Diplomarbeit

Texturentwicklung nanokristalliner W-Cu Komposite

Anna Christina Rodriguez Chavez



Diese Diplomarbeit wurde am Department für Materialphysik der Montanuniversität Leoben (Erich Schmid Institut) erstellt und durch Mittel der Österreichischen Akademie der Wissenschaften gefördert.

Leoben, 9.9.2015

Eidesstattliche Erklärung

"Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst habe. Wörtlich oder inhaltlich entnommene Stellen aus anderen Quellen habe ich als solche kenntlich gemacht."

Leoben, 9.9.2015

Danksagung

Die hier vorliegende Arbeit wurde im Rahmen des European Research Council Advanced Grant EUP0224 von Juli 2014 bis Juli 2015 erstellt.

Ich möchte mich bei Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Reinhard Pippan für die Betreuung meiner Diplomarbeit bedanken. Seine Tür stand immer offen für die Diskussion von kniffligen Resultaten und neuen Ideen. Seine Supervision hat mir starken wissenschaftlichen Rückhalt gegeben und meine Arbeit mit seinen Verbesserungsvorschlägen sehr bereichert.

Als weitere Stützen während meiner Diplomarbeit möchte ich Dipl.-Ing. Lisa Krämer und Dr. Pradipta Gosh nennen. Lisa hat mich mit großer Kompetenz in das Themengebiet der Hochverformung mittels der "High Pressure Torsion'-Methode eingeführt und mir das Arbeiten und Forschen mit den Instrumenten des Instituts gezeigt. Pradipta hat sein umfassendes Wissen zur Texturforschung mit mir geteilt und dadurch Möglichkeiten und Perspektiven aufgezeigt, die weit über den Inhalt meiner Diplomarbeit hinausgehen.

Für die Unterstützung bei der Herstellung und Präparation meiner Proben möchte ich Dipl.-Ing. Peter Kutleša und Silke Modritsch danken. Peter hatte immer Zeit sich der Problematik der Verformung meiner Proben zu widmen und war mit Interesse und Sorgfalt an der Herstellung beteiligt. Silke bereitete meine unzähligen Proben mit Schnelligkeit und Präzision für weitere Untersuchungen vor und nahm diese mit großer Achtsamkeit und Interesse entgegen.

Ein generelles Dankeschön möchte ich an die ganze Belegschaft des Erich Schmid Instituts richten, die mich mit Offenheit in ihre hoch professionelle Runde aufnahm und das Fortkommen meiner Forschungsarbeit nach Kräften förderte.

Zusammenfassung

In den letzten Jahrzehnten hat die Methode der Hochverformung durch viel versprechende Resultate bei den Materialeigenschaften an wissenschaftlichem Interesse gewonnen. Die Größe des Korns liegt in einem Bereich von 50 nm – 1 μ m. Dies führt zu höheren Materialfestigkeiten. Es gibt drei Hauptmethoden der Hochverformung: Equal Channel Angular Pressing, Accumulative Roll Bonding (akkumulatives Walzplattieren) und High Pressure Torsion (Hochdruck Torsionsverfahren).

In der vorliegenden Diplomarbeit wurde die Entwicklung der Textur für reines Kupfer, reines Wolfram und dem Komposit von beiden untersucht. Durch die Anwendung der High Pressure Torsion Methode, waren die Versuchsparameter wie Temperatur, Deformationsgeschwindigkeit, Dehnungsgrad und Krafteinbringung einfach zu variieren. Mit Hilfe von verschiedenen Texturanalysemethoden wie zum Beispiel die Berechnung der Textur durch Aufnahmen mit EBSD (Electron Backscattering Diffraction), der Analyse von Texturen mit Röntgenstrahlen und der Aufnahme von einem Beugungsbild mittels TEM (Transmission Electron Microscopy) wurden die Metalle bei unterschiedlichen Dehnungen verglichen.

Der Vergleich der Texturen von reinem Kupfer und reinem Wolfram, wenn sie mit Hilfe von EBSD und Röntgenstrahlen untersucht werden, stimmen mit den idealen Komponenten der Schertextur überein, obwohl es einen Verlust der Intensität der Maxima bei der Röntgenauswertung gibt. Für das Kompositmaterial bei hohen Verformungen zeigt nur die Reflexionsebene {110} und {310} analysiert für Wolfram eine Ähnlichkeit zwischen den zwei Analysemethoden. Die Ebenen {200} und {211} zeigen keine Übereinstimmung.

Die Texturkomponenten, Wolfram und Kupfer, des Kompositmaterials, welche mittels EBSD aufgenommen wurden, bilden im Bereich von geringen Scherdehnungen eine schwache Textur, die auch bei zunehmender Dehnung schwach bleibt. Wolfram bestimmt den Fragmentierungsprozess während der Deformation. Wenn sich die Mikrostruktur des Kupfers bereits mit einer Korngröße von 5-20 nm in Sättigung befindet, verformen sich größere Wolframteilchen noch immer.

Um zu sehen, ob sich die Textur eines Korns vor und nach der Fragmentierung verändert, wurden Positionen gleicher Dehnung mittels EBSD aufgenommen. Bereiche von ungebrochenen und gebrochenen Teilchen wurden separat analysiert. Es wurde festgestellt, dass sich die Textur nicht ändert.

Abstract

In the last decades the method of Severe Plastic Deformation has gained scientific interest due to promising results of their material properties. The size of the grains lies in a range of 50 nm to 1 μ m. This leads to higher material strength. There are three main methods of severe plastic deformation: Equal Channel Angular Pressing (ECAP), Accumulative Roll Bonding (ARB) and High Pressure Torsion (HPT).

This thesis reports on the studies of texture evolution of the microstructure for pure copper, pure tungsten and the composite of both. Applying the High Pressure Torsion method the required parameters like temperature, deformation speed, strain rate and deformation force are easy to vary.

The metals were compared with the help of different texture analysis methods like texture calculated from Electron Backscattering Diffraction (EBSD) pictures, diffraction patterns from X-Ray analysis and diffraction images from Transmission Electron Microscopy (TEM).

The comparison of the images of the texture analysed by EBSD und X-Ray for pure copper and tungsten agree with the ideal components of the shear texture although there is a loss of intensity of the X-Ray diffraction reflection. For the composite material the two different analysing methods exhibited a resemblance only for the diffraction planes {110} and {310} of tungsten. The two methods do not show correlation for the planes {200} and {211}.

The texture components, tungsten and copper, of the composite analysed with EBSD develop a weak texture at low strains, which still stays weak under increasing strains. Tungsten obviously determines the fragmentation process during deformation. While copper is already in the saturation microstructure with a grain size of 5-20 nm few larger tungsten grains still break apart.

To study the possible change of the texture of a grain after fragmentation, positions of equal strain were analysed with EBSD. Areas of unbroken and broken grains were separately interpreted and showed that the texture did not change.

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung II		
Danksagung II		. 111
ZusammenfassungIV		. IV
Abstra	ct	V
Inhaltsverzeichnis		. VI
1	Motivation	1
2	Einleitung	2
2.1	Hochverformungsmethoden	2
2.2	Texturen in nanokristallinen Metallen	3
2.3	Mikrostrukturen in nanokristallinen Reinmaterialien und Kompositen	5
3	Experimentelle Untersuchungen	8
3.1	Gefügeentwicklung	8
3.1.1	Mikrostrukturelle Entwicklung von einphasigem Cu und W	8
3.1.2	Mikrostrukturelle Entwicklung des W20Cu Komposits	14
3.2	Härtemessung	20
3.2.1	Härteprüfung von einphasigem Cu und W	21
3.2.2	Härteprüfung des W20Cu-Komposits	22
3.3	Texturentwicklung	24
3.3.1	Textur von einphasigem Cu und W	26
3.3.2	Textur des W20Cu Komposits	27
3.3.3	Ergebnisse und Ausblick	33
4	Schlussfolgerung	35
5	Anhang	36
5.1	Gefüge	36
5.2	EBSD	46
5.3	Polfiguren	58
5.4	Orientierungsdichte-Verteilungsfunktionen	62
5.5	Anzahl der Körner	68
6	Literaturverzeichnis	70
7	Abbildungsverzeichnis	71
8	Tabellenverzeichnis	81

1 Motivation

Materialien zu bearbeiten und zu verändern, damit ihre Eigenschaften bestimmten Anforderungen genügen, ist eine komplexe aber lohnende Aufgabe. Die Grundlagenforschung setzt Meilensteine für technische Innovationen in der Industrie und die daraus resultierende angewandte Forschung. Eine neuere Klasse von Verfahren sind die sogenannten Hochverformungsmethoden.

Kristalline Materialien erreichen durch geeignete Verformung höhere Festigkeiten. Methoden wie Gießen, Schmieden, Walzen oder Sintern haben eine lange Tradition in der Werkstoffbearbeitung, wenn es darum geht Materialien widerstandsfähiger zu machen und werden angewandt, um den Werkstoff mit den gewünschten Eigenschaften, meist höhere Festigkeit oder bessere Duktilität, auszustatten. Die mechanische Festigkeit vieler Materialien nimmt bei abnehmender Korngröße signifikant zu. Ein Effekt der sehr oft gewünscht wird [1]. Das Interesse an Hochverformungsmethoden ist durch die Möglichkeit die Korngröße von polykristallinen Materialien zu senken, die sich dann im Mikro- bis Nanometer Bereich befindet, stark gestiegen.

Ein Charakteristikum der Hochverformung ist die Einstellung einer Sättigungsstruktur, d.h. selbst wenn man die Verformung deutlich weiter erhöht, gibt es keine weitere Strukturverfeinerung. Obwohl in den letzten zehn Jahren die Strukturentwicklung bis zur Ausbildung der Sättigungsstruktur und die Verformungsvorgänge im Bereich der Sättigungsstruktur sehr intensiv untersucht wurden, gibt es noch viele offene Fragen. Vollkommen ungeklärt sind die Verformungsvorgänge bei sehr hohen Verformungen in Nanokompositen. Durch die Feinheit der Struktur ist eine direkte Beobachtung sehr schwierig. Eine Möglichkeit hier ein besseres Verständnis zu gewinnen sind Texturuntersuchungen.

Untersuchungen wie das Verhalten der Textur von einphasigen oder zweiphasigen Materialien bei Hochverformung, aber auch die Auswirkung der verschiedenen Hochverformungsverfahren auf die Textur der Komposite sind von großem Interesse. Die Ausrichtung der Textur folgt verschiedenen Gesetzen. Der Einfluss des kubisch raumzentrierten oder kubisch flächenzentrierten Aufbaus auf ein zweiphasiges Material ist auch eine Fragestellung, zu der es noch wenige Untersuchungen gibt.

