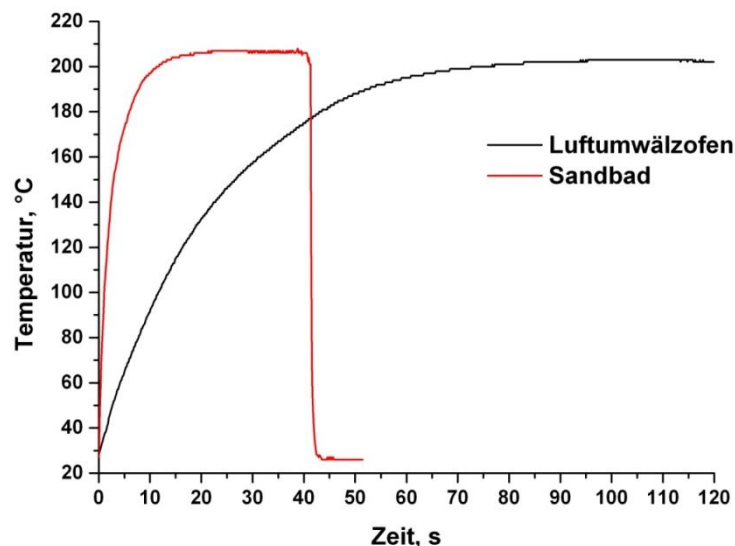


Abbildung 4.2: Darstellung gemessener Aufheizraten in einem Sandbad und in einem Luftumwälzofen (Probendicke $d=1.1$ mm).

Zur Darstellung der EBSD-Ergebnisse in den folgenden Kapiteln wurde die Farbkodierung in Tabelle 3.1 verwendet. Eine Abgrenzung der verschiedenen Korngrenzen in Abhängigkeit von der Desorientierung wurde wie folgt vorgenommen: alle Großwinkelkorngrenzen (GWKG) mit einer Desorientierung von mehr als 15° wurden durch schwarze Linien und Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) mit einer Desorientierung von 2° bis 15° durch weiße Linien dargestellt. Kleinere Desorientierungen wurden aufgrund der Auflösungsgrenze des REM von 1.5° nicht dargestellt.

Tabelle 4.1: Farbkodierung der in den EBSD Aufnahmen betrachteten kristallographischen Orientierungen.

Farbe	Texturkomponent	Miller-Indizes $\{hkl\} \langle uvw \rangle$	Eulerwinkel $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$
	Würfellage	$\{001\} \langle 100 \rangle$	0, 0, 0
	S/R-Lage	$\{123\} \langle 634 \rangle$	59, 37, 63
	Cu-Lage	$\{112\} \langle 111 \rangle$	90, 35, 45
	Ms-Lage	$\{011\} \langle 211 \rangle$	35, 45, 0
	Goss-Lage	$\{011\} \langle 100 \rangle$	0, 45, 0
	P-Lage	$\{011\} \langle 111 \rangle$	55, 45, 0
	um die QR gedrehte Würfellage	$\{011\} \langle 111 \rangle$	90, 22, 0

4.2 Mikrostruktur- und Texturentwicklung

Die Gefügeentwicklung in der Legierung AA8079L wurde nach jedem Herstellungsschritt (Herstellungsschema s. Abb. 4.1) mittels EBSD Technik dokumentiert (Abb. 4.3). Eine solche Betrachtung ist insbesondere für die Würfellage erforderlich, da aus Literaturdaten [Endou 2003] bekannt ist, dass diese Lage über eine sogenannte „Gedächtnisfunktion“ verfügt. Das Wiederauftreten dieser Lage während des Rekristallisationsglühens ist stark von Würfellagen-Anteilen abhängig, die sich im Rahmen von vorgelagerten Wärmebehandlungen entwickeln konnten und während der nachfolgenden Verformungsprozesse sukzessive abgebaut wurden, da die Würfellage bspw. während einer Walzverformung nicht stabil ist. Zumeist bleibt jedoch ein geringer Anteil der Würfelkörner im verformten Gefüge erhalten, der während einer anschließenden Wärmebehandlung wieder stark in den Vordergrund treten kann. Die kontinuierliche Betrachtung der Entwicklung der Würfelorientierung während

verschiedener thermomechanischer Behandlungsschritte liefert folglich wichtige Informationen im Hinblick auf die sich nach abschließender Rekristallisationsglühung ergebenden Volumenbruchteile. Prozessbegleitend wurden die entsprechenden Makrotexturen aufgenommen, welche in Tabelle 4.2 zusammengefasst sind. Zur vereinfachten Darstellung sind die Schnitte $\phi_2=0^\circ/45^\circ/90^\circ$ durch den Eulerraum gezeigt.

Die Platine zeigte ein vollständig rekristallisiertes Gefüge, welches eine starke Würfellage aufwies, die ihren Ursprung in wenigen großen Würfelkörnern hatte (s. Abb. 4.3a). Die nach dem Warmwalzen aufgenommenen Makrotexturen wiesen starke Intensitäten in den Verformungstexturkomponenten S-, Kupfer- und Messing-Lage auf. Infolge der hohen Verformungstemperatur von 300°C und des nachfolgenden warmen Aufwickelns war das Material teilweise rekristallisiert, was sich in den Würfellagen-Anteilen zeigte. Dies ist in Abb. 4.3b am Beispiel von mehreren globulitischen Körnern, die von mehr als 80% GWKGen umgeben sind, erkennbar. Das anschließende Kaltwalzen führte zur Entwicklung hoher Intensitäten von Texturkomponenten entlang der β -Faser. Der Volumenbruchteil der Würfellage war dabei so gering, dass dieser in der Makrotextur aufgrund der unzureichenden Auflösungsgrenze des Texturgoniometers nicht in Erscheinung trat. Die tatsächliche Existenz von Würfelbändern im Kaltband wurde jedoch durch EBSD Messungen bestätigt, die einige wenige in Walzrichtung lang gestreckte Würfelkörner zeigten (s. Abb. 4.3c). Nach einer Rekristallisationsglühung bei 300°C bestand das Gefüge aus homogenen, globulitischen Körnern mit einer mittleren Korngröße von $22\text{ }\mu\text{m}$ (s. Abb. 4.3d). Die entsprechende Makrotextur war von einer starken Würfellage (Volumenbruchteil 21%) dominiert.

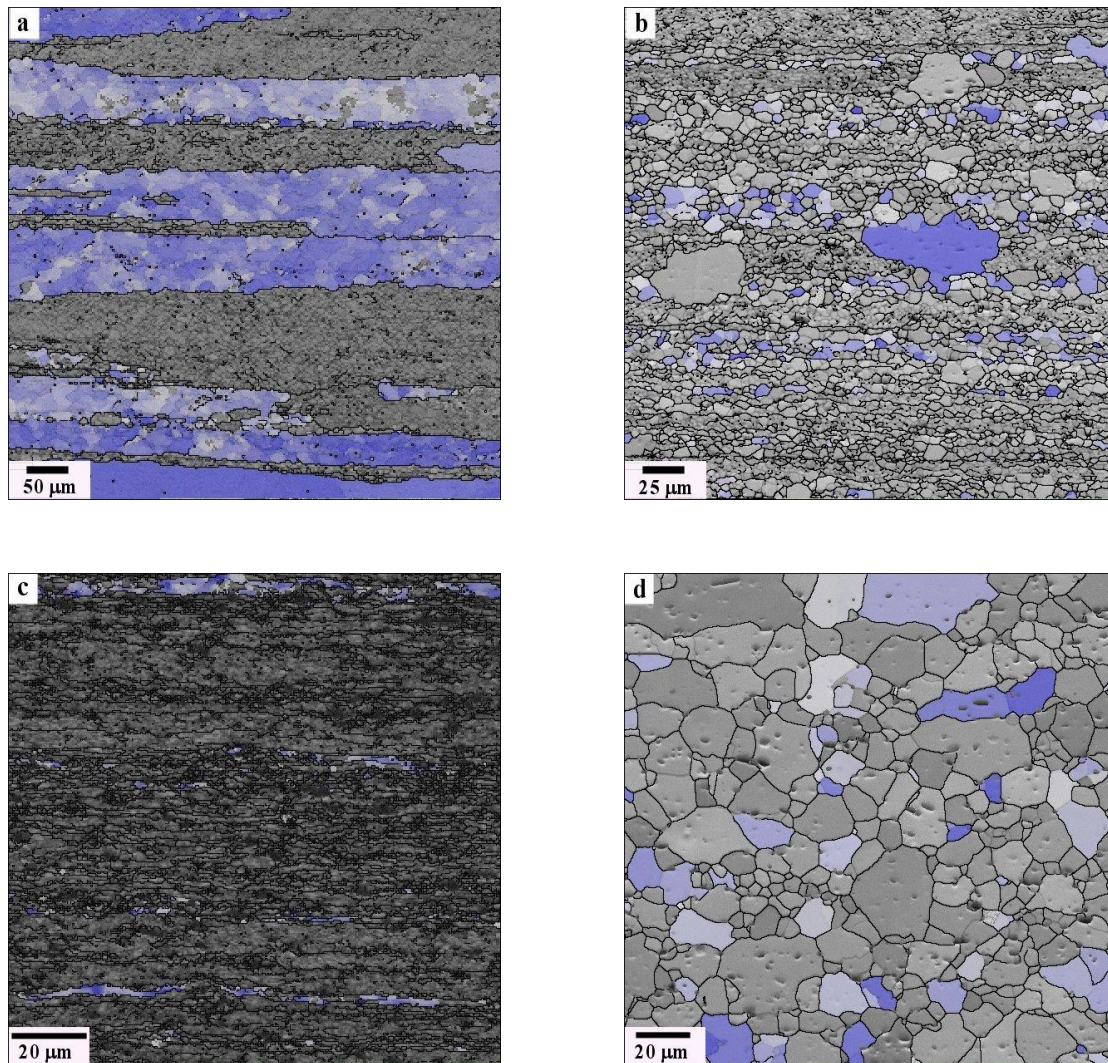
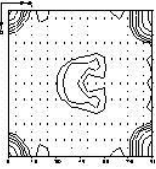
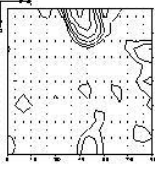
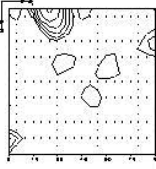
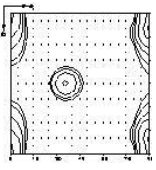
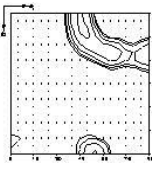
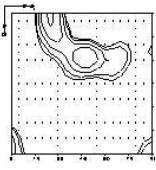
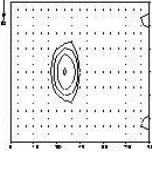
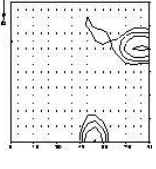
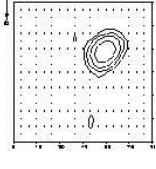
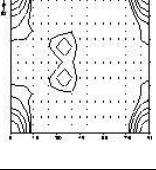
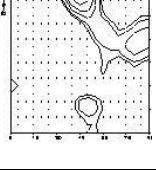
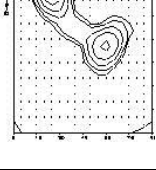


Abbildung 4.3: Mikrostrukturen in der Legierung AA8079L abhängig vom jeweiligen Prozessschritt: (a) Platine, (b) Warmband, (c) 70% gewalztes Kaltband und (d) bei 300°C, 1 Stunde rekristallisiertes Kaltband. Die in Würfellage +/- 15° orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert. Unterschiedliche Vergrößerungen sind zu beachten.

Der Volumenanteil der Würfellage, der sich aus Makrotexturmessungen ableitete, nahm während der Verformung kontinuierlich von 24% bis auf 3% ab (Abb. 4.4). Eine besonders starke Verringerung wurde nach dem Kaltwalzen festgestellt. Während der nachfolgenden Rekristallisationsglühung bei 300°C erhöhte sich dieser Wert auf 21% im vollständig rekristallisierten Zustand. Dies entsprach etwa dem Volumenanteil der Würfellage im Ausgangszustand (Platine).

Tabelle 4.2: OVF Schnitte der AA8079L Legierung nach verschiedenen Herstellungsschritten.

Probe	$\phi_2=0^\circ$	$\phi_2=45^\circ$	$\phi_2=65^\circ$
Platine ($f_{\max}=35.3$)			
Warmband ($f_{\max}=15.1$)			
70% Kaltwalzen ($f_{\max}=15.9$)			
70% KW+RX bei 300°C 1 Stunde ($f_{\max}=19.5$)			

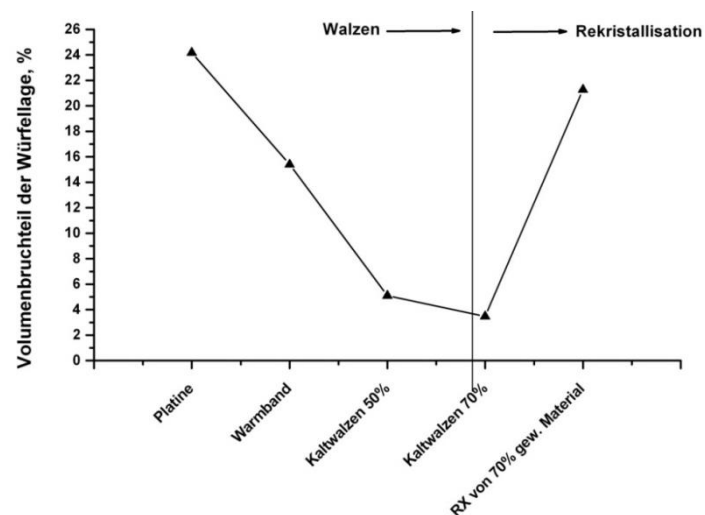


Abbildung 4.4: Entwicklung der Volumenbruchteile der Würfelfase in der Legierung AA8079L entlang der Prozesskette.

4.3 Rekristallisationskinetik

Die Entfestigung des Werkstoffs während der Rekristallisationsglühung wurde mittels Mikrohärtemessung bei verschiedenen Glüh Temperaturen an 70% kaltgewalzten Proben bestimmt (Abb. 4.5). Bei der Härtmessung wurde sowohl der Beitrag der Rekristallisation als auch der Erholung auf die Entfestigung des Materials erfasst. In den Kurven zeigte sich zunächst ein in logarithmischer Darstellung linearer Bereich, der der Erholung zuzuordnen war. Danach fiel die Härte bei Temperaturen $>260^{\circ}\text{C}$ signifikant ab, bis auf einen Endwert von 26 HV. Mit zunehmender Temperatur wurde sowohl die Erholung als auch die Rekristallisation beschleunigt, da es sich bei beiden Prozessen um thermisch aktivierte Vorgänge handelte.

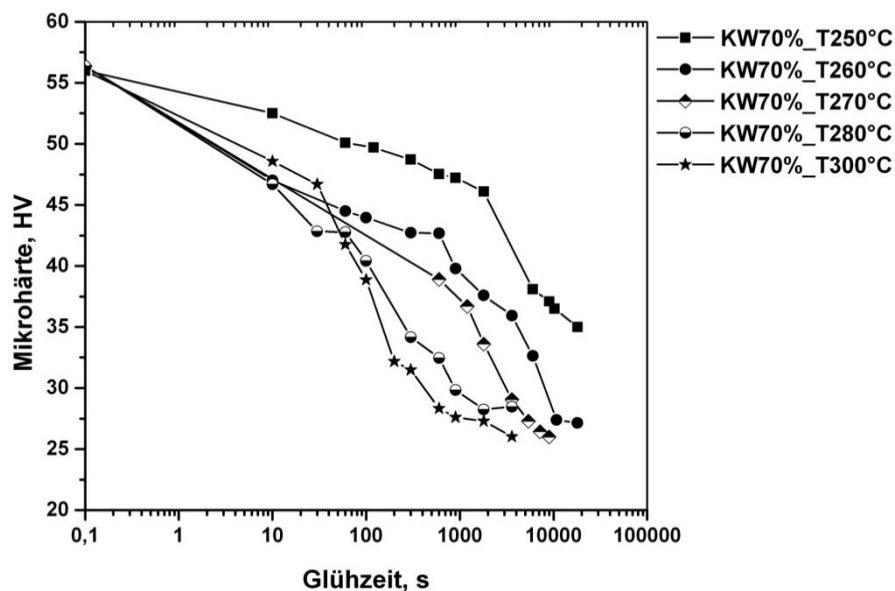


Abbildung 4.5: Entwicklung der Mikrohärtigkeit einer 70% gewalzten Legierung AA8079L während isothermen Glühungen bei Temperaturen im Bereich 250°C - 300°C .

Der rekristallisierte Bruchteil während isothermen Glühungen wurde aus den gemessenen Härtewerten durch folgende Gleichung gerechnet:

$$X = \frac{HV_{\max} - HV_i}{HV_{\max} - HV_{\min}} \quad (4.1)$$

wobei X der rekristallisierte Bruchteil des Materials, und HV_i die Härte nach einer bestimmten Glühzeit war. Um den Erholungseffekt auf die Rekristallisationskinetik auszuschließen,

wurde die Härteabnahme bezüglich der Anteile, die durch die Erholung bedingt waren, wie folgt korrigiert. Unter der Annahme, dass die Erholungskinetik einem logarithmischen Zeitgesetz folgt, lässt sich die Zeitabhängigkeit der Mikrohärtigkeit durch folgende Gleichung bestimmen [Byrne 1965, Chen 2002, Humphreys 2004]:

$$HV_{rec} = A - B \cdot \ln(t) \quad (4.2)$$

mit HV_{rec} – die Härte des Materials, wenn nur die Erholung stattfand, A – die Härte des Materials nach 1s Glühung und B – die Steigung der Geraden im Mikrohärtigkeit-Glühzeit Diagramm wie in Abb. 4.6a dargestellt. Zusätzlich wurde angenommen, dass die gemessene Härte des teilrekristallisierten Materials einer Mischungsregel folgte:

$$HVi = (1 - X) \cdot HV_{rec} + X \cdot HV_{min} \quad (4.3)$$

wobei X den rekristallisierten Volumenbruchteil des Materials darstellte. Der rekristallisierte Volumenbruchteil X konnte nach Einsetzen von Gleichung 4.2 in Gleichung 4.3 berechnet werden.

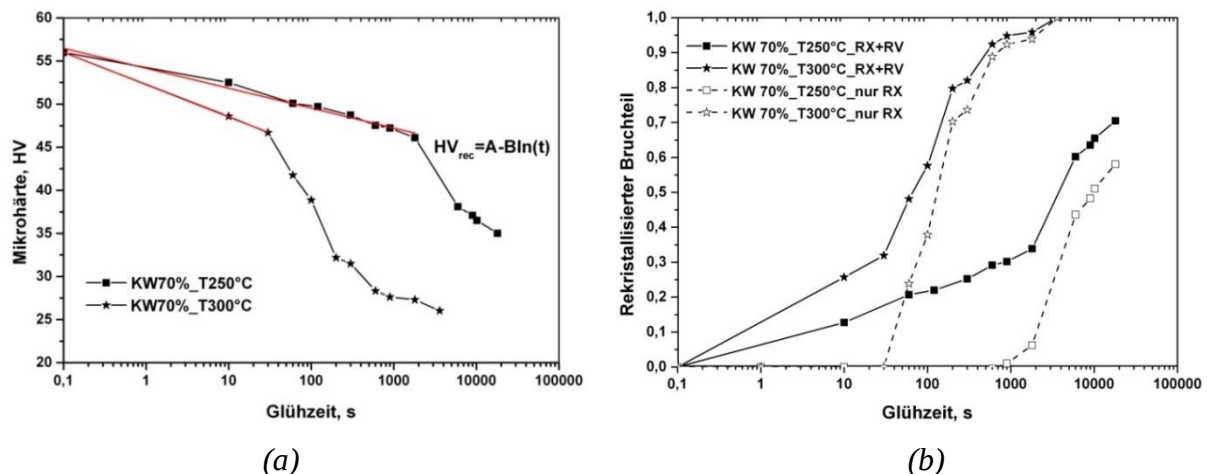


Abbildung 4.6: Entwicklung der Mikrohärtigkeit (a) und des rekristallisierten Bruchteils mit und ohne Erholungseffekt (b) einer 70% gewalzten Legierung AA8079L während isothermer Glühungen bei 250°C und 300°C.

In Abb. 4.6b ist der so bestimmte rekristallisierte Bruchteil während der isothermen Glühungen mit und ohne Erholungseffekt für zwei Temperaturen (250°C, 300°C) dargestellt.

Offensichtlich hatte die Erholung einen deutlichen Einfluss auf die Entwicklung des rekristallisierten Volumenbruchteils. Ein signifikanter Unterschied wurde während kurzer Glühzeiten festgestellt, bei denen bereits Erholung eingesetzt hatte. Nach Korrektur war ersichtlich, dass der Rekristallisationsbeginn deutlich später eintritt. Die Entwicklung des korrigierten rekristallisierten Bruchteils während der isothermen Glühungen im gesamten betrachteten Temperaturbereich 250°C bis 300°C ist in Abb. 4.7 dargestellt. Bei einer Temperatur von 250°C wurde keine vollständige Rekristallisation in den Proben auch nach langen Glühzeiten von 3 Stunden erreicht. Aufgrund dessen wurden für die Rekristallisationsglühung höhere Temperaturen von 260°C bis 300°C gewählt.

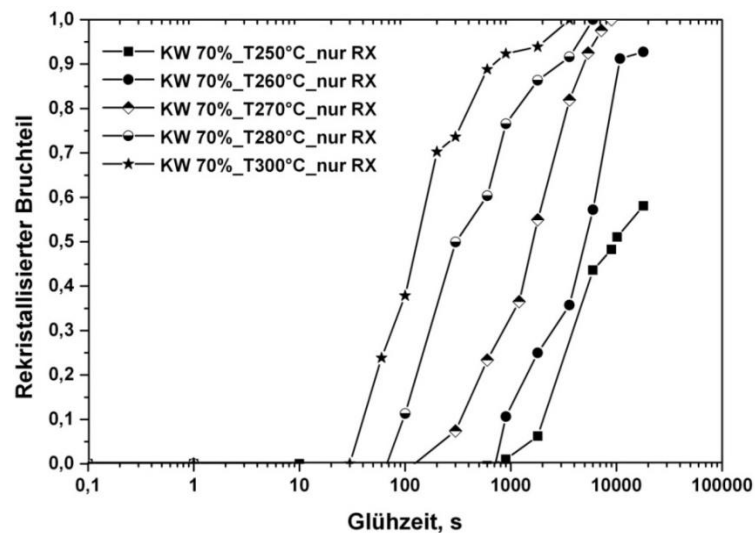


Abbildung 4.7: Entwicklung des rekristallisierten Bruchteils einer 70% gewalzten Legierung AA8079L während isothermer Glühungen bei Temperaturen im Bereich 250°C-300°C.

Über die Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) Gleichung (Gl. 2.11) konnte die Rekristallisationskinetik quantitativ beschrieben werden. Der Avrami Exponent q , der sich aus der Steigung der Geraden eines Avrami-Plots bestimmen ließ (Abb. 3.14), zeigte Werte von ca. 0,4 im Temperaturbereich 250°C-280°C und stieg auf 0,6 ab Temperaturen >280°C (in Abb. 3.14a sind drei Temperaturen 250°C, 280°C und 300°C exemplarisch dargestellt). Eine Zunahme des Avrami-Exponenten q bei höheren Glühtemperaturen wies auf die Beschleunigung der Keimbildungsrate während der Rekristallisation hin. Eine abnehmende Glühtemperatur < 280°C führte hingegen zu einem höheren Anteil an Erholung im Material

und dementsprechend zu einer Herabsetzung der treibenden Kraft für die Rekristallisation. Daher wurden bei den Temperaturen $< 280^\circ\text{C}$ kleinere Avrami-Exponente q beobachtet.

Zur Bestimmung der Aktivierungsenergie Q_R der Rekristallisation wurde zunächst die typische Rekristallisationszeit (beim rekristallisierten Bruchteil ca. 63%) aus Diagramm 4.7 für jede Temperatur bestimmt und entsprechend der Gleichung 4.4 auf Diagramm 4.8b aufgetragen:

$$t_R \sim \exp\left(\frac{Q_R}{kT}\right) \quad (4.4)$$

wobei Q_R die scheinbare Aktivierungsenergie für die Rekristallisation war. Q_R wurde aus der Steigung der Geraden in Abb. 4.8b berechnet und betrug 0.58 eV für Temperaturen im Bereich 280°C - 300°C und 3.16 eV für Temperaturen $< 280^\circ\text{C}$. Der Mittelwert für den ganzen Temperaturbereich 250°C - 300°C betrug 2.35 eV.

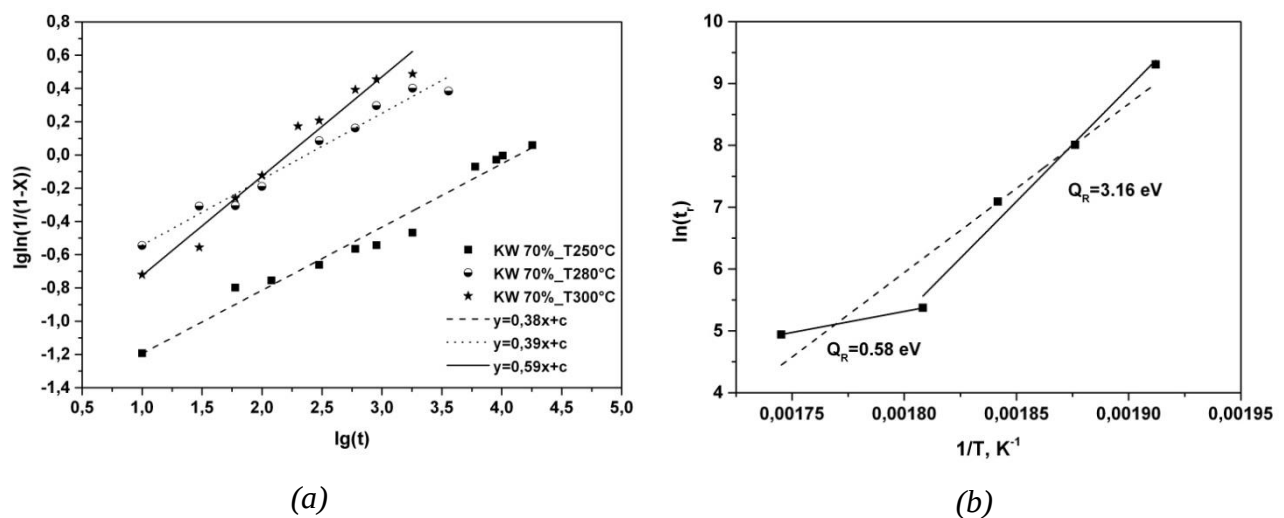


Abbildung 4.8: Entwicklung des Avrami-Exponenten q (a) und Rekristallisationskinetik (b) einer 70% gewalzten Legierung AA8079L während isothermer Glühungen bei Temperaturen im Bereich 250°C - 300°C .

Kapitel 5

Keimbildungsorte für die Würfelkörner

5.1. Vorbemerkung

Zur Entwicklung eines verlässlichen Keimbildungsmodells müssen alle im verformten Gefüge vorhandenen Keimbildungsstellen für die Würfelkörner berücksichtigt und quantitativ ausgewertet werden. Die großen verformten Würfelbänder sind als effiziente Keimbildungsorte für Würfelkeime bereits bekannt (s. Kapitel 2.4.2). Die im folgenden Kapitel berichteten Mikrostrukturuntersuchungen sollten potentielle zusätzliche Keimbildungsstellen außerhalb von großen Würfelbändern im verformten Gefüge identifizieren. Dafür wurden in-situ EBSD Messungen während des kontinuierlichen Rekristallisationsglühens in einem REM durchgeführt. Die Entstehung zusätzlicher Keime mit Würfelorientierung könnte die oft auftretenden Abweichungen zwischen simulierten und experimentell gemessenen Bruchteilen der Würfelkörner nach der Rekristallisation erklären.

5.2 Würfellage im verformten Gefüge

Die Entstehung der Würfellage während der Umformung bei Raumtemperatur wurde in der Literatur an Hand von experimentellen Untersuchungen an ursprünglich S-orientierten Al-Einkristallen [Kamijo 1992, 1993 I] sowie an Hand von FEM Simulationen [Beaudoin 1996] bereits nachgewiesen. In der vorliegenden Arbeit wurde die Mikrostruktur eines polykristallinen Materials untersucht, um solche während der Umformung entwickelten Würfelbereiche zu finden. Zunächst wurden Textursimulationen mit dem GIA Verformungsmodell durchgeführt (Beschreibung des Modells s. in Kapitel 2). Bei diesen Simulationen handelte es sich um eine bestimmte Anfangsmikrostruktur (vor der Kaltverformung) des Materials, bei der alle würfelorientierten ($\pm 15^\circ$) Körner manuell aus der Orientierungsliste entfernt wurden (Abb. 5.1). Die Ergebnisse zeigten eine kleine Menge der Würfellage (0.7%) in der Verformungstextur nach dem 70% Kaltwalzen, die aus regellos orientierten Körnern entstanden waren (s. Abb. 5.1c).

Für einen quantitativen Vergleich der Simulationsergebnisse mit experimentellen Daten wurden weitere REM EBSD Untersuchungen vorgenommen. Hierzu war es notwendig, die Entwicklung derselben Körner im Verlauf des Glühens nachzuverfolgen, um die tatsächliche Keimbildungsstelle für jeden Keim zu analysieren. Zunächst wurden diskontinuierliche („quasi in-situ“) EBSD Messungen durchgeführt. Zu diesem Zweck wurde ein kleiner Bereich der Probenoberfläche (ca. 1x1 mm) mit einem harten Eindruckskörper markiert und nach verschiedenen Glühzeiten bei 300°C mittels EBSD Messungen wiederholt abgebildet. Bei solchen „quasi in-situ“ Glühexperimente war es nicht erforderlich, die Probe zwischen den Messungen neu zu polieren. Um eine Zerstörung der Probenoberfläche zu vermeiden, wurde auf Sandbad-Glühungen vollständig verzichtet und die Probe wurde im Luftumwälzofen geglüht. Nach der Glühung wurde die Probe in Wasser abgeschreckt. Das Rekristallisationsverhalten von Körnern unterschiedlicher Orientierung kann durch diese sukzessiven Glühungen direkt verfolgt werden. Folgende drei Kriterien wurden verwendet, um einen Würfelkeim als solchen zu identifizieren:

- 1) die umgebende Großwinkelkorngrenze (GWKG) umfasst mehr als 80% der Keimoberfläche;
- 2) es liegt eine räumlich isotrope Keimform vor ($0.5 < \text{Formfaktor} < 1.5$);

- 3) die mittlere Desorientierung in jedem Keim ist gering, d.h. es liegen keine Orientierungsgradienten innerhalb der Körner vor (max. 1°).

