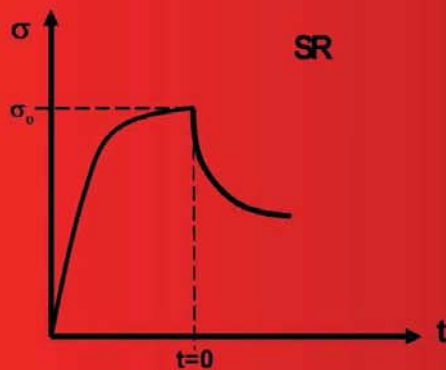
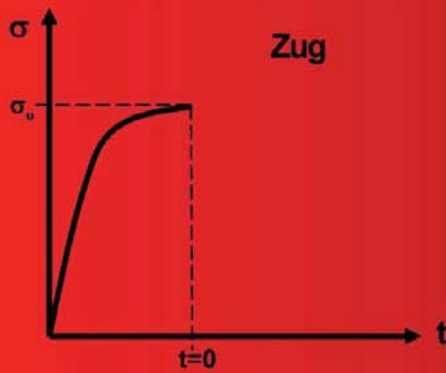
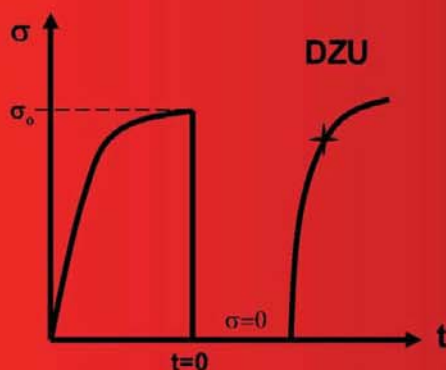
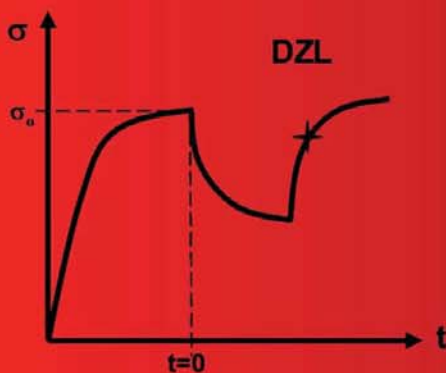




Experimentelle Ermittlung und Modellierung von spannungsabhängiger Erholung in Aluminiumlegierungen

Sheila Marie Gloßner



Cuvillier Verlag Göttingen
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag



Experimentelle Ermittlung und Modellierung von spannungsabhängiger Erholung in Aluminiumlegierungen





Experimentelle Ermittlung und Modellierung von spannungsabhängiger Erholung in Aluminiumlegierungen

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

Zur Erlangung des akademischen Grades einer

Doktorin der Ingenieurwissenschaften

genehmigte Dissertation

vorgelegt von **Dipl.-Ing.**

Sheila Marie Gloßner

aus Moers

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

PD Dr. rer. nat. Volker Mohles

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Gerhard Hirt

Tag der mündlichen Prüfung: 13. Juni 2012



Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2013

Zugl.: (RWTH) Aachen, Univ., Diss., 2012

978-3-95404-327-9

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2013

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2013

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-95404-327-9



Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Motivation.....	1
2	Ver- und Entfestigung.....	3
2.1	Plastische Verformung durch Versetzungsinduzierung und -bewegung.....	4
2.2	Entfestigungsprozess Erholung.....	8
2.3	Modelle zur Beschreibung des Fließverhaltens.....	19
2.3.1	Empirisch-phänomenologische Modelle.....	19
2.3.2	Physikalisch basiertes Verfestigungsmodell 3IVM+.....	20
2.3.3	Erholungsmodelle.....	24
2.4	Zielsetzung.....	25
3	Experimentelle Arbeiten	26
3.1	Präparation	26
3.1.1	AA3103	26
3.1.2	Reinaluminium 99,99%.....	29
3.2	Experimenteller Aufbau	31
3.3	Angewandte Versuchsmethoden: SR, DZL, DZU	32
3.3.1	Spannungsrelaxationsversuch	33
3.3.2	Doppelzugversuche.....	33
3.4	Evaluierung.....	34
3.4.1	Spannungsrelaxationsversuch	34
3.4.2	Doppelzugversuch.....	34
3.4.3	Reproduzierbarkeit der Messungen.....	36
3.4.4	Verfeinerte DZ-Evaluierung.....	38
3.5	Experimentelle Parametervariationen.....	40
3.5.1	Fall 1: $T = konst.$	40
3.5.2	Fall 2: $\varepsilon_D = konst.$	41
3.5.3	Fall 3: $S = konst.$	42
3.6	Ergänzende Untersuchungen	44
3.6.1	Bestimmung des Elastizitätsmoduls.....	44
3.6.2	Bestimmung der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit.....	45