2 Einleitung

2.1 Hochverformungsmethoden

Die drei wichtigsten Methoden, mit denen man hochverformte Materialien herstellt, werden in der Folge kurz vorgestellt:

Equal Channel Angular Pressing (ECAP), in Abbildung 1 links zu sehen, ist ein Verfahren bei dem das Material durch einen Kanal gepresst wird, der einen Knick zwischen 90° und 120° aufweist. Das Metall erfährt im Idealfall eine reine Scherverformung. Da die Probe nach einem Durchlauf die gleichen Abmessungen aufweist, kann sie beliebig oft durch den Kanal gepresst werden.

Das Akkumulative Walzplattieren (Accumulative Roll Bonding, ARB) ist eine weitere Methode zur Hochverformung von kristallinen Materialien. Ein Blech wird halbiert (vgl. Abbildung 1 Mitte), zusammengelegt und gewalzt. Pro Wiederholung dieses Vorgangs erreicht man eine 50 prozentige Reduktion der Stärke des ursprünglichen Blechs und somit auch eine Kornverfeinerung.

Das dritte Verfahren ist das Hochdrucktorsionsverfahren (High Pressure Torsion, HPT). Eine scheibenförmige Probe wird zwischen zwei Stempeln deformiert. Die Probe wird gleichzeitig hohem Druck und Torsion ausgesetzt, sodass auch spröde Materialien umgeformt werden können. Die Parameter Verformungsgeschwindigkeit, Temperatur, Verformungsbelastung und Dehnung sind variierbar. Die herbeigeführte Scherdehnung lässt sich nach folgender Gleichung berechnen:

$$\gamma = \frac{2 * \pi * n * r}{t}$$

Dabei stellt n die Anzahl an Umdrehungen, r den zu untersuchenden Probenradius und t die Probendicke nach der Hochverformung dar.

Diese Methode bietet sich durch die Möglichkeit der relativ genauen Berechnung der Scherdehnung bei dieser Diplomarbeit an, um den Fragen der "Texturentwicklung nanokristalliner W-Cu Komposite", nachzugehen.





2.2 Texturen in nanokristallinen Metallen

Ziel dieser Diplomarbeit war es, die Veränderungen der Texturen eines Wolfram-Kupfer Komposits, zu beschreiben, welches mittels Hochdrucktorsionsverfahren verformt wurde.

Es existieren bereits Studien zur Texturentwicklung mittels verschiedener Hochverformungsverfahren.

Beyerlein [8] veröffentlichte in ihrer Studie zur Verformung von Kupfer und IF-Stahl mittels Equal Channel Angular Pressing, dass die Textur einen großen Einfluss auf die Anisotropie der mechanischen und mikrostrukturellen Eigenschaften von verformten Materialien hat. Sie merkt in ihrem Paper im Jahr 2008 an, dass es noch wenige Studien zu diesem Themenbereich gibt, insbesondere zur Texturentwicklung von Metallen mit geringerer Symmetrie. Die Ausrichtung der Körner von kubischflächenzentrierten Materialien (Kupfer) kann durch zwei grundlegende Fasern beschrieben werden, die durch die {111}||Scherebene (A-Faser) und die <110>||Scherrichtung (B-Faser) definiert sind. Die A-Faser beinhaltet als ideale Komponenten A, \overline{A} , A1*, A2*, hingegen die B-Faser A, \overline{A} , B, \overline{B} , C. Die ideale Ausrichtung für eine reine Scherdeformation bei kubisch raumzentrierten Materialien sind sowie bei kubisch flächenzentrierten Materialien durch 2 Fasern vorherrschend, die {110}||Scherebene, welche die F, J, \overline{J} , E und \overline{E} sind, und die <111>||Scherrichtung, welche D₁, D₂, E und \overline{E} beinhalten.



Abbildung 2: Textur nach Scherdeformation von links: kubisch flächenzentriert und rechts: kubisch raumzentriert [8]

Dieselben Fasern können ebenfalls als Orientierungsdichteverteilungsfunktion dargestellt werden, wobei hier einer der drei Eulerwinkel konstant gehalten wird [15]. In Abbildung 3 und Abbildung 4 sind diese Fasern für kubisch flächenzentrierte und kubisch raumzentrierte Materialien zu sehen.



Abbildung 3: Texturkomponenten der ODF für Scherverformung in kfz [15]



Abbildung 4: Texturkomponenten der ODF für Scherverformung in krz [15]

Hafok und Pippan beschreiben in ihrer Studie über einphasiges Nickel den Einfluss der anfänglichen Orientierung des Gefüges auf die Entwicklung der Festigkeit, der Mikrotextur und der Mikrostruktur bei äquivalenten Dehnungen kleiner als zehn. Bei hoher Dehnung hat die Ausgangsorientierung des Gefüges keinen Einfluss auf die Orientierung der Kristallite [2].

Ekiz [3] beschreibt in seinem Paper die Verformung des Cu-Nb Komposits. In dieser Arbeit wurde zuerst das akkumulative Walzplattieren und danach das

Hochdrucktorsionsverfahren angewandt. Bei hoher Dehnung richteten sich die Cu-Körner bei diesen Versuchen in Richtung der {111} Scherebene (A-Faser) aus, während Niob eine eher zufällig ausgerichtete Textur aufweist. Da Niob gleich wie Wolfram eine kubisch-raumzentrierte Elementarzelle besitzt, die zweite Komponente, sowohl im Cu-Nb Komposit als auch im W-Cu Komposit Kupfer ist, war die Annahme naheliegend, dies würde bei den Texturen des Wolfram-Kupfer Komposits ähnlich sein. Die durchgeführten Untersuchungen sollen über die Auswirkungen einer Kombination aus einem kubisch raumzentrierten und kubisch flächenzentrierten Aufbau auf ein zweiphasiges hochverformtes Material Aufschluss geben.

2.3 Mikrostrukturen in nanokristallinen Reinmaterialien und Kompositen

In einphasigen Metallen wird die Verformung der Mikrostruktur durch ein Abgleiten der Kristallite gegeneinander verursacht. Dieses Abgleiten wird durch die Bewegung von Versetzungen realisiert. Ein Großteil der erzeugten Versetzungen wird in den Kristalliten gespeichert. Durch ihre gegenseitige Wechselwirkung bilden sie Strukturen meist in zellartiger Form. Zwischen den Zellen bilden sich Orientierungsunterschiede aus, die mit zunehmender Verformung ansteigen, bis diese Zellwände sich in Kleinund Großwinkelkorngrenzen umwandeln. Dieser Prozess setzt sich fort bis schließlich eine Sättigungskorngröße erreicht ist. Auf die Mechanismen, die für die Ausbildung der Sättigungskorngröße verantwortlich sind, wurde hier nicht genauer eingegangen. Der einzige Punkt, der hier angeführt wird, ist, dass bei der Verformung im Sättigungsbereich die durch Verformung verursachte geometrische Kornfeinung durch Bewegung der Korngrenzen kompensiert wird. Sowohl im reinen weichen Cu als auch im deutlich festeren reinem W wird die oben beschriebene Strukturentwicklung beobachtet, nur das die Strukturgröße in W kleiner ist als in Cu.

Interessant dabei ist, welchen Einfluss der große Festigkeitsunterschied zwischen W und Cu auf das Verformungsverhalten eines Komposits bei der Hochverformung hat.

Wolfram besitzt einen Schmelzpunkt von 3422 °C und eine hohe Festigkeit, die sich aus einem Brinellhärtewert von 250 auf circa 900 MPa schätzen lässt [1]. Um Verformungsprozesse starten zu können werden daher deutlich höhere Verformungsspannungen benötigt. Durch eine höhere Temperatur kann der Verformungsprozess hin zu niedrigeren Spannungen begünstigt werden.

Kupfer hingegen schmilzt bereits bei 1084 °C und ist deutlich weicher. Mit einer Brinellhärte von 100 kann die Festigkeit im Bereich von 350 MPa angenommen werden. Kupfer kann daher bei geringeren Verformungsspannungen und Temperaturen bereits gut verformt werden.

Wolfram (kubisch-raumzentriert) und Kupfer (kubisch-flächenzentriert) sind nicht mischbar, siehe Abbildung 5, und auch hohe Scherdehnungen des Hochdrucktorsionsverfahrens konnten die Elemente nicht in ein einphasiges Festkörpermaterial verwandeln [4].



Abbildung 5: Phasendiagramm Cu-W [4]

Für das W-Cu Kompositmaterial wurde bei Raumtemperatur und einer äquivalenten Dehnung von 256 eine Sättigungskorngröße von bis zu 10-20 nm festgestellt [5][6]. Die Kornfeinung von härterem Wolfram in Verbindung mit weicherem Kupfer wird von Sabirov durch lokalisierte Scherbandbildung erklärt. Bei geringen Scherdehnungen liegen nur wenige Wolframteilchen gebrochen vor, siehe Abbildung 6 links. Mit größer werdender Verformung steigt die Anzahl an Scherbändern und die der gebrochenen Wolframkörner in der Mikrostruktur. Das Gefüge ist stark inhomogen und zeigt langestreckte Wolframpartikel auf, vergleiche Abbildung 6 rechts. In den Scherbändern brechen die Wolframpartikel bis das Gefüge aus einer feinen Mikrostruktur besteht. Wenn eine sogenannte Sättigungsstruktur eingetreten ist, wird die Korngröße, trotzt steigender Scherdehnung, nicht kleiner, siehe Abbildung 7 [7].



Abbildung 6: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von HPT verformten W25Cu bei einem ε von links: 4 (γ=7) und rechts: 64 (γ=111) [7]



Abbildung 7: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von HPT verformten W25Cu bei einem ϵ von links: 256 (γ =433) und rechts: 512 (γ =886) [7]

3 Experimentelle Untersuchungen

Das Kapitel der experimentellen Untersuchungen zeigt alle relevanten Proben und Ergebnisse, welche für die Schlussfolgerung maßgeblich sind. Weitere untersuchte Proben, welche für die Entstehung dieser Arbeit durchgeführt wurden, sind im Abschnitt 5 angeführt.

3.1 Gefügeentwicklung

Um die Texturentwicklung des W20Cu Kompositmaterials durch Hochverformung verstehen zu können, wurden nicht nur verschiedene Verformungsgrade für die Komposite, sondern auch für die einphasigen Reinmetalle erzeugt. Die Mikrostrukturen bei verschiedenen Scherdehnungen wurden im Lichtmikroskop OLYMPUS BX51, vor allem im Rasterelektronenmikroskop SEM LEO 1525 und eine Probe im Transmissionselektronenmikroskop TEM JEOL 2100 F betrachtet.