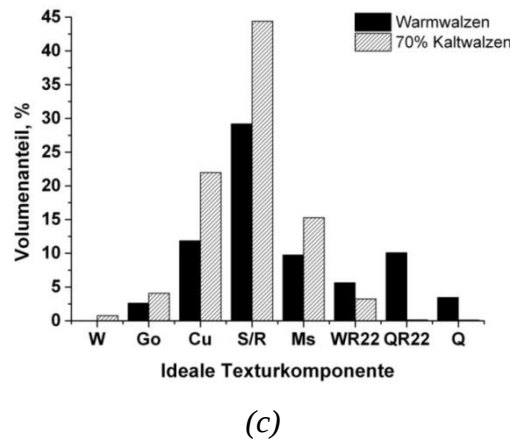
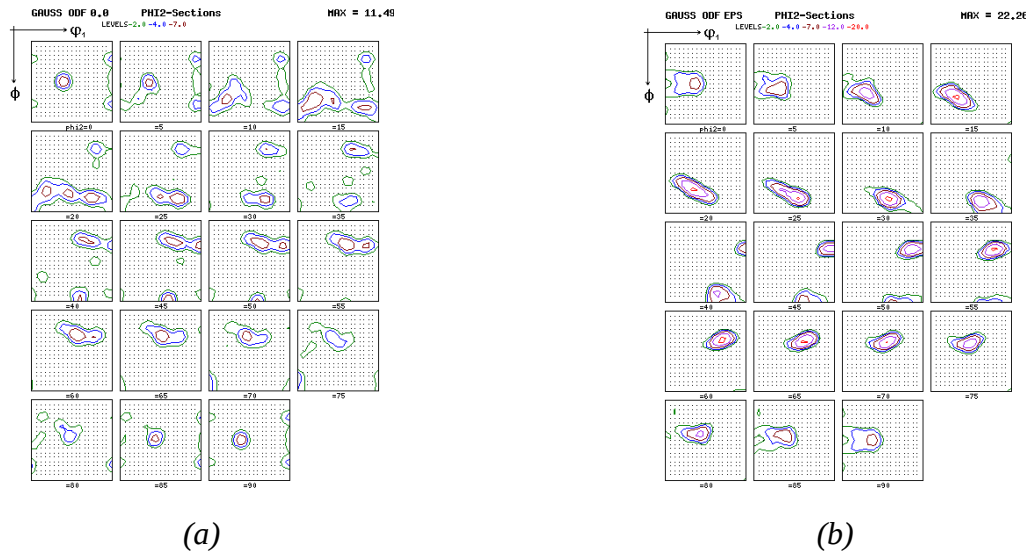
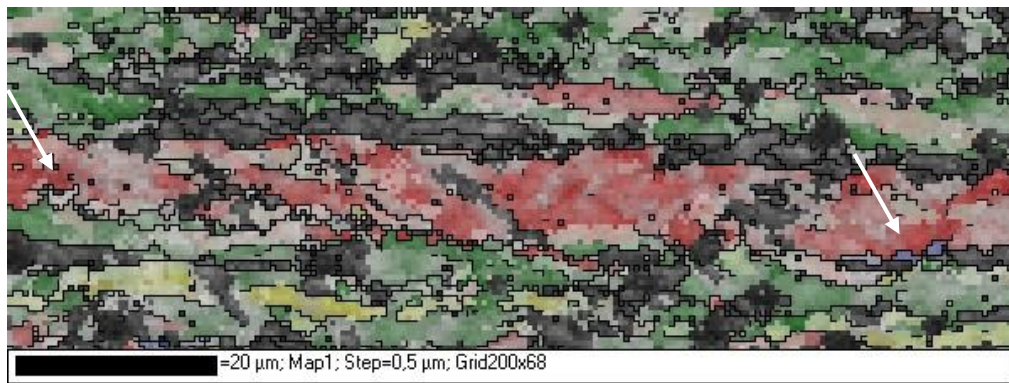
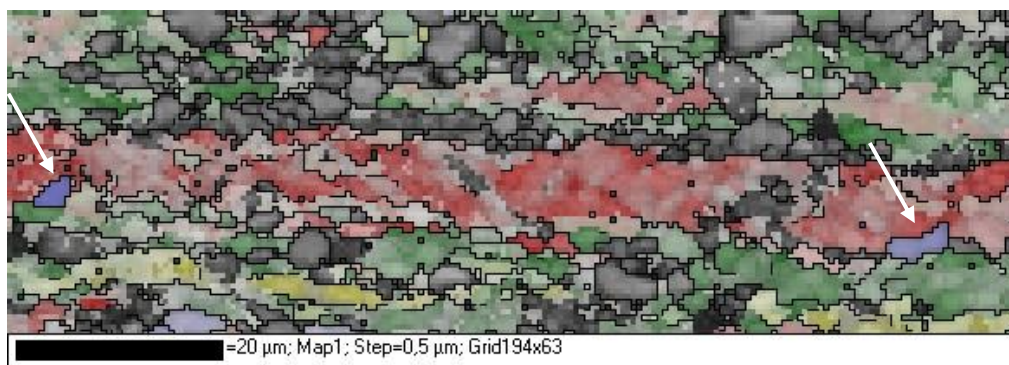


Abbildung 5.1: Mit GIA-3IVM+ Modell simulierte OVF (a, b) und Volumenanteil der idealen Texturkomponenten (c) in der Legierung AA8079L: (a) OVF nach dem Warmwalzen; (b) OVF nach dem abschließenden 70% Kaltwalzen. Alle in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner wurden manuell aus der Orientierungsliste nach dem Warmwalzen entfernt.



(a)



(b)

Abbildung 5.2: EBSD Aufnahmen derselben Probenstelle in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L: (a) verformter Zustand und (b) nach 1 Minute isothermen Glühen bei 300°C. Farbkodierung der individuellen Orientierungen ist in Tabelle 4.1 zu finden.

Die Beobachtungen mittels EBSD zeigten, dass die Würfelkeime sich außer an Würfelbändern auch an kleinen würfelorientierten Bereichen und in Regionen, wo keine Würfelorientierung im verformten Zustand beobachtet wurde, bildeten (s. durch weiße Pfeile markierte Stellen in Abb. 5.2). Im letzteren Fall lässt sich die Aussage treffen, dass die Würfelregionen, die hier als Keimstelle agieren, in der verformten Mikrostruktur durch EBSD Messung aufgrund einer hohen Versetzungsdichte nach dem Kaltwalzen nicht zu erkennen waren. Allerdings mussten sie laut der allgemeinen Theorie der Rekristallisation im verformten Gefüge bereits vorhanden sein. Der Anteil an kleinen Würfelbereichen in der verformten Mikrostruktur nach 70% Kaltwalzen auf einer gemessenen Probenoberfläche von $188 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$ betrug 0.06%. Dies ist ca. 10-mal kleiner, als der mit dem GIA Modell

berechnete Wert (0.7%), was durch ungenügende EBSD Indizierung des kaltgewalzten Materials verursacht wurde. Während des weiteren Glühens erzeugte nur die Hälfte dieser gemessenen Würfelbereiche mit einer mittleren Oberfläche von $5.4 \mu\text{m}^2$ überkritische Würfelkeime.

Somit wurde gezeigt, dass die würfelorientierten Keime sich während der Rekristallisation an Stellen außerhalb von großen Würfelbändern tatsächlich bilden können. Weitere Untersuchungen sollten zeigen, in welcher Umgebung diese diskreten Würfelkeime lagen, und welche Nachbarschaftsbeziehungen und Größe der würfelorientierten Gebiete erforderlich sind, um wachstumsfähige Würfelkeime zu erzeugen. Dazu waren weitere in-situ EBSD Untersuchungen vorgesehen.

5.3 In-situ REM EBSD Untersuchung der Würfelkeimbildung

Im Vergleich zu diskontinuierlichen EBSD Untersuchungen wurden in-situ REM EBSD Messungen bei niedrigerer Temperatur vorgenommen. Aufgrund der langsamen Messgeschwindigkeit des EBSD-Detektors dauerte jede EBSD Aufnahme während des in-situ Glühens mindestens 10 Minuten. Nach so langer Zeit wäre die Rekristallisationskeimbildung in der untersuchten Legierung AA8079L bei einer Glühtemperatur von 300°C schon abgeschlossen. Deshalb wurde die Glühtemperatur für die kontinuierlichen EBSD Messungen auf 270°C herabgesetzt, um die in-situ Beobachtung des Keimbildungsprozesses zu ermöglichen. Die bei dieser Temperatur gemessene Rekristallisationskinetik ist in Kapitel 4 angegeben (s. Abb. 4.5 und 4.7).

Die EBSD Aufnahmen sind in Abb. 5.3, 5.4 und 5.5 dargestellt. Im verformten Gefüge wurden mehrere potentielle Keimbildungsorte für die Würfelkörner beobachtet. Zunächst wurden die großen verformten Würfelbänder mit vergleichsweise gut entwickelter Subkornstruktur und Übergangsbereichen erkannt (Abb. 5.3a). Die ersten wachstumsfähigen Rekristallisationskeime wurden bereits nach einer kurzen Glühzeit von 10 Minuten am Rand dieser Würfelbänder erzeugt (Abb. 5.3b, 5.4b). Außerdem entstanden die Würfelkeime auch an dünnen Würfelbereichen, die zwischen den verformten Körner anderer Orientierungen lagen (markierte Stelle in Abb. 5.3b). Deren Anteil im verformten Gefüge auf einer gemessenen Probenoberfläche von $126 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$ betrug ca. 1%. Es war auffällig, dass das

Wachstum der Keime stark durch ihre Umgebung beeinflusst war. Die Würfelnkörner mit schnell beweglichen Korngrenzen, die eine spezielle Desorientierung von $40^\circ < 111 \rangle$ zu benachbarten verformten S-orientierten Körnern hatten, wuchsen im Laufe des Glühens sehr schnell in die verformte Matrix hinein (Abb. 5.3c). Ansonsten war das Wachstum der Würfelnkeime während der ersten 60 Minuten Glühens bei 270°C stark eingeschränkt. Dieser Effekt deutet auf starke Erholung während des Glühens bei solcher relativ niedriger Glühentemperatur, die dementsprechend die treibende Kraft für die Rekristallisation reduzierte. Daher wurde das Wachstum von Keimen mit schnellbeweglichen Korngrenzen mit benachbarten S-orientierten Körnern im Vergleich zu Keimen mit Körnern anderer Orientierung in direkter Nachbarschaft bevorzugt. Dagegen blieb die Wachstumsrate der Würfelnkeime, die keine speziellen Korngrenzen zu ihrer Nachbarschaft hatten, während des gesamten Glühens niedrig. Ein Beispiel ist in Abbildung 5.4 gegeben. Keime an einem verformten Würfelband mit einem Übergangsbereich (s. durch weiße Ellipse markierte Stelle in Abb. 5.4b) hatten ein Kupfer-orientiertes Korn als Nachbarn und zeigten im Laufe des gesamten Glühens kein merkliches Wachstum.

Die kleinen Würfelbereiche, die außerhalb von großen Würfelbändern zwischen verformten S- und Kupfer-orientierten Körnern lagen, wurden auch im Gefüge beobachtet (Abb. 5.4b, markiert durch weiße Pfeile). An solchen Stellen entstandene Keime hatten eine längere Inkubationszeit im Vergleich zur Keimbildung an großen Würfelbändern, da sie keinen Größenvorteil gegenüber Keimen an großen Würfelbändern aufwiesen. So zeigte z.B. ein kleiner Würfelkeim in Abb. 5.4b keine Entwicklung während der gesamten Glühzeit von 180 Minuten. Ein anderer Würfelkeim erschien in der Mikrostruktur an gleicher Stelle erst nach 60 Minuten Glühzeit (Abb. 5.4e). Zu diesem Zeitpunkt nahm die treibende Kraft für die Rekristallisation schon deutlich ab. Allerdings wuchs dieser Keim sehr schnell während des weiteren Glühens in die verformte Matrix hinein dank seiner hochbeweglichen Korngrenze.

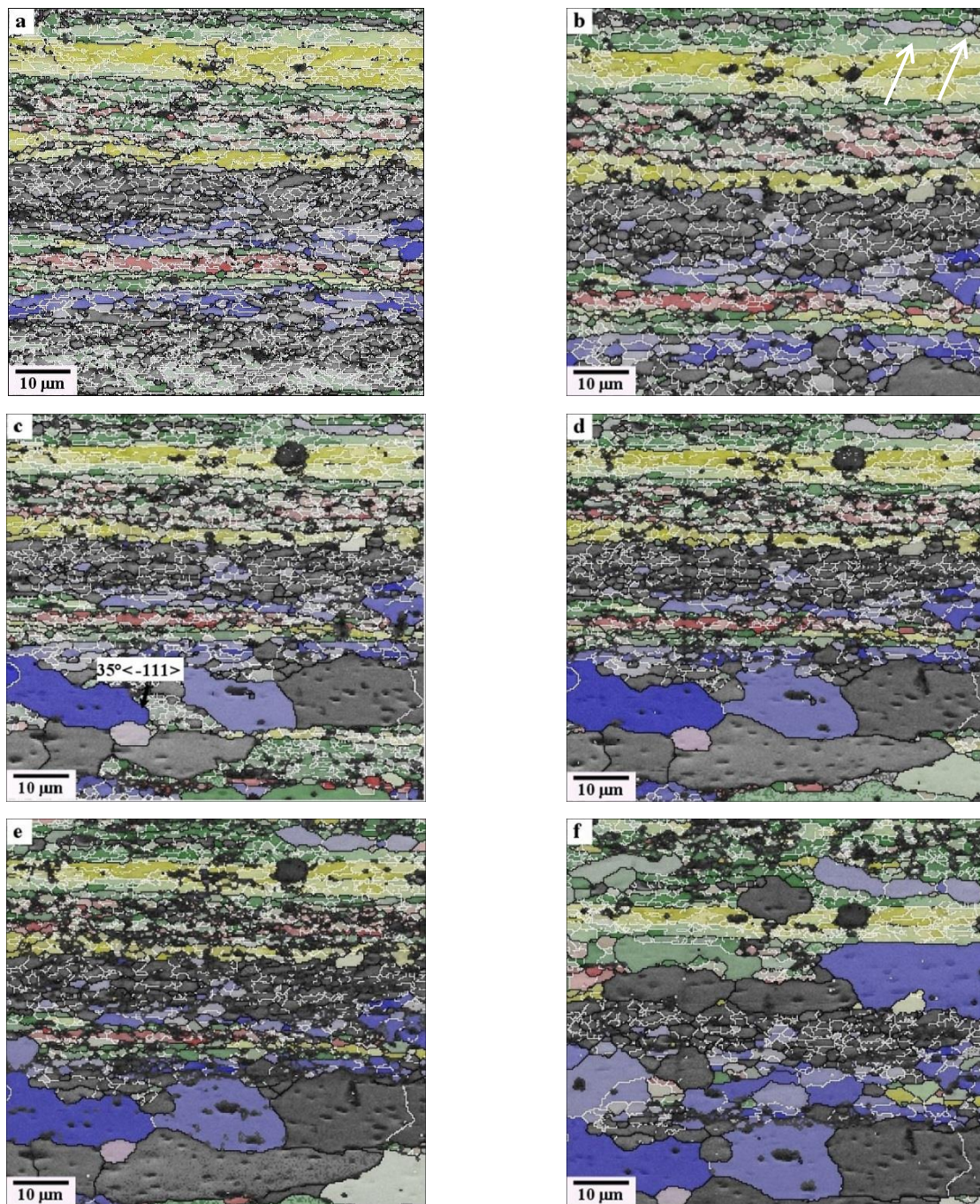


Abbildung 5.3: Darstellung der Gefügeentwicklung in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während des kontinuierlichen Rekristallisationsglühens in REM bei 270°C: (a) verformter Zustand, (b) 10 Minuten Glühen, (c) 20 Minuten Glühen, (d) 30 Minuten Glühen, (e) 60 Minuten und (f) 180 Minuten Glühen. Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

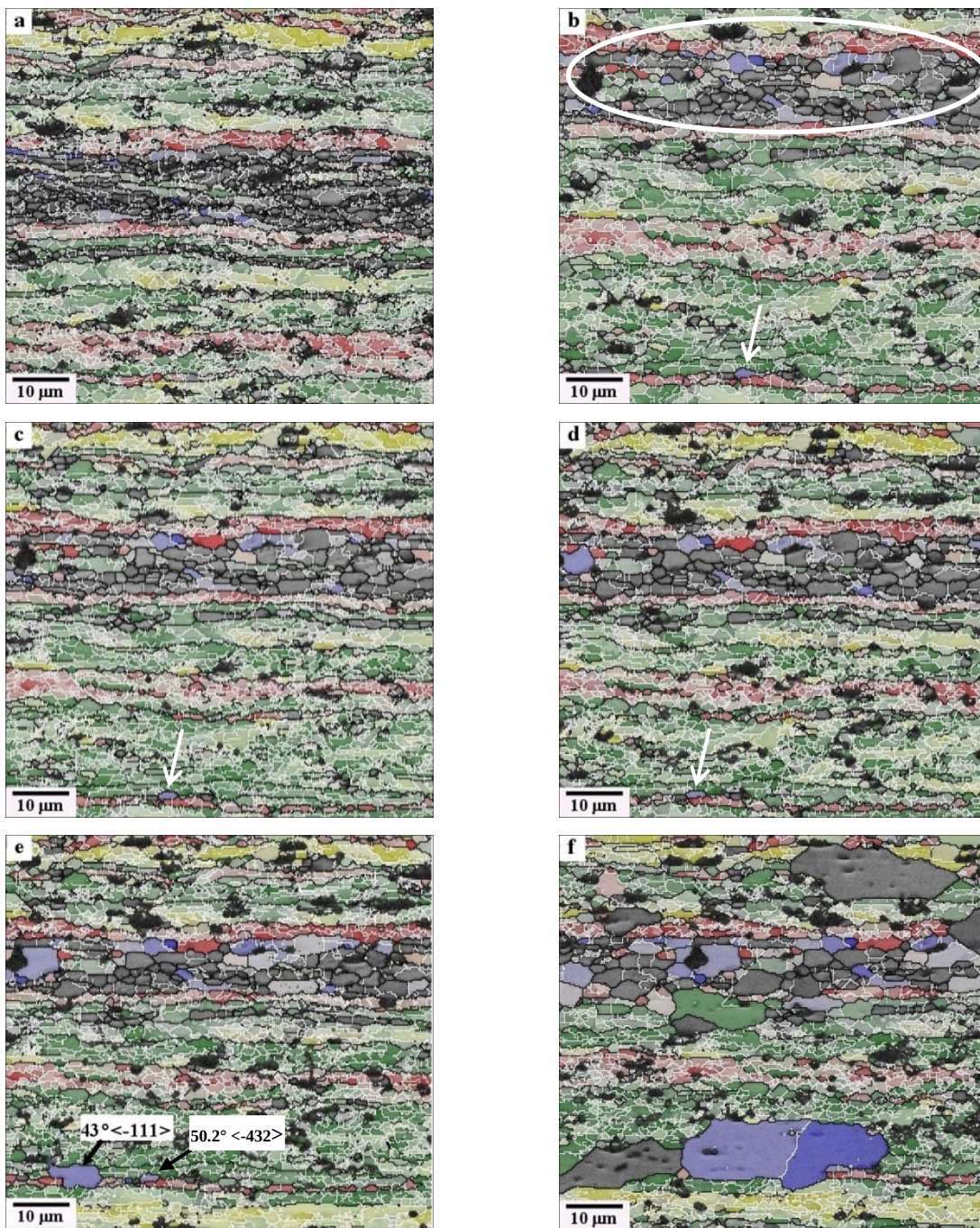


Abbildung 5.4: Darstellung der Gefügeentwicklung in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während des kontinuierlichen Rekristallisationsglühens in REM bei 270°C: (a) verformter Zustand, (b) 10 Minuten Glühen, (c) 20 Minuten Glühen, (d) 30 Minuten Glühen, (e) 60 Minuten und (f) 180 Minuten Glühen. Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

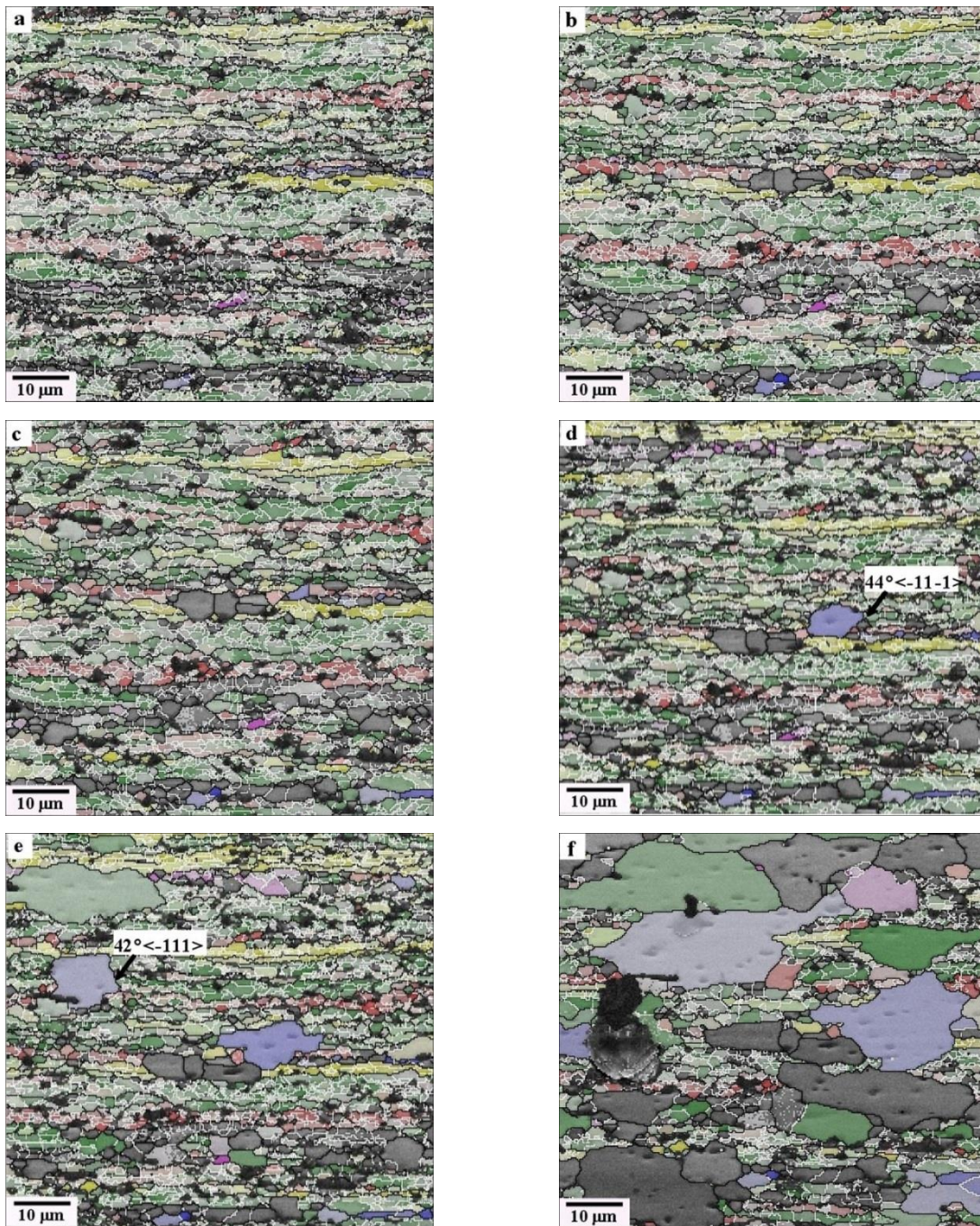


Abbildung 5.5: Darstellung der Gefügeentwicklung in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während des kontinuierlichen Rekristallisationsglühens in REM bei 270°C: (a) verformter Zustand, (b) 10 Minuten Glühen, (c) 20 Minuten Glühen, (d) 30 Minuten Glühen, (e) 60 Minuten und (f) 180 Minuten Glühen. Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

Abbildung 5.5 zeigte die Gefügeentwicklung in einem Bereich, wo die würfelorientierten Körner im verformten Zustand schwer zu finden waren (Abb. 5.5a). Jedoch wurden hier mehrere große Würfelnkörner nach 3 Stunden Rekristallisationsglühen beobachtet (Abb. 5.5f). Sie erschienen in der Mikrostruktur in Bereichen außerhalb der großen verformten Würfelbänder (Abb. 5.5e). Die Entstehung dieser Keime erforderte eine lange Inkubationszeit. Erste Keime wurden nach 20 Minuten Glühzeit beobachtet (Abb. 5.5c). Sobald die überkritische Keimgröße erreicht war, wurde ein erhebliche Wachstum von diesen Würfelnkörnern beobachtet (Abb. 5.3b).

Gemäß der EBSD Messung betrug der Anteil von kleinen Würfelregionen, die im verformten Gefüge außerhalb von der großen Würfelbänder lagen, ca. 0.04% auf einer gemessenen Probenoberfläche von $126 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$ in guter Übereinstimmung mit Ergebnissen der „quasi in-situ“ EBSD Untersuchungen. Ihre mittlere Oberfläche betrug $3.45 \mu\text{m}^2$. Keine Orientierungsgradienten wurden innerhalb dieser Körner gefunden. Während des Glühend erzeugte nur ein Drittel aller untersuchten Würfelregionen wachstumsfähige Rekristallisationskeime. Zudem wurden diese Keime meistens neben den Kupfer-orientierten verformten Körner beobachtet, was ihr Wachstum aufgrund der ungünstigen Nachbarschaftsbeziehung beschränkte.

Zusammenfassend wurde die Entstehung von Würfelnkeimen in Regionen außerhalb von großen Würfelbändern durch ex-situ sowie in-situ EBSD Untersuchungen bestätigt. Aufgrund ihrer vergleichsweise räumlich isotropen Form (keine große Streckung in Walzrichtung) und ihrer kleinen Größe ließen sie sich von großen Würfelbändern im verformten Gefüge gut unterscheiden. Ihr Anteil im verformten Gefüge betrug nach 70% Kaltwalzen im Durchschnitt ca. 0.05%. Ihre Keimbildungseffizienz war sehr gering; nur ca. 30% dieser Bereiche konnten eine überkritische Keimgröße erreichen und sich weiter entwickeln. Während des Glühens (insbesondere bei 270°C) brauchten diese Keime eine vergleichsweise lange Inkubationszeit, um die kritische Keimgröße zu erreichen, da sie keinen Größenvorteil gegenüber Keimen an großen Würfelbändern aufwiesen. Außerdem war das Wachstum dieser Keime stark von der direkten Umgebung abhängig. Keime mit schnellbeweglichen Korngrenzen demonstrierten eine vergleichsweise hohe Wachstumsrate. Das Wachstum anderer Keime war stark beschränkt, was allerdings bei dieser niedrigen

Glühtemperatur aufgrund eines erheblichen Erholungseffekts allgemein für alle Würfelkeime galt. Schlussendlich kann der Einfluss der Keimbildung in diesen Würfelregionen auf den Anteil der rekristallisierten Würfelkörner als unerheblich betrachtet werden und kann somit einen Unterschied zwischen simulierten und experimentell gemessenen Anteilen der Würfellage nicht erklären. Im Weiteren werden daher die verformten Würfelbänder als alleinige Keimbildungsorte für die Würfelkörner betrachtet, um eine akkurate quantitative Untersuchung ihrer Keimdichte durchzuführen.

Kapitel 6

Quantitative Auswertung der Würfelbänder

6.1. Vorbemerkung

Im folgenden Kapitel wird eine quantitative Beschreibung der Würfelbänder vorgestellt, wofür die entsprechenden geometrischen Parameter und die Verteilung der Würfelkörner in der verformten Mikrostruktur sowie die Anzahl der Keime pro Würfelband an Hand von umfangreichen EBSD Untersuchungen ausführlich analysiert wurden. Dies war notwendig, um die Würfelbänder im verformten Gefüge als wichtigste Keimbildungsorte in der vorgesehenen Validierung der Keimbildungsroutine ReNuc zu berücksichtigen. Auf Basis der gewonnenen experimentellen Daten wurde ein einfaches geometrisches Keimbildungsmodell entwickelt, das eine geeignete Vorhersage der Würfelkeimdichte liefert.

6.2 Größe und räumliche Verteilung der Würfelbänder

Während der Rekristallisation von Al-Legierungen stellen die Würfelbänder einen wichtigen Ort für die Keimbildung dar. Wie bereits in Kapitel 2 beschrieben, waren diese Bänder während der Kaltverformung aufgespaltene ehemalige Würfelkörner, die im Bereich des Bandes ihre Ausgangsorientierung beibehalten haben. Typischerweise waren im verformten Gefüge Würfelbänder unterschiedlicher Größe zu erkennen, die ihre größte Streckung in

Walzrichtung (WR) aufwiesen (s. Abb. 6.1). In der Literatur sind statistische Daten bezüglich Größe und räumlicher Verteilung solcher Würfelbänder nur unzureichend dokumentiert. Diese Parameter haben jedoch einen starken Einfluss auf die Anzahl der Rekristallisationskeime und auf das nachfolgende Wachstumsverhalten. Im Folgenden werden die Würfelbänder mittels EBSD Analyse quantitativ in zwei Probenebenen (NR/WR-Querebene und NR/QR-Walzebene) charakterisiert. Dies ermöglicht die statistische Erfassung eines quasi-3D Volumens dieser Würfelbänder. Die Messungen in der NR/WR-Querebene an 70% kaltgewalzten Proben ergaben auf einer gemessenen Probenoberfläche von $100 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$ bezogen eine durchschnittliche Bandlänge in Walzrichtung von $34.7 \mu\text{m}$, mit einer Variationsbreite von minimal $8 \mu\text{m}$ und bis maximal $200 \mu\text{m}$ Länge. In der Richtung der Blechnormalen variierte die Würfelbanddicke von $1.2 \mu\text{m}$ bis zu $11.8 \mu\text{m}$; der Mittelwert betrug $3.25 \mu\text{m}$. Die relative Häufigkeit der Würfelbandlänge ist in Abb. 6.2 mit einer Klassenbreite von $10 \mu\text{m}$ für die Würfelbandlänge und von $0.5 \mu\text{m}$ für die Würfelbanddicke aufgetragen. Die Würfelbänder waren $15 \mu\text{m}$ lang und $2 \mu\text{m}$ dick.

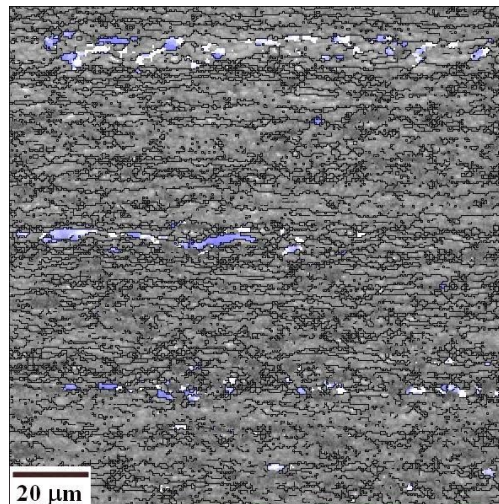


Abbildung 6.1: EBSD Aufnahme der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L im Querschnitt (NR/WR-Ebene). Die in Würfellage +/- 15° orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert.