3.6.3	Bestimmung des chemischen Spannungsanteils.....	46
3.6.4	Bestimmung des Lösungsgehalts.....	48
3.6.5	Bestimmung der Subkorngröße	51
3.6.6	Thermische Behandlung von Kaltband	53
3.6.7	Thermische Behandlung von Kaltband unter mechanischer Spannung	56
4	Experimentelle Untersuchung der Erholung	62
4.1	Wiederbelastungskurven als Indiz für Erholung.....	62
4.2	Spannungsevolution während SR, DZL und DZU	66
4.3	Entwicklung der Entfestigung.....	67
4.4	Mikrostruktur- und Mikrochemieentwicklung.....	70
4.4.1	Mikrochemie	70
4.4.2	Mikrostrukturelle Untersuchungen	71
5	Modellentwicklung	75
5.1	Erholungskinetik nach Kuhlmann-Wilsdorf	75
5.1.1	Einfluss einer externen Spannung.....	77
5.2	Evaluierung der SR-Kurven nach Fischer.....	77
5.2.1	Einzelauswertung nach Fischer und dessen Optimierung.....	79
5.3	Versetzungsdichte basiertes Erholungsmodell.....	81
5.3.1	Evolution der Dipolversetzungen ρ_{dip}	84
5.3.2	Evolution der geometrisch notwendigen Versetzungen ρ_{GND}	85
5.3.3	Evolution der mobilen Versetzungen ρ_{mob}	86
5.3.4	Spannungsentwicklung von DZU- und DZL-Versuchen	87
5.4	Modelloptionen zur Fitoptimierung	88
6	Modellvalidierung	90
6.1	Evaluierung der Erholungskinetik nach Kuhlmann-Wilsdorf	90
6.1.1	AA3103, $\varepsilon_0 = \text{konst.}$	90
6.1.2	AA3103, $S = \text{konst.}$	92
6.1.3	Reinaluminium, $S = \text{konst.}$	96
6.1.4	AA3103, 71% kaltgewalzt	97
6.1.5	Einfluss der Mikrostruktur und -chemie auf die Modelle	98
6.1.6	AA3103, $T = \text{konst.}$	100
6.2	Modifizierter Ansatz nach Kuhlmann	101
6.2.1	AA3103, $S = \text{konst.}$	101



6.3	Evaluierung der Erholungskinetik nach Fischer mittels SR-Versuche.....	105
6.3.1	Auswertung nach Fischer mittels vier Parametern α , β , E_m und m	106
6.3.2	Auswertung nach Fischer mittels der Parameter E_m und m	107
6.3.3	Auswertung nach Fischer mittels der Parameter α und β	108
6.3.4	Optimierung des Ansatzes nach Fischer	109
6.4	Erholungsmodell.....	115
6.4.1	AA3103, $S = \text{konst.}$	115
6.4.2	AA3103, $\varepsilon_0 = \text{konst.}$	121
6.4.3	AA3103, bei konstantem T	123
6.4.4	Vorschläge zur Modelloptimierung	124
7	Einsatzgebiete	126
7.1	Zukünftige Einsatzgebiete.....	126
7.2	Vorschläge zur Kombination mit dem Modell 3IVM+	127
7.3	Zukünftige experimentelle Arbeiten.....	129
8	Zusammenfassung	130
9	Literaturverzeichnis	133



Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen	Erklärung
BN	Blechnormale
DZ	Doppelzugversuch
DZL	Doppel-Zugversuch mit Last = SR-Versuch mit Wiederbelastung
DZLoW	Doppel-Zugversuch mit Last ohne Wiederbelastung
DZU	Doppel-Zugversuch unbelastet
DZUoW	Doppel-Zugversuch unbelastet ohne Wiederbelastung
EBSD	„Electron Back Scatter Diffraction“
IMM	Institut für Metallkunde und Metallphysik
KB	Kaltgewalztes Bandmaterial
Kfz	kubisch flächenzentriert
QR	Querrichtung
RC	Erholung
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
RX	Rekristallisation
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
SR	Spannungsrelaxationsversuch
WR	Walzrichtung
Z	Zugversuch
3IVM+	3 Interne Variable Modell plus
Symbol	Erklärung

a	Abstand zweier Atome auf der Gleitebene
a_{Fac}	Faktor
α	Erholungskonstante
α_{G}	Geometriefaktor
α^*	Konstante



b	Burgersvektor
β	Erholungskonstante
C	Konstante
d	mittlere Korngröße
d_{dip}	Dipolabstand
d_{Kletter}	Kletterabstand
d_{sub}	mittlere Subkorngröße
E_m	Elastizitätsmodul
E_s	Elastizitätsmodul des Systems Probe und Maschine
E_{Fac}	Elastizitäts-Faktor
ε_{el}	elastische Dehnung
ε_{G}	Gesamtdehnung
ε_{pl}	plastische Dehnung
$\varepsilon_{\text{therm}}$	thermische Dehnung
ε_w	wahre Dehnung
ε_0	Dehnung beim Zeitpunkt $t = 0$
$\dot{\varepsilon}$	Dehngeschwindigkeit
f_i	Volumenbruchteil im Zellinneren
f_m	Faktor der mobilen Versetzungsdichte
f_w	Volumenbruchteil in der Zellwand
F	Kraft
F_{Wand}	Strukturfaktor
G	Aktivierungsenthalpie
G_m	Schubmodul
G_{rv}	Aktivierungsenthalpie für Erholungsprozesse
γ	Abscherung
$\dot{\gamma}$	Abgleitgeschwindigkeit
H_v	Mikrohärte nach Vickers
h	Verfestigungsrate
k_B	Boltzmann-Konstante
K	Konstante
k_h	Hollomon-Konstante
k_V	Voce-Konstante



L	Länge der Gleitebene
L_V	mittlere freie Weglänge der Versetzungen
λ	Abstand zwischen Hindernissen
m	Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit
m_H	Hollomon-Konstante
m_L	Ludwik-Konstante
m_S	Schmidfaktor
M	Taylorfaktor
$\overline{M}$	mittlere Taylorfaktor
n	Versetzungsanzahl
n_G	Anzahl der aktiven Gleitsysteme
ν	Frequenz
ν_D	Debye-Frequenz
ν_0	Anregungs- bzw. Anlauffrequenz
r	Erholungsrate
R	Entfestigungsrate
ρ	Versetzungsdichte
ρ_{dip}	Dichte der Dipolversetzungen
ρ_{GND}	Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen
ρ_i	Dichte der Versetzungen im Zellinneren
ρ_{mob}	Dichte der mobilen Versetzungen
ρ_t	Gesamtversetzungsdichte
ρ_W	Dichte der Versetzungen in der Zellwand
Q_0	Aktivierungsenergie
Q_{gleit}	Aktivierungsenergie für Gleitprozesse
Q_{quer}	Aktivierungsenergie für Quergleitprozesse
Q_{rv}	Aktivierungsenergie für Erholung
θ	Verfestigungskoeffizient
s	Linienelement
S	Struktur
S_{Fac}	Faktor zur Unterscheidung von DZU und DZL
$\dot{S}$	zeitliche Änderung der Strukturvariablen



σ	Fließspannung
σ_0	Fließspannung zum Zeitpunkt $t = 0$
σ_{atherm}	athermischer Spannungsanteil
σ_{chem}	chemischer Spannungsanteil
σ_{ext}	extern anliegende Spannung
σ_{RT}	Streckgrenze bei Raumtemperatur
σ_{S}	Sättigungsspannung
σ_{t}	Gesamtspannung
σ_{Taylor}	Taylorspannung
σ_{y}	Streckgrenze
$\bar{\sigma}_{\text{y}}$	korrigierte Streckgrenze
t	Zeit
t_{g}	Zeit für das Versetzungsgleiten
t_{min}	minimaler Zeitschritt
t_{max}	maximaler Zeitschritt
t_{w}	Wartezeit der Versetzungen vor einem Hindernis
T	Temperatur
T_{rv}	Temperatur während der Erholung
T_{Verf}	Temperatur während der Verformung
τ	Schubspannung
τ_{Atherm}	athermischer Spannungsanteil
τ_{chem}	Spannung gegeben durch Fremdatomgehalt und Partikel
τ_{eff}	effektive Spannung