3.1.1 Mikrostrukturelle Entwicklung von einphasigem Cu und W

Als Ausgangsmaterial für die Versuche mit einphasigen Metallen wurde zu 99,95 % reines sauerstofffreies Kupfer (Cu-OFHC) der Firma Goodfellow verwendet und zu 99,99 % reines Wolfram (W-UHP), welches von der Firma Plansee Group Service GmbH zur Verfügung gestellt wurde. Lichtmikroskopische Aufnahmen des unverformten Ausgangsmaterials ist in Abbildung 8 und in Abbildung 9 zu sehen.



Abbildung 8: Lichtmikroskopische Aufnahme Ausgangsmaterial Cu-OFHC

Abbildung 9: Lichtmikroskopische Aufnahme Ausgangsmaterial W-UHP

In Abbildung 10 ist ein Schnitt durch eine hochverformte Kupferprobe zu sehen. Die Probe wurde mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und 4,5 GPa für 10 Umdrehungen mittels Hochdrucktorsionsverfahren (High Pressure Torsion) tordiert. Sie wurde keiner zusätzlichen Temperatur ausgesetzt, aber hat sich durch die Belastungen von Druck und Torsion während des Deformationsvorganges über Raumtemperatur erwärmt.

Um die Entwicklung der Mikrostruktur zu erkennen, wurden mit dem Rasterelektronenmikroskop mittels Sekundärelektronen (SE) Bilder aufgenommen. Es

wurde ein Abstand von 2 mm über den mittigen Querschnitt der Probe eingehalten. Um einen Überblick von der Probe zu bekommen, beginnen die Aufnahmen von der Mitte der Probe und wandern Richtung größer werdendem Radius, zu sehen in Abbildung 11 bis Abbildung 17.

Die Mikrostruktur der Probe zeigt deutlich, dass bereits ab einem Radius von 2 mm (γ =17) die Sättigungsstruktur mit einer Korngröße von 220 nm eingetreten ist, was relativ gut mit den Veröffentlichungen von Mishra [10] und Schafler [11] übereinstimmt, siehe Abbildung 12 und Abbildung 18.



Abbildung 10: Metallographischer Schliff einer mit 10 Umdrehungen verformten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min



Abbildung 11: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 10 Umdrehungen verformten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min

Abbildung 12: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 17



Abbildung 13: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 14: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 50



Abbildung 15: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 67



Abbildung 16: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 84



Abbildung 17: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 101



Abbildung 18: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen von einer mit 10 Umdrehungen deformierten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 10 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 34, 84.

Abbildung 19 zeigt hochverformtes Wolfram. Da Wolfram ein Refraktärmetall ist und einen hohen Schmelzpunkt aufweist, sowie eine hohe Festigkeit und Härte besitzt, wird eine Verformung durch eine erhöhte Temperatur begünstigt. Die Probe wurde auf eine Temperatur von 400 °C erhitzt und mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und 4,5 GPa für 5,25 Umdrehungen wieder mittels HPT tordiert.

Es wurden wieder mittels Rasterelektronenmikroskop und dem SE Detektor mit einem Abstand von 2 mm über den mittigen Querschnitt der Probe, wie in Abbildung 20 bis Abbildung 27 zu sehen ist, Bilder aufgenommen.

Bei den Mikrostrukturaufnahmen von Wolfram ist eine anfängliche Feinung der Körner zu erkennen. Während der Verformung ist das Gefüge relativ homogen. Hier ist ab einer Scherdehnung von 26 eine Sättigung in der Strukturentwicklung zu erkennen, welches durch das Härteplateau im Kurvenverlauf, wie in Abschnitt 3.2.1 beschrieben, bestätigt wird. Die Festigkeiten im Material können durch den Härtewert abgeschätzt werden (σ =3*HV). Es konnten keine höheren Deformationen erreicht werden, da weitere Stempel der Hochdrucktorsionsmaschine zerstört worden wären oder ein Aufsitzen der Stempel und damit ein Durchrutschen nicht hätte vermieden werden können.

Wie aus Abbildung 28 ersichtlich erreicht man mit 5,25 Umdrehungen am Rand der Probe eine Sättigungskorngröße von 230 nm.



Abbildung 19: Metallographischer Schliff einer mit 5,25 Umdrehungen verformten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C



Abbildung 20: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 5,25 Umdrehungen HPT verformten W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C



Abbildung 21: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 9



Abbildung 22: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem y von 18



Abbildung 23: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 26



Abbildung 24: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 35



Abbildung 25: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 44



Abbildung 26: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 53



Abbildung 27: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 13 mm, dies entspricht einem γ von 57



Abbildung 28: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen von einer mit 5,25 Umdrehungen deformierten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 8 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 18, 35.

3.1.2 Mikrostrukturelle Entwicklung des W20Cu Komposits

Als Ausgangsmaterial für das W20Cu Komposit wurde ein Festkörpermaterial der Firma Plansee Group Service GmbH verwendet. Es besteht aus 80 %wt Wolfram und 20 %wt Kupfer, siehe Abbildung 29.



Abbildung 29: Lichtmikroskopische Aufnahme von unverformten W20Cu

Das Komposit wurde mit verschiedenen Geschwindigkeiten und Umdrehungen mittels Hochdrucktorsionsverfahren verformt. Für die nähere Betrachtung wurden zwei Proben mit jeweils 50 Umdrehungen ausgewählt, die jedoch durch die unterschiedliche Torsionsgeschwindigkeit und dadurch unterschiedlich auftretende Temperaturentwicklungen starke Unterschiede in der Mikrostruktur aufzeigten.

Eine Probe des W20Cu Komposits wurde mit einer Geschwindigkeit von 0,5 Umdrehungen pro Minute tordiert und eine weitere Probe mit 0,07 Umdrehungen pro Minute. In Abbildung 30 sind die metallographischen Schliffe der langsam (slow = 0,07 U/min) und schnell verformten (fast = 0,5 U/min) Probe abgebildet. Die Abbildung 31 bis Abbildung 38 zeigen rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen bei unterschiedlichen Radien, d.h. unterschiedlichen Scherdehnungen γ , der langsam und schnell verformten Proben.

Das W20Cu Komposit, welches für 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 4,5 GPa tordiert wurde, zeigt bei geringer Scherdehnungen eine starke Ähnlichkeit zur Gefügeentwicklung von Sabirov [10]. Durch die hohe Verformungsgeschwindigkeit wurden die Probe und die Stempel erhitzt und sie konnten direkt nach der Verformung nicht berührt werden. Die Verformungstemperatur lag also deutlich über Raumtemperatur, dies sollte bereits Einfluss auf die Gefügeentwicklung haben. Bei kleinen Scherverformungen ist die Gefügeentwicklung der schnell und langsam verformten Probe sehr ähnlich. Bei höheren Dehnungen unterscheiden sie sich jedoch deutlich wie aus Abbildung 34 bis Abbildung 38 klar erkennbar ist.

Bis zu einem y=84 sind bereits deutliche Scherbänder zu sehen und eine daraus folgende lokalisierte Feinung der Wolframpartikel. Es bildet sich eine inhomogene sich durch Mikrostruktur aus. die Wolframteilchen mit einem aroßen Korngrößenunterschied auszeichnet. Der Durchschnitt der Körner, ermittelt durch EBSD Aufnahmen, liegt bei 300 nm. Die Wolframkörner werden bis zu y=168 stark in die Länge gezogen. Ab einer Scherdehnung von 335 sind große Wolframteilchen im 100 nm Bereich quer über die gesamte sehr feine Mikrostruktur verteilt. Die Wolframkörner, welche zwischen diesen größeren Wolframkörnern durch TEM (Transmission Electron Microscopy) Aufnahmen analysiert wurden, liegen in einem Bereich zwischen 16-50 nm, siehe Abbildung 41. Das Kupfer scheint sich in dieser Verbindung bei hohen Belastungsspannungen auf dem Platz, der ihm zur Verfügung steht, auszubreiten, was eine Korngröße bis zu 5 nm bedeuten kann. Diese Korngröße wird dadurch bestätigt, dass mittels EBSD Analyse keine Mikrostruktur mehr aufgenommen werden konnte, siehe Abschnitt 5.2. Das Kompositmaterial kommt in einen Sättigungsbereich ab y=335 und ändert seine Mikrostruktur nicht mehr wesentlich. Diese Beobachtung steht im Gegensatz zu Sabirov, der den Sättigungsbereich erst bei einem ε von 256 (γ =433) sieht.

Das W20Cu Komposit, welches für 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min deformiert wurde, zeigt eine anfänglich ähnliche Mikrostrukturentwicklung auf. Die Verläufe sind bis zu γ =84 durch ihre Scherbandentwicklung und lang gezogenen Körner sehr gut vergleichbar und sie zeigen eine ähnliche lokalisierte Verformung. Bis zu einem γ =335 scheint sich das Gefüge nicht sehr stark zu verformen und die Wolframteilchen bleiben größer. Es scheint als ob die Feinung der Wolframteilchen hier langsamer vor sich geht, dafür jedoch gleich groß brechen, bei circa 800 nm, und so das Gefüge bei einem γ =419 einen Korngrößenunterschied besitzt, der relativ klein und so das Gefüge homogener ist. Auch hier würden TEM Aufnahmen Aufschluss zur tatsächlichen Korngröße geben. Die Resultate der langsam deformierten Probe stimmen nicht überein mit den Erkenntnissen von Sabirov, der auch

hier eine Sättigung bei einem γ =433 gesehen hat. Im Gegensatz zu den hier durchgeführten Untersuchungen, bei denen bei einer Scherdehnung von γ =586 noch immer keine Sättigungsstruktur erreicht wurde.

Die Korngrößenverteilung der Wolframkomponente der beiden W20Cu Komposite mit 50 Umdrehungen sind in der Abbildung 39 und Abbildung 40 zu finden. Die sehr kleinen Wolframteilchen können mit EBSD nicht erfasst werden. Die Diagramme der Korngrößenverteilung der Kupferkomponente für beide Materialien sind in Abschnitt 5.1 angeführt.



Abbildung 30: Metallographischer Schliff einer mit 50 Umdrehungen verformten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min



Abbildung 31: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 50 Umdrehungen HPT verformten W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min



Abbildung 32: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 2mm, dies entspricht einem γ von 84



Abbildung 33: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 4mm, dies entspricht einem γ von 168



Abbildung 34: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 6mm, dies entspricht einem γ von 251



Abbildung 35: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 335



Abbildung 36: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 419



Abbildung 37: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 503



Abbildung 38: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen links: mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei einem Radius von 13mm, dies entspricht einem γ von 545 und rechts: mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min bei einem Radius von 13,5 mm, dies entspricht einem γ von 586



Abbildung 39: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=1.2, 2 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 50, 84.



Abbildung 40: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=1.2, 2 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 50, 84.