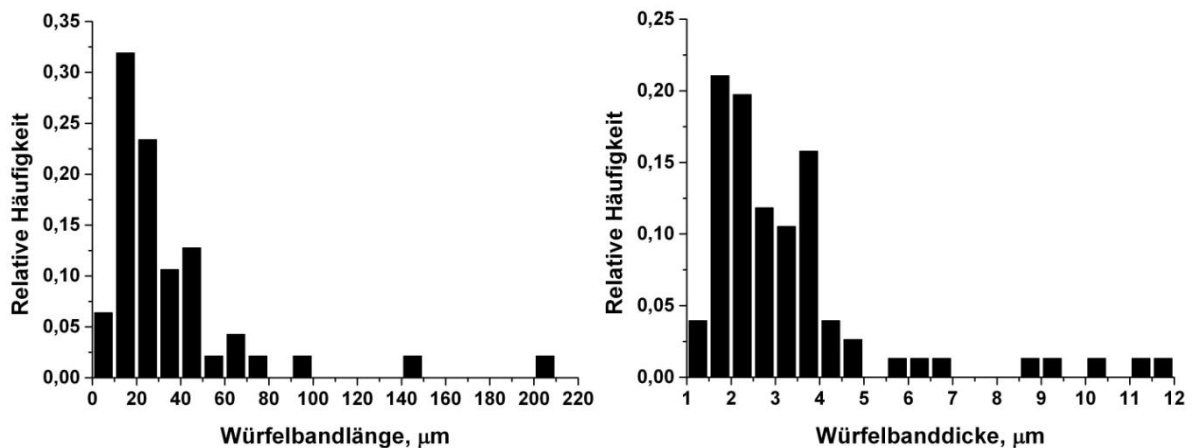


Abbildung 6.2: Dimension der Würfelbänder in Walzrichtung (a) und in Querrichtung (b) in einer 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L im Querschnitt (NR/WR-Ebene).

Die durchschnittliche Bandlänge in der Querrichtung betrug ca. 25 µm mit einem kleinsten und größten gemessenen Wert von 15 µm bzw. 60 µm. Entsprechend Abb. 6.3b ergab die relative Auftragung ein Maximum für die Würfelbänder mit 15 µm Länge. Insgesamt wurde eine Gesamtfläche $90 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$ in der NR/QR-Walzebene (s. Abb. 6.3a) analysiert.

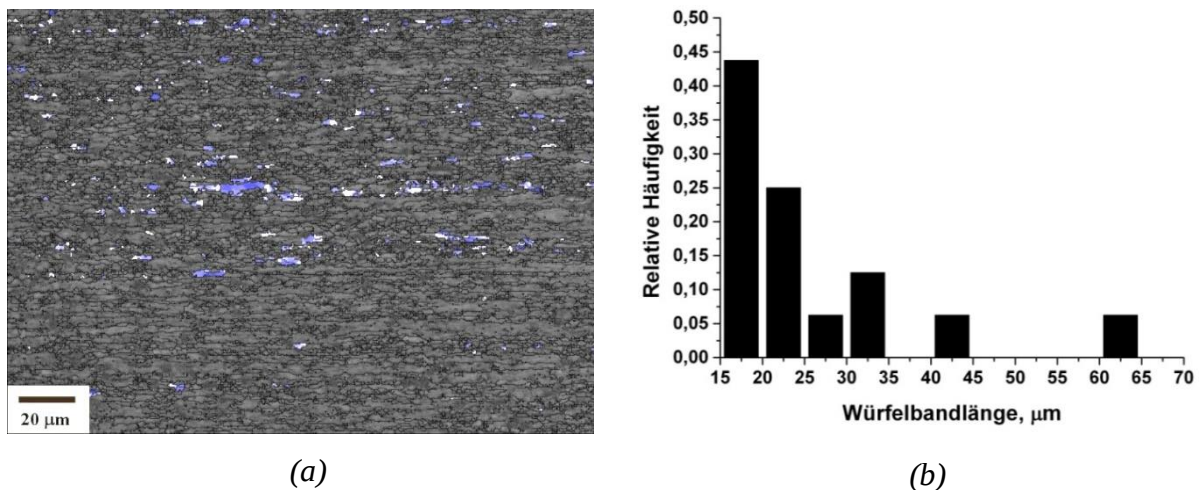


Abbildung 6.3: EBSD Aufnahme (a) und in Querrichtung gemessene Größe der Würfelbänder (b) der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L in NR/QR-Ebene.

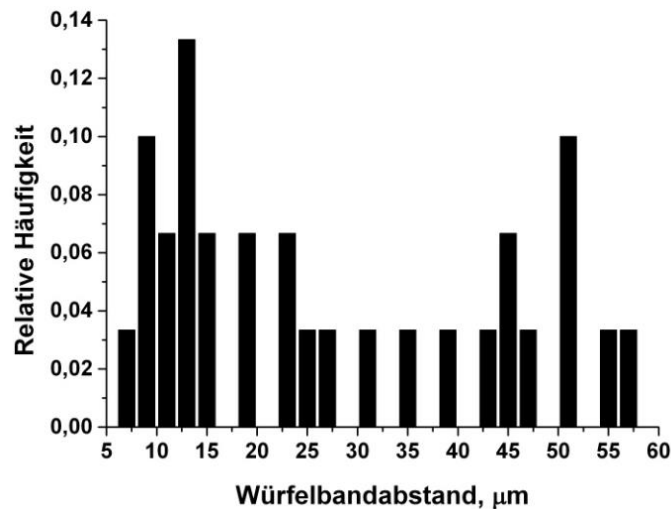
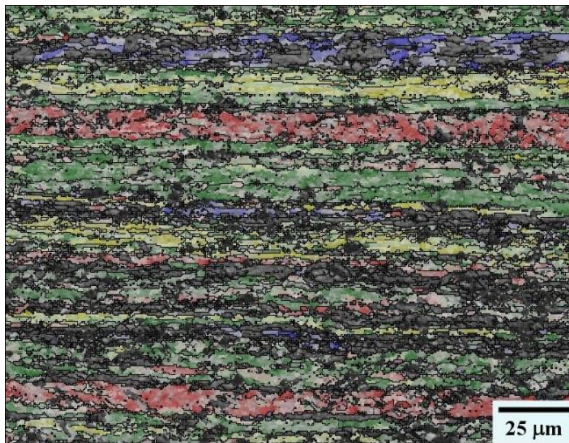


Abbildung 6.4: Würfelbandabstand in einer 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung gemessen in Normalenrichtung in der NR/WR-Ebene.

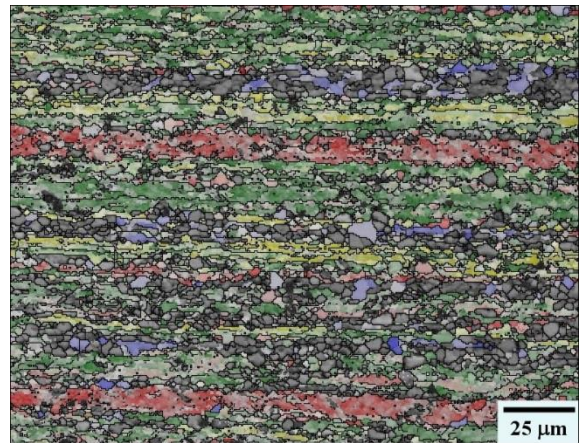
Der Würfelbandabstand ist ein weiterer kritischer Parameter, der den Volumenanteil und die räumliche Verteilung der Würfelkeime während einer Wärmebehandlung beeinflusst. Eine Messung des Würfelbandabstandes wurde in Normalenrichtung von Mitte zu Mitte benachbarter Würfelbänder im NR/WR-Querschnitt durchgeführt. Der durchschnittliche gemessene Wert betrug $26,9 \mu\text{m}$, die Variation der Weite reichte von $6,3 \mu\text{m}$ bis zu $56 \mu\text{m}$. Entsprechend der berechneten relativen Häufigkeit basierend auf einer Klassenbreite von $2 \mu\text{m}$ (s. Abb. 6.4) waren die meisten Würfelbänder ca. $13 \mu\text{m}$ voneinander entfernt.

6.3 Keimbildung an Würfelbändern

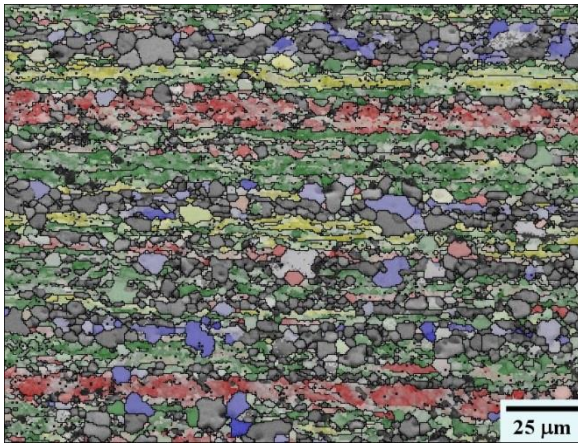
Die Keimbildung an verformten Würfelbändern wurde zunächst qualitativ und dann auch quantitativ durch die Bestimmung der Keimdichte und Keimbildungskinetik mittels diskontinuierlicher „quasi in-situ“ EBSD Messungen charakterisiert (Abb. 6.6).



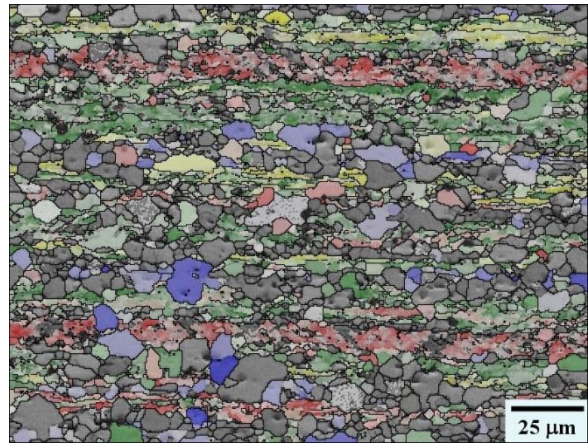
(a)



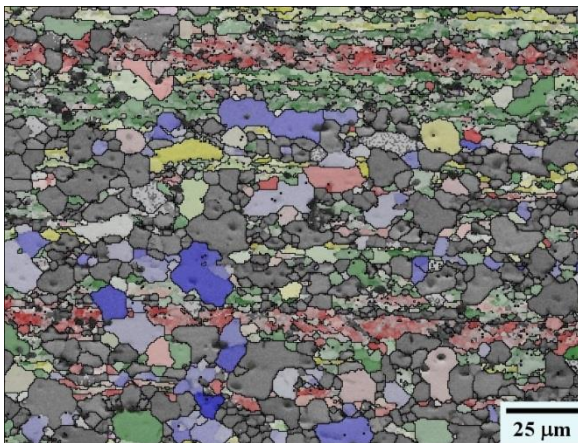
(b)



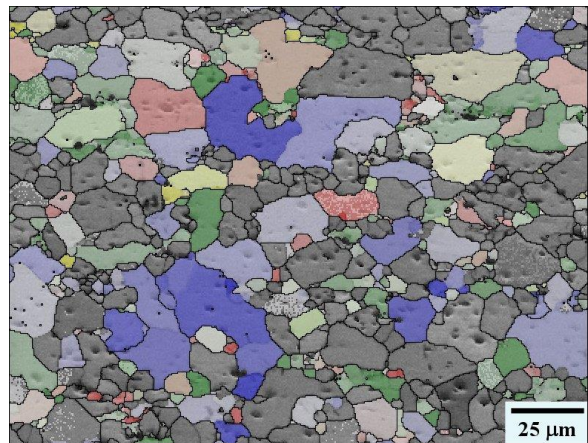
(c)



(d)

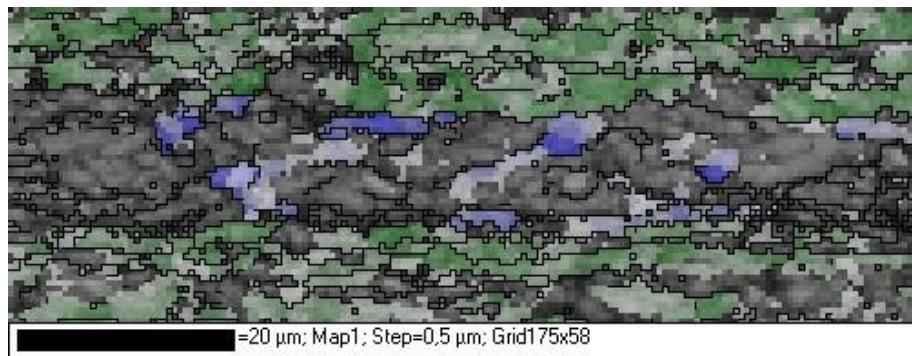


(e)

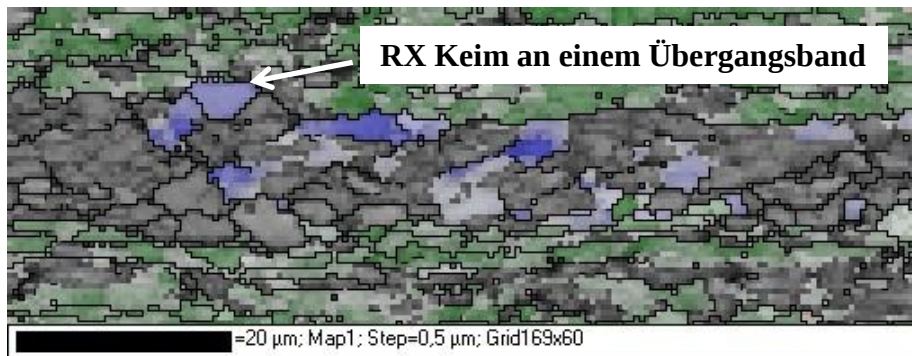


(f)

Abbildung 6.6: Darstellung der Gefügeentwicklung in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L (NR/WR-Ebene) nach verschiedenen Glühzeiten bei 300°C: (a) verformter Zustand, (b) 1 Minute Glühung, (c) 3 Minuten, (d) 6 Minuten, (e) 15 Minuten und (f) 60 Minuten.



(a)



(b)

Abbildung 6.7: EBSD Aufnahmen der gleichen Probenstelle in einer 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L(NR/WR-Ebene): (a) verformter Zustand; (b) nach einer Minute Glühung bei 300°C. Die in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert, in S-Lage $\pm 15^\circ$ - in Grünschattierungen koloriert.

Die Beobachtungen mittels EBSD zeigten, dass die Keimbildung der neuen Würfelkörner während der Rekristallisation vor allem von der Größe des Würfelbandes abhängig war. Im verformten Zustand wurden häufig größere, in Normalenrichtung dickere Würfelbänder mit Orientierungsgradienten beobachtet. Hierbei handelte es sich um sogenannte Übergangsbänder, die die Keimbildung von Würfelkörnern bei der nachfolgenden Wärmebehandlung begünstigten (Abb. 6.6a und 6.7a). Körner mit Übergangsbändern stellten aufgrund ihrer starken Desorientierung zu benachbarten verformten Körnern potentielle Keimbildungsstellen dar. Die neuen Keime entstanden in Bereichen, an denen sich Übergangsband und Großwinkelkorngrenze benachbarter Körner berührten (Abb. 6.7b, markiert durch weißen Pfeil), d.h. an Stellen, an denen Desorientierung und gespeicherte

Energie am höchsten waren. Die Keime, die in der Bandmitte entstanden und von einer Subkorngrenze umgeben waren, mussten erst durch Subkornwachstum eine vergleichbare Banddimension erreichen. Erst dann könnten sie in die Verformungsmatrix hineinwachsen.

Keime, die innerhalb dünner Würfelbänder entstanden, wuchsen bereits nach kurzer Glühzeit (Inkubationszeit) in die Verformungsmatrix hinein. Dies war auf bereits vorhandene Großwinkelkorngrenzen mit verformten, in der Nachbarschaft befindlichen Körnern (Abb. 6.8) zurückzuführen. Die Wachstumsrichtung war dabei parallel zur Ausdehnung des Würfelbandes in Normalenrichtung (senkrecht zur ursprünglichen Walzrichtung) und Keime konnten gleichzeitig in entgegengesetzten Richtungen parallel zur Blechnormalenrichtung wachsen (s. Abb. 6.8, markiert durch weiße Pfeile). Der Grund hierfür lag in der vorliegenden größeren Desorientierung (Großwinkelkorngrenzen) in Normalenrichtung im Vergleich zur Walzrichtung. Zwei Würfelkeime, die im Laufe des Wachstums zusammenstoßen, konnten als ein gemeinsames Korn ihr Wachstum fortsetzen (Abb. 6.9 mit weißen Pfeilen markiert).

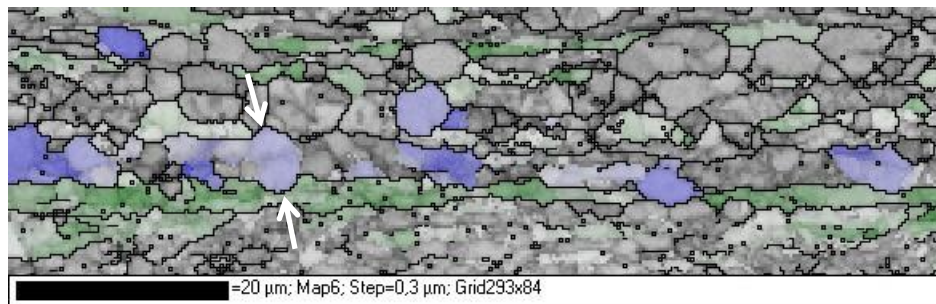
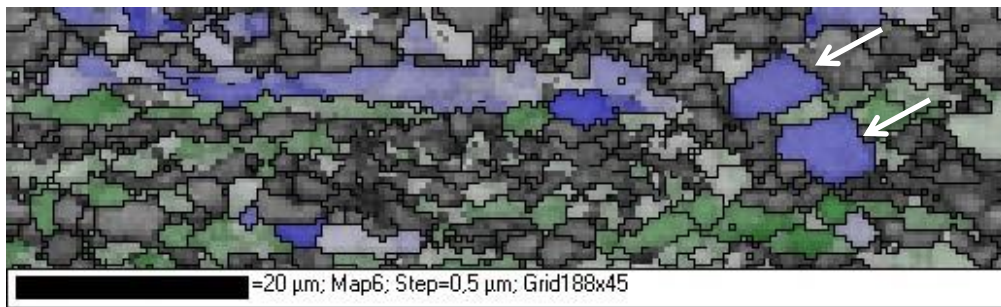
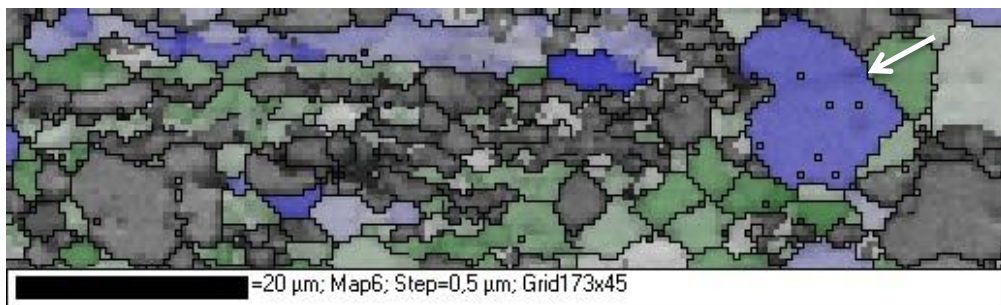


Abbildung 6.8: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L (NR/WR-Ebene) nach drei Minuten isothermen Glühen bei 300°C. Die in Würfellage +/- 15° orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert, in S-Lage +/- 15° - in Grünschattierungen koloriert.



(a)



(b)

Abbildung 6.9: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L (NR/WR-Ebene) nach isothermen Glühungen bei 300°C: (a) nach 1 Minute Glühzeit und (b) nach 3 Minuten Glühzeit. Die in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert. Körner mit S-Lage $\pm 15^\circ$ sind in Grünschattierungen koloriert.

Falls Würfelkeime eine spezielle Orientierungsbeziehung von $40^\circ\langle 111 \rangle$ zu den benachbarten S-Körnern hatten, zeigten sie ein schnelles Wachstum (s. Abb. 6.10). Gemäß EBSD Daten hatten ca. 70% aller Würfelbänder S-orientierte Körner in direkter Nachbarschaft, wodurch das Wachstum der Würfelkeime laut Theorie des orientierten Wachstums wesentlich begünstigt werden sollte. Allerdings, hatten gemäß der experimentellen Beobachtungen nicht alle Korngrenzen zwischen Würfel- und S-orientierten Körnern die spezielle Orientierungsbeziehung von $40^\circ\langle 111 \rangle$, die eine hohe Wachstumsrate der Würfelkeime erlaubte (s. Abb. 6.11). Für eine genaue Statistik bezüglich des Anteils der Korngrenzen mit spezieller Orientierungsbeziehung von $40^\circ\langle 111 \rangle$ zwischen Würfel- und S/R-Lage wurden weitere experimentelle Untersuchungen mit einer automatischen Analyse der EBSD Daten durchgeführt [Kühbach 2011]. Bei dieser Analyse handelte es sich um die Verfolgung individueller Körner während „quasi in-situ“ EBSD Messungen nach

unterschiedlichen Glühzeiten mittels eines am IMM entwickelten Computerprogramms [Kühbach 2011]. Die Länge der Korngrenzensegmente, die ein Korn bestimmter Orientierung mit allen benachbarten Körnern teilte, konnte dabei gemessen werden. Als Zielkörner wurden alle Rekristallisationskeime gesetzt, die den obengenannten Keimkriterien entsprachen. Zur Auswertung des Anteils an Korngrenzen mit einer speziellen Orientierungsbeziehung von $40^\circ \langle 111 \rangle$ wurde eine Abweichung von $\pm 10^\circ$ vom Desorientierungswinkel und eine Abweichung von 5° von der Rotationsachse zugelassen. Die Ergebnisse zeigten, dass bei einer Glühung von 3 Minuten bei 300°C von den 46 betrachteten Rekristallisationskeimen, die eine Orientierungsbeziehung von $35^\circ\text{-}50^\circ \langle 111 \rangle \pm 5^\circ$ hatten, nur 5 Keime (10.8%) der Würfellage angehörten. Diese Auswertung basierte auf einer gemessenen Probenfläche von $50 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$. Diese Würfelkeime sind in Abb. 6.12a mit schwarzen Kreuzen markiert. Trotz dem geringen Anteil der Würfelkeime, die von speziellen Korngrenzen umgeben waren (in diesem Fall $40^\circ \langle 111 \rangle$), wurde während des weiteren Glühens ein massives Wachstum der Würfelkeime auf der untersuchten Probenoberfläche festgestellt (s. Abb. 6.12b). Dieses Ergebnis war in gute Übereinstimmung mit den experimentellen Beobachtungen von Juul Jensen [Jensen 1995].

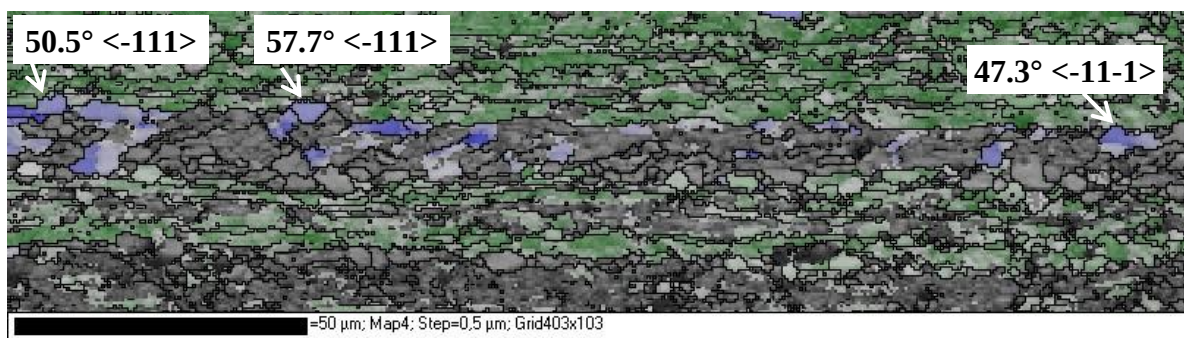


Abbildung 6.10: EBSD Aufnahme der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach einer Minute isothermen Glühens bei 300°C (NR/WR-Ebene). Die in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert, in S-Lage $\pm 15^\circ$ in Grünschattierungen koloriert.

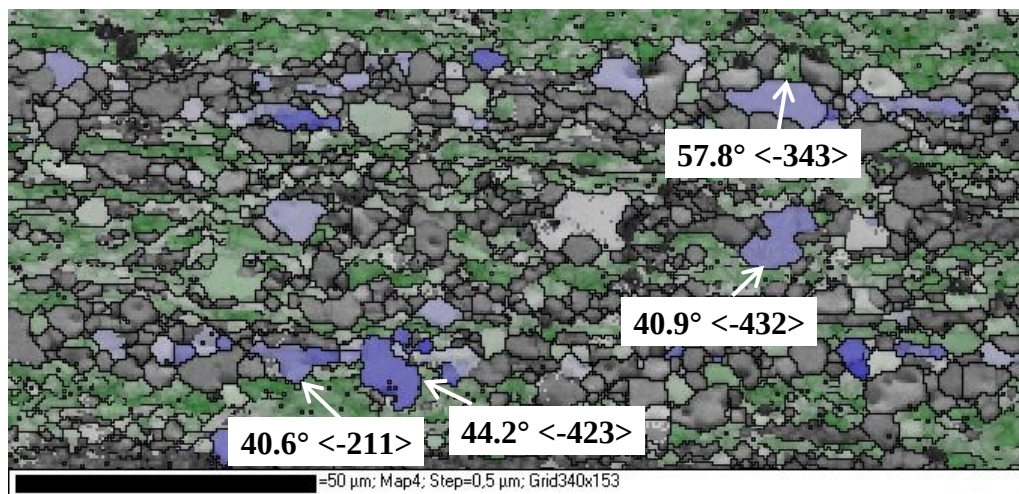
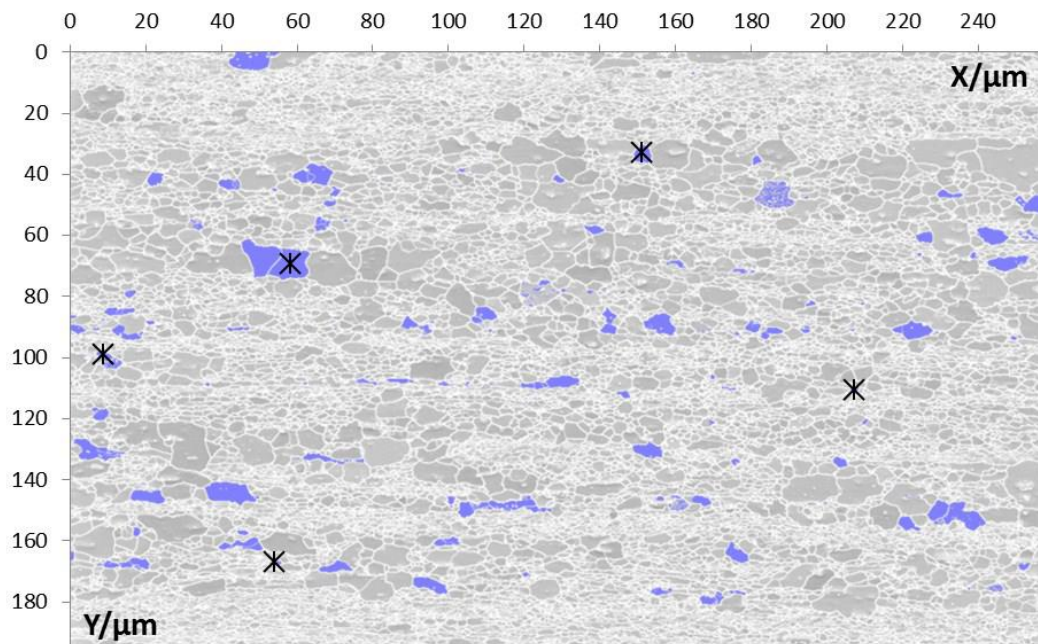
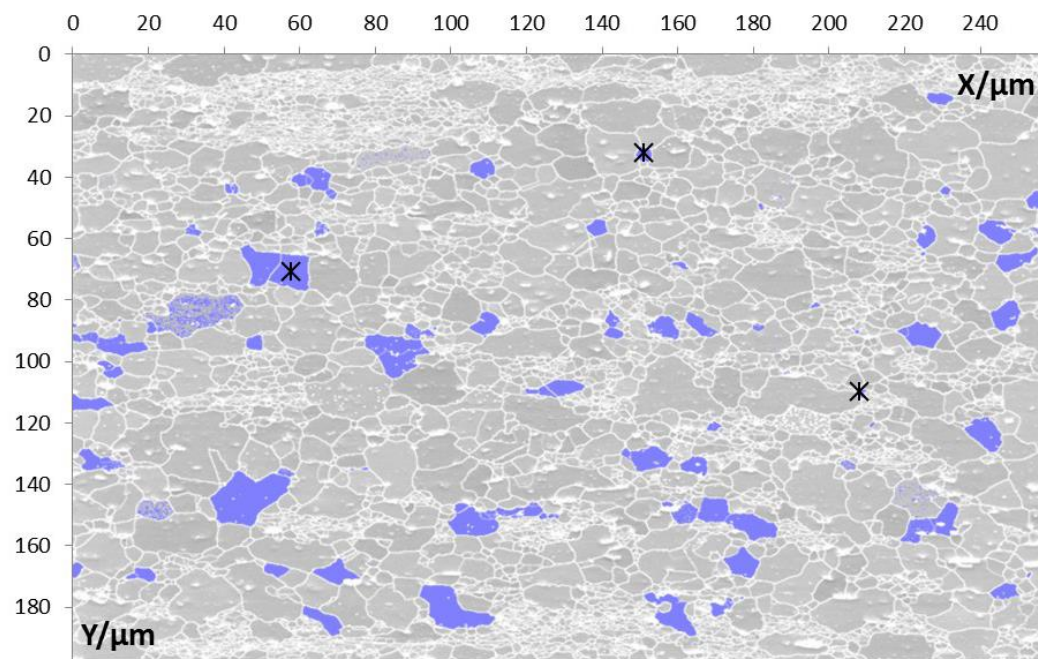


Abbildung 6.11: EBSD Aufnahme der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L (NR/WR-Ebene) nach drei Minuten isothermen Glühens bei 300°C. Die in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert, in S-Lage $\pm 15^\circ$ in Grünschattierungen koloriert.

Um die Keimbildung an Würfelbändern zu quantifizieren, wurde die Anzahl der Keime an jedem Würfelband nach 1 Minute isothermer Glühung bei 300°C in zwei Probenebenen (NR/WR-Querebene und NR/QR-Walzebene) bestimmt, wobei das Keimwachstum in allen drei Richtungen (Walzrichtung WR, Querrichtung QR und Blechnormale BN) berücksichtigt wurde. Die Ergebnisse sind in Abbildungen 6.13 und 6.14 zusammengefasst. Es wird darauf hingewiesen, dass es sich dabei um nicht normierte Werte handelt, d.h. dass Würfelbänder unterschiedlicher Länge auch eine unterschiedliche Keimdichte lieferten. Im Allgemeinen erhöhte sich die Keimhäufigkeit mit zunehmender Bandlänge. Daher wurde die durchschnittliche Keimanzahl pro Bandlänge angegeben und betrug in Walzrichtung etwa 1 Keim pro 10 µm Würfelbandlänge. Für eine durchschnittliche Bandgröße von 35 µm wurden folglich ca. 3 Keime pro Würfelband beobachtet (Abb. 6.13). Die Keimdichte an Würfelbändern in der NR/QR-Walzebene zeigte eine ähnliche Tendenz: bei zunehmender Bandlänge erhöhte sich die Keimzahl (Abb. 5.14). Für Würfelbänder mit Längen in der Größenordnung 20 bis 30 µm betrug die durchschnittliche Keimzahl in Querrichtung etwa 2-4 Keime pro Würfelband. Für längere Bänder – 4 bis 6 Keime. Der durchschnittliche Wert betrug 1 Keim pro 7 µm Würfelbandlänge in Querrichtung.



(a)



(b)

Abbildung 6.12: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L (NR/WR-Ebene) nach 3 Minuten (a) und nach 15 Minuten (b) isothermen Glühungen bei 300°C. Die in Würfellage +/- 15° orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert [Kühbach 2011].

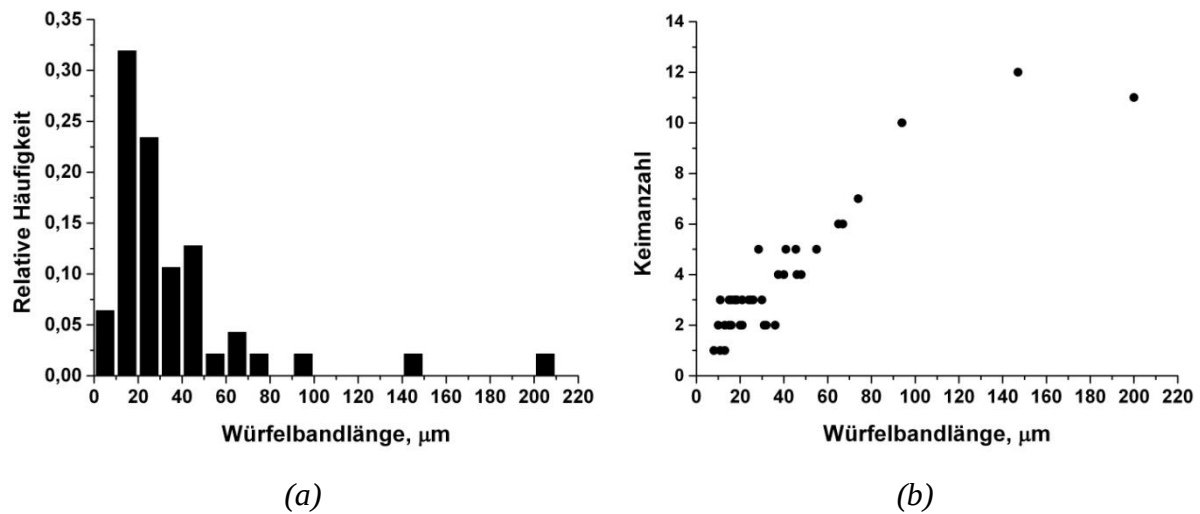


Abbildung 6.13: Länge der Würfelbänder in einer 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung in der NR/WR-Querebene (a) und Anzahl der Keime an diesen Würfelbändern (b).

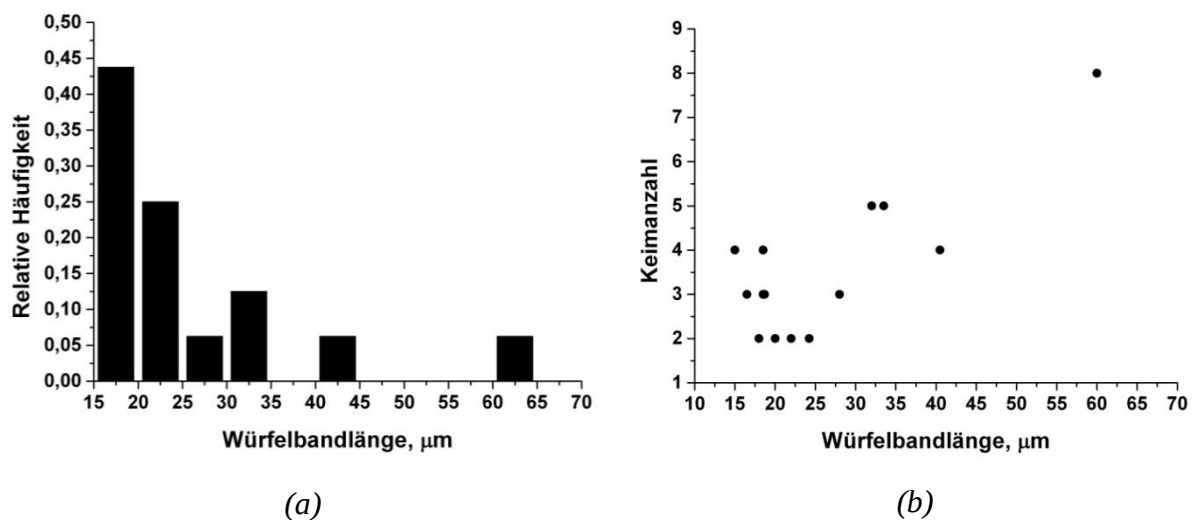


Abbildung 6.14: Länge der Würfelbänder in einer 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung in der NR/QR-Querebene (a) und Anzahl der Keime an diesen Würfelbändern (b).

Wie bereits im Kapitel 4 beschrieben, wurde die Intensität der Würfellage in der Rekristallisationstextur einer Al-Fe-Si Legierung durch Anwesenheit und Wachstum anderer Orientierungen beeinflusst. Um die Keimbildung von Körnern unterschiedlicher Orientierung zu vergleichen, wurden Anzahl und Größe aller Keime bestimmt und als Diagramm für jede einzelne Texturkomponente dargestellt (s. in Abbildung 6.15 und 6.16). Es ist deutlich zu

erkennen, dass die Würfelkeime sowohl einen Keimbildungs- als auch Wachstumsvorteil gegenüber anderen Körnern typischer Verformungsorientierungen aufwiesen. Schon nach 1 Minute Glühung bei 300°C trugen die Würfelkeime neben den regellos orientierten Keimen wesentlich zur Entstehung der ersten Rekristallisationskörner bei (Abb. 6.15). Daraus konnte geschlossen werden, dass die Würfelkeime bereits zu Beginn der Glühung begünstigt wurden und folglich eine vergleichsweise kürzere Inkubationszeit brauchten. Für ihre quantitative Auswertung war eine weitere Untersuchung der Keimdichte und Keimgröße bei kürzerer Glühzeit erforderlich (s. Kapitel 7). Jedoch entwickelten sich nicht alle Würfelkeime gleich schnell, und eine weitere Zunahme der Würfelkeimdichte wurde nach drei Minuten Glühung festgestellt (Abb. 6.15). Dies ist auch aus der Mikrostrukturuntersuchung ersichtlich (s. Abb. 6.6 b und c). Nach drei Minuten Glühzeit waren auf der gleichen Probenstelle viele neue Rekristallisationskeime im Gefüge zu sehen. Im Fall der „quasi in-situ“ Glühung konnte die Anzahl der neu gebildeten Keime genau bestimmt werden, was für die quantitative Analyse der Keimdichte von großer Bedeutung war. Die S/R-Lage zeigte hingegen eine niedrigere Keimbildungsrate. Die Anzahl der S/R-Keime stieg erst nach 3 Minuten Glühzeit signifikant an, lag aber weiterhin auf einem niedrigeren Niveau als im Fall der Würfelkeimbildung.

Die größte Keimdichte wurde für regellos orientierte Keime festgestellt (Abb. 6.15). Regellos orientierte Körner hatten oft ihren Ursprung in der Keimbildung an großen Partikeln der Primärphasen (PSN). Während der plastischen Verformung bildete sich eine sogenannte Verformungszone um Primärphasen, deren Größe durch die Partikelgröße bestimmt war. Diese Verformungszone war durch eine hohe Versetzungsdichte und große Desorientierungsgradienten charakterisiert, was die Keimbildung an diesen Stellen wesentlich begünstigte. Die neuen Keime entstanden und wuchsen sehr schnell bis alle verformten Körner in direkter Umgebung aufgezehrt waren. Sobald die neuen PSN-Keime über die Verformungszone hinaus in die umgebende Matrix wuchsen, wurde ihr Wachstum deutlich langsamer bis hin zur völligen Stagnation [Humphreys 1977]. Grund lag hierbei meist in einer niedrigeren treibenden Kraft und auch im Korngrenzenpinning.

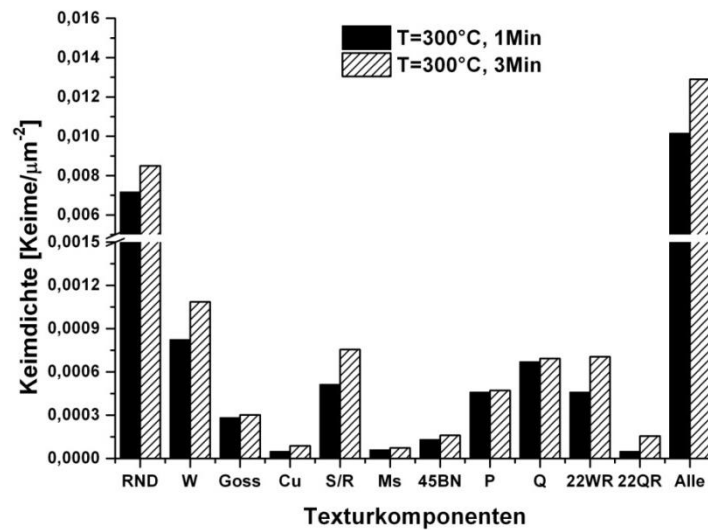


Abbildung 6.15: Entwicklung der Keimdichte in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während einer isothermen Glühung bei 300°C.

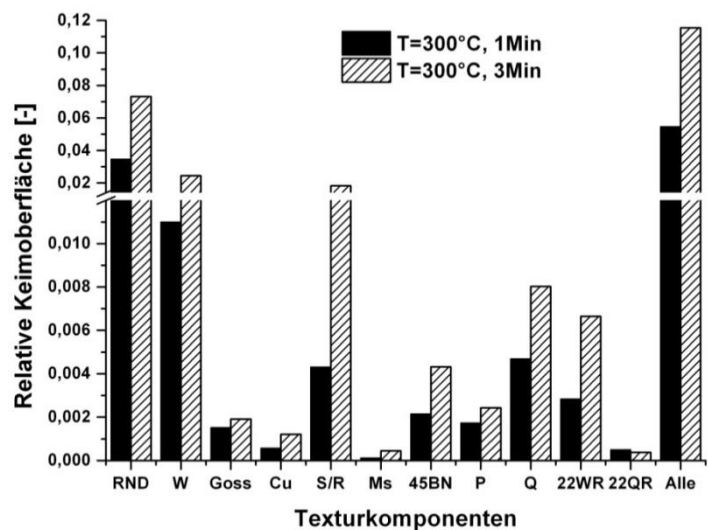


Abbildung 6.16: Entwicklung der relativen Keimoberfläche in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während einer isothermen Glühung bei 300°C.

Die untersuchte Legierung AA8079L enthielt 3.1% Primärphasen der Zusammensetzung Al_3Fe und $\alpha\text{-AlFeSi}$. Ihre Größe war jedoch kleiner als beispielsweise in einer Mn-haltigen AA3103 Legierung mit ausgeprägtem PSN Mechanismus (s. Abb. 6.17). Dennoch können auch Primärphasen in AA8079L als mögliche Keimbildungsorte für PSN

dienen [Humphreys 1977] (Abb. 6.18). Dies wurde durch die vorliegenden experimentellen Beobachtungen bestätigt (Abb. 6.19). Die meisten regellos orientierten Körnern entstanden im Gefüge nach sehr kurzer Glühzeit, und im Laufe des weiteren Glühens war die Zunahme ihrer Keimdichte und Keimoberfläche sehr gering im Vergleich zu Körnern anderer Orientierungen (s. Abb. 6.15 und 6.16). Dies war auf die bereits beschriebenen lokal sehr hohen Desorientierungsgradienten in der Verformungszone zurückzuführen.

Außer PSN-Keimen wurde ein schnelles Wachstum am Beginn der Glühung auch für Würfelkeime festgestellt, was durch eine deutliche Zunahme ihrer Keimoberfläche ersichtlich war (Abb. 6.15). Ihre hohe Keimwachstumsrate wurde durch ihre Desorientierung $\sim 15^\circ$ (=Großwinkelkorngrenze) zu benachbarten verformten Körnern, sowie durch hochbewegliche Korngrenzen mit Orientierungsbeziehung von $40^\circ < 111 \rangle$ begünstigt. Das Wachstum von Keimen der S/R-Lage wurde nach 3 Minuten Glühung wesentlich beschleunigt. Bei beginnendem Glühen zeigten sie nur eine mäßige Wachstumsrate.

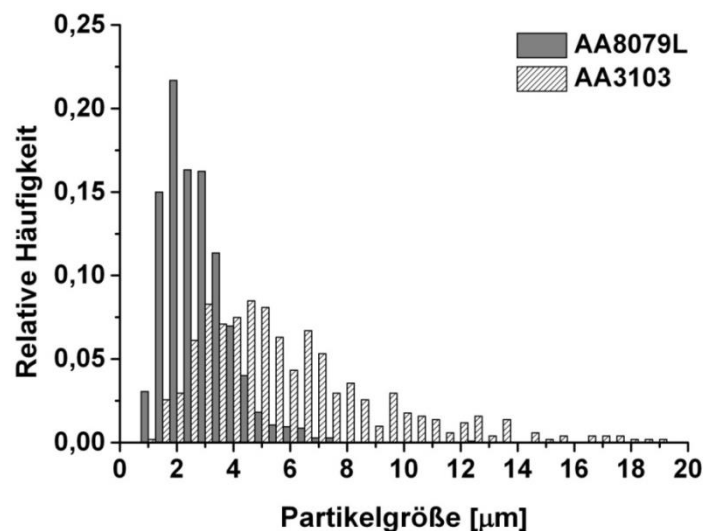


Abbildung 6.17: Größe der Primärphasen in 70% kaltgewalzten AA8079L und AA3103 Legierungen.

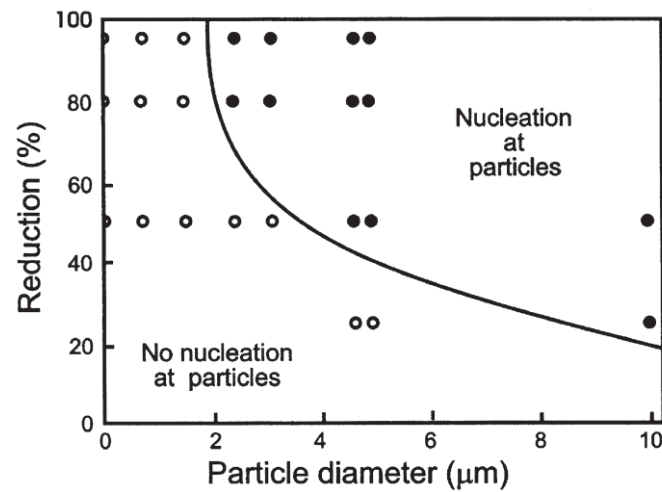


Abbildung 6.18: Effekt des Walzgrades und der Partikelgröße der Primärphasen auf das Auftreten von PSN [Humphreys 1977].

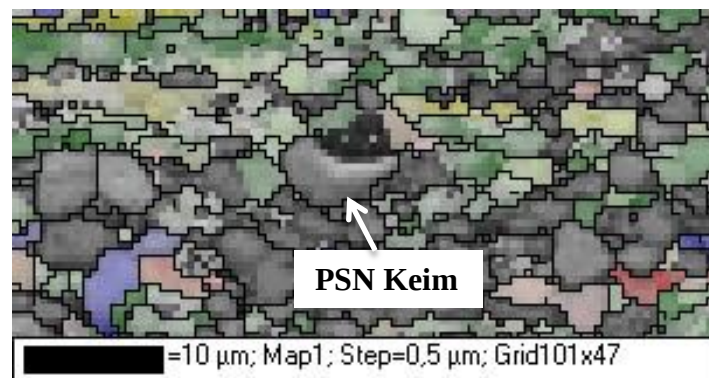


Abbildung 6.19: EBSD Aufnahme der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung nach 1 Minute isothermer Glühung bei 300°C.

6.4 Ein geometrisches Keimbildungsmodell

Die experimentelle Ermittlung der Keimdichte war mit einer umfangreichen Messreihe und dementsprechend mit einem großen Zeitaufwand verbunden. Um dies zu vermeiden, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein einfaches geometrisches Keimbildungsmodell entwickelt, mit dem Ziel einer belastbaren Prognose der Würfelkeimhäufigkeit. Die gemessenen Parameter der Würfelbänder in Zusammenhang mit dem berechneten kritischen Keimradius in Aluminium dienten dabei als wichtige Input-Daten (s. Tabelle 6.1).

Gemäß dem Modell sollten auf eine Oberfläche von $188 \cdot 10^3 \mu\text{m}^2$ (entsprechend der experimentell gemessene Probenoberfläche) 150 Würfelbänder mit mittlerer Würfelbandlänge von $35 \mu\text{m}$ und mittlerer Würfelbanddicke von $3.25 \mu\text{m}$ verteilt werden. An diesen Bändern entstanden Keime durch SIBM (strain-induced boundary migration) Keimbildungsmechanismus [Vatne 1996 I], wobei die vorhandene Korngrenze sich in das Korn mit höherer Versetzungsdichte auswölbte. Die Wahrscheinlichkeit solcher Auswölbung zwischen zwei verformten Körner, die Subkörner unterschiedlicher Größe enthalten, kann durch das Derby-Ashby Kriterium beschrieben werden [Derby 1987]. Dabei wird das Verhältnis zwischen der mittleren und kritischen Subkorngröße bestimmt. Die mittlere Subkorngröße wurde wie folgt errechnet:

$$d_{sub} = \frac{c}{\sqrt{\rho}} \quad (6.1)$$

mit ρ -Versetzungsdichte und C -geometrische Konstante in der Größenordnung von 15 [Blum 2001, Goerdeler 2007, Gurla 2007, Mohles 2008]. Die Versetzungsdichte wurde aus der experimentell gemessenen Mikrohärte ermittelt [Cahoon 1971]:

$$\rho = \left(\frac{mHV}{3\alpha Gb} \right)^2 \quad (6.2)$$

wobei m – Schmidfaktor (beim Walzen für kfz Metalle 0.327 betrug), α – geometrischer Faktor in der Größenordnung von 0.5 [Cahoon 1971], HV – Härte nach Vickers (für 70% kaltgewalztes Material betrug experimentell gemessener Wert 56.4), G – Schubmodul und b – Burgersvektor waren.

Die berechnete Versetzungsdichte und die kritische Subkorngröße betrugen jeweils $2.73 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-1}$ und $0.9 \mu\text{m}$. Der kritischer Keimradius wurde nach der in Kapitel 2 genannten Beziehung 2.6 mit Grenzflächenenergie $\gamma = 0.5 \text{ J/m}^2$, Schubmodul $G = 25.5 \text{ GPa}$, und Burgersvektor $b = 2.86 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ berechnet und betrug $3.5 \mu\text{m}$. Daraus folgte, dass jedes Würfelband ca. 3 Keime erzeugte, die mit hoher Wahrscheinlichkeit ($d_{sub} \leq d_{krit}$) in die verformte Matrix hinein wachsen können. Die dementsprechende Keimdichte auf der untersuchten Oberfläche betrug $0.00236 \text{ Keime}/\mu\text{m}^2$. Dies war in gute Übereinstimmung mit

experimentell gemessenen Werten, die auf der gleichen Probenoberfläche nach 3 Minuten Glühzeit bei 300°C jeweils 444 Keime und 0.00239 Keime/ μm^2 ergaben.

Tabelle 6.1 Die im geometrischen Keimbildungsmodell verwendete Parameter.

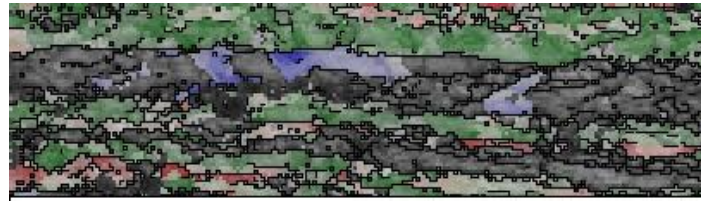
<i>Parameter</i>	<i>Werte</i>
Mittlere Würfelbandlänge in WR, μm	34.7
Mittlere Würfelbanddicke in BN, μm	3.25
Mittlerer Abstand zwischen der Würfelbändern in BN, μm	26.9
Mittlere Anzahl der Keime pro Würfelband	3
Modellierter Flächenanteil der Würfelnkörner im RX Zustand, %	32
Experimentell gemessener Flächenanteil der Würfelnkörner im RX Zustand, %	21.7
Experimentell gemessener Volumenanteil der Würfelnkörner im RX Zustand, %	22

Um die Größe und den Anteil der rekristallisierten Würfelnkörner mittels des Modells vorauszuberechnen, wurden zunächst einige vereinfachende Annahmen getroffen:

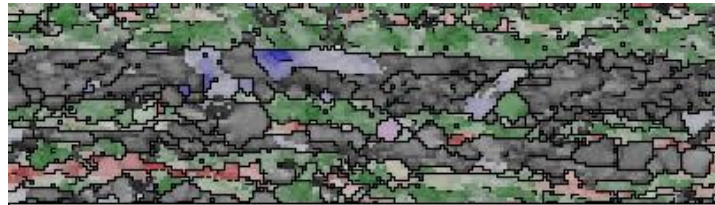
- alle Würfelkeime wuchsen gleich schnell in die verformte Matrix rein;
- ihr Wachstum wurde in Walzrichtung und in Richtung der Blechnormale nur von anderen Würfelkeimen begrenzt;
- jeder Würfelkeim wird ein Rekristallisationskorn.

Daraus folgte, dass die Würfelkörner im Laufe des Rekristallisationsglühens bis max. $10\text{ }\mu\text{m}$ in Walzrichtung und bis max. $27\text{ }\mu\text{m}$ in Normalenrichtung wachsen konnten. Der Flächenanteil von 450 Würfelkörnern mit einer mittleren Oberfläche von $270\text{ }\mu\text{m}^2$ sollte dann im rekristallisierten Zustand 64.6% betragen, was in keinem Verhältnis zur Realität stand. Gemäß der experimentellen Messung wurden auf der gleichen Probenoberfläche nach 60 Minuten Glühzeit bei 300°C 340 Würfelkörner mit einer mittleren Oberfläche von $120\text{ }\mu\text{m}^2$ beobachtet, was dem gesamten Flächenanteil von 21.7% entsprach. Der Volumenanteil der Würfellage in der Makrotextur betrug 22%. Dieses Ergebnis wies deutlich darauf hin, dass die Wachstumsbedingungen für die Würfelkeime im Modell genauer beschrieben werden müssen. In den getroffenen Annahmen wurden eine maximale Keimanzahl sowie eine maximale Wachstumsrate für die Würfelkeime vorausgesetzt. Tatsächlich spielte das Konkurrenzwachstum der Körner anderer Orientierung, die auch eine schnelle Wachstumsrate aufwiesen, bei der Würfeltexturentwicklung jedoch eine bedeutende Rolle. Daher wurde bei der nachfolgenden Berechnung berücksichtigt, dass zwischen zwei Würfelbändern in der Richtung der Blechnormalen mindestens ein verformtes Korn einer anderen Orientierung liegt und Keime erzeugt. Das Wachstum der Würfelkörner kam dann durch Berührung mit diesen Keimen zum Erliegen und sie konnten bis max. $13.5\text{ }\mu\text{m}$ in Normalenrichtung wachsen.

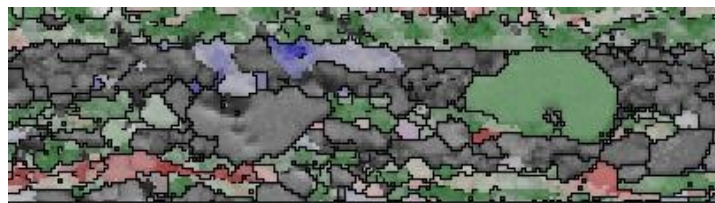
Als Ergebnis betrug ihre mittlere Oberfläche $135\text{ }\mu\text{m}^2$. Ihr Flächenanteil im rekristallisierten Zustand war auf 32% gesunken, unterschied sich aber immer noch von den experimentellen Ergebnissen um ca. 10%. Das lässt sich auf eine Mikrowachstumsauslese schließen, wobei in einer lokalen Umgebung sich nur die schnellsten der konkurrierenden Keime entwickeln konnten und die Zahl der wachsenden Keime dadurch eingeschränkt wurde. Ein Beispiel ist in Abbildung 6.20 demonstriert. Der Würfelband mit potenziellen Keimbildungsstellen (Übergangsbänder) wurde von einem schnell entwickelten S/R-orientierten Korn und von einem PSN-Korn mit regelloser Orientierung im Laufe des Glühens völlig aufgezehrt.



(a)



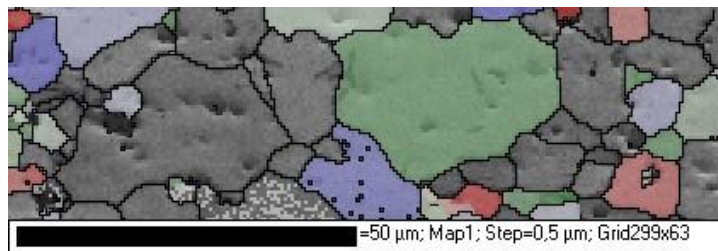
(b)



(c)



(d)



(e)

Abbildung 6.20: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L (NR/WR-Ebene) nach isothermen Glühungen bei 300°C: (a) verformter Zustand; (b) nach 1 Minute Glühzeit; (c) nach 3 Minuten Glühzeit; (d) nach 15 Minuten Glühzeit; (e) nach 1 Stunde Glühzeit. Die in Würfellage $\pm 15^\circ$ orientierten Körner sind in Blauschattierungen koloriert. Körner mit S-Lage $\pm 15^\circ$ sind in Grünschattierungen koloriert.

Kapitel 7

Subkornstrukturentwicklung und Inkubationszeit

7.1. Vorbemerkung

Die im folgenden Kapitel dargestellten experimentell gemessenen Subkorngrößen und Inkubationszeiten für Körner unterschiedlicher Orientierung wurden im Rahmen der Untersuchung der Rekristallisationskeimbildung ermittelt. Diese wichtigen Rekristallisationsparameter wurden an Hand von EBSD Messungen abgeleitet, die aus diskontinuierlichen Glühexperimenten im REM stammen. Die Untersuchungen sollten die zeitliche Verfügbarkeit der Keime unterschiedlicher Orientierung im Laufe der Rekristallisation dokumentieren.

7.2 Subkornstrukturentwicklung innerhalb von verformten Körnern

In der Literatur wird häufig eine gut entwickelte Substruktur innerhalb der verformten Würfeln Körner als wichtiger Grund für die nachfolgende bevorzugte Keimbildung während der Rekristallisation genannt [Dillamore 1974, Hirsch 1986, Vatne 1996 I, Samajdar 1994]. Dies wurde jedoch nur in warm verformten Al Proben bestätigt [Dillamore 1974, Vatne 1996 I, Samajdar 1994], wobei die Erholungsprozesse und dementsprechend die

Subkornstrukturentwicklung aufgrund der hohen Verformungstemperatur beschleunigt sind. Zur Raumtemperatur-Verformung (Kaltwalzen) von technischen Al Legierungen, insbesondere der sich innerhalb der verformten Körner entwickelnden Subkornstruktur, lassen sich in der Literatur keine statistisch belastbaren Daten finden. Deshalb wurde in der vorliegenden Arbeit die Subkorngröße innerhalb der verformten Körner unterschiedlicher Orientierung in 70% kaltgewalzten Proben während der isothermen Glühungen bei 280°C und bei 320°C mittels EBSD Analyse im REM gemessen. Die Ergebnisse sind in Abb. 7.1 zusammengefasst. Dabei wurden alle Subkörner mit einer Desorientierung der umgebenden Korngrenze von 2° bis 10° analysiert. Um den Fehler, d.h. bspw. starke Erholungseffekte durch eine unzureichende Aufheizrate für Kurzzeitglühungen, zu minimieren, wurden diese Proben statt im Umluftofen in einem Sandbad geblüht. Die Angabe der exakten Heizraten in einem Umluftofen und in einem Sandbad ist im Kapitel 4 zu finden (s. Abb. 4.2).

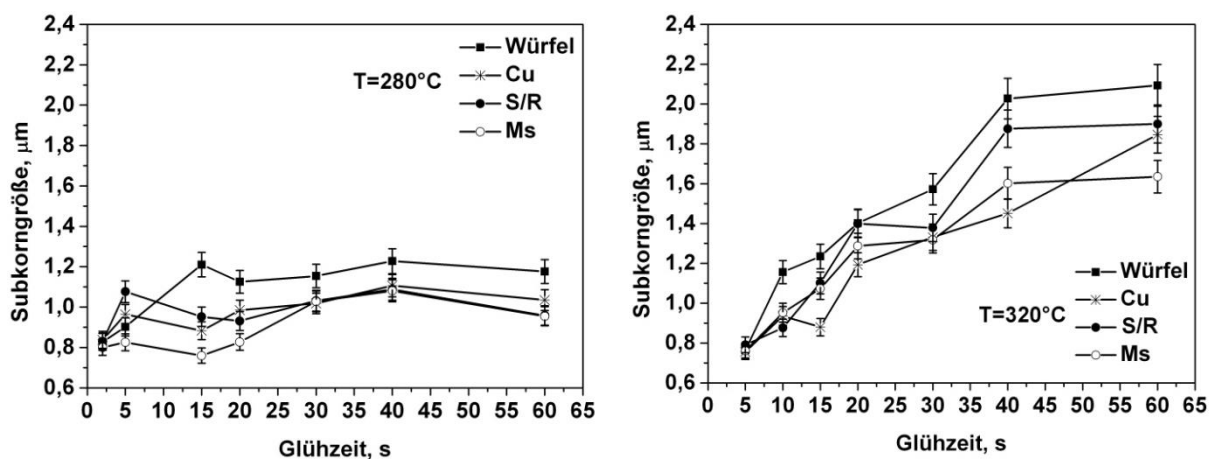
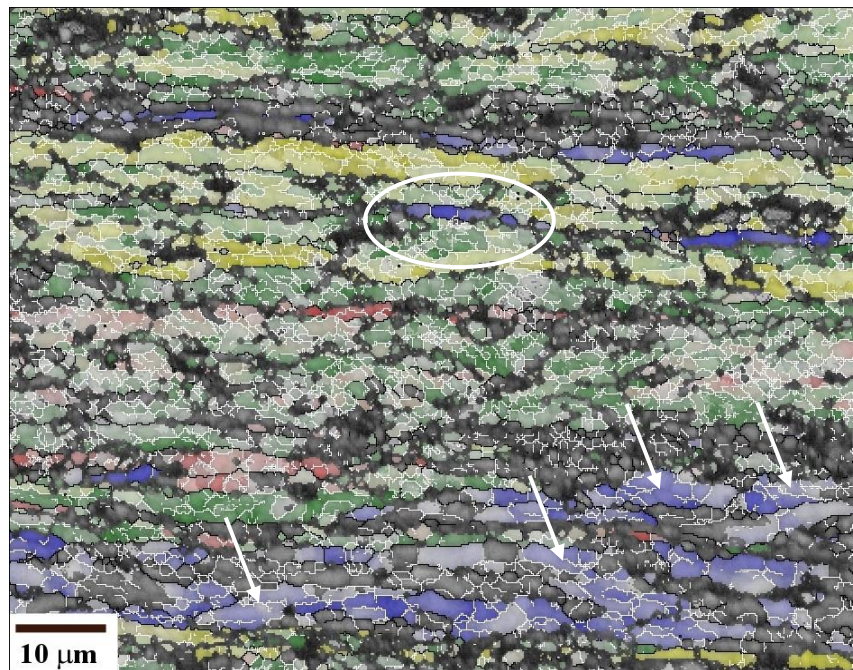


Abbildung 7.1: Entwicklung der Subkorngröße in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während der isothermen Glühungen bei 280°C und 320°C.