Abbildung 41: TEM Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 419 links: high-angle annular dark field; rechts: dark field

3.2 Härtemessung

Die HPT Proben wurden mit der Präzisionstrennmaschine Secotom der Firma Struers in der Mitte getrennt und zur Vorbereitung für die Härtemessung geschliffen und poliert. Mit einer Prüflast von 500 g wurde bei Raumtemperatur im Abstand von 2 mm der Härteverlauf längs über den Querschnitt der Probe gemessen. Bildet sich beim Messverlauf ein Plateau aus, wird angenommen, dass die Mikrostrukturentwicklung in der Sättigung liegt und sich die Körner und Phasen nicht weiter verkleinern. Die gemessenen Härteverläufe sind in den folgenden Abbildungen zu sehen.

3.2.1 Härteprüfung von einphasigem Cu und W

Durch die Hochverformung ergab sich für reines Kupfer ein Härtewert von circa 120HV0,5, welcher sich bereits nach wenigen Umdrehungen einstellt. Um sicher zu gehen, dass sich eine Sättigung eingestellt hat, wurden 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min (hier: "fast"),aufgebracht, siehe Abbildung 42.

Für Wolfram wurden ebenfalls 10 Umdrehungen vorgesehen. Nach mehrmaligen Versuchen eine größere Anzahl an Umdrehungen bei Wolfram zu erreichen und somit die Scherdehnung zu erhöhen, saßen die Stempel der Torsionsdruckmaschine während der Deformation auf oder wurden zerstört. Die Probe tordierte nicht mehr im Inneren der Stempel und blieb stehen. Für reines Wolfram wurde daher nur ein Härtewert von 820HV0,5 erreicht nach 5,25 Umdrehungen und einer Temperatur von 400 °C. Ein Härteverlauf mit einem Spitzenwert von circa 840HV0,5 wurde bei der Probe aus reinem Wolfram mit 6 Umdrehungen und bei einer Temperatur von 450 °C gemessen, welcher ebenfalls in einem Plateau endet und somit im Sättigungsbereich liegt. Laut Faleschini [12] werden 90 % des Endhärtewerts bereits ab einem ε von 5 (y=9) erreicht. Der Härteunterschied der beiden Wolframproben liegt bei etwa 20HV0,5, wobei das Wolfram, welches mit 400 °C erhitzt wurde, den geringeren Härtewert besitzt. Bei Faleschinis Untersuchungen hat sich gezeigt, dass Wolfram bei erhöhter Temperatur sehr anfällig auf Kornvergröberung ist. Das bedeutet, dass die Härte abhängig ist von der Temperatur und dass Proben, welche während der Deformation stärker erhitzt worden sind, eine geringere Härte aufweisen als jene, die weniger erhitzt worden sind.

Festzuhalten ist, dass die zwei Wolframproben eine unterschiedliche Probengeometrie aufweisen. Die Wolfram Probe mit 5,25 Umdrehungen besitzt eine Enddicke von 7,5 mm und die Wolfram Probe mit 6 Umdrehungen, die einzige Probe in der Versuchsreihe dieser Diplomarbeit ist, welche lediglich eine Enddicke von 4,5 mm hat, was bei gleichem Radius zu höheren Spannungen führt, wodurch das Mikrogefüge stärker verformt wurde.



Abbildung 42: Härteverlauf von einer deformierten HPT reinen Kupfer Probe mit 10 Umdrehungen bei RT, einer reinen Wolfram Probe mit 5,25 Umdrehungen bei 400°C und eine mit 6 Umdrehungen bei 450°C mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in einem Bereich der Sättigung

3.2.2 Härteprüfung des W20Cu Komposits

Für das Kompositmaterial bestehend aus 80 %wt Wolfram und 20 %wt Kupfer wurde bei einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min ein Sättigungswert von circa 550HV0,5 erreicht. Nach der Verformung mittels Hochdrucktorsionsmaschine, war die Probe sehr stark erwärmt. Dies beeinflusst, wie in Punkt 3.1.1 beschrieben, die Mikrostruktur und natürlich auch die Härte. Die genaue Temperatur der Probe nach der Deformation wurde nicht bestimmt. Dieser Effekt wurde bereits von Sabirov [6] entdeckt. In seinem Komposit Material bestehend aus 75 %wt Wolfram und 25 %wt Kupfer wurden bei Temperaturen von bis zu 400 °C im Sättigungsgefüge Wolframpartikel von bis zu 100 nm gefunden, welche die hier zu untersuchende Textur beeinflussen könnten.



Abbildung 43: Härteverläufe von W20Cu Proben mit 5, 10, 50 und 122 Umdrehungen, welche mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min (fast) deformiert wurden.

Es wurden daher weitere Härteverläufe von Proben aus W20Cu Kompositmaterial bei einer Deformationsgeschwindigkeit von 0,07 U/min in die Arbeit aufgenommen, hier als "slow" bezeichnet. Trotz wiederholter Versuche konnte der Sättigungsbereich der Probe nicht erreicht werden. Obwohl die schnell deformierte Komposit Probe mit 50 Umdrehungen, vgl. Abbildung 43, bei einem Radius von 9mm (γ=377) bereits deutlich im Sättigungsbereich liegt, konnte kein ähnlicher Härteverlauf bei dem selben Kompositmaterial, jedoch bei geringerer Deformationsgeschwindigkeit, gefunden werden. Der Maximalwert liegt bei circa 490HV0,5, was insofern interessant ist, als es keinen Unterschied ergab, ob die Probe 20, 35 oder 50 Umdrehungen tordierte, siehe Abbildung 44. Während die Probe mit 35 Umdrehungen einen deutlich stärkeren Härteanstieg aufweist als die Probe mit 20 Umdrehungen, was also zu erwarten ist, zeigt die Probe mit 50 Umdrehungen keine wesentliche Änderung mehr.

Trotz der vielen Untersuchungen konnte nicht geklärt werden, warum bei niedrigen Verformungsgeschwindigkeiten der Sättigungszustand nicht erreicht werden konnte. Bei dieser langsamen Umformgeschwindigkeit sollte die Temperaturerhöhung deutlich geringer sein, also ähnlich wie bei den Untersuchungen von Sabirov.



Abbildung 44: Härteverläufe von W20Cu Proben mit 20, 35 und 50 Umdrehungen, welche mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min (slow) deformiert wurden.

3.3 Texturentwicklung

Im Rahmen dieser Diplomarbeit sollte nicht nur die Entwicklung der Textur des W20Cu Kompositmaterials untersucht werden, sondern auch die Möglichkeit Texturen mit verschiedenen Messmethoden aufzunehmen. In dieser Arbeit wurden die Berechnung der Textur über EBSD Daten, die Analyse der Textur über Röntgendiffraktion, mittels Rigaku SmartLab Diffractomer, und die Aufnahme eines Beugungsbildes mittels TEM erprobt.

Um eine Textur mit Hilfe des OIM Data Analysis Programm zu errechnen, mussten EBSD (Electron Backscattering Diffraction) Bilder aufgenommen werden, die üblicherweise als Orientierungskarten, sogenannten inverse Polfiguren 'IPF maps', dargestellt sind. Für die Analyse der Textur mittels Röntgendiffraktion wurde die Software LaboSoft 3.0 verwendet. Die Texturen und auch die Orientierungsdichteverteilungsfunktionen (ODF Orientation Distribution Function) beider Methoden werden anhand der Harmonic Series Expansion [13] berechnet. Alle zur Berechnung benötigten Bilder sind in Abschnitt 5.2 zur Einsichtnahme zu finden. Hierbei war besonders auf die Präparation der Probe zu achten. Da EBSD Aufnahmen sehr oberflächensensitiv sind, wurden die Proben nach dem Schleifen und einer Politur mittels OPS (Oxide Polishing Suspension), einer zusätzlichen Polierung mittels Vibromed unterzogen. Die EBSD Aufnahmen haben ein Auflösungslimit von einer Korngröße von circa 50 nm. Kleinere Körner konnten trotz sorgfältiger Probenpräparation nicht aufgenommen werden. Zur Untersuchung der Proben, wurde eine deformierte HPT Scheibe in der Mitte mit einer Präzisionstrennmaschine getrennt und tangential und radial untersucht. Die hier gezeigten Polfiguren wurden in tangentialer Richtung aufgenommen und mit dem Data Analysis Programm in die

typische radiale Betrachtungsposition für Texturen gedreht, siehe Abbildung 45. Daraus folgt, dass die tangentiale Komponente, also die Scherrichtung parallel zur y-Achse steht und die axiale Richtung auf der x-Achse liegt. Die radiale Komponente entspricht der Normalkomponente in der Bildebene.



Abbildung 45: Festlegung der Achsen für die Texturauswertung

Die Aufnahme einer Textur mittels Röntgendiffraktion bietet sich durch das höhere Auflösungsvermögen für feine Mikrostrukturen an. Die Röntgenstrahlen haben die Eigenschaft einer größeren Eindringtiefe in das Material (circa 2 µm), somit eine bessere statistische Aussagekraft (Aufgenommene Körner > 1000 [13]) und sind vergleichsweise unbeeinflusst von der Oberfläche. Wenn möglich wurde die zu untersuchende Probe aus einem Bereich der Sättigung genommen, welche sich meistens nahe dem Rand und bei hohen Dehnungen befand. Ein kleiner 3x3x3 mm Würfel wurde bei einem Radius von 10 mm mit der Diamantdrahtsäge herausgeschnitten, wie bei den EBSD Aufnahmen geschliffen und mittels OPS und Vibromed zweimal poliert. Der Würfel wurde in radialer Richtung betrachtet, siehe Abbildung 46. Die Ausrichtung der Polfiguren und der ODFs ist, wie in Abbildung 45 gezeigt.



Abbildung 46: Richtungen der Probe [14]

Für das Beugungsbild mit dem TEM wurde eine 3x3 mm rechteckige Scheibe der radialen Fläche des bereits vorhandenen Würfels der W20Cu Probe mit 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 Umdrehungen pro Minute abgeschnitten. Für eine sorgfältige TEM Präparation muss die Probe von seiner ursprünglichen rechteckigen Form abgerundet, auf eine Dicke von 100 µm

dünngeschliffen, die Oberflächen bis auf 80 µm beidseitig poliert, eine Mulde in die Mitte der Probe bis zu einer Dicke von 10 µm gedimpelt und anschließend mit einem Ionenstrahl ein kleines Loch eingebracht werden.

Für die Analyse der Textur mit den verschiedenen Methoden wurden jeweils die gleichen Reflexebenen analysiert. Für das kubisch flächenzentrierte Kupfer sind das die Ebenen {111}, {200}, {220} und {311} und für das kubisch raumzentrierte Wolfram die Ebenen {110}, {200}, {211} und {310}. Die entsprechenden Texturergebnisse sind in den Abbildungen von links oben über rechts oben nach links unten über rechts unten zu sehen.