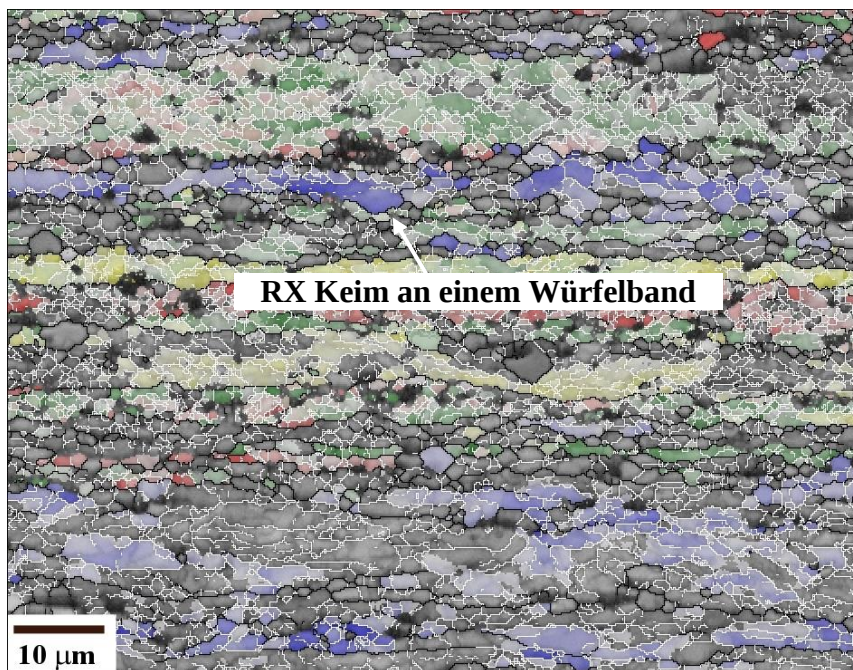
Aus dem Vergleich der Messergebnisse der Kurzzeitglühungen (Zeiten bis max. 60 s) bei 280°C bzw. 320°C ergab sich kein Unterschied der durchschnittlichen Subkorngröße von würfelorientierten Körnern und Subkörner anderer Orientierungen. Im Durchschnitt waren alle gemessenen Subkörner 0,8 µm +/- Streuung (s. Fehlerbalken in Abb. 7.1) groß. Während einer Glühung bei 320°C nahm die Subkorngröße aller Orientierungen zu. Die schnellste Wachstumsrate wurde für die würfelorientierten Subkörner festgestellt. Während der

gesamten Glühung im Zeitraum 5 s bis 60 s stieg ihre mittlere Größe von 0.75 μm auf 2.1 μm . Für die Subkörner anderer Orientierungen wurden nach 60 s Glühung vergleichsweise kleinere Subkorngrößen als für die Würfellage gemessen (Abb. 7.1b). Das Glühen bei 280°C führte bei gleicher Glühzeit zu nur einer vergleichsweise unerheblichen Zunahme der mittleren Subkorngröße. Die würfelorientierten Subkörner wuchsen innerhalb der ersten 15 s Glühen von 0.8 μm auf ca. 1.2 μm , und während des weiteren Glühens blieb ihre Subkorngröße praktisch unverändert. Innerhalb von Körnern anderer Orientierungen wurde keine signifikante Entwicklung der Substruktur festgestellt. Nach 60 s Glühung waren die Subkörner von Cu-, S/R- und Messing-Lage ca. 1 μm groß, was nicht wesentlich unterschiedlich von ihrer Größe im verformten Zustand war (Abb. 7.1a). Für ein besseres Verständnis der Substrukturentwicklung während des Rekristallisationsglühens werden im Folgenden die mittels EBSD untersuchten Mikrostrukturen für verschieden lange Glühzeiten dargestellt.

Die EBSD Aufnahmen in Abb. 7.2 zeigten die Subkornstrukturentwicklung während des Glühens bei 280°. Im Inneren der feinen, sehr dünnen Würfelbänder wurden bereits nach einer Glühzeit von 5 s gut entwickelte Subkorn Grenzen in Normalenrichtung beobachtet (s. markierte Stelle in Abb. 7.2a). Außerdem waren diese Subkörner von beiden Seiten durch eine in Walzrichtung ausgerichtete Großwinkelkorn Grenze zur verformten Matrix hin begrenzt und zeichneten sich deshalb als potentielle Keime aus. In dickeren verformten Würfelbändern waren, aufgrund der unterschiedlichen Farbschattierung in den Körnern (s. durch weiße Pfeile markierte Bereiche in Abb. 7.2a), bereits Bereiche unterschiedlicher Desorientierung zu erkennen. Jedoch waren die kurzen Glühzeiten bei 280°C nicht ausreichend zur vollständigen Ausbildung der Subkorn Grenzen mit Desorientierung von 2° bis 10° zwischen diesen Bereichen. Daher wurden diese „Subkörner“ bei der Mikrostrukturanalyse nicht berücksichtigt. Im Laufe der Glühung wölbten sich die Subkörner, die sich an dünnen Würfelbändern oder am Rand der großen verformten Würfelbänder befanden, in die verformte Matrix hinein. Ab diesem Zeitpunkt wurden sie als Rekristallisationskeime betrachtet (Abb. 7.2b). Die Subkornstruktur innerhalb verformter Körner anderer Orientierungen war durch sehr kleine Subkörner gekennzeichnet (Abb. 7.2a) und zeigte keine sichtbare Veränderung nach einer Gesamtglühdauer von 60 s (Abb. 7.3).



(a)



(b)

Abbildung 7.2: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach der isothermen Glühungen bei 280°C: (a) 5s und (b) 20s. Die Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

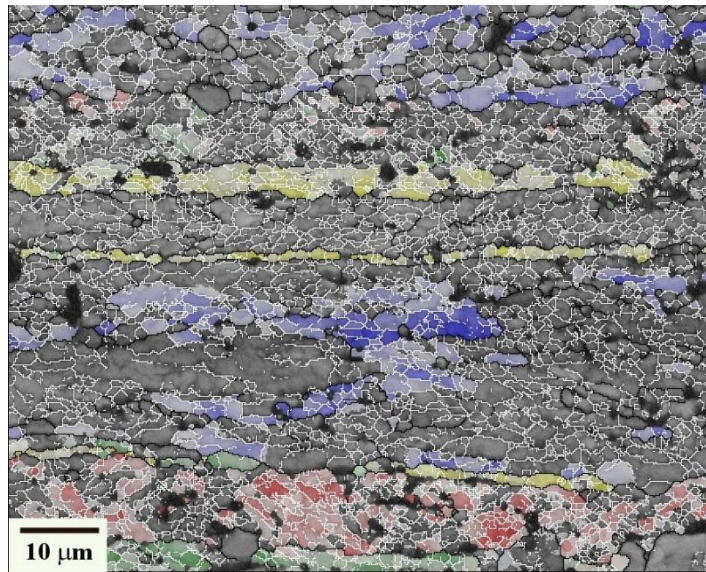


Abbildung 7.3: EBSD Aufnahme der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach 60s isothermer Glühung bei 280°C. Die Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

Die Substrukturentwicklung innerhalb der verformten Körner während einer isothermen Glühung bei 320°C ist in Abb. 7.4 und 7.5 dargestellt. Nach 5 s Glühung wurde innerhalb der dicken Würfelbänder (Dicke $\geq 5 \mu\text{m}$) eine ähnliche Substruktur wie in bei 280°C geglühten Proben beobachtet. Bereiche unterschiedlicher Desorientierung waren deutlich zu erkennen, doch nicht alle Subkorgrenzen zwischen diesen Bereichen waren vollständig entwickelt (s. markierte Stellen in Abb. 7.4a). Die Subkörner am Rand dieser Würfelbänder entwickelten sich im Laufe der weiteren Glühung schneller als Subkörner im Bandinneren. Bereits nach 15 s Glühzeit wuchsen diese in die umgebende, verformte Matrix hinein (Abb. 7.5).

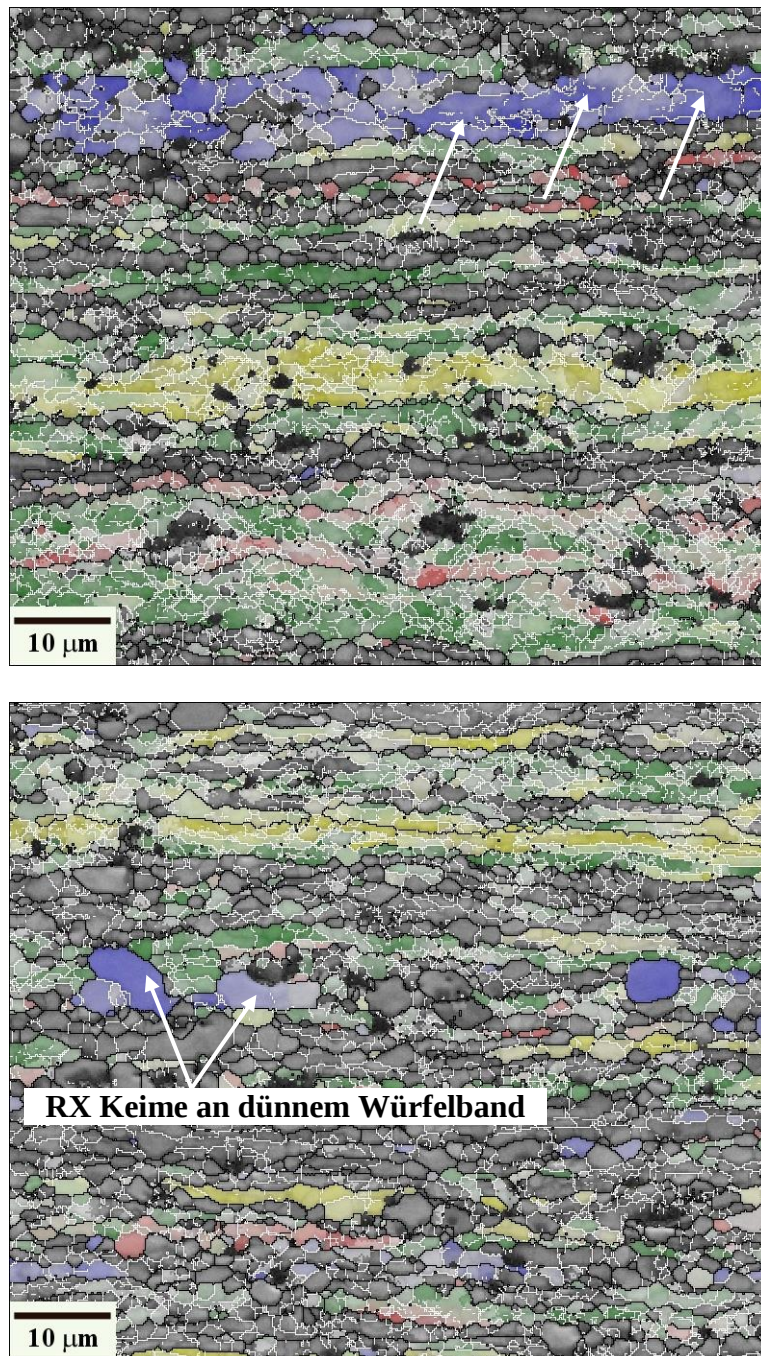


Abbildung 7.4: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach einer isothermen Glühungen bei 320°C: (a) 5s und (b) 10s. Die Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

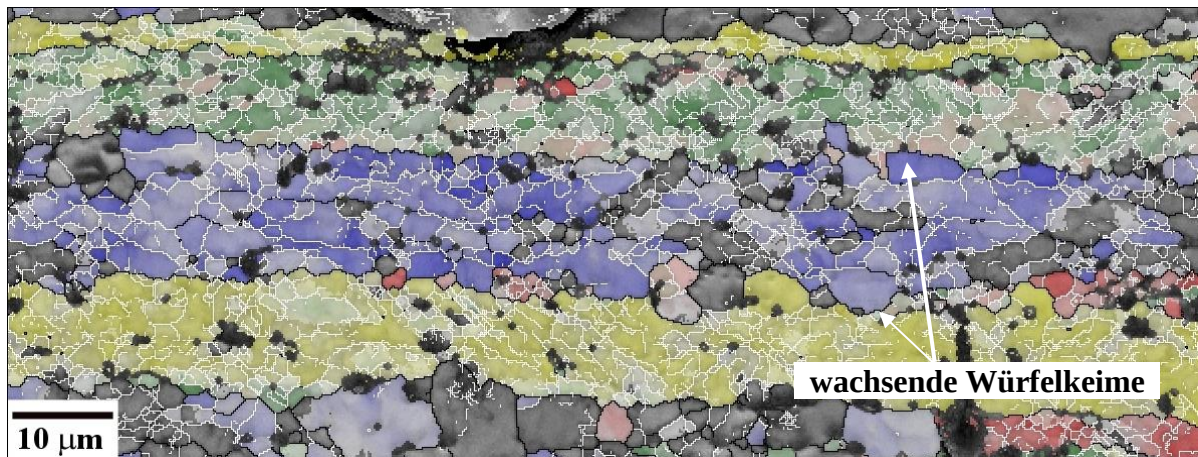


Abbildung 7.5: EBSD Aufnahme der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach 15s isothermer Glühung bei 320°C. Die Farbkodierung der individuellen Orientierungen gemäß Tabelle 4.1.

An dünneren Würfelbändern (Dicke $< 5\ \mu\text{m}$) erfolgte die Keimbildung bevorzugt, aufgrund der bereits vorhandenen Großwinkelkorngrenzen mit benachbarten Matrixkörnern, und somit früher. Die ersten Rekristallisationskeime konnten bereits nach einer Glühzeit von 10 s beobachtet werden (Abb. 7.4b). Falls diese Keime zusätzlich eine günstige Wachstumsbeziehung zu ihrer Umgebung aufwiesen, so erreichten diese ein deutlich größeres Volumen als Keime anderer Orientierungen (s. markierte Keime in Abb. 7.4b). Eine Erhöhung der Glüh Temperatur von 280°C auf 320°C führt generell zu einer Beschleunigung der Kinetik und somit auch zu einer beschleunigten Subkornstrukturentwicklung innerhalb der verformten Körner anderer Orientierungen. Schon nach kurzer Glühzeit bei 320°C wurden viele Subkörner mit ausgewölbten Großwinkelkorngrenzen am Rand der verformten S/R-, Messing- und Kupfer-orientierten Körner beobachtet (Abb. 7.4b und 7.5). Zudem lagen die ersten einzelnen RX Keime dieser Orientierungen bereits nach 10 s Glühzeit im Gefüge vor, obwohl ihre Größe im Vergleich zu Würfel- oder regellos orientierten Keimen deutlich kleiner war (Abb. 7.4b).

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die quantitative Untersuchung der Substrukturentwicklung nach kurzer Glühdauer hinsichtlich der vorliegenden Orientierungen keinen signifikanten Unterschied in der Subkorngröße gezeigt hat. Auf den ersten Blick

schienen die Subkörner innerhalb von verformten Würfelbändern viel größer als Subkörner innerhalb der verformten Körner anderer Orientierung zu sein. Jedoch umfasste die umgebende Subkorngrenze nicht 100% der Subkornoberfläche, und daher wurden solche „Subkörner“ bei der quantitative Analyse nicht berücksichtigt. Es war aber ersichtlich, dass im Laufe der Glühung die würfelorientierten Subkörner, die an dünnen Würfelbändern oder am Rand der dicken Würfelbänder lokalisiert waren, eine deutlich kürzere Inkubationszeit hatten als Körner mit abweichenden Orientierungen. Es konnte daher geschlussfolgert werden, dass im Gegensatz zum warmverformten Al, wo die Keimbildung an Würfelbändern durch eine schon im verformten Zustand beobachtete gut entwickelte Substruktur begünstigt wurde [Dillamore 1974, Vatne 1996 I, Samajdar 1994], die Bevorzugung der Würfelkörner nach dem Kaltwalzen erst während der Rekristallisationsglühung durch eine kürzere Inkubationszeit verursacht wurde. Für die quantitative Bestimmung der Inkubationszeit ist eine weitere Untersuchung der Keimdichte nach unterschiedlicher Glühzeit unerlässlich.

7.3 Orientierungsabhängige Inkubationszeit

Der Entwicklungsvorteil der Rekristallisationskeime machte sich unter anderem daranfest, wie früh der Keim im Gefüge entstand, welche Substrukturänderungen bis zur Keimaktivierung stattfinden mussten sowie welche Nachbarschaftsbeziehungen für ein nachfolgendes bevorzugtes Keimwachstum notwendig waren. Daher war die zeitliche Verfügbarkeit eines Keims oder seine Inkubationszeit ein wichtiges Kriterium, das für die Rekristallisationskeimbildung von großer Bedeutung war. Um die notwendige Inkubationszeit für Körner mit verschiedenen Orientierungen quantitativ zu bestimmen, wurden Keimdichte und relative Keimoberfläche der rekristallisierten Körner in 70% kaltgewalzten und anschließend bei 300°C geglühten Proben mittels EBSD Technik gemessen. Die Ergebnisse sind in Abbildungen 7.6 und 7.7 zusammengefasst.

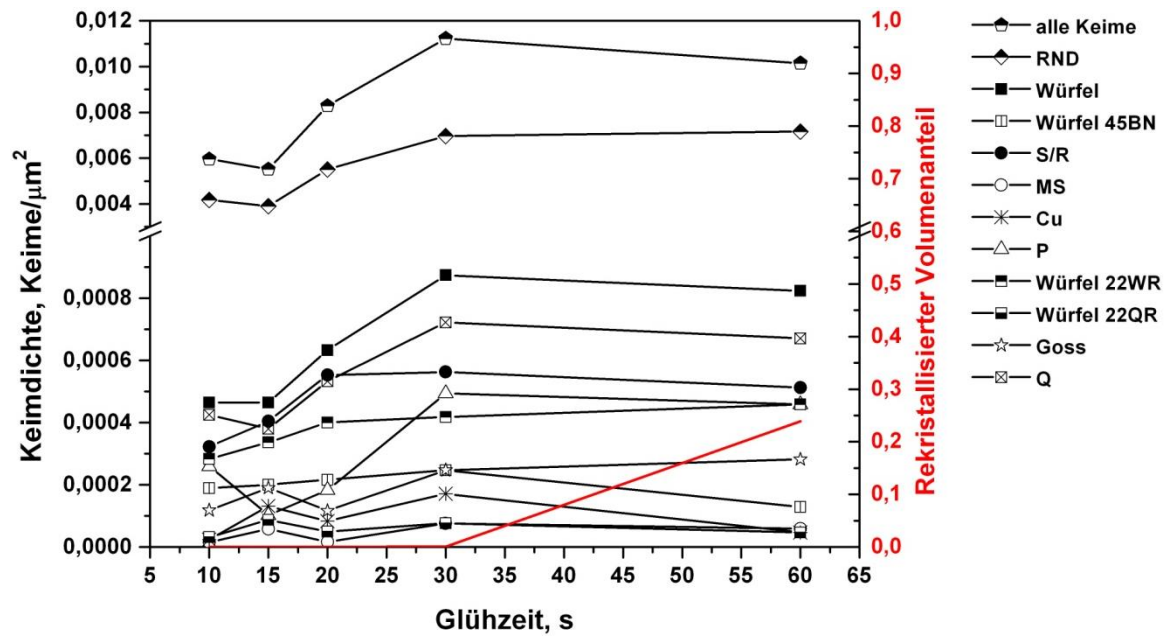


Abbildung 7.6: Entwicklung der Keimdichte in 70% kaltgewalzter Legierung AA8079L während einer isothermen Glühung bei 300°C.

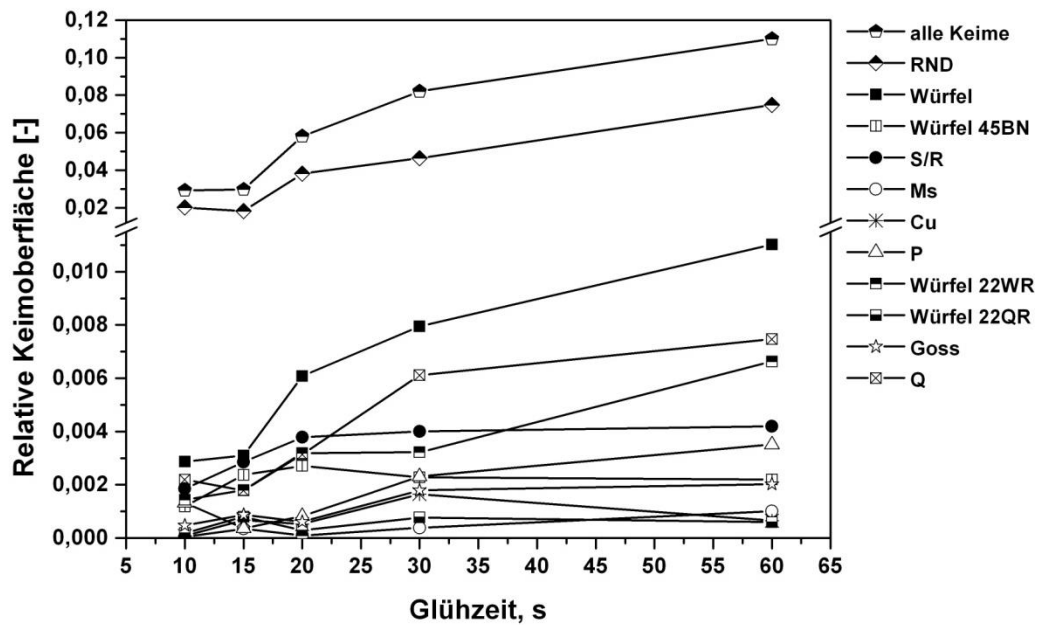
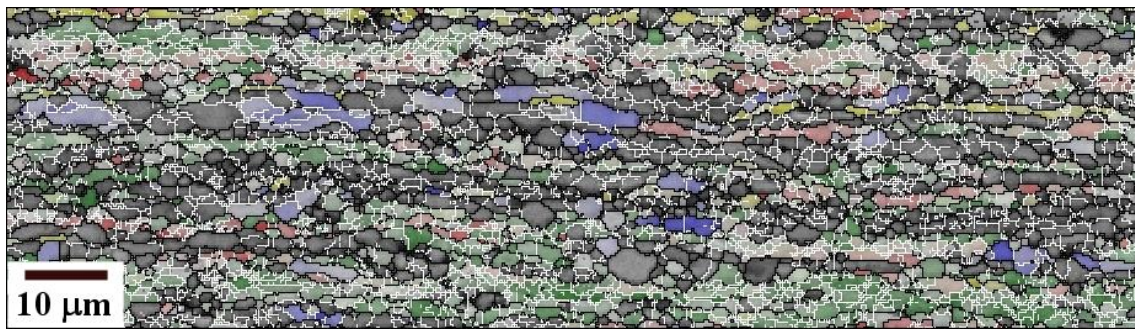


Abbildung 7.7: Entwicklung der relativen Keimoberfläche in 70% kaltgewalzter Legierung AA8079L während einer isothermen Glühung bei 300°C.

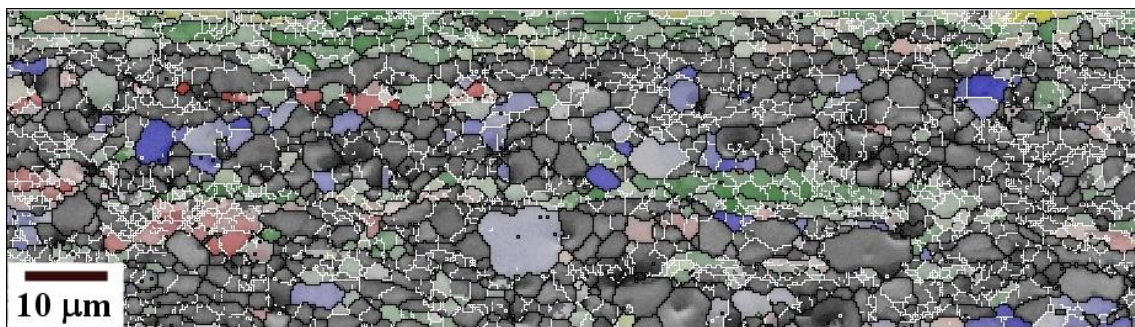
Entsprechend der in Abb. 7.6. und 7.7 präsentierten Messergebnisse nahm die allgemeine Keimdichte nach 15s Rekristallisationsglühdauer bei 300°C stark zu (um ca. 73%), was auf massive Keimbildung im Material hinwies (Abb. 7.6). Der größte Anteil aller Keime (ca. 67%) wurde dabei durch Keime mit regellosen Orientierungen dargestellt. Die Würfelkeime demonstrierten im Vergleich zu Keimen, die typischen Verformungs- und anderen Rekristallisationsorientierungen angehören, die höchste Keimbildungsrate. Ihre höchste Keimdichte betrug nach 30 s Glühzeit $8.7 \cdot 10^{-4}$ Keime/ μm^2 (Abb. 7.6). Danach schien die Keimbildung der Würfelkörner in eine Sättigung zu gehen. Körner mit Q-Orientierung zeigten im Laufe der Glühung eine ähnliche Entwicklung wie Würfelkeime. Die Anzahl ihrer Keime stieg erst nach 15 s Glühzeit wesentlich an und erreichte nach 30 s Glühdauer ihre höchste Keimdichte mit $7.2 \cdot 10^{-4}$ Keime/ μm^2 . Die Anzahl der Keime mit S/R-Orientierung nahm während der ersten 20 s Glühung zu. Ihre Keimdichte betrug nach 20 s Glühzeit $5.6 \cdot 10^{-4}$ Keime/ μm^2 . Danach wurde keine weitere Zunahme ihrer Keimdichte bis zum Ende des Glühens nach 60 s Glühdauer festgestellt. Die allgemeine Keimdichte nahm nach 30 s Glühdauer bei 300°C nicht mehr zu. Daraus konnte geschlossen werden, dass die meisten Rekristallisationskeime bereits im Gefüge vorhanden waren oder ihr Wachstum aufgrund der günstigen Nachbarschaftsbeziehungen bevorzugt war. Dieses Ergebnis stimmte in etwa mit dem Volumenanteil des rekristallisierten Materials überein, der erst nach 30 s Glühzeit stieg und bereits nach 60 s ca. 23% betrug. Der rekristallisierte Volumenanteil entsprechend einer JMAK Kinetik wurde aus Mikrohärtemessungen berechnet und vorab in Bezug auf enthaltene Erholungseffekte korrigiert. Aus den vorliegenden Messergebnissen war ersichtlich, dass die Rekristallisation im Material bei 300°C schon nach 15 s anfang. Es sei hier angemerkt, dass eine weitere Zunahme der Keimdichte während des weiteren Glühens nicht ausgeschlossen werden kann. Dies wurde in Kapitel 5 anhand entsprechender Messergebnisse aus „quasi in-situ“ EBSD Untersuchungen gezeigt. Hierbei wurde bspw. beobachtet, dass die Anzahl der neuen Rekristallisationskeime nach 3 Minuten Glühdauer wiederum anstieg. Das Ziel der Inkubationszeituntersuchung war es jedoch, den Zeitpunkt festzulegen, zu dem die ersten Keime unterschiedlicher Orientierungen im Gefüge entstanden. In diesem Zusammenhang wurde eine weitere Zunahme der Keimdichte im Laufe einer fortgeführten Glühbehandlung in diesem Fall nicht berücksichtigt.

Neben der absoluten Keimdichte der einzelnen Orientierungen spielte auch die Keimgröße eine bedeutende Rolle. Eine Zunahme der Keimgröße wurde erst ab einer Glühzeit von 15 s beobachtet, was hauptsächlich am schnellen Wachstum von Würfel- und regellosen Texturkomponenten lag (Abb. 7.7). Die relative Oberfläche der Würfelkeime stieg von $3.1 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^2$ nach 15 s Glühung auf $1.1 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^2$ nach 60 s Glühdauer. S/R-orientierte Körner zeigten zu Beginn der Glühung eine vergleichsweise langsame Wachstumsrate. Ihre relative Keimoberfläche stieg von $1.86 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^2$ nach 10 s Glühdauer auf $3.78 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^2$ nach 20 s Glühdauer. Eine weitere Zunahme der Glühdauer führte zu keinem signifikanten Wachstum der S/R-orientierten Keime. Nach 60 s Glühdauer betrug ihre Oberfläche $4.19 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^2$.

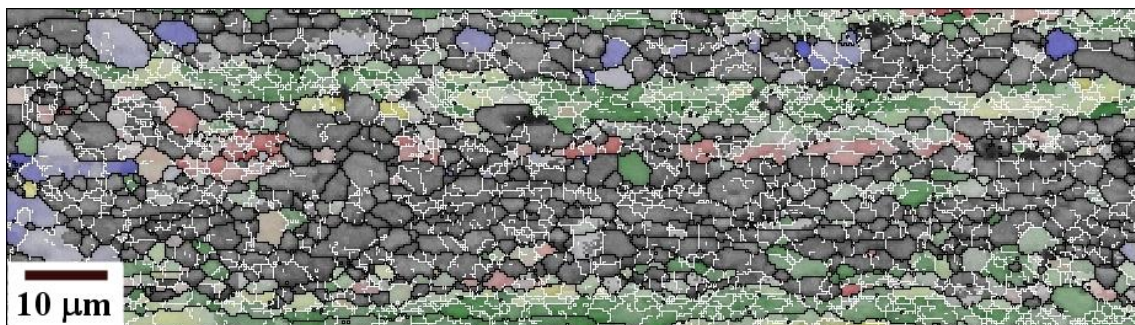
Die mittels Orientierungsmikroskopie durchgeführte Gefügeuntersuchung zeigte eine deutliche Veränderung der Mikrostruktur während der Kurzzeitglühungen bei 300°C (Abb. 7.8). Zunächst wurde bei beginnender Glühung ein erheblicher Anteil (70%) von regellos orientierten Keimen in der Mikrostruktur beobachtet. Diese Keime bildeten sich sehr schnell, meistens in den Verformungszonen um große Primärphasen durch Keimbildung an Teilchen (PSN). Hierbei konnte man von einer regellosen Keimtextur ausgehen (Abb. 7.8b). Innerhalb der verformten Würfelkörner wurde im Laufe des Glühens eine Subkornstrukturentwicklung beobachtet (Abb. 7.8b). Nach 10 s Glühzeit waren die Subkörner meistens noch merklich langgestreckt (Abb. 7.8a). Bei fortgesetzter Glühung formten sich globulare Subkörner innerhalb der Würfelbänder (Abb. 7.8b), die als potentielle Rekristallisationskeime betrachtet werden konnten. Nach einer Inkubationszeit von 15 s wurden im Gefüge die ersten Würfelkeime beobachtet, die vollständig mit Großwinkelkorngrenzen umgeben waren und daher wachstumsfähig waren (Abb. 7.8b). Im Laufe des weiteren Glühens zehrten sie das umgebende verformte Gefüge auf. Im Vergleich hierzu wiesen S/R- und Kupfer-Lagen nach 60 s Glühdauer große langgestreckte Körner mit einer Vielzahl an Subkorngrenzen auf. Nur einzelne S/R- und Kupfer-orientierte Rekristallisationskeime wurden zu Beginn des Glühens in der Mikrostruktur beobachtet.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 7.8: EBSD Aufnahmen der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach 10s (a), 20s (b) und 60s (c) isothermen Glühungen bei 300°C. Farbkodierung der individuellen Orientierungen ist in Tabelle 4.1 zu finden.

Insgesamt lässt sich zusammenfassen, dass die massive Keimbildung in kaltverformtem Material zu Beginn einer Glühung bei 300°C zunächst durch einen erheblichen Anteil regelloser PSN Keime bedingt war. Zum Zeitpunkt von 30 s, als die maximale Keimdichte während dieser Glühung bei 300°C beobachtet wurde, trugen die Würfelkeime zur allgemeinen Keimbildung nur zu 8% bei. Die Inkubationszeit für die ersten Würfelkeime betrug bei dieser Glühtemperatur 15 s. Dies war in guter Übereinstimmung mit

der Entwicklung der Volumenanteile verschiedener Texturkomponenten, die aus Makrotexturmessungen ermittelt wurden (Abb. 7.9). Der signifikante Abfall der Intensität der Verformungstexturkomponente nach einer Glühdauer von 15 s bei 300°C belegte deutlich den Beginn der Rekristallisation. Simultan mit dem Abbau der Verformungslagen stieg der Volumenanteil die Würfellage. Keime mit Verformungsorientierungen traten gemäß der Mikrostrukturanalyse erst viel später im Gefüge auf. Somit wurde die Orientierungsabhängigkeit der Inkubationszeit, bzw. die zeitliche Bevorzugung der Würfelkörner bei der Rekristallisationskeimbildung durch die vorliegende Untersuchung bestätigt.

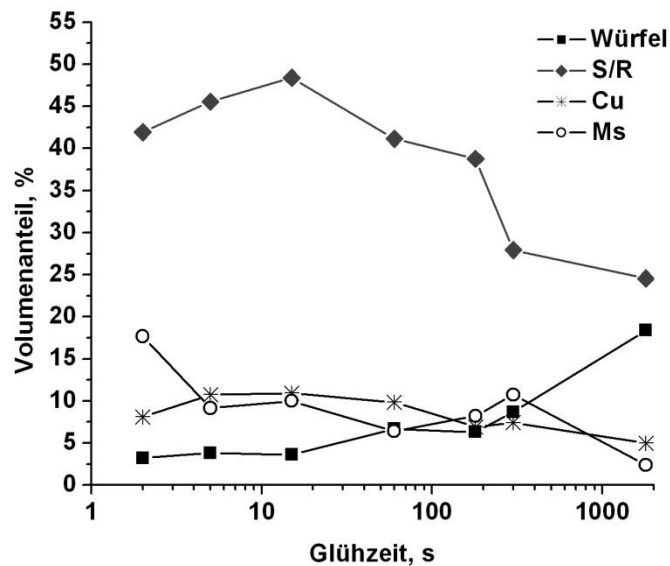


Abbildung 7.9: Entwicklung des Volumenanteils verschiedener Texturkomponenten in einer 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während isothermer Glühung bei 300°C.

Kapitel 8

Rekristallisationssimulation mit dem CORE Modell

8.1 Vorbemerkung

Die in diesem Kapitel dargestellten Gefüge- und Textursimulationen mittels des Rekristallisationsmodells CORE sollen Aufschluss geben über den Einfluss einer experimentell ermittelten Keimdichte auf die Würfeltexturentwicklung während der Rekristallisation. Das Arbeitsprinzip des Programms CORE und die wichtigsten Input- und Output-Parameter wurden in Kapitel 2 bereits beschrieben. Zur Generierung der Ausgangsmikrostruktur für das CORE Modells waren zunächst Rechnungen mit dem Verfestigungsmodell 3IVM+ und dem Texturmodell GIA erforderlich, wobei das Verfestigungsverhalten und die Verformungstextur des untersuchten Materials ermittelt wurden (s. Abb. 1-4 im Anhang). Das Keimspektrum und die absolute Anzahl der Keime wurden durch das Keimbildungsmodell ReNuc berechnet (s. Abb. 5 im Anhang). Im CORE Modell sind verschiedene Parameter der Keimbildungsgeschwindigkeit (Inkubationszeit) und des Kornwachstums für die Großwinkelkorngrenzen (s. Tabelle 2 im Anhang) bereits berücksichtigt [Schäfer 2010].

8.2 Einfluss der Keimdichte

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde eine akkurate quantitative Untersuchung der Keimdichte an Würfelbändern an Hand von umfangreichen EBSD Messungen in 2D Schnitten durchgeführt (s. Kapitel 6). Auf Basis dieser experimentellen Daten wurde die simulierte Würfelkeimdichte im ReNuc Keimbildungsmodell durch Änderung der Keimbildungseffizienz (s. Gl. 2.17) angepasst, um die Keimbildung der Würfelkörner gezielt zu fördern. Das Keimspektrum von allen drei betrachteten Keimbildungsmechanismen (ausführliche Beschreibung in Kapitel 2.5) wurde dafür ausführlich analysiert.

Die modellierte OVF und die gesamte Anzahl aller Keime unterschiedlicher Orientierungen sowie die Anzahl der Keime pro Korn sind in Abb. 8.1 und 8.2 dargestellt. Die Keimbildung an Scherbändern erzeugte, wie erwartet, hauptsächlich ein regelloses Orientierungsspektrum (Abb. 8.1a). Der Bruchteil an Würfelkeimen, die durch diesen Keimbildungsmechanismus entstanden, war sehr klein und betrug nur 2%. Außerdem bildeten sich Keime mit Würfelorientierung an Übergangsbändern (ÜB) und an Großwinkelkorngrenzen (GWKG) (Abb. 8.1b und 8.1c). Es war ersichtlich, dass die Würfellage eine vergleichsweise hohe Keimdichte sowohl an GWKG, als auch an ÜB aufwies. Jedoch war die gesamte Anzahl der Würfelkeime im verformten Gefüge relativ niedrig, was mit der geringen Anzahl an vorhandenen Keimbildungsstellen, d.h. Würfelkörnern im Startgefüge, in einem direkten Zusammenhang steht. Eine GIA-Simulation der Verformungstextur ergab einen wesentlich kleineren Anteil der Würfellage als die experimentelle Makrotextur (s. Abb. 4 im Anhang). Dies ist auf die geringe Stabilität der Würfellage bei der Kaltumformung zurückgeführt [Crumbach 2005], die durch die Orientierung der Körner in ihrer direkten Nachbarschaft bestimmt wird.

Durch die Keimbildung an Übergangsbändern wurden Keime mit idealer und gedrehter Würfellage erzeugt, während durch die Keimbildung an GWKG bevorzugt Keime mit idealer Würfellage entstanden. Zur Erhöhung des Anteils der Würfellage in der Rekristallisationstextur müssen die Keimbildungsmechanismen an GWKG und an ÜB gefördert werden. Da der Bruchteil der Keime mit idealer Würfelorientierung für die Keimbildung an ÜB 23% betrug und für die Keimbildung an GWKG nur 6%, wurde die

Keimbildung an ÜB im Vergleich zur Keimbildung an GWKG durch Erhöhung der Keimbildungseffizienz bevorzugt. Wie bereits in Kapitel 6 erwähnt, betrug die Keimhäufigkeit an Würfelbändern 1 Keim pro 10 μm Bandlänge in Walzrichtung und 1 Keim pro 7 μm Bandlänge in Querrichtung QR. Für ein modelliertes GIA Korn der Länge 1021 μm , d.h. in Walzrichtung (WR), und Breite 150 μm , d.h. in Querrichtung (QR) und 8.8 μm Dicke, d.h. in Richtung der Blechnormalen (BN) sollte die erwartete Keimzahl 246 Keime pro Korn (jeweils 102 Keime pro WR-BN Kornfläche und 21 Keime pro QR-BN Kornfläche) betragen. Dementsprechend wurde die Anzahl der Würfelkeime im ReNuc Modell durch Änderung der Effizienzkonstanten für jeden einzelnen Keimbildungsmechanismus angepasst. Eine Änderung der Keimbildungseffizienz konnte jedoch nur in einem beschränkten Rahmen vorgenommen werden, da ihre Erhöhung zu einer allgemeinen Zunahme der absoluten Keimzahl im Modell führte, was einen starken Einfluss auf die finale Rekristallisationskorngröße hat. Diese muss nach erfolgreicher Simulation in einer ähnlichen Größenordnung wie die experimentelle Korngröße liegen.

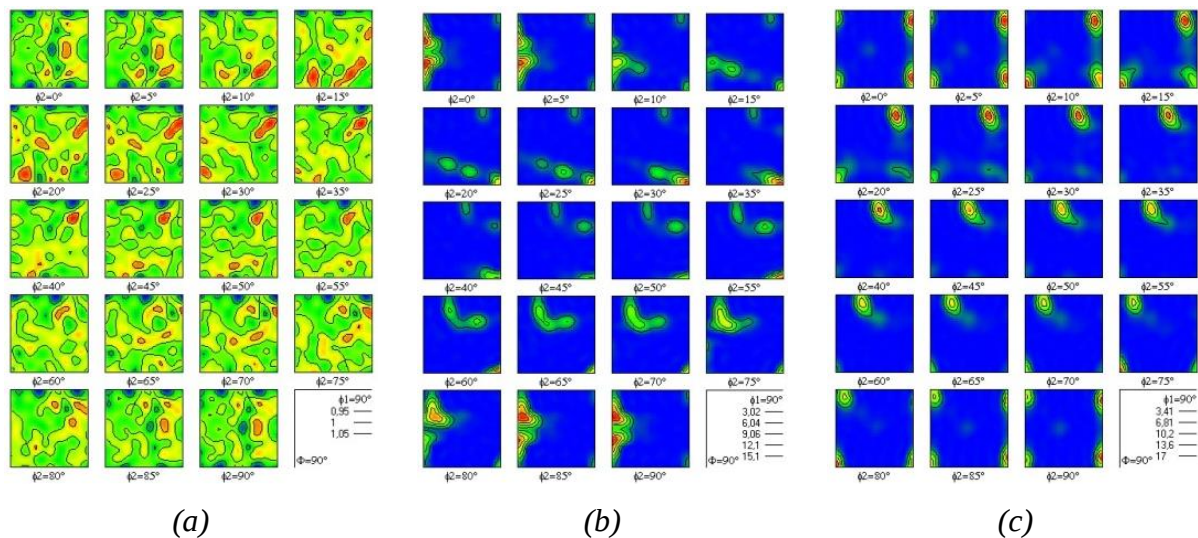


Abbildung 8.1: Mit ReNuc Modell simuliertes Keimspektrum der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L während des Rekristallisationsglühens bei 300°C: (a) Keimbildung an Scherbändern (SB); (b) Keimbildung an Großwinkelkorgrenzen (GWKG); (c) Keimbildung an Übergangsbändern (ÜB).

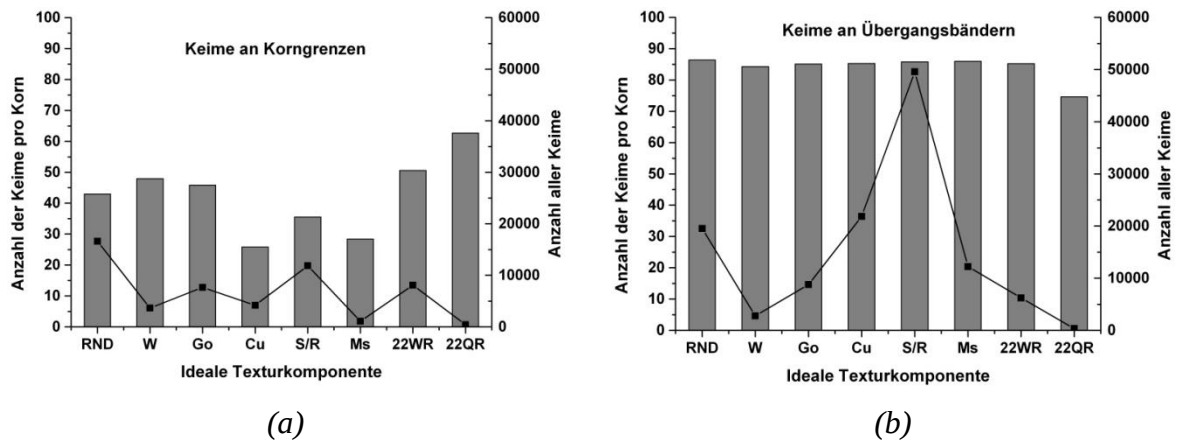


Abbildung 8.2: Mit dem ReNuc Modell simulierte Keimdichte (Balkendiagramm) und gesamte Anzahl der Keime unterschiedlicher Orientierungen (Liniendiagramm), die durch Keimbildung an GWKG und an ÜB berechnet wurden.

Abb. 8.3 zeigt den Einfluss der absoluten Keimzahl auf den Volumenbruchteil der wichtigen Komponenten der modellierten Rekristallisationstextur. Es ist ersichtlich, dass trotz angepasster Keimdichte (SIM2 Simulationsergebnisse) keine ausgeprägte Würfelftextur nach der Rekristallisation entstanden ist. Dies lässt sich vor allem durch die vergleichsweise hohe modellierte Keimdichte erklären. Bei der Keimbildung treten die Keime mit schnellbeweglichen Korngrenzen mit vielen Keimen anderer Orientierung in Konkurrenz und ihr Wachstum wird trotz kürzerer Inkubationszeit und Begünstigung durch Wachstumsauslese durch Berührung mit diesen Keimen stark begrenzt. Dadurch gibt es in der Umgebung der Keime kaum noch Zellen, die während des individuellen Wachstums ausreichende Wachstumsdistanzen erlauben, um eine Wachstumsauslese zu realisieren. Mit anderen Worten, eine Wachstumsauslese in den Körnern in der Nähe der GWKG kann nicht richtig stattfinden, und der Würfellagenanteil bleibt niedrig. Dieses Problem kann jedoch durch eine Erhöhung der Anzahl der Zellen im CA gelöst werden, was im Rahmen dieser Arbeit bestätigt wurde. Die Ergebnisse zeigten eine Zunahme des Würfellagenanteils von 15.7% bei einer Rechnung mit 17500 Zellen pro Korn auf bis zu 19.8% bei einer Rechnung mit 8.75 Mio Zellen pro Korn.

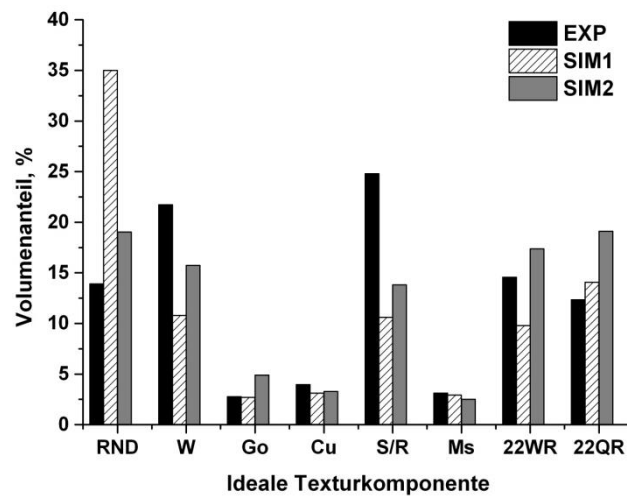


Abbildung 8.3: Mit CORE Modell simulierter und experimentell gemessener Volumenanteil der idealen Texturkomponenten in der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung nach 1 Stunde Rekristallisationsglühung bei 300°C; SIM1 und SIM2 (mit angepasster Keimzahl) Simulationsergebnisse reflektieren den Einfluss der Keimdichte auf die Entwicklung der Würfellage.

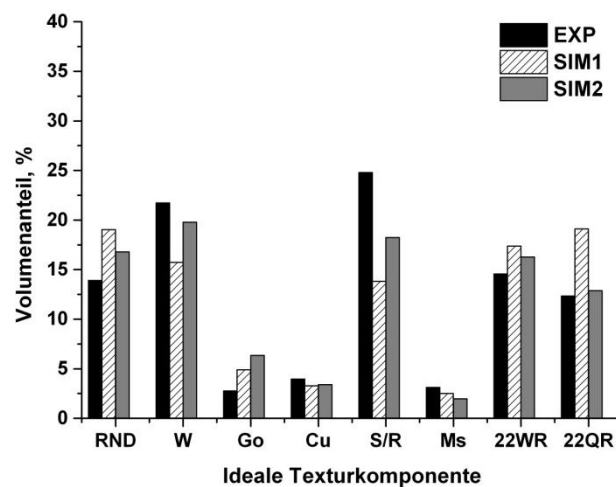


Abbildung 8.4: Mit CORE Modell simulierter und experimentell gemessener Volumenanteil der idealen Texturkomponenten in der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung nach 1 Stunde Rekristallisationsglühung bei 300°C; SIM1 (mit angepasster Keimzahl) und SIM2 (mit angepasster Keimzahl und höher Zellenzahl) Simulationsergebnisse reflektieren den Einfluss der räumlichen Auflösung auf die Entwicklung der Würfellage.

In Abb. 8.5 und 8.6 sind die Mikrostruktur und die entsprechende Korngrößenverteilung von Experiment und Simulation gegenüber gestellt. Nach einer Glühung von 1 Stunde bei 300°C war die Rekristallisation in der 70% kaltgewalzten Probe vollständig abgeschlossen. Die ursprüngliche Verformungsstruktur wurde folglich durch das Wachstum der Rekristallisationskeime vollständig aufgezehrt. Im Modell wurde eine homogene Mikrostrukturentwicklung festgestellt. Die simulierte Mikrostruktur war dem unter dem optischen Mikroskop beobachteten rekristallisierten Gefüge qualitativ sehr ähnlich (Abb. 8.5). Bezüglich der rekristallisierten Korngröße zeigte sich eine gute Übereinstimmung zwischen experimenteller und simulierter mittlerer Korngröße (Abb. 8.6), die jeweils 22 μm und 23.2 μm betrug.

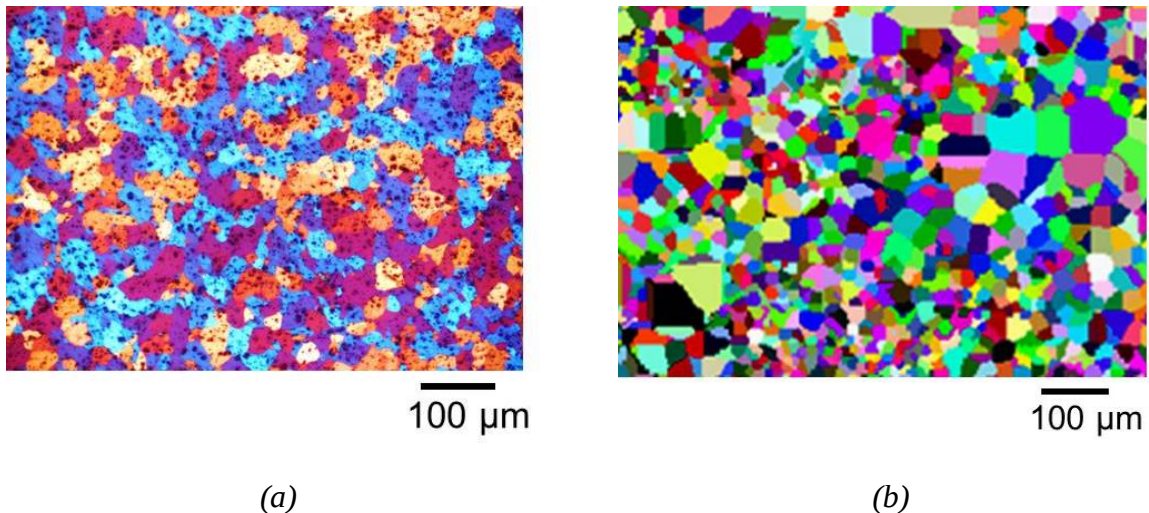


Abbildung 8.5: Unter dem optischen Mikroskop beobachtete (a) und mit dem CORE Modell simulierte (b) Mikrostruktur der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung nach 1 Stunde Glühen bei 300°C.

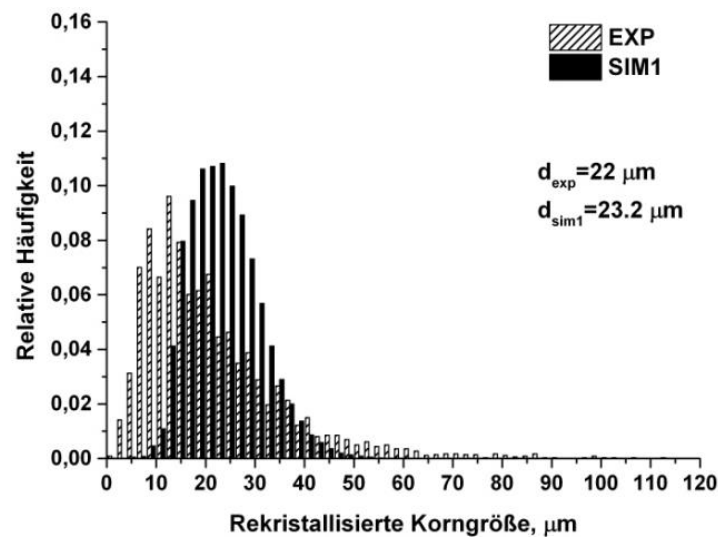


Abbildung 8.6: Die simulierte und experimentell gemessene Korngrößenverteilung in der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung nach 1 Stunde Glühen bei 300°C.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Erhöhung der Keimdichte für eine hinreichend genaue Vorhersage der Würfellagenanteil in der Rekristallisationstextur allein nicht ausreichte. Die starke lokale Konkurrenz mit Keimen anderer Orientierung begrenzte wesentlich die Wachstumsdistanzen für die Würfelkeime, und eine Wachstumsauslese konnte nicht richtig stattfinden. Dieses Problem wurde jedoch durch eine Erhöhung der Anzahl der Zellen im CA erfolgreich gelöst, so dass die experimentell gemessene Intensität der Würfelmörner auch im Modell erreicht wurde.

Kapitel 9

Zusammenfassende Diskussion

9.1 Problemstellung

Das unzureichende Verständnis der quantitativen Vorhersage der Würfellage in der Al Rekrystallisationstextur war Gegenstand einer experimentellen und theoretischen Studie. Ein spezielles Augenmerk wurde auf die Keimbildungsorte für die Würfelkörner im verformten Gefüge und ihre quantitative Auswertung gelegt. Ein weiterer Schwerpunkt lag in der realistischen Prognose der Anzahl von Würfelkeimen einer verformten Probe und ihrer zeitlichen Verfügbarkeit bei der Wärmebehandlung nach der Umformung bei Raumtemperatur. Basierend auf modernen in-situ EBSD Untersuchungen wurden die physikalische Prozesse der Würfelkeimbildung im Detail analysiert und für die Entwicklung der Würfellage bei der Rekrystallisationsmodellierung genutzt.

9.2 Keimbildungsorte für die Würfelkörner im verformten Gefüge

9.2.1 Keimbildung außerhalb von verformten Würfelbändern

Die Untersuchung der Würfelkeimbildung an Stellen außerhalb von verformten Würfelbändern (s. Kapitel 2.4.2) war im Rahmen dieser Arbeit von speziellem Interesse. Bei

der Rekristallisationsmodellierung wurden solche Keimbildungsstellen aufgrund mangelnder experimenteller Daten bisher noch nicht berücksichtigt. Es wurde erwartet, dass die Entstehung zusätzlicher würfelorientierter Keime die oft beobachtenden Abweichungen zwischen simulierter und experimentell gemessene Intensität der Würfeltextur nach der Rekristallisation erklären können. Aus diesem Grund war ihre Untersuchung unter Generierung ausreichender statistischer Daten unerlässlich und daher Gegenstand der vorliegenden Arbeit. Der neueste Stand der Messtechnik am IMM erlaubte anhand von in-situ REM EBSD Messungen eine direkte Beobachtung aller in verformten Gefüge vorhandenen Keimbildungsstellen während des Rekristallisationsglühens. Dieser fortgeschrittene Messansatz löste das von Duggan et al. [Duggan 1993] formulierte Problem der „verlorenen Beweise“ (s. Kapitel 3) und war daher im Vergleich zu bekannten „post mortem“ Untersuchungen der Würfelkeimbildung im Hinblick auf eine quantitative Auswertung der Keimbildungseffizienz von großer Bedeutung.

Gemäß der experimentellen [Kamijo 1992, 1993 I] und FEM Simulationsergebnisse [Beaudoin 1996] wurde die Entwicklung kleiner Würfelbereiche während des Walzens durch die umgebungsabhängige Kristallrotation während der Verformung in der Mikrostruktur kaltgewalzter Al-Einkristalle mit ursprünglicher S-Orientierung bereits nachgewiesen. In einem polykristallinen Material konnte der Ursprung der vorhandenen Keimbildungsstellen für die Würfelkörner allerdings nicht immer klar definiert werden. Sie konnten sowohl während der Verformung generiert worden sein, als auch bereits vor der Verformung im Gefüge existiert haben. In der Arbeit von Kamijo et al. [Kamijo 1993 I] wurde Entstehung der Würfellage während der Umformung nur anhand von Polfiguranalyse abgebildet bzw. in der Mikrostruktur optisch nicht direkt beobachtet. In FEM Simulationen von Beaudoin et al. [Beaudoin 1996] wurde gezeigt, dass kleine Regionen mit idealer Würfellage auch zwischen vier kristallographisch äquivalenten Varianten der S-Lage in direkter Nachbarschaft bei starker Umformung entstehen können. Allerdings war es unwahrscheinlich, solche Bereiche in einem verformten Polykristall anzustellen und eindeutig zu identifizieren. Deshalb gab es bisher in der Literatur keine klare Angabe, wie man solche während der Verformung entstandene Würfelbereiche im Gefüge nachweist. Es ist bekannt, dass ein sehr hoher Umformgrad (höher als 80%) nötig ist, um „eine kleine Menge“ von Würfeltextur zu erzeugen [Kamijo 1992, Kamijo 1993 I]. In polykristallinem Material kann jedoch die

Orientierungsänderung aufgrund des Einflusses von Nachbarkörnern vergrößert werden. Dadurch könnte die notwendige Rotation S-orientierter Kristallite in Richtung idealer Würfellage im Prinzip auch bei kleineren Walzgraden erreicht werden. Gemäß unserer Beobachtung anhand von umfangreichen und präzisen EBSD Messungen wurden solche kleine Würfelregionen in einer technischen Al-Fe-Si Legierung nach 70% Kaltwalzen mit globulitischer Form (keine große Streckung in Walzrichtung), einer kleinen Größe von ca. $2\text{ }\mu\text{m}$ und einem sehr kleinen Volumenbruchteil von 0.05% nachgewiesen. Ihre Lage in der Mikrostruktur zwischen Körnern anderer Orientierung mit einem großen Abstand zu verformten Würfelbändern wies deutlich darauf hin, dass sie nicht durch Würfelbänder entstanden waren, wie es das klassische Dillamore-Katoch Modell für Übergangsbänder mit einer symmetrischen Kristallrotation eines Würfelbandes [Dillamore 1974] vorhersagt. Vielmehr wurde ihr Ursprung der Rotation aufgrund starker Orientierungsgradienten während des Kaltwalzens zugeschrieben, wie von Kamijo bereits beschrieben [Kamijo 1992, Kamijo 1993 I]. Aufgrund von bereits vorhandenen umgebenden Großwinkelkorngrenzen, starken Orientierungsunterschieden zu Körnern in direkter Nachbarschaft und keinen Orientierungsgradienten innerhalb dieser Würfelbereiche konnten sie sich beim Glühen besonders schnell zu Rekristallisationskeimen ausbilden. Jedoch konstituierten sie keinen Größenvorteil gegenüber Keimen an Würfelbändern, was in den meisten Fällen zu einer vergleichsweise langen Inkubationszeit zum Erreichen der kritischen Keimgröße führte. Falls zudem das Wachstum eines Keimes durch ungünstige Nachbarschaftsbeziehungen (z.B. mit Kupfer-Orientierung) beschränkt war, zeigte der Keim keine Entwicklung während des weiteren Glühens. Deshalb erzeugte nur ein Drittel aller untersuchten kleinen Würfelbereichen rekristallisierte Körner, was in Zusammenhang mit ihrem sehr geringen Anteil im verformten Gefüge einen unerheblichen Einfluss auf die Intensität der Würfellage hatte. Daher kann als wichtiges Ergebnis der vorliegenden Arbeit festgestellt werden, dass der Unterschied zwischen simulierten und experimentell gemessenen Anteilen der Würfellage in der Rekristallisationstextur nicht zusätzlichen Keimbildungsorten zugeschrieben ist und die verformten Würfelbänder als einzige maßgebliche Keimbildungsstellen für die Würfelkörner bei der Rekristallisation betrachtet werden können. Das Problem der ungenügend genannten Vorhersage der Würfellage wurde im Weiteren im Hinblick auf eine akkurate quantitative Untersuchung der Keimdichte an Würfelbändern untersucht.