3.3.1 Textur von einphasigem Cu und W

Die Probe des reinen Kupfers, welche mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min für 10 Umdrehungen tordierte, wurde bei einem Radius von 10 mm von einem bereits eingestellten Sättigungsbereich genommen. Durch den direkten Vergleich der Aufnahmen von EBSD und XRD, vgl. Abbildung 47, ist es deutlich zu erkennen, dass beide Aufnahmen eine Vorzugsorientierung in Richtung A-Faser und B-Faser, die aus den Komponenten A, \overline{A} , A1*, A2* und A, \overline{A} , B, \overline{B} , C besteht, ausbilden, welche typisch für kubisch flächenzentriete Materialien ist, siehe Abbildung 2.

Die Aufnahme der Textur mittels Röntgenstrahlen zeigt tendenziell eine geringere Intensität im Vergleich zur EBSD Analyse. Das lässt darauf schließen, dass die Anzahl der analysierten Körner keinen Einfluss auf die Intensität der Messungen nimmt oder anders gesagt, hinreichend viele Körner mit dem EBSD erfasst werden.



Abbildung 47: Vergleich von Polfiguren aus Aufnahmen von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem γ von 84, Auswertung mittels links: XRD; rechts: EBSD

Die Probe aus reinem Wolfram wurde für 5,25 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und einer Temperatur von 400 °C deformiert. Für Wolfram stellt sich ebenfalls bereits nach geringer Deformation eine Vorzugsorientierung, wie von Beyerlein [8] berichtet wird, ein. In Abbildung 48 ist die Abnahme der Intensität von XRD zu EBSD Aufnahmen noch deutlicher zu erkennen. Die Textur stimmt in den Grundzügen überein und orientiert sich in Richtung der theoretischen Komponenten für krz Materialien F, J, J, E, E und D₁, D₂, E und E, siehe Abbildung 2.



Abbildung 48: Vergleich von Polfiguren aus Aufnahmen von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, Auswertung mittels links: γ =44 XRD; rechts: γ =35 EBSD

3.3.2 Textur des W20Cu Komposits

Für das Kompositmaterial wurden verschiedene Proben miteinander verglichen. Hier sei nur ein Beispiel angeführt. Alle weiteren Texturen sind in Abschnitt 5.3 zu finden.

Das Kompositmaterial W20Cu mit 5 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min zeigt bei einer Analyse für Wolfram in der {110} und {310} Ebene eine leichte Ähnlichkeit zwischen der XRD und EBSD Aufnahme, jedoch für die {200} und {211} Ebene geht die Texturähnlichkeit verloren, siehe Abbildung 49. Es konnte keine XRD Textur für das Kupfer im Kompositmaterial aufgenommen werden, da bei der Theta/2-Theta Analyse zur Findung der Reflexionsebenen des Komposits die Peaks für Kupfer zu klein waren. Die Hauptursache für die starke Schwächung der Cu Peaks ist, dass der Röntgenstrahl durch das Wolfram zum Teil absorbiert wurde. Lediglich der {111} Peak war deutlich zu erkennen. Jedoch werden mindestens 3 Reflexionsebenen benötigt, um die Textur eines Materials mittels XRD und der LaboSoft Software aufnehmen zu können. Alle weiteren Texturmessungen mit Röntgenstrahlen wurden daher ausschließlich für Wolfram durchgeführt. Die rote Kurve in Abbildung 50 zeigt den Theta/2-Theta Verlauf des W20Cu mit 5 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und der graue Verlauf zeigt die Reflektionspeaks des reinen Kupfers.



Abbildung 49: Vergleich von Polfiguren aus Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, Auswertung mittels links: γ =42 XRD; rechts: γ =34 EBSD



Abbildung 50: Theta/2-Theta Beugungsaufnahme für W20Cu 0,5 U/min und 5 Umdrehungen bei γ=42, rote Kurve: W20Cu Komposit mit 5 Umdrehungen und einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, graue Kurve: Cu mit 10 Umdrehungen und einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min

Weiters wurde untersucht, wie sich bei einem W20Cu Komposit die Textur mit steigender äguivalenten Dehnung entwickelt, siehe Abbildung 51. Die folgenden Untersuchungen wurden mittels EBSD Analyse aufgenommen. Das Kupfer ist nach geringer Verformung bereits in einem Sättigungsgefüge und bildet seine ersten drei Reflexionsebenen, {111}, {200} und {220}, aus. Da die Mikrostruktur von reinem Wolfram ebenfalls nach geringer Scherdehnung bereits in einer Sättigungsstruktur vorliegt, ist auch die Kornorientierung über die verschiedene Scherdehnungen konstant. Für das Kompositmaterial scheint die Textur für eine Scherdehnung von 34 weder für die Kupfer- noch für die Wolframphase vorherrschend zu sein. Jedoch stellt sich für die Wolframphase des Komposits bei schneller Verformung bei einem y=50 für die {110} Ebene eine dominante Vorzugorientierung ein. Dieses Verhalten konnte durch die Analyse des Kompositmaterials bei langsamer Verformung nicht bestätigt werden. Bei einem y=84 kann keine typische krz Textur erkannt werden. Für eine genauere Betrachtung wurde die Textur in Form von Orientierungsdichteverteilungsfunktionen (ODF - Orientation Distribution Function) geplottet. Diese bestätigen, dass sich keine Textur dominant in diesem Kompositmaterial durchsetzt. Zusätzliche Orientierungsdichteverteilungen, die diese Schlussfolgerung untermauern stehen im Abschnitt 5.4 zur Einsichtnahme zur Verfügung.



Abbildung 51: Übersicht der Polfiguren aus EBSD Aufnahmen bei verschiedener Scherung analysiert für die Kupfer- und die Wolframkomponente. Die Zahl über den Polfiguren gibt die Scherdehnung an, am Fuß der Spalte wird die untersuchte Probe angegeben.

Um zu sehen, ob sich die Textur durch eine Fragmentierung der Wolframteilchen verändert, wurden Texturen in Bereichen gleicher Dehnung aufgenommen, bei welcher die Wolfram Körner noch ungebrochen waren und Bereiche, die durch die lokale Scherbandbildung bereits fragmentiert wurden. Es ist in Abbildung 52 zu sehen, dass die Textur erhalten bleibt. Eine mögliche Erklärung ist, dass das Programm Orientierungsunterschiede innerhalb eines Teilchens bereits als neues Korn identifiziert hat und die Größe eines noch nicht fragmentierten Teilchens unterschätzt wurde. Im Abschnitt 5.3 ist ein weiteres Beispiel einer W20Cu Probe mit 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 Umdrehungen pro Minute zu sehen.



Abbildung 52: Vergleich von Polfiguren aus EBSD Aufnahmen von ganzen und gebrochenen W-Teilchen des W20Cu Komposits mit 5 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ=34; oben: Kupfer; unten: Wolfram; links: gebrochen; rechts: ganz

Das Kompositmaterial W20Cu 50U fast wurde aufgrund der mittels EBSD nicht erfassbaren kleinen Wolfram- und Kupferpartikeln im TEM betrachtet. Die Vermutung ein ähnliches Beugungsbild wie Ekiz [3] zu sehen, der Beugungsbilder mittels TEM von Cu-Nb Komposite aufnahm, bewahrheitete sich nicht. Das Gefüge des Cu-Nb Komposits bildete eine parallel lamellare Mikrostruktur während der ARB Deformation aus, was zu deutlichen Intensitätsunterschieden innerhalb eines Beugungsringes führt. Das Beugungsbild der Probenfläche orthogonal zur radialen Richtung des W20Cu mit 50 Umdrehungen und einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, in Abbildung 53 zu sehen, zeigt keinen eindeutigen Intensitätsunterschied entlang einem der Beugungsringe. Auch der Vergleich von verschiedenen Kippwinkel brachte keine Änderung. Die dazugehörige TEM Aufnahme des SED-Patterns wurde bereits kurz im Abschnitt 2.1 besprochen und ist in Abbildung 41 zu sehen. Es wird vermutet, da bei der Hochdrucktorsionsverformung die Scherbewegungen in verschiedenen Richtungen möglich sind und dadurch die geschwungene langgezogene lamellare Anordnung der **Kupferpartikel** Verformungen Wolframund bei hohen entsteht. die Beugungsintensitätsunterschiede der TEM Untersuchung nicht in Erscheinung treten können.


Abbildung 53: Beugungsbild W20Cu 50U fast γ=419

Eine weitere Möglichkeit der Texturbetrachtung, welche sehr gerne in der Fachliteratur verwendet wird, ist die Orientierungsdichteverteilungsfunktion (ODF - Orientation Distribution Function). Diese hat den Vorteil, dass bei der Betrachtungsweise einer der 3 Eulerwinkel konstant gehalten wird und man jeweils nur 2 veränderliche Winkel aufzeichnet.

In Abbildung 54 und Abbildung 55 ist ein Vergleich von Orientierungsdichteverteilungsfunktionen zu sehen.

Die oberste Reihe zeigt eine ODF einer reinen Cu Probe mit 10 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 Umdrehungen pro Minute. Diese hat eine Intensitätsverteilung die typisch für kubisch flächenzentrierte Materialien ist, siehe Abbildung 3. Es zeigen sich, wie auch in der Literatur beschrieben [8], für einen konstanten Winkel Phi2=0° Peaks für die A-Faser und bei Phi2=45° Peaks für die B-Faser, welche mit dem reinen Kupfer mit 10 Umdrehungen sehr gut in Übereinstimmung ist. Betrachtet man nun die Kupferkörner der Komposite W20Cu mit 5 Umdrehungen, in der mittleren Reihe, und 20 Umdrehungen, unterste Reihe, sehen die Intensitäten sehr schwach ausgeprägt oder verschoben aus. Im Fall der W20Cu Probe mit 20 Umdrehungen ist der Peak bei Phi2=0° für die A2* Komponente verschwunden, sowie auch die A1* Komponente für das W20Cu Komposit mit 5 Umdrehungen. Es scheint, dass die W20Cu 5 Umdrehungen Probe für den Phi2=45° Winkel eine ähnliche Verteilung aufweist wie das reine Kupfer mit 10 Umdrehungen. Jedoch bei dem Komposit mit 20 Umdrehungen die Intensitäten wiederum verschoben, relativ schwach oder nicht ausgebildet sind.