9.2.2 Keimbildung an Würfelbändern

Im Rahmen der Untersuchung der Keimbildung an Würfelbändern wurde die Entwicklung eines Keimbildungsmodells mit einer realistischen Prognose der Würfelkeimdichte realisiert, die als Input-Daten in die Rekristallisationssimulation direkt eingeht. Das Ziel war dabei, die simulierte absolute Anzahl der Würfelkeime in der Keimbildungsroutine ReNuc [Crumbach 2005] zu validieren und mögliche Abweichungen zu experimentellen Daten zu bestimmen, um so die Ursachen der ungenauen Vorhersage der Würfeltextur festzustellen. Zur Modellbildung wurden zunächst die geometrischen Parameter der Würfelbänder im verformten Gefüge und die Anzahl der Keime pro Band nach unterschiedlichen Glühzeiten mittels in-situ REM EBSD Messungen registriert. Es wurde festgestellt, dass die Keimhäufigkeit an jedem einzelnen Würfelband direkt von seiner Größe abhing (s. Abb. 6.13 in Kapitel 6.3). Daraus folgte, dass die mittlere Keimdichte auf einer definierten Probenoberfläche aus der Anzahl der Würfelbänder und ihrer mittleren Größe sowie dem theoretisch berechnetem kritischen Keimradius ermittelt werden konnte. Gemäß diesem Modellansatz war für die Keimhäufigkeitsprognose nur eine Analyse des verformten Gefüges erforderlich, was die Anzahl von kostenintensiven experimentellen Untersuchungen an geglühten Proben wesentlich reduzierte. Ein ähnliches geometrisches Modell wurde bereits in der Arbeit von Samajdar et al. und Duggan et al. für warmverformtes Aluminium [Duggan 1994, Samajdar 1998, Doherty 1998] dargestellt, wobei ein vergleichbarer Keimbildungsparameter (Anzahl der Keime pro verformten Würfelkorn) für alle Würfelbänder festgelegt wurde. Diese Voraussetzung konnte jedoch in einem kaltgewalzten Material aufgrund starker Verformungsinhomogenität nicht angenommen werden. Die Stabilität der Würfelkörner während der Umformung und dementsprechend ihre Größe und Keimbildungsfähigkeit waren durch die Blechdicke aufgrund zusätzlicher Scherverformung in oberflächennahen Bereichen sehr unterschiedlich [Lee 1994]. Daher wurde in dem vorliegenden Modell die Keimanzahl abhängig von der Würfelbandgröße betrachtet, was die Vorhersage des Würfellageanteils in der Rekristallisationstextur wesentlich verbesserte (s. Kapitel 6.4). Die Verlässlichkeit des geometrischen Keimbildungsmodells wurde durch gute Übereinstimmung zwischen modellierter und experimentell gemessener Keimdichte bestätigt. Die berechnete Keimdichte wurde für eine nachfolgende Validierung der

Keimbildungsroutine ReNuc verwendet, um den Einfluss der absoluten Keimanzahl auf die Würfeltexturentwicklung im Rekristallisationsmodell CORe zu analysieren.

Mittels des geometrischen Modells wurde im Prinzip auch eine Prognose des rekristallisierten Würfellageanteils möglich. Allerdings wurden hier 10% Abweichung von experimentell gemessenen Daten und daher eher ungenaue Ergebnisse gefunden. Die inhomogenen Wachstumsbedingungen für die Würfelkeime hatten dabei einen deutlichen Einfluss auf die Texturentwicklung. Die im Modell getroffene Annahme, dass alle Würfelkeime gleich schnell in die verformte Matrix wachsen und während des Glühens Rekristallisationskörner werden, setzte eine maximale Keimanzahl sowie eine maximale Wachstumsrate für die Würfelkeime voraus. Die lokale Konkurrenz mit Keimen anderer Orientierung, die gleichzeitig eine schnelle Wachstumsrate aufgrund einer optimalen Orientierungsbeziehung (z. B. S/R-orientierte Keime) oder die Entstehung in einer Verformungszone mit hoher Versetzungsdichte und großen Desorientierungsgradienten (PSN Keime) aufwiesen, wurde dabei nicht berücksichtigt. Es wurde jedoch experimentell beobachtet, dass eine solche Konkurrenz in manchen Fällen zu einer niedrigen Effizienz der Keimbildung an Würfelbändern und dementsprechend zum Abbau der Würfellage in der Rekristallisationstextur führt (s. Abb. 6.20). Daher würde für eine genauere Vorhersage der Würfeltextur eine ausführliche Analyse der lokalen Umgebung von jedem einzelnen Würfelkeim benötigt. Dies war jedoch im Rahmen des vorliegenden einfachen geometrischen Modells, das vor allem der Vorhersage der Würfelkeimdichte diente, nicht möglich und auch nicht Ziel der Studie. Dafür wurden komplexe, physikalische Wachstumsmodelle wie StaRT [Sebald 2002 I und II] und CORe [Reher 1998, Marx 1995 I und II, 1996, 1999, Mukho 2007, Schäfer 2010] mit direkter Kopplung zu Verfestigungs-, Ausscheidungs- und Texturmodellen am IMM bereits entwickelt.

9.3 Zeitliche Verfügbarkeit der Würfelkeime nach dem Kaltwalzen

Neben der Keimdichte spielte auch zeitliche Verfügbarkeit der Würfelkeime eine besondere Rolle für ihre weitere Entwicklung während des Rekristallisationsglühens. Ausgeprägte Erholung der Würfellage während der Warmumformung, die durch ihre gut entwickelte Substruktur zur frühzeitigen Entstehung wachstumsfähiger Keime führt, wurde in der

Literatur bereits berichtet [Dillamore 1974, Vatne 1996 I, Samajdar 1994]. In hochreinem Aluminium wurde solches Erholungsverhalten sogar bereits während des Kaltwalzens beobachtet [Hirsch 1986]. In der vorliegenden Arbeit wurde eine Untersuchung des kaltgewalzten Gefüges einer technischen Al-Fe-Si Legierung durchgeführt. Der Erholungsvorgang wird hier durch Wirkung von Legierungsatomen verhindert und führte folglich zu keiner Bevorzugung der Würfelnkörner direkt nach der Umformung bei Raumtemperatur. Dies wurde durch die Untersuchung der verformten Mikrostruktur mittels präziser EBSD Messungen bestätigt (s. Kapitel 7). Es wurde kein signifikanter Unterschied der mittleren Subkorngröße zwischen Würfelnkörnern und Körnern anderer Orientierung festgestellt. Das heißt, die Keimbildung an Würfelnbändern im kaltgewalzten Material wurde nicht durch eine besser entwickelte Substruktur bzw. größere Subkörner begünstigt und benötigte dementsprechend eine längere Inkubationszeit. Diese Zeit ist für Körner unterschiedlicher Orientierung durch ihre während der Umformung gespeicherte Energie, d.h. verformte Versetzungsdichte und –Anordnung, bestimmt. Gemäß einer quantitativen Auswertung der experimentellen Messungen war die Inkubationszeit für würfelorientierte Körner deutlich kürze als für Körner anderer Orientierungen, was eine schnellere Erholungsrate der Würfellage während des Glühens bewies. Allerdings war die Keimbildung zu Beginn des Glühens neben der Würfelkeimbildung zum größten Teil durch regellos orientierte Keime (61%) geprägt, die oft in der Verformungszone um große Partikel (PSN) entstanden (s. Kapitel 6.2). Entsprechend wurde die Würfelkeimbildung zunächst durch lokale Konkurrenz mit schnell entstehenden regellosen PSN Keimen begrenzt (s. Abb. 6.15). Im Laufe des weiteren Glühens sollte das Wachstum von PSN Keimen deutlich verlangsamt werden, sobald alle verformten Körner in ihrer direkten Umgebung aufgezehrt waren. Jedoch entstand zu dieser Zeit für die Würfelnkörner eine neue Wachstumskonkurrenz in Form von S/R-orientierten Keimen zu dieser Zeit, die nach drei Minuten Glühzeit ebenfalls eine hohe Wachstumsrate aufwiesen (s. Abb. 6.15 und 6.16). Diese Konkurrenz schien der Grund zu sein, warum die sowohl bei der Keimbildung als auch beim Wachstum bevorzugte Würfellage keine Dominanz in der finalen Rekristallisationstextur (Volumenbruchteil in der Makrotextur 22%) zeigte. Somit konnte der Anteil der Würfellage neben den verschiedenen Parametern wie Walzgrad, Walztemperatur, Ausgangstextur und Legierungszusammensetzung auch durch den Ausscheidungszustand (Partikelgröße und Partikelanteil) der Legierung in größerer Maße variiert werden.

Die Berücksichtigung der Inkubationszeit in der Rekristallisationsmodellierung ist aufgrund ihres erheblichen Einflusses auf die finale Textur und rekristallisierte Korngröße von großer Bedeutung. Während des isothermen Glühens bei einer vergleichsweise niedrigen Temperatur (z.B. bei 270°C) oder besonderes während des nicht-isothermen Glühens, das zu einem höheren Anteil an Erholung im Material führt, ist die Betrachtung der unterschiedlichen Keimbildungsraten für Körner verschiedener Orientierung für eine Texturprognose absolut notwendig. In der Arbeit von Schäfer [Schäfer 2010] wurde das Rekristallisationsmodell CORE mit einer orientierungsabhängigen Inkubationszeit bereits erweitert. Bei hohen Heizraten (Glühen im Sandbad) und ausreichend hoher Rekristallisationstemperatur (300°C) fand massive Keimbildung (ca. 70% aller Keime) im Material bereits innerhalb sehr kurzer Zeit (15 s) statt. Dies wurde außer durch EBSD Messungen auch durch Makrotexturmessungen bestätigt, die nach 15 s Glühzeit einen signifikanten Abfall der Intensität der Verformungstexturkomponente und simultan eine Zunahme des Volumenbruchteils der Würfellage zeigten (s. Abb. 7.9). Dadurch wurde der massive Rekristallisationsvorgang im Material deutlich. Aufgrund der vergleichsweise kurzen Inkubationszeit wurde die Keimbildung in der nachfolgenden CORE Simulation bei 300°C als „site-saturated“ betrachtet, d.h. alle Keime stehen zu Anfang zur Verfügung, was die Rechenzeit wesentlich verkürzte.

9.4 Quantitative Auswertung der Würfelkeimbildung im CORE Modell

Die bei der experimentellen Untersuchung der Würfelkeimbildung gewonnenen Erkenntnisse wurden im Folgenden zur Validierung des Rekristallisationsmodells CORE verwendet, um die quantitative Vorhersage der Würfelintensität zu verbessern. Der Einfluss von Keimdichte und Keimwachstumsrate sowie der Anzahl an Keimbildungsstellen im verformten Gefüge auf die Würfeltexturentwicklung wurde in einer einfachen Fallstudie für isothermes Glühen bei 300°C getestet.

Zunächst wurde die Anzahl der Würfelkeime pro Korn in der Keimbildungsroutine ReNuc über die Simulationsparameter gesteuert und gemäß den experimentell ermittelten Daten angepasst. Eine Steigerung der Keimdichte an Würfelkörnern war hier nur durch Erhöhung der Effizienzkonstanten der Keimbildungsmechanismen an

Großwinkelkorngrenzen und an Übergangsbändern möglich, die gleichzeitig zu einer Zunahme der Anzahl der Keime anderer Orientierungen führte. Obwohl die Würfelkeime dabei durch inhomogene Wachstumsbedingungen (Wachstumsauslese), d.h. durch eine höhere Mobilität ihrer Korngrenzen mit einer speziellen Orientierungsbeziehung von $40^\circ \langle 111 \rangle$, sowie durch kürzere Inkubationszeit bevorzugt wurden, traten sie mit vielen Keimen anderer Orientierung in Konkurrenz. Durch die vorliegenden experimentellen Mikrostrukturuntersuchungen ist bestätigt, dass zu Beginn des Rekristallisationsglühens neben Würfelkeime auch viele regellos orientierte Keime (z.B. PSN-Keime) entstanden wurden (s. Abb. 6.15). In diesem Fall war trotz einer ausreichenden Anzahl von Würfelkeimen deren Wachstumsmöglichkeit durch die Gegenwart anderer Keime lokal begrenzt, was den Volumenbruchteil der Würfelkörner in der Rekristallisationstextur beschränkte. Im CA (cellular automata) gab es hierdurch in der Umgebung der Keime keine ausreichende Distanz zum individuellen Wachstum mehr übrig, um eine Wachstumsauslese zu realisieren. Dieses Problem wurde jedoch in der vorliegenden Arbeit durch eine Erhöhung der Zellengröße im Modell erfolgreich gelöst. Die so modellierte Mikrostruktur und mittlere rekristallisierte Korngröße befanden sich mit experimentellen Ergebnissen in guter Übereinstimmung.

Schlussendlich kann festgestellt werden, dass eine Berücksichtigung des Einflusses der Keimbildung durch eine absolute Keimanzahl auf die Entwicklung der Würfellage allein nicht ausreicht. Eine entscheidende Rolle spielten dabei auch die Wachstumsbedingungen für die Keime bzw. die lokale Wachstumskonkurrenz mit schnell entstehenden Keimen anderer Orientierung. Dieses Problem konnte jedoch durch eine höhere räumliche Auflösung umgangen werden. Dabei wurde eine realistische Prognose der Würfeltextur erzielt und gleichzeitig kein erheblicher Einfluss auf die finale Mikrostruktur in Hinblick auf die mittlere rekristallisierte Korngröße beobachtet.

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit fokussierte sich speziell auf die Entstehung der Würfellage während der Rekristallisation in einer kommerziellen Al-Fe-Si Legierung bei verschiedenen Prozessbedingungen. Das Ziel dabei war es, die physikalischen Prozesse der Keimbildung und des Keimwachstums der Würfelkörner zu identifizieren und letztlich in einem Keimbildungsmodell abzubilden. Auf der Basis der im Rahmen dieser Arbeit gesammelten experimentellen Ergebnisse (quantitative Auswertung der Keimbildungsstellen, Keimdichte und Keimwachstumsrate, Entwicklung der Substruktur innerhalb Körner unterschiedlicher Orientierungen und Orientierungsabhängigkeit der Inkubationszeit) wurde das Rekristallisationsmodell CORE (Cellular Operator for Recrystallization) modifiziert, was zu belastbareren Prognosen der Rekristallisationstextur, speziell der Würfellage führte.

Zur Entwicklung eines verlässlichen Keimbildungsmodells wurden alle im verformten Gefüge vorhandenen Keimbildungsstellen anhand von in-situ REM EBSD Messungen analysiert. Dieser fortgeschrittene Messansatz war im Vergleich zu bekannten „post mortem“ Untersuchungen der Würfelkeimbildung im Hinblick auf eine quantitative Auswertung der Keimbildungseffizienz von großer Bedeutung. Zwei unterschiedliche Typen von Keimbildungsstellen für die Würfelkörner wurden beobachtet: während der Kaltverformung aufgespaltete ehemalige Würfelkörner unterschiedlicher Dicke, die zwischen Körnern anderer Orientierungen parallel zur Walzrichtung lagen (Würfelbänder), und kleine Würfelbereiche,

Zusammenfassung

die sich außerhalb von großen verformten Würfelbändern befanden und durch Kristallrotation während des Kaltwalzens in der Mikrostruktur entstanden. Aufgrund ihrer vergleichsweise globulitischen Form und bereits vorhandenen umgebenden Großwinkelkorngrenzen konnten diese kleinen Würfelregionen schon zum Beginn des Glühens als Rekristallisationskeime beobachtet werden. Ihr Anteil in der verformten Mikrostruktur nach 70% Kaltwalzen war jedoch sehr gering und betrug im Durchschnitt nur 0.05%. Gegenüber Keimen an großen Würfelbändern wiesen sie keinen Größenvorteil auf, was zu einer vergleichsweise langen Inkubationszeit zum Erreichen der kritischen Keimgröße führte. Außerdem war ihr Wachstum in den meisten Fällen durch ungünstige Nachbarschaftsbeziehungen (z.B. mit Kupfer-Orientierung) stark eingeschränkt. Gemäß der gesammelten statistischen Daten erzeugten nur 30% der ohnehin seltenen Bereiche würfelorientierte Rekristallisationskörner während des Glühens, was einen völlig vernachlässigbaren Einfluss auf die Intensität der rekristallisierten Würfellage hatte. Somit kann festgestellt werden, dass die verformten Würfelbänder als einzige maßgebliche Keimbildungsstellen für die Würfelkörner im verformten Gefüge agieren.

Für eine quantitative Beschreibung der Würfelbänder wurden die entsprechenden geometrischen Parameter (Bandlänge in Walz- und Querrichtung, Würfelbanddicke in der Richtung der Blechnormale) und die Verteilung der Würfelkörner in der Mikrostruktur (Würfelbandabstand in Normalenrichtung), sowie ihre Keimdichte und Keimbildungskinetik mittels EBSD Messtechnik ausführlich analysiert. Die Messungen in zwei Probenebenen (NR/WR-Querebene und NR/QR-Walzebene) ermöglichten die statistische Erfassung eines quasi-3D Volumens der Würfelbänder. Die Anzahl der Keime pro Bandlänge betrug an jedem Würfelband in Walzrichtung 1 Keim pro 10 μm Würfelbandlänge. Diese experimentell ermittelte Keimdichte an Würfelbändern wurde im Rahmen eines geometrischen Keimbildungsmodells überprüft, wozu die experimentell gewonnenen Parameter der Würfelbänder im Zusammenhang mit theoretischen Berechnungen des kritischen Keimradius und des Derby und Ashby Kriteriums für die Keimbildungshäufigkeit genutzt wurden. Mit diesem Modell wurde eine geeignete Vorhersage des Anteils der Würfellage in der Makrotextur und der Korngröße im rekristallisierten Zustand realisiert.

Anhand einer quantitativen Untersuchung der Subkornstrukturentwicklung in 70% kaltgewalzten Proben wurde gezeigt, dass im Gegensatz zum warmverformten Al die Keimbildung an Würfelbändern nicht schon im verformten Zustand durch eine gut entwickelte Substruktur begünstigt wurde. Es wurde kein signifikanter Unterschied in der Subkorngröße innerhalb Körner unterschiedlicher Orientierungen nach sehr kurzer Glühdauer (2 s bei 280°C und 5 s bei 320°C) festgestellt. Die zeitliche Bevorzugung der Würfelkörner bei der Rekristallisationskeimbildung nach der Kaltverformung wurde erst während der Rekristallisationsglühung möglich, was durch Untersuchungen der Inkubationszeit eindeutig bestätigt wurde. Gemäß einer quantitativen Auswertung der experimentellen Messungen war die Inkubationszeit für würfelorientierte Körner deutlich kürzer als für Körner anderer Orientierungen, was eine schnellere Erholungsrate der Würfellage während des Glühens bewies. Allerdings war die Würfelkeimbildung durch lokale Konkurrenz mit schnell entstehenden regellosen PSN (Particle-Stimulated Nucleation) Keimen und durch Wachstumskonkurrenz mit S/R-orientierten Keimen begrenzt. Aufgrund dieser Konkurrenz zeigte die sowohl bei der Keimbildung als auch beim Wachstum bevorzugte Würfellage keine Dominanz in der finalen Rekristallisationstextur.

Die Keimbildungsroutine ReNuc im Rekristallisationsmodell CORE wurde auf der Basis der experimentell ermittelten Ergebnisse validiert. Der Einfluss der Keimdichte auf die Würfeltexturentwicklung während der Rekristallisation wurde dabei untersucht. Die Anzahl der Würfelkeime pro Korn wurde im Modell entsprechend der experimentell ermittelten Keimhäufigkeit an Würfelbändern über die Simulationsparameter gesteuert. Bei der Simulation des Keimwachstums wurden inhomogene Wachstumsbedingungen berücksichtigt. Durch eine höhere Mobilität der Korngrenzen mit einer speziellen Orientierungsbeziehung von $40^\circ \langle 111 \rangle$ wurden Würfelkeime bei ihrem Wachstum bevorzugt. Die Simulationsergebnisse zeigten deutlich, dass eine Berücksichtigung des Einflusses der Keimbildung auf die Entwicklung der Würfellage allein auf der Basis der absoluten Keimanzahl nicht ausreicht. Eine entscheidende Rolle spielten dabei auch die Wachstumsbedingungen für die Keime bzw. die lokale Wachstumskonkurrenz mit schnell entstehenden Keimen anderer Orientierung. Im CA (cellular automata) gab es hierdurch trotz einer ausreichenden Anzahl von Würfelkeimen in ihrer Umgebung keine ausreichende Distanz zum individuellen Wachstum mehr übrig, um eine Wachstumsauslese zu realisieren.

Zusammenfassung

Dieses Problem konnte jedoch durch eine Erhöhung der räumlichen Auflösung des Modells gelöst werden. Dabei wurde eine realistische Prognose der Würfeltextur erzielt und gleichzeitig kein erheblicher Einfluss auf die finale Mikrostruktur in Hinblick auf die mittlere rekristallisierte Korngröße beobachtet.

Summary

The present work focused particularly on the development of the cube texture during recrystallization in a commercial Al-Fe-Si alloy at different process conditions. The aim of this study was to identify the physical processes of nucleation and growth of the cube grains, in order to utilize them in a nucleation model. Based on the experimental results collected during this investigation (quantitative evaluation of nucleation sites, nuclei density and nuclei growth, evolution of the substructure within grains of different orientations, and orientation dependence of the incubation time) the recrystallization model CORE (Cellular Operator for Recrystallization) was modified to improve the reliability of predictions of the recrystallization texture, especially the cube orientation.

To develop a reliable nucleation model all nucleation sites for cube-oriented grains in the deformed microstructure were analyzed by in-situ SEM EBSD measurements. This advanced measurement approach was instrumental for a quantitative evaluation of the nucleation efficiency in comparison to known "post mortem" investigations of cube nucleation. Two different types of nucleation sites for the cube grains were observed: cube bands of various thicknesses, i.e. former large cube grains split during cold plane strain deformation, elongated in rolling direction and situated between grains of other orientations; and small cubes areas located outside of large deformed cube bands and formed in the

Summary

microstructure by crystal rotation during cold rolling. These small cube regions were observed acting as recrystallization nuclei already at the beginning of annealing due to their globular shape and high angle grain boundaries to the surrounding. However, their fraction in the deformed microstructure after 70% cold rolling was very low and amounted on average only to 0.05%. Compared to nuclei from large cubes bands they did not show a size advantage. That led to a relatively long incubation time for achieving the critical nucleus size. Moreover, their growth was in most cases strongly restricted by an unfavorable neighborhood relationship (for instance, with copper-oriented grains). According to the collected statistical data only 30% of such small cube areas were observed to generate cube oriented recrystallized grains during annealing. This had a negligible effect on the intensity of the recrystallized cube texture. Thus, it can be concluded that the deformed cube bands can be considered as only relevant nucleation sites for the cube grains in the deformed microstructure.

For a quantitative description of the cube bands their geometric parameters (length of the cube bands in the rolling and transverse directions and cube band thickness in the normal direction) and spatial distribution in the microstructure as well as their nucleation density and nucleation kinetics were analyzed in detail by the EBSD technique. The measurements in two sections of a sample (ND/RD-transverse plane and ND/TD-rolling plane) made a statistical evaluation of a quasi 3D volume of the cube bands possible. The number of nuclei per unit length of a cube band was calculated and amounted to 1 nucleus per 10 μm of cube band length. This experimentally determined nucleation density on the cube bands was validated in a simple geometric nucleation model. This model was based on the experimentally obtained parameters of the cube bands combined with theoretical calculations of the critical nucleus size and the Derby and Ashby criterion for the nucleation frequency. The model delivered adequate predictions of the cube fraction in the recrystallized macrotexture and of the size of cube grains in the recrystallized microstructure.

Based on a quantitative analysis of the substructure evolution in 70% cold rolled samples it was shown that in contrast to warm deformed Al the nucleation at the cube bands was not promoted by an already in the deformed state well-developed substructure. No pronounced difference in subgrain size within grains of different orientations was found after

a very short annealing time (2 s at 280°C and 5 s at 320°C). This means that no preferential nucleation sites in form of large subgrains for cube oriented nuclei were present in the deformed microstructure and that cube nuclei actually did need an incubation time. According to the current measurements the incubation time for cube-oriented grains was significantly shorter than for grains of other orientations, which proved a faster recovery rate of cube grains during annealing. However, cube nucleation was limited by local competition with rapidly formed random PSN (Particle-Stimulated Nucleation) nuclei and by growth competition with S/R-oriented nuclei. For this reason the cube grains showed no predominance in the final recrystallization texture despite their preferred nucleation and growth.

The nucleation routine ReNuc in the recrystallization model CORE was validated on the basis of the experimentally obtained results. The influence of the nucleus density on the cube texture development during recrystallization was studied. The number of nuclei per deformed cube grain was controlled in the model by the simulation parameters according to the experimentally determined nucleation frequency for the cube bands. In the simulation the inhomogeneous growth conditions of the nuclei were taken into account. By means of a higher mobility of grain boundaries with a special orientation relationship of $40^\circ \langle 111 \rangle$ the cube nuclei were favored during their growth. The simulation results showed clearly that a consideration of the influence of nucleation on the development of the cube texture is insufficient if it is based only on the absolute number of nuclei. A key role played also the nuclei growth conditions, i.e. the local growth competition with rapidly formed nuclei of other orientations. A conventional cellular automata model of recrystallization lacks sufficient space between individual nuclei to realize a growth selection in spite of a sufficient number of cube nuclei. This problem could, however, be solved by increasing the spatial resolution of the model. In this case a realistic prediction of the cube texture was achieved and at the same time no significant influence on the final microstructure in terms of the average recrystallized grain size was observed.

Anhang

Verfestigungssimulationen mit dem 3IVM+ Modell

Die notwendigen Parameter zur Beschreibung des Verfestigungsverhaltens der untersuchten Legierung AA8079L wurden durch 3IVM+ Rechnungen bestimmt (s. Tabelle 1). Als Input-Parameter wurden Korngröße, Lösungsgehalt der Legierungselemente, Größe der Ausscheidungspartikeln und deren Volumenanteil im Verfestigungsmodell verwendet. Alle Parameter wurden experimentell an Warmbandproben gemessen. Als wichtige Output-Daten wurden die während der Verformung im Material anliegende Fließspannung und Versetzungsdichte gespeichert und für die weitere Simulation der Verformungstextur mit GIA verwendet.

Tabelle 1: Übersicht der aus dem 3IVM+ Verfestigungsmodell ermittelten Parameter.

<i>Parameter</i>	<i>Mit 3IVM+ Modell angepasster Wert</i>	<i>Definition</i>
volFracWall	5.359005e-02	Volumenanteil der Zellwände
Vcross	6.096125e+01	Aktivierungsvolumen für das Quergleiten [b ³]
Qcross	1.106147e+00	Aktivierungsenergie für das Quergleiten [eV]
Qclimb	1.408336e+00	Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion [eV]
rhoMobil0	1.101052e+09	Dichte der mobilen Versetzungen [m ⁻²]
rhoIntern0	3.521799e+08	Versetzungsdichte im Zellinneren [m ⁻²]
rhoWall0	1.985001e+12	Versetzungsdichte in der Zellwand [m ⁻²]
thermSolStrength	1.276734e+02	Verfestigungseffekt durch Fremdatomgehalt bei T=0K [MPa]
athermSolStrength	1.806518e+02	Verfestigungseffekt durch Fremdatomgehalt bei T→T _s [MPa]
particleStrength	2.150349e+02	Spannung aufgrund der Ausscheidungen [MPa]
numActivePlanes	4.000000e+00	Anzahl der aktivierten Gleitebenen

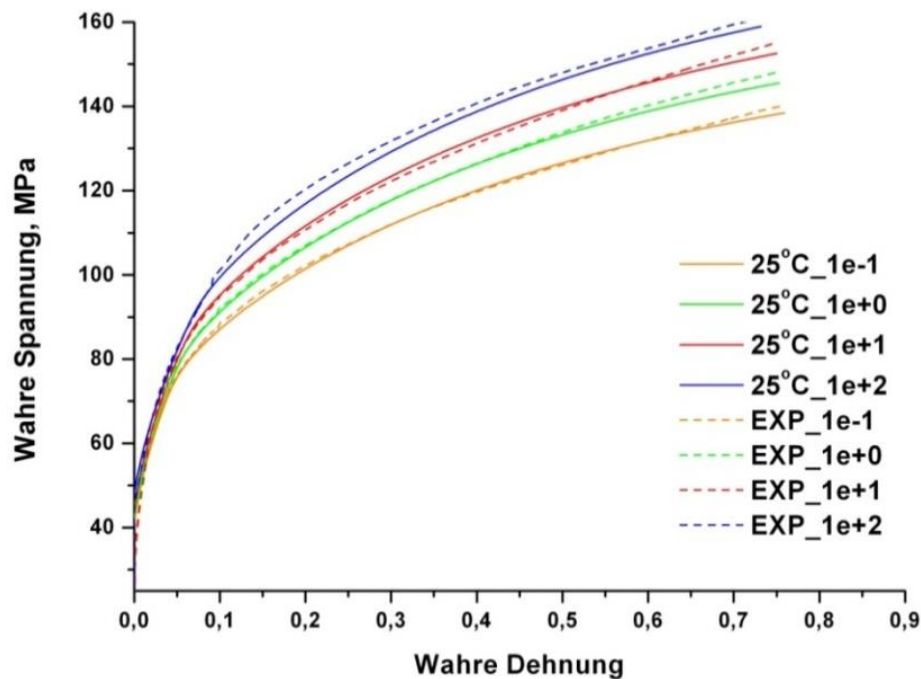


Abbildung 1: Vergleich der experimentellen (gestrichelte Linien) und simulierten Fließkurven für die Legierung AA8079L im Stauchversuch bei Raumtemperatur und Verformungsraten im Bereich von 10^{-1} bis 10^2 s^{-1} .

Verformungssimulation mit dem GIA-3IVM+ Modell

Die Verformungstextur und Korngröße der AA8079L Legierung nach dem Kaltwalzen wurden für das CORE Modell mit GIA-3IVM+ Simulationen ermittelt, wobei die experimentell gemessene Makrotextur und mittlere Korngröße in drei Richtungen ($d=300 \text{ }\mu\text{m}$ in Walzrichtung, $d=150 \text{ }\mu\text{m}$ in Querrichtung und $d=30 \text{ }\mu\text{m}$ entlang der Blechnormale) der untersuchten Legierung nach dem Warmwalzen (s. Abb. 2) als Input-Parameter verwendet wurden. Simulierte und experimentell gemessene OVF des bis zu $\epsilon=1.2$ verformten Materials (entspricht einem Kaltwalzen von 70%) ist in Abb. 3 dargestellt.

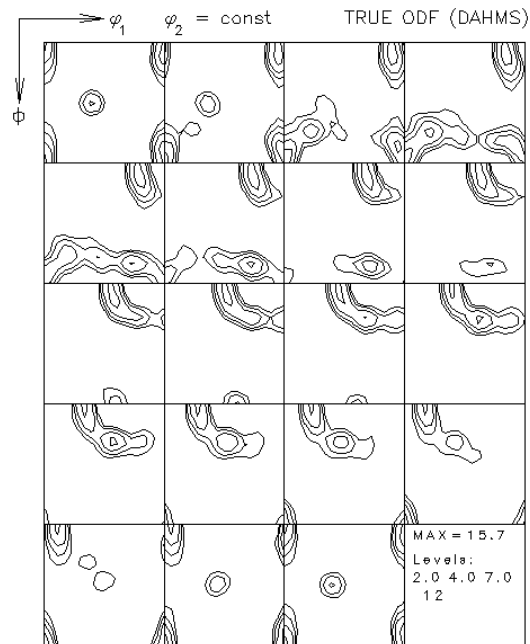


Abbildung 2: Experimentell gemessene OVF in der Legierung AA8079L nach dem Warmwalzen.