Die ODF Intensitäten für kubisch raumzentrierte Materialien unterscheiden sich von denen der kubisch flächenzentrierten, siehe Abbildung 4. Für reines Wolfram mit 6

Umdrehungen, oberste Reihe, sind die Intensitäten stark ausgebildet und liegen in Übereinstimmung mit den theoretischen Fasern [15]. Betrachtet man nun die Wolframkörner der W20Cu Komposite, so erkennt man lediglich bei der W20Cu Probe mit 5 Umdrehungen eine Ähnlichkeit mit dem reinen Wolfram. Bis auf eine sehr leicht in die Breite gezogene schwache Übereinstimmung für Phi2=45° erscheinen keine weiteren Peaks verglichen mit den theoretischen Daten des reinen Wolframs.



Abbildung 54: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von HPT verformten Cu und W20Cu Proben, oben: reines Cu mit 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, Mitte W20Cu 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und unten: W20Cu 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem γ von 34; links: φ2=0° rechts: φ2=45



Abbildung 55: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W und W20Cu Proben oben: reines W mit 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, Mitte W20Cu 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und unten: W20Cu 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem γ von 34; links: $\varphi 2=0^\circ$ rechts: $\varphi 2=45$

Ein weitere Untersuchung wurde unternommen, um einen Vergleich der ODF Daten aus EBSD Aufnahmen und XRD Messungen zu erhalten, siehe Abbildung 56. Es sei hier nur ein deutliches Beispiel erwähnt, welches zeigt, dass sich die ODF Messung mittels XRD sehr schwierig erweist. Die Peaks der reinen Wolfram Probe mit 5,25 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, wirken etwas in die Breite gezogen und deren Intensitäten sind sehr schwach. Es ist keine deutliche Textur zu erkennen.



Abbildung 56: Vergleich von ODFs aus EBSD und XRD Aufnahmen von HPT verformten W mit 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, oben: bei einem γ von 35; aus EBSD Aufnahmen, unten: aus XRD Messungen bei einem γ von 44; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45

3.3.3 Ergebnisse und Ausblick

Anhand der Versuche können folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

- Durch einen direkten Vergleich der Aufnahmen von EBSD und XRD ist für einphasiges Cu und W deutlich eine vergleichbare Textur zu erkennen.
- Die Aufnahme der Textur mittels Röntgenstrahlen zeigt tendenziell eine geringere Intensität im Vergleich zur EBSD Analyse.
- Weder in den Polfiguren noch für ODFs setzt sich eine Textur dominant in dem Kompositmaterial durch.
- Der Vergleich von gebrochenen und ungebrochenen Mikrostrukturbereichen von Wolfram Körnern zeigt, dass die Textur erhalten bleibt.
- TEM Untersuchungen an höchstverformten W20Cu Komposite zeigen keine eindeutigen Intensitätsunterschiede entlang eines Beugungsringes. Auch der Vergleich von verschiedenen Kippwinkeln brachte keine Änderung.
- Die ODF Analysen mittels EBSD Aufnahmen zeigen f
 ür HPT verformtes kfz Kupfer und krz Wolfram eine Verteilung auf, wie in der Literatur beschrieben. Bei dem Komposit verschieben sich die Intensit
 äten, treten nur schwach in Erscheinung oder werden nicht ausgebildet.
- Bei ODF Analysen mittels Röntgendiffraktion werden die Peaks der Reinmetalle und des Kompositmaterials in die Breite gezogen und deren Intensitäten nur sehr schwach reflektiert. Es ist keine deutliche Textur zu erkennen.

Um weitere Schritte zur Untersuchung der Textur zu unternehmen, wären zur EBSD Analyse unterstützende TEM Aufnahmen des Kompositmaterials hilfreich. Um auch jene Körner einer Sättigungsstruktur untersuchen zu können, die eine Korngröße besitzen, die sich unter 50 nm befindet. Auch Synchrotron Untersuchungen würden tiefere Einblicke in die Texturbetrachtung bringen und das Absorptionsproblem der Röntgendiffraktion lösen.

4 Schlussfolgerung

In der vorliegenden Diplomarbeit wurden reines Kupfer, reines Wolfram und das Komposit aus beiden auf ihre Texturentwicklung unter steigender äquivalenten Dehnung untersucht. Hierzu wurden Proben mit der High Pressure Torsion Hochverformungsmethode hergestellt und die Eigenschaften durch Variation der Verformungsgeschwindigkeit und der daraus resultierenden Temperatur, während des Verformungsprozesses, eingestellt.

Für die Untersuchung der Proben wurden drei verschiedene Methoden angewandt. Texturen wurden durch die Auswertung der Aufnahmen mit EBSD (Electron Backscattering Diffraction), der Analyse mit Röntgenstrahlen und der Aufnahme von einem Beugungsbild mittels TEM (Transmission Electron Microscopy) erstellt.

Der Vergleich der Textur von EBSD und Röntgenstrahlen von reinem Kupfer und reinem Wolfram stimmen mit den idealen Komponenten der Schertextur überein, obwohl es einen Verlust der Intensität der Maxima bei der Röntgenauswertung gibt. Für das Kompositmaterial bei hohen Verformungen zeigt nur die Reflexionsebene {110} und {310}, analysiert für Wolfram, eine Ähnlichkeit zwischen den zwei Analysemethoden. Die Ebenen {200} und {211} zeigen keine Übereinstimmung. Es war keine Texturanalyse der Kupferkomponente im Kompositmaterial möglich, da die Reflexionsintensitäten der Theta/2-Theta Aufnahme für Kupfer zu gering waren.

Die Texturkomponenten, Wolfram und Kupfer, des Kompositmaterials, welche mittels EBSD aufgenommen wurden, bilden im Bereich von geringen äquivalenten Dehnungen eine schwache Textur, die auch bei zunehmender Dehnung schwach bleibt. Wolfram bestimmt den Fragmentierungsprozess während der Deformation. Wenn sich die Mikrostruktur des Kupfers bereits mit einer Korngröße von 5-20 nm in Sättigung befindet, verformen sich größeren Wolframteilchen noch immer.

Um festzustellen, ob sich die Textur eines Korns im Komposit vor und nach der Fragmentierung verändert, wurden Positionen gleicher Dehnung mittels EBSD aufgenommen. Bereiche von ungebrochenen und gebrochenen Teilchen wurden separat analysiert. Es wurde festgestellt, dass sich die Textur nicht ändert.

5 Anhang

In Kapitel 5.1 sind weitere Gefügebilder und Korngrößenverteilungen gezeigt, welche im Zuge dieser Arbeit erstellt wurden.

In Kapitel 5.2 sind alle EBSD Bilder zu sehen, welche für die Erstellung der Polfiguren und der Orientierungsdichteverteilungsfunktionen notwendig waren.

In Kapitel 5.3 sind weitere Polfiguren aus EBSD und XRD Aufnahmen zu sehen.

In Kapitel 5.4 sind weitere Orientierungsdichteverteilungsfunktionen aus EBSD und XRD Aufnahmen zu finden.

In Kapitel 5.5 ist die Anzahl der Körner der verschiedenen EBSD Aufnahmen tabelliert.

5.1 Gefüge

Abbildung 58 bis Abbildung 61 zeigen die Gefügeentwicklung von der Mitte bis zum Rand des Probenquerschnitts von reinem Wolfram. Es wurde bei 450 °C für 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min hochverformt und auch für diese Wolframprobe hat sich ein Sättigungsgefüge ausgebildet. Die maximale Korngröße beläuft sich auf circa 250 nm. In Abbildung 62 ist die Korngröße für Wolfram für verschiedene Scherdehnungen aufgezeigt.



Abbildung 57: Metallographischer Schliff einer mit 6 Umdrehungen verformten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C



Abbildung 58: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 6 Umdrehungen HPT verformten W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C



Abbildung 59: SE Aufnahme von HPT verformten W, 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C, bei einem Radius von 7 mm, dies entspricht einem γ von 59



Abbildung 60: SE Aufnahme von HPT verformten W, 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C, bei einem Radius von 11 mm, dies entspricht einem γ von 92



Abbildung 61: SE Aufnahme von HPT verformten W, 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0, 5 U/min bei 450°C, bei einem Radius von 15 mm, dies entspricht einem γ von 126



Abbildung 62: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen von einer mit 6 Umdrehungen deformierten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 7, 11, 15 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 34, 59, 92, 126

Abbildung 64 bis Abbildung 71 zeigen die Gefügeentwicklung von der Mitte bis zum Rand des Probenquerschnitts von einer W20Cu Probe 5 Umdrehungen des Kompositmaterials mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min verformt. In den Abbildung 72 bis Abbildung 73 ist die Korngröße für Kupfer und Wolfram für verschiedene Scherdehnungen aufgezeigt.



Abbildung 63: Metallographischer Schliff einer mit 5 Umdrehungen verformten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min



Abbildung 64: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 5 Umdrehungen HPT verformten W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min



Abbildung 65: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 8





Abbildung 66: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 17

Abbildung 67: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 25



Abbildung 68: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 69: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 42





Abbildung 70: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 50

Abbildung 71: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 13,5 mm, dies entspricht einem γ von 57



Abbildung 72: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 5 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 12 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 17, 50



Abbildung 73: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 5 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 12 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 17, 50

Abbildung 75 bis einschließlich Abbildung 82 zeigen die Gefügeentwicklung von der Mitte bis zum Rand des Probenquerschnitts von einer W20Cu Probe nach 20 Umdrehungen umgeformt mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min. Die Abbildung 83 bis Abbildung 84 ist die Korngröße für Kupfer und Wolfram für verschiedene Scherdehnungen aufgezeigt.



Abbildung 74: Metallographischer Schliff einer mit 20 Umdrehungen verformten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min (slow)



Abbildung 75: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 20 Umdrehungen HPT verformten W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min



Abbildung 76: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem y von 34



Abbildung 77: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 67



Abbildung 78: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 101



Abbildung 79: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 134



Abbildung 80: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 168



SE Aufnahme von HPT Cu, 20 Umdrehungen mit ligkeit von 0,07 U/min, bei



Abbildung 81: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 201

Abbildung 82: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 13,5 mm, dies entspricht einem γ von 226



Abbildung 83: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 20 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=2, 4, 5, 6, 8 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 34, 67, 84, 101, 134



Abbildung 84: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 20 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=2, 4, 5, 6, 8 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 34, 67, 84, 101, 134

In Abbildung 85 und Abbildung 86 ist die Korngröße für Kupfer und Wolfram für verschiedene Scherdehnungen einer W20Cu Probe mit 50 Umdrehungen, die mit einer Geschwindigkeit von 0,5U/min tordiert wurde, aufgezeigt.



Abbildung 85: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=1.2, 2 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 50, 84



Abbildung 86: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=1.2, 2 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 50, 84

5.2 EBSD

In diesem Abschnitt sind alle EBSD Aufnahmen angeführt, welche für die Korngrößenund die Texturberechnungen verwendet wurden.

Abbildung 87 bis Abbildung 89 zeigen die EBSD Aufnahmen bei verschiedenen Scherdehnungen von reinem Cu, welche für 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min tordiert wurde.

Abbildung 90 bis Abbildung 92 und Abbildung 93 bis Abbildung 97 zeigen die EBSD Aufnahmen von reinem Wolfram mit 5,25 und 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min und unterschiedlichen Temperaturen und Scherdehnungen.

Alle EBSD Aufnahmen für das Kompositmaterial mit 5, 20, und 50 Umdrehungen mit Geschwindigkeiten von 0,5 und 0,07 U/min sind in Abbildung 98 bis Abbildung 131 für verschiedene Scherdehnungen gezeigt.

Die Details zu den Verformungsparametern sind den Bildunterschriften zu entnehmen.

5.2.1 EBSD Aufnahmen von einer mit 10 Umdrehungen deformierten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 87: EBSD Cu 10U fast nahe dem Zentrum



Abbildung 88: EBSD Cu 10U fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 89: EBSD Cu 10U fast bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 84

5.2.2 EBSD Aufnahmen von einer mit 5,25 Umdrehungen deformierten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400 °C in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 90: EBSD W 5,25U 400°C fast nahe dem Zentrum



Abbildung 91: EBSD W 5,25U 400°C fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 18



Abbildung 92: EBSD W 5,25U 400°C fast bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 35

5.2.3 EBSD Aufnahmen von einer mit 6 Umdrehungen deformierten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450 °C in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 93: EBSD W 6U 450°C fast nahe dem Zentrum



Abbildung 94: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 95: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 7, dies entspricht einem γ von 59



Abbildung 96: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 11, dies entspricht einem γ von 92



Abbildung 97: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 15, dies entspricht einem γ von 126

5.2.4 EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 5 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 98: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum



Abbildung 99: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 17



Abbildung 100: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 8mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 101: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ=50

5.2.5 EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 5 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 102: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum



Abbildung 103: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 17



Abbildung 104: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 105: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ=50

5.2.6 EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 20 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 106: EBSD W20Cu 20U slow nahe dem Zentrum



Abbildung 107: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 108: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 67



Abbildung 109: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 5 mm, dies entspricht einem γ von 84



Abbildung 110: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 101



Abbildung 111: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 134

5.2.7 EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 20 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 112: EBSD W20Cu 20U slow nahe dem Zentrum



Abbildung 113: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 34



Abbildung 114: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem y von 67



Abbildung 115: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 5 mm, dies entspricht einem γ von 84



Abbildung 116: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 101



Abbildung 117: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 134

5.2.8 EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 118: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum



Abbildung 119: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 1,2 mm, dies entspricht einem γ von 50



Abbildung 120: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 84



Abbildung 121: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 419

5.2.9 EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 122: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum



Abbildung 123: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 1,2 mm, dies entspricht einem γ von 50



Abbildung 124: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 84



Abbildung 125: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 419

5.2.10 EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 126: EBSD W20Cu 50U slow nahe dem Zentrum



Abbildung 127: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 1,2mm, dies entspricht einem γ von 50



Abbildung 128: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 2mm, dies entspricht einem γ von 84

5.2.11 EBSD Aufnahmen der W-Körner von einer mit 50 Umdrehungen deformierten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum



Abbildung 129: EBSD W20Cu 50U slow nahe dem Zentrum



Abbildung 130: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 1,2 mm, dies entspricht einem γ von 50



Abbildung 131: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 84

5.3 Polfiguren

Abbildung 132 bis Abbildung 134 zeigen weitere Beispiele des Vergleichs von XRD und EBSD Aufnahmen der hochverformten W20Cu Proben. Die Details zu den Verformungsparametern ist den Bildunterschriften zu entziehen.



Abbildung 132: Vergleich von Polfiguren aus Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, links: γ=168 XRD; rechts: γ=134 EBSD



Abbildung 133: Vergleich von Polfiguren aus Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, links: γ =419 XRD; rechts: γ =50 EBSD



Abbildung 134: Vergleich von Polfiguren aus Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, links: γ=419 XRD; rechts: γ=84 EBSD

In Abbildung 135 ist ein weiteres Beispiel für die Texturerhaltung, ausgewertet aus EBSD Aufnahmen, von ganzen und gebrochenen Körnern zu sehen.



Abbildung 135: Vergleich von Polfiguren aus EBSD Aufnahmen von ganzen und gebrochenen W-Teilchen des W20Cu Komposits mit 20 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ=67; oben: Kupfer; unten: Wolfram; links: gebrochen; rechts: ganz

Abbildung 136 und Abbildung 137 zeigen einen Überblick der wichtigsten Polfiguren für die Kupfer- und für die Wolframkomponente analysiert.



Abbildung 136: Übersicht der Polfiguren aus EBSD Aufnahmen bei verschiedener Scherung analysiert für die Kupferkomponente. Die Zahl über den Polfiguren gibt die Dehnung an, am Fuß der Spalte wird die untersuchte Probe angegeben.



Abbildung 137: Übersicht der Polfiguren aus EBSD Aufnahmen bei verschiedener Scherung analysiert für die Wolframkomponente. Die Zahl über den Polfiguren gibt die Dehnung an, am Fuß der Spalte wird die untersuchte Probe angegeben.

5.4 Orientierungsdichte-Verteilungsfunktionen

In Abbildung 138 bis Abbildung 148 werden die ODFs aus EBSD Aufnahmen für Cuund W-Körner von HPT verformten Rein- und Kompositmaterialien für verschiedene Radien, sprich Scherdehnungen, verglichen.

In Abbildung 149 und Abbildung 150 werden die ODFs aus den XRD Messungen für Cu- und W-Körner von HPT verformten Rein- und Kompositmaterialien für verschiedene Scherdehnungen verglichen. Die Details zu den Verformungsparametern sind den Bildunterschriften zu entziehen.



Abbildung 138: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 0, 4, 10 mm, dies entspricht einem γ von 0, 34, 84 von oben nach unten; links: φ2=0° rechts: φ2=45°



Abbildung 139: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 0, 4, 8 mm, dies entspricht einem γ von 0, 18, 35 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Abbildung 140: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen von HPT verformten W, 6 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C, bei einem Radius von 0, 4, 7, 11, 15 mm, dies entspricht einem γ von 0, 34, 59, 92, 126 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Ф (0.0°-180.0°)

Abbildung 141: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 0, 4, 8, 12 mm, dies entspricht einem γ von 0, 17, 34, 50 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Abbildung 142: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 0, 4, 8, 12 mm, dies entspricht einem γ von 0, 17, 34, 50 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Abbildung 143: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 0, 2, 4, 5, 6, 8 mm, dies entspricht einem γ von 0, 34, 67, 84, 101, 134 von oben nach unten; links: $\varphi 2=0^{\circ}$ rechts: $\varphi 2=45^{\circ}$



Abbildung 144: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 0, 2, 4, 5, 6, 8 mm, dies entspricht einem γ von 0, 34, 67, 84, 101, 134 von oben nach unten; links: $\varphi 2=0^{\circ}$ rechts: $\varphi 2=45^{\circ}$



Abbildung 145: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 0, 1.2, 2 mm, dies entspricht einem γ von 0, 50, 84 von oben nach unten; links: $\varphi 2=0^{\circ}$ rechts: $\varphi 2=45^{\circ}$



⊕ (0.0°-180.0°)

Abbildung 146: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 0, 1.2, 2 mm, dies entspricht einem γ von 0, 50, 84 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Abbildung 147: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der Cu-Körner von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 0, 1.2, 2 mm, dies entspricht einem γ von 0, 50, 84 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Abbildung 148: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen der W-Körner von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 0, 1.2, 2 mm, dies entspricht einem γ von 0, 50, 84 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°


Abbildung 149: Vergleich von ODFs aus XRD Messungen der Cu-Körner von HPT verformten oben: Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 84, unten: W20Cu 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10mm dies entspricht einem γ von 419; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°



Abbildung 150: Vergleich von ODFs aus XRD Messungen der W-Körner von HPT verformten oben: W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C, bei einem Radius von 10mm, dies entspricht einem γ von 44, 2.Reihe: W20Cu 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm dies entspricht einem γ von 42, 3.Reihe: W20Cu 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 10 mm dies entspricht einem γ von 168, 4.Reihe: W20Cu 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm dies entspricht einem γ von 168, 4.Reihe: W20Cu 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm dies entspricht einem γ von 419, unten: W20Cu 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 10 mm dies entspricht einem γ von 419

5.5 Anzahl der Körner

50URT w	≥	923			1592	1978		
gW20Cu slo	Cu	1382			2491	2090		
>		0			50	84		
50URT st	8	518			2671	5107		
gW20Cu fa	Cu	389			1259	1525		
>		0			50	84		
1 20URT >w	×	505		7650	4580	10275	2655	4388
gW20Cu slo	Cu	1782		5782	3643	5570	1222	1900
							—	
>		0		34	67	84	10	134
u 5URT Y	>	080	1379	4328 34	3114 67	84	10.	134
gW20Cu 5URT fast	Cu W	2794 980 0	1195 1379	2404 4328 34	1028 3114 67	84	10.	134
y gW20Cu 5URT y fast	Cu	0 2794 980 0	17 1195 1379	34 2404 4328 34	50 1028 3114 67	84	10	134
gW 6U y gW20Cu 5URT y fast	W Cu W	611 0 2794 980 0	17 1195 1379	10210 34 2404 4328 34	2877 50 1028 3114 67	2550	3919 10	134
gW 5,25U gW 6U γ gW20Cu 5URT γ fast	M M Cu	388 611 0 2794 980 0	1474 17 1195 1379	1603 10210 34 2404 4328 34	2877 50 1028 3114 67	2550	3919	134
γ 5,25U gW 6U γ fast γ fast γ	M Cu M	0 388 611 0 2794 980 0	18 1474 17 1195 1379	35 1603 10210 34 2404 4328 34	59 2877 50 1028 3114 67	92 2550 84	126 3919 10	134
gCu 10URT γ 5,25U fast γ gW20Cu 5URT γ fast fast	Cu M Cu M	452 0 388 611 0 2794 980 0	18 1474 17 1195 1379	3743 35 1603 10210 34 2404 4328 34	59 2877 50 1028 3114 67	1559 92 2550 84	126 3919 10	134

Tabelle 1: Übersicht der Anzahl von Körner aus EBSD Aufnahmen bei verschiedener Scherung analysiert für die Kupfer- und Wolframkomponente.

W20Cu 5URT fast			W20Cu 20URT slow				
brock	en	whole	;	brocken		whole	
Cu	W	Cu	W	Cu	W	Cu	W
4544	9534	706	1360	1228	2794	521	1604

Tabelle 2: Übersicht der Anzahl von Körner aus EBSD Aufnahmen für die Kupfer- und Wolframkomponente für ganze und gebrochene Körner.