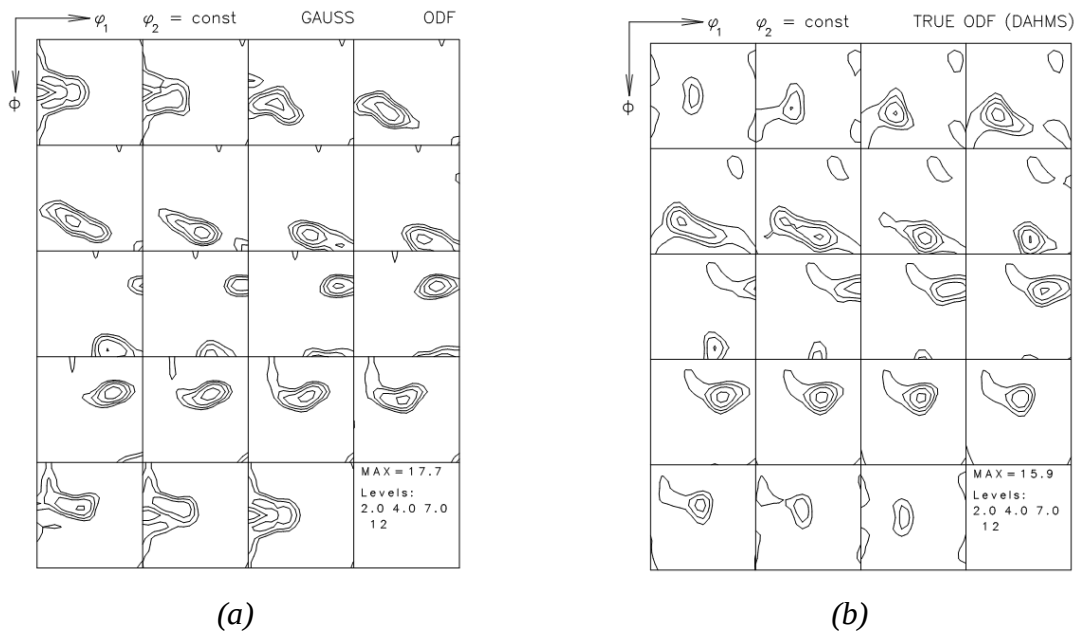


Abbildung 3: Mit GIA-3IVM+ Modell simulierte (a) und experimentell gemessene (b) OVF einer 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L.

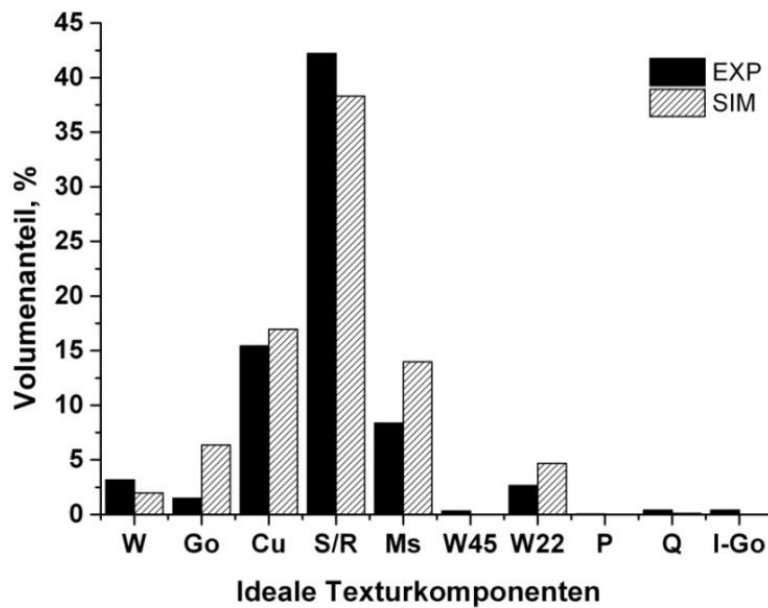


Abbildung 4: Mit GIA-3IVM+ Modell simulierter und experimentell gemessener Volumenanteil der idealen Texturkomponenten in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L.

Quantitative Auswertung der Keimbildung mit dem ReNuc Modell

Die kritischen Parameter, die die Keimbildung in jedem verformten Korn erlauben, wurden aus GIA-Split-Up Simulationen geliefert und sind für unterschiedliche Keimbildungsmechanismen in Abbildung 5 zusammengefasst. Für jede einzelne Orientierung wurde ein durchschnittlicher Wert berechnet und mit dem kritischen Wert verglichen [Crumbach 2005].

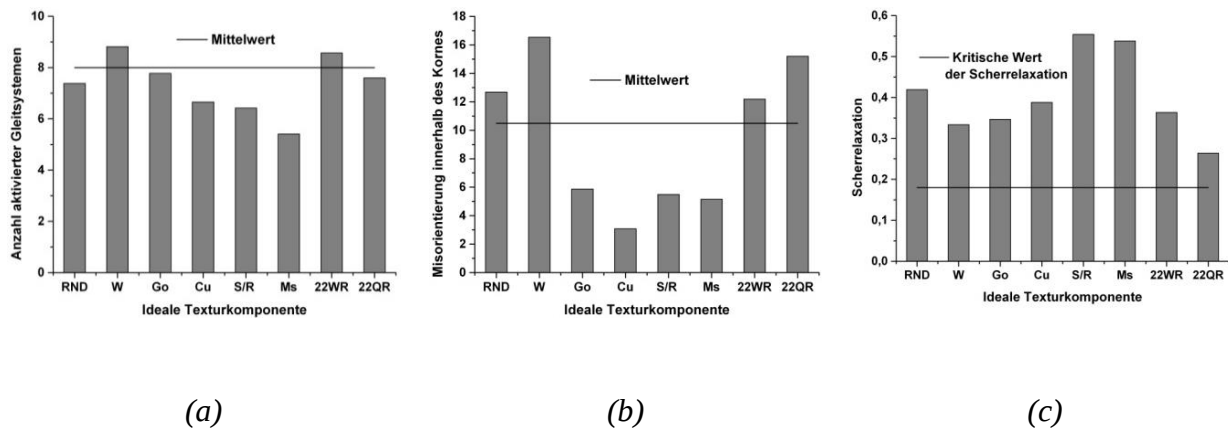


Abbildung 5: Kritische Parameter für unterschiedliche Keimbildungsmechanismen, sortiert nach idealen Texturkomponenten: (a) mittlere Anzahl der aktivierten Gleitsystemen für die Keimbildung an Großwinkelkorngrenzen; (b) mittlere Desorientierung innerhalb der Körner für die Keimbildung an Übergangsbändern (berechnet für die Kornorientierung vor der Kaltverformung); (c) Mittelwert der Scherrelaxation für die Keimbildung an Scherbändern.

Simulation der Rekristallisationstextur

Die notwendigen Input-Daten für die Mikrostruktur- und Textursimulation mittels des Rekristallisationsmodells CORE sowie die Werte der Parameter der Keimbildungseffizienz und des Kornwachstums (Korngrenzenmobilität und Aktivierungsenergie für die Kleinwinkel-, Großwinkelkorngrenzen und Korngrenzen mit erhöhter Mobilität) sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Abb. 8.1 zeigt die simulierte und experimentell ermittelte Rekristallisationstextur der untersuchten AA8079L Legierung. Die experimentelle OVF wurde an einer 70% kaltverformten und anschließend eine Stunde im Sandbad bei 300°C geglühten Probe gemessen. Im Allgemeinen zeigen die simulierten Ergebnisse ähnliche Tendenzen wie die experimentellen Daten. Allerdings, war die modellierte Texturintensität ($f_{max}=9.21$) viel kleiner als die im Experiment gemessene ($f_{max}=24$). Dies ist auf einen sehr hohen Anteil an regellosen Texturkomponenten (35%) in der Simulationstextur zurückzuführen (s. Abb. 8.2). Die Anwesenheit wichtiger Rekristallisationstexturkomponenten wie S/R-, ideale und gedrehte Würfellage wurde im Modell richtig vorhergesagt. Der simulierte Volumenbruchteil der Würfel- und S/R-Lage war kleiner als in der experimentell gemessenen Textur. Für andere Orientierungen wurde eine

gute Übereinstimmung zwischen experimentellen und simulierten Volumenanteilen beobachtet.

Tabelle 2: Übersicht der Input-Daten zur Simulation der Rekristallisation der 70% kaltgewalzten AA8079L Legierung bei 300°C mit dem CORe Modell.

<i>Parameter</i>	<i>Definition und Werte</i>
Verformte Korngröße aus GIA Modell: In X-Richtung In Y-Richtung In Z-Richtung	1021 μm 150 μm 8.8 μm
Keimbildungseffizienz	$f_{\text{GWKG}}=0.0006$ $f_{\text{UB}}=0.3$ $f_{\text{SB}}=0.7$
Parameter des Kornwachstums (m_0 – Korngrenzenmobilität und E_A - Aktivierungsenergie)	GWKG $m_0=3 \text{ m}^4/\text{Js}$; $E_A=1.05 \text{ eV}$ KWKG $m_0=1000 \text{ m}^4/\text{Js}$; $E_A=1.6 \text{ eV}$ GWKG mit erhöhter Mobilität $m_0=3 \text{ m}^4/\text{Js}$; $E_A=1.0 \text{ eV}$
Anzahl der Körner und Auflösung	4000 mit 70 Mio Zellen

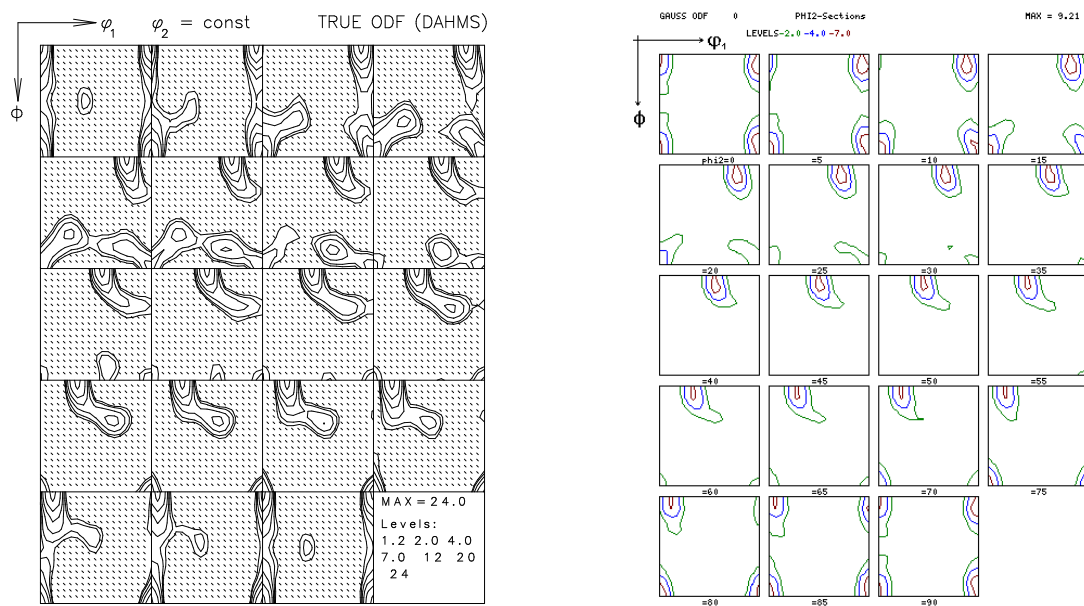


Abbildung 6: Rekristallisationstextur der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach dem Glühen bei 300°C: (a) experimentell gemessene OVF und (b) mit CORE Modell simulierte OVF.

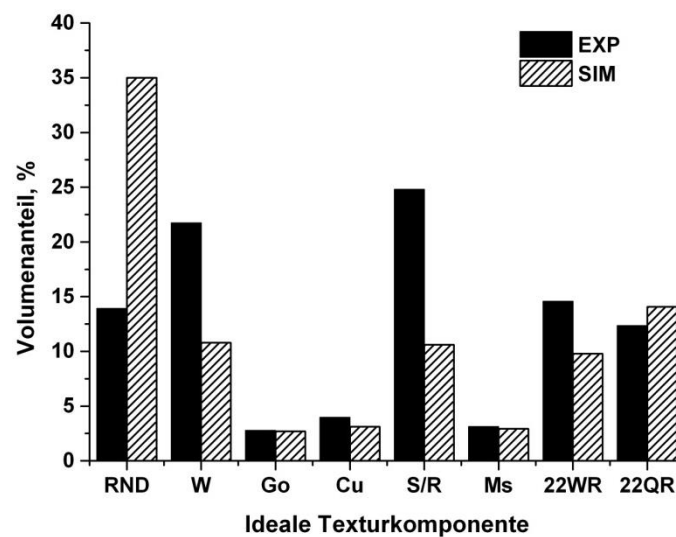


Abbildung 7: Mit CORE Modell simulierter und experimentell gemessener Volumenanteil der idealen Texturkomponenten in der 70% kaltgewalzten Legierung AA8079L nach dem Rekristallisationsglühen bei 300°C.

Literaturverzeichnis

- [Avrami 1939] M. Avrami: *J. of Chemical Physics*, 7, 1939, S. 1103
- [Avrami 1940] M. Avrami: *J. of Chemical Physics*, 8, 1940, S. 212
- [Avrami 1941] M. Avrami: *J. of Chemical Physics*, 7, 1941, S. 177
- [Albou 2010] A. Albou, S. Raveendra, P. Karajagikar, I. Samajdar, C. Maurice and J.H. Driver: *Scripta Mater.*, 62, 2010, S. 469
- [Albou 2012] A. Albou, R. Quey, C. Maurice, S. Raveendra, I. Samajdar, P.R. Dawson, J.H. Driver: *Mater. Sci. Forum*, 702-703, 2012, S. 385
- [Barrett1940] C.S. Barrett: *Trans. AIME*, 137, 1940, S. 128
- [Beaudoin 1996] A.J. Beaudoin Jr, H. Mecking und U.F. Kocks: *Phil. Mag.*, Vol.73, No.6, 1996, S. 1503
- [Beck 1953] P.A. Beck: *Acta Metall.*, 1, 1953, S. 230
- [Berger 1988] A. Berger et al.: *Prog. Mater. Sci.*, 32, 1988, S. 1
- [Blum 2001] W. Blum: *Mat. Sci. Eng.*, 319, 2001, S. 8
- [Bunge 1965] H.-J. Bunge und C. Esling: *Z. Metallk.*, 56, 1965, S. 872
- [Bunge 1981] H.-J. Bunge und C. Esling: *J. Appl. Cryst.*, 14, 1981, S. 253
- [Bunge 1985] H.-J. Bunge und C. Esling: *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: an Introduction to Modern Texture analysis*, Ed. H.-R. Wenk, Academic Press Inc. UK, 1985, S. 73
- [Burgers 1931] W.G. Burgers, P.C. Louwerse: *Z. Physik*, 61, 1931, S. 605
- [Burgers 1953] W.G. Burgers, T.J. Tiedemann: *Acta Metall.*, 1, 1953, S. 234

Literaturverzeichnis

- [Burke 1952] J.E. Burke und D. Turnbull: *Prog. Metal Phys.*, 3, 1952, S. 220
- [Byrne 1965] J.G. Byrne: *Recovery, Recrystallization and Grain Growth*, MacMillan, New-York, 1965
- [Cahn 1196] J.W. Cahn: *Thermodynamics and Kinetics of Phase Transformations*, *Proc. of Mat. Research Soc. Symposia*, Mat. Research Soc., Pittsburgh, PA 398, 1996, S. 425
- [Cahoon 1971] J.R. Cahoon, W.H. Broughton, R. Kurzak: *Metall. Trans.*, 2, 1971, S. 1979
- [Chen 2002] S.P. Chen et al.: *J. Mat. Sci.*, 37, 2002, S. 989
- [Crumbach 2005] M. Crumbach: *Through-Process Texture Modelling*, Dissertation, RWTH Aachen, Der andere Verlag, Tönning, 2005
- [Crumbach 2006 I] M. Crumbach, M. Goerdeler, G. Gottstein: *Acta Mater.*, 54, 2006, S. 3275
- [Crumbach 2006 II] M. Crumbach, M. Goerdeler, G. Gottstein: *Acta Mater.*, 54, 2006, S. 3291
- [Daaland 1996 I] O. Daaland and E. NES: *Acta Mater.*, 44, 1996, S. 1389
- [Daaland 1996 II] O. Daaland and E. NES: *Acta Mater.*, 44, 1996, S. 1413
- [Dahms 1988] M. Dahms, H.-J. Bunge: *Texture and Microstructures*, 10, 1988, S. 21
- [Dahms 1989] M. Dahms, H.-J. Bunge: *J. Appl. Cryst.*, 22, 1989, S. 439
- [Derby 1987] B. Derby, M.F. Ashby: *Scripta Metall.*, 21, 1987, S. 879
- [Detert 1965] K. Detert, J. Ziebs: *Trans AIME*, 233 (1965), S. 51
- [Dillamore 1974] I.L. Dillamore and H. Katoh: *Metal. Sci.*, 8, 1974, S. 73

- [Dingley 1988] D.J. Dingley: *Proc. 8th Intern. Conf. on Textures*, Ed. J.S. Kallend and G. Gottstein, TMS-AIME Warrendale, PA. 15086, S. 189
- [Doherty 1962] R.D. Doherty, J.W. Martin: *J. Inst. Metals*, 91 (1962), S.332
- [Doherty 1985] R.D. Doherty: *Scripta Met.*, 19 (1985), S. 927
- [Doherty 1998] R.D. Doherty, L.C. Chen, I. Samajdar: *Mater. Sci. Eng.*, A257, 1998, S. 18
- [Duggan 1993] B.J. Duggan, K. Lücke, G. Köhlhoff, C.S. Lee: *Acta Metall. Mater.*, 41, 1993, S. 1921
- [Duggan 1994] B.J. Duggan, C.Y. Chung: *Proc. of Int. Conf. on Textures of Mat.*, 10, ed. H.J. Bunge, Trans. Tech. Publications, 1994, S. 1167
- [Endou 2003] S. Endou, H. Inagaki: *Z. Metallkd.*, 94, 2003, S. 1206
- [Engler 1996] O. Engler, H.E. Vatne, E. Nes: *Mater. Sci. Eng. A*, 205, 1996, S. 187
- [Engler 1998] O. Engler: *Acta Mater.*, 46, 1998, S. 1555
- [Gleiter 1972] H. Gleiter und B. Chalmers: *Prog. Metal Phys.*, 16, 1972, S. 1
- [Godfrey 2001] A. Godfrey, D. Juul Jensen, N. Hansen: *Acta Mater.*, 49, 2001, S. 2429
- [Goerdeler 2004] M. Goerdeler, M. Crumbach, M. Schneider, G. Gottstein et al.: *Mat. Sci. Eng. A*, 387-389, 2004, S. 266
- [Goerdeler 2007] M. Goerdeler: *Application of a Dislocation Density Based Flow Stress Model in the Integrative Through-Process Modeling of Aluminium Production*, Dissertation, RWTH Aachen, Shaker Verlag, Aachen, 2007
- [Gottstein 1984] G. Gottstein: *Rekristallisation metallischer Werkstoffe : Grundlagen, Analyse, Anwendung*, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V. Hrsg. von Günter Gottstein, 1984

Literaturverzeichnis

- [Gottstein 2001] G. Gottstein, R. Sebal: *J. Mater. Proc. Tech.*, 117, 2001, S. 282
- [Gottstein 2010] G. Gottstein, L.S. Shvindlerman: *Grain Boundary Migration in Metals: Thermodynamics, Kinetics, Applications*, CRC Press, Boca Raton, FL, 2010, 2. Auflage
- [Gottstein 2007] G. Gottstein: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag, 2007, 3. Auflage
- [Gurla 2007] P. Gurla: *An improved Dislocation Density Based Work Hardening Model for Al Alloys*, Dissertation, RWTH Aachen, 2007
- [Hesselbarth 1991] H.W. Hesselbarth, I.R. Göbel: *Acta Metall.*, 39, 1991, S. 2135
- [Hirsch 1984] J. Hirsch, M. Loeck, L. Loof und K. Lücke: *Proc. ICOTOM 7*, eds. Brakman et al., Noordwijkerhout, 1984, S. 765
- [Hirsch 1986] J. Hirsch, K. Lücke: *Proc. Int. Conf. „Aluminium Alloys“*, 1986, S. 1725
- [Hirsch 1988] J.R. Hirsch: *Untersuchung der primären Rekristallisation und ihrer Mechanismen mit Hilfe der Texturanalyse*, Trans-Aix-Press Aachen, 1988
- [Hjelen 1991] J. Hjelen, R. Orsund, E. Nes: *Acta Metall. Mater.* 39 7, 1991, S. 1377
- [Holm 1970] K. Holm, E. Hornbogen: *J. Mat. Sci.*, 5, 1970, S. 655
- [Hu 1962] H. Hu: *Trans. Metal. Soc. A.I.M.E.*, 224, 1962, S. 75
- [Hu 1985] H. Hu: *Scripta Metall.* 19, 1985, S. 1471
- [Huang 1999] Y. Huang, F.J. Humphreys: *Acta Mater.*, 47, 1999, S. 2259
- [Humphreys 1977] F.J. Humphreys: *Acta Metall.*, 25, 1977, S. 1323

- [Humphreys 1996] F.J. Humphreys, M. Ferry, I. Brough, C.P. Jonson: *Tex. and Microstr.*, 26-27, 1996, S. 281
- [Humphreys 2004] F.J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*, Elsevier, 2. Auflage, 2004
- [Hurley 2004] P.J. Hurley, F.J. Humphreys: *Journal of Microscopy*, 213, 2004, S. 225
- [Hutchinson 1978] W.B. Hutchinson, B.J. Duggan: *Met. Sci.*, 12, 1978, S. 372
- [Ibe 1966] G. Ibe und K. Lücke: *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, ed. Margolin, ASM, Metals Park, 1966, S. 434
- [Inagaki 2005] H. Inagaki und A. Umezawa: *Mater. Sci. For.*, Vol. 495-497, 2005, S. 1273
- [Jensen 1992] D. Juul Jensen: *Scripta Met. Mat.*, 27, 1992, S. 553
- [Jensen 1995] D. Juul Jensen: *Acta Met. Mat.*, 43, 1995, S. 4117
- [Jones 1980] A.R. Jones, N. Hansen: *Proc. 1st Riso Int. Symposium*, Riso (1980), S.13
- [Kamijo 1992] T. Kamijo, H. Adachihara, H. Fukutomi, E. Aernoudt: *Acta Metall. Mater.*, 40, 1992, S. 1992
- [Kamijo 1993 I] T. Kamijo, S. Kataoka and H. Inagaki: *Acta Metall.*, 41, 1993, S. 1713
- [Kamijo 1993 II] T. Kamijo, H. Adachihara und H. Fukutomi: *Acta Metall. Mater.*, 41, 1993, S. 975
- [Kirch 2008] D.M. Kirch, A. Ziemons, T. Burlet, I. Lischewski, X. Molodova, D.A. Molodov, G. Gottstein: *Rev. Sci. Instrum.*, 79, 2008, S. 043902
- [Kolmogorov 1937] A.N. Kolmogorov: *Izd. Akad. Nauk USSR Ser. Matem.*, 1, 1937, S. 355

- [Kühbach 2011] M. Kühbach: *Nucleation at Cube bands in a commercial Al alloy considering individual disorientation of adjacent grains*, Diploma Thesis, RWTH Aachen, 2011
- [Lauridsen 2000] E.M. Lauridsen, D. Juul Jensen and H.F. Poulsen: *Scripta Mat.*, 43, 2000, S. 561
- [Lauridsen 2003] E.M. Lauridsen, H.F. Poulsen, S.F. Nielsen, D. Juul Jensen: *Acta Mater.*, 51, 2003, S. 4423
- [Lauridsen 2006] E.M. Lauridsen, S. Schmidt, S.F. Nielsen, L. Margulies, H.F. Poulsen and D. Juul Jensen: *Scripta Mat.*, 55, 2006, S. 51
- [Lee 1994] C.S. Lee, R.E. Smallman, B.J. Duggan: *Mater. Sci. Tech.*, 10, 1994, S. 149
- [Lens 2005] A. Lens, C. Maurice, J.H. Driver: *Mater. Sci. Eng. A*, 403, 2005, S. 143
- [Liebmann 1956 I] B. Liebmann and K. Lücke: *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.* 206, 1956, S. 1443
- [Liebmann 1956 II] B. Liebmann, K. Lücke und G. Masing: *Z. Metallk.*, 47, 1956, S. 57
- [Lischewski 2010] I. Lischewski: *Die Variantenselektion während der α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl*, Dissertation, RWTH Aachen, Cuvillier Verlag Göttingen, 2010
- [Liu 2013] Z. Liu: *Through Process Modeling of Phase Evolution in Work Hardening Aluminium Wrought Alloys*, Dissertation, RWTH Aachen, Shaker Verlag, Aachen, 2013
- [Löchte 2004] L. Löchte, M. Schneider, G. Gottstein: *Aluminium 80*, 2004, S. 685
- [Lücke 1970] G. Ibe, W. Dietz, A.C. Fraker, K. Lücke: *Z. Metall.*, 61, 1970, S. 498

- [Lücke 1976] K. Lücke, R. Rixen and M. Senna: *Acta Metall*, Vol. 24, Iss. 2, 1976, S. 103
- [Marx 1995 I] V. Marx, D. Raabe: *Proc. of the 16th Riso International Symposium on Material Science: Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization*, eds. N. Hansen, d. Juul Jensen, Y.L. Liu und B. Ralph, Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark, 1995, S. 461
- [Marx 1995 II] V. Marx, D. Raabe, G. Gottstein: *Proc. of the 4th European Conference on Advanced Materials and Processes*, Euromat 95, Assotionale Italiana di Metallurgia, Milano, Italy, 1995, S. 395
- [Marx 1996] V. Marx, D. Raabe, G. Gottstein: *Proc. of the 11th International Conference on Textures of Materials*, eds. Z. Liang, L. Zuo und Y.Chu, International Academic Publishers, Beijing, China, 1996, S. 515
- [Marx 1999] V. Marx, F.R. Reher, G. Gottstein: *Acta Mater.*, 47, 1999, S. 1219
- [Masing 1956] G. Masing, K. Lücke, P. Nölting: *Z. Metall.*, 47, 1956, S. 64
- [Mohles 2008] V. Mohles, X. Li, C. Heering, G. Hirt, S. Bhaumik, G. Gottstein: *Proc. of 11th Int. Esaform Conf. on Material Forming*, INSA de Lyon, CD, Springer, 2008
- [Molodov 1995] D.A. Molodov, U. Czubayko, G. Gottstein und L.S. Shvindlerman: *Scripta Metall. Mater.*, 32, 1995, S. 529
- [Morris 1968] P.R. Morris and A.J. Heckler: *Adv. X-Ray Analysis*, 11, 1968, S. 454
- [Mukho 2007] P. Mukhopadhyay, M. Loeck, G. Gottstein: *Acta Mater.* 55, 2007, S. 551
- [Parthasarathi 1961] Parthasarathi and P.A. Beck: *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.*, 221, 1961, S. 831

Literaturverzeichnis

- [Potts 1952] R.B. Potts: *Proc. of the Cambridge Philosophical Society*, 48, 1952, S. 106
- [Randle 2000] V. Randle und O. Engler: *Introduction to Texture Analysis*, Gordon and Breach Science Publishers, 2000
- [Reher 1998] F.R. Reher: *Simulation der Rekristallisation auf der Basis orientierte Keimbildung und orientierten Keimwachstum mittels modifizierter zellularen Automaten: Morphologie, Textur, Kinetik*, Dissertation, RWTH Aachen, 1998
- [Ridha 1982] A.A. Ridha and W.B. Hutchinson: *Acta Metall.*, Vol.30, 1982, S. 1929
- [Roters 2000] F. Roters, D. Raabe, G. Gottstein: *Acta Mater.*, Vol.48, 2000, S. 4181
- [Samajdar 1994] I. Samaidar, R.D. Doherty, S. Panchanadeeswaran, K. Kunze: *Proc. ICOTOM 10*, ed. Bunge, H.J. Trans. Tech. Public., 1994, S. 2025
- [Samajdar 1995] I. Samaidar, R.D. Doherty: *Scripta Metall. Mater.*, 32, 1995, S. 845
- [Samajdar 1998] I. Samaidar, R.D. Doherty: *Acta Mater.*, 46, 1998, S. 3145
- [Schäfer 2009] C. Schäfer, J. Song, G. Gottstein: *Acta Mater.*, 57, 2009, S. 1026
- [Schäfer 2010] C. Schäfer: *Recrystallization Modeling considering Second-Phase Particles*, Dissertation, RWTH Aachen, Cuvillier Verlag Göttingen, 2010
- [Schneider 2006] M. Schneider: *Modellierung und Validierung zeitabhängiger mikrochemischer Prozesse in Aluminium Knetlegierungen*, Dissertation, RWTH Aachen, 2006
- [Schulz 1949] L.G. Schulz: *J. Appl. Phys.*, 20, 1949, S. 1030
- [Sebald 2002 I] R. Sebald, G. Gottstein: *Acta Mater.*, 50, 2002, S. 1587

- [Sebald 2002 II] R. Sebald: *Modellierung der Rekristallisationstextur: Wechselwirkung zwischen Keimbildung und Keimwachstum*, Dissertation, RWTH Aachen, Shaker Verlag, Aachen, 2002
- [Seward 2002] G.E. Seward, D.J. Prior, J. Wheeler, S. Celotto, D.J.M. Halliday, R.S. Paden and M.R. Tye: *Scanning*, 24, 2002, S. 232
- [Srolovitz 1986] D.J. Srolovitz, G.S. Grest, M.P. Anderson: *Acta Mater.*, 34, 1986, S. 1833
- [Taheri 2005] M.L. Taheri, D. Molodov, G. Gottstein and A.D. Rollett: *Z.Metallk.*, 96, 2005, S. 1166
- [Vandermeer 1963] R.A. Vandermeer: *Recovery and Recrystallization of Metals*, ed. L. Himmel, Society of AIME, 1963, S. 211
- [Vatne 1994] H.E. Vatne, O. Daaland, E. Nes: *Mat. Sci. Forum.*, 1087, 1994, S. 157
- [Vatne 1996 I] H.E. Vatne, R. Shahani, E. Nes: *Acta Mater.*, 44, 1996, S. 4447
- [Vatne 1996 II] H.E. Vatne, T. Furu, R. Orsund, E. Nes: *Acta Mater.*, 44, 1996, S. 4463
- [Venables 1973] J.A. Venables und C. Harland: *Phil. Mag.*, 27, 1973, S. 1193