6 Literaturverzeichnis

- [1] Pippan, R., Hohenwarter, A., Scheriau, S. and Bachmaier, A. (2010), Nanokristalline Metalle. Neue Werkstoffe aus plastischer Hochverformung. Physik in unserer Zeit, 41: 23–29. doi: 10.1002/piuz.201001215Sadf
- [2] Hafok, M., & Pippan, R. (2008). High-pressure torsion applied to nickel single crystals. *Philosophical Magazine*, *88*(12), 1857-1877
- [3] Ekiz, E. H., Lach, T. G., Averback, R. S., Mara, N. A., Beyerlein, I. J., Pouryazdan, M., ... & Bellon, P. (2014). Microstructural evolution of nanolayered Cu–Nb composites subjected to high-pressure torsion. *Acta materialia*, 72, 178-191.
- [4] Subramanian, P.R. and Laughlin, D.E. Cu-W phase diagram. http://www.himikatus.ru/art/phase-diagr1/Cu-W.php
- [5] Edwards, D., Sabirov, I., Sigle, W., & Pippan, R. (2012). Microstructure and thermostability of a W–Cu nanocomposite produced via high-pressure torsion. *Philosophical Magazine*, *92*(33), 4151-4166.
- [6] Sabirov, I., & Pippan, R. (2007). Characterization of tungsten fragmentation in a W–25% Cu composite after high-pressure torsion. *Materials Characterization*, 58(10), 848-853.
- [7] Sabirov, I., & Pippan, R. (2005). Formation of a W–25% Cu nanocomposite during high pressure torsion. *Scripta materialia*, *52*(12), 1293-1298.
- [8] Beyerlein, I. J., & Tóth, L. S. (2009). Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Materials Science*, *54*(4), 427-510.
- [9] Spieß, L., Teichert, G., Schwarzer, R., Behnken, H. & Genzel, C. (2009). Moderne röntgenbeugung: röntgendiffraktometrie für materialwissenschaftler, physiker und chemiker. Springer-Verlag.
- [10] Mishra, A., Kad, B. K., Gregori, F., & Meyers, M. A. (2007). Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis. *Acta Materialia*, 55(1), 13-28.
- [11] Schafler, E., & Kerber, M. B. (2007). Microstructural investigation of the annealing behaviour of high-pressure torsion (HPT) deformed copper. *Materials Science and Engineering: A*, 462(1), 139-143.
- [12] Faleschini, M., (2006) Severe Plastic Deformation of Tungsten Alloys and its Influence on Fracture Behaviour, Dissertation an der Universität Leoben.
- [13] Randle, V., & Engler, O. (2000). *Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping*. CRC Press.
- [14] Valiev, R.Z., (2009) Properties and processing of nanocrystalline materials. Quarterly report. Technical report, Ufa State Aviation Technical University, Institute for Physics of Advanced Materials.
- [15] Hildenbrand, A., Tóth, L. S., Molinari, A., Baczynski, J., & Jonas, J. J. (1999). Self-consistent polycrystal modelling of dynamic recrystallization during the shear deformation of a Ti IF steel. Acta materialia, 47(2), 447-460.

7 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Hochverformungsmethoden; links: ECAP [8]; Mitte: ARB [1]; rechts: HPT [8]2
Abbildung 2: Textur nach Scherdeformation von links: kubisch flächenzentriert und rechts: kubisch raumzentriert [8]
Abbildung 3: Texturkomponenten der ODF für Scherverformung in kfz [15]4
Abbildung 4: Texturkomponenten der ODF für Scherverformung in krz [15]4
Abbildung 5: Phasendiagramm Cu-W [4]6
Abbildung 6: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von HPT verformten W25Cu bei einem ϵ von links: 4 (γ =7) und rechts: 64 (γ =111) [7]6
Abbildung 7: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von HPT verformten W25Cu bei einem ϵ von links: 256 (γ =433) und rechts: 512 (γ =886) [7]7
Abbildung 8: Lichtmikroskopische Aufnahme Ausgangsmaterial Cu-OFHC
Abbildung 9: Lichtmikroskopische Aufnahme Ausgangsmaterial W-UHP
Abbildung 10: Metallographischer Schliff einer mit 10 Umdrehungen verformten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min9
Abbildung 11: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 10 Umdrehungen verformten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min9
Abbildung 12: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 179
Abbildung 13: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 34
Abbildung 14: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 50
Abbildung 15: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 67
Abbildung 16: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 84
Abbildung 17: SE Aufnahme von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 101
Abbildung 18: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen von einer mit 10 Umdrehungen deformierten HPT Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 10 mm, dies entspricht einer

Abbildung 19: Metallographischer Schliff einer mit 5,25 Umdrehungen verformten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C12 Abbildung 20: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 5.25 Umdrehungen HPT verformten W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C12 Abbildung 21: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem Abbildung 22: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem Abbildung 23: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem Abbildung 24: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 3513 Abbildung 25: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem Abbildung 26: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 5313 Abbildung 27: SE Aufnahme von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 13 mm, dies entspricht einem Abbildung 28: Korngrößenverteilung aus EBSD Aufnahmen von einer mit 5,25 Umdrehungen deformierten HPT W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C in unterschiedlichen Abständen vom Zentrum, nahe dem Zentrum und bei r=4, 8 mm, dies entspricht einer Scherung von 0, 18, 35.14 Abbildung 29: Lichtmikroskopische Aufnahme von unverformten W20Cu14 Abbildung 30: Metallographischer Schliff einer mit 50 Umdrehungen verformten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min......16 Abbildung 31: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 50 Umdrehungen HPT verformten Abbildung 32: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 2mm, dies entspricht einem v von 8417 Abbildung 33: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 50 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von links: 0,5 U/min und rechts: 0,07 U/min, bei einem Radius von 4mm, dies entspricht einem y von 16817

Abbildung 46: Richtungen der Probe [14].....25

Abbildung 50: Theta/2-Theta Beugungsaufnahme für W20Cu 0,5 U/min und 5 Umdrehungen bei γ =42, rote Kurve: W20Cu Komposit mit 5 Umdrehungen und einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, graue Kurve: Cu mit 10 Umdrehungen und einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min.....28

Abbildung 53: Beugungsbild W20Cu 50U fast γ=41931

Abbildung 58: SE Aufnahme nahe dem Zentrum einer mit 6 Umdrehungen HPT verformten W Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 450°C......37

Abbildung 65: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 8 39

Abbildung 67: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 25

Abbildung 68: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer

Abbildung 69: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 42

Abbildung 70: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 50

Abbildung 71: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 5 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 13,5 mm, dies entspricht einem γ von 57......40

Abbildung 74: Metallographischer Schliff einer mit 20 Umdrehungen verformten HPT W20Cu Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min (slow)......41

Abbildung 76: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 34

Abbildung 77: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 67

Abbildung 78: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 101

Abbildung 79: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 134

Abbildung 81: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ von 201......43

Abbildung 82: SE Aufnahme von HPT verformten W20Cu, 20 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,07 U/min, bei einem Radius von 13,5 mm, dies entspricht einem γ von 226......43

Abbildung 88: EBSD Cu 10U fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 34

Abbildung 89: EBSD Cu 10U fast bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 84 47
Abbildung 90: EBSD W 5,25U 400°C fast nahe dem Zentrum
Abbildung 91: EBSD W 5,25U 400°C fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 1848
Abbildung 92: EBSD W 5,25U 400°C fast bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 3548
Abbildung 93: EBSD W 6U 450°C fast nahe dem Zentrum
Abbildung 94: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 3449
Abbildung 95: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 7, dies entspricht einem γ von 59 49
Abbildung 96: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 11, dies entspricht einem γ von 9249
Abbildung 97: EBSD W 6U 450°C fast bei einem Radius von 15, dies entspricht einem γ von 12649
Abbildung 98: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum
Abbildung 99: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 1750
Abbildung 100: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 8mm, dies entspricht einem γ von 3450
Abbildung 101: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ =50
Abbildung 102: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum
Abbildung 103: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 1751
Abbildung 104: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 3451
Abbildung 105: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 12 mm, dies entspricht einem γ =50
Abbildung 106: EBSD W20Cu 20U slow nahe dem Zentrum
Abbildung 107: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 34
Abbildung 108: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 6752
Abbildung 109: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 5 mm, dies entspricht einem γ von 84
Abbildung 110: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 10152

Abbildung 111: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 134
Abbildung 112: EBSD W20Cu 20U slow nahe dem Zentrum53
Abbildung 113: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 34
Abbildung 114: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 4 mm, dies entspricht einem γ von 6753
Abbildung 115: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 5 mm, dies entspricht einem γ von 8453
Abbildung 116: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 6 mm, dies entspricht einem γ von 10153
Abbildung 117: EBSD W20Cu 20U slow bei einem Radius von 8 mm, dies entspricht einem γ von 13453
Abbildung 118: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum
Abbildung 119: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 1,2 mm, dies entspricht einem γ von 5054
Abbildung 120: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 8454
Abbildung 121: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 419
Abbildung 122: EBSD W20Cu 5U fast nahe dem Zentrum
Abbildung 123: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 1,2 mm, dies entspricht einem γ von 50
Abbildung 124: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 8455
Abbildung 125: EBSD W20Cu 5U fast bei einem Radius von 10 mm, dies entspricht einem γ von 419
Abbildung 126: EBSD W20Cu 50U slow nahe dem Zentrum
Abbildung 127: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 1,2mm, dies entspricht einem γ von 5056
Abbildung 128: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 2mm, dies entspricht einem γ von 84
Abbildung 129: EBSD W20Cu 50U slow nahe dem Zentrum
Abbildung 130: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 1,2 mm, dies entspricht einem γ von 50
Abbildung 131: EBSD W20Cu 50U slow bei einem Radius von 2 mm, dies entspricht einem γ von 8457

Abbildung 138: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen von HPT verformten Cu, 10 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min, bei einem Radius von 0, 4, 10 mm, dies entspricht einem γ von 0, 34, 84 von oben nach unten; links: $\varphi 2=0^{\circ}$ rechts: $\varphi 2=45^{\circ}$ 62

Abbildung 139: Vergleich von ODFs aus EBSD Aufnahmen von HPT verformten W, 5,25 Umdrehungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 U/min bei 400°C, bei einem Radius von 0, 4, 8 mm, dies entspricht einem γ von 0, 18, 35 von oben nach unten; links: φ 2=0° rechts: φ 2=45°

8 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Übersicht der Anzahl von Körner aus EBSD Aufnahmen bei verschieden	er Scherung
analysiert für die Kupfer- und Wolframkomponente	68
Tabelle 2: Übersicht der Anzahl von Körner aus EBSD Aufnahmen für die Wolframkomponente für ganze und gebrochene Körner.	Kupfer- und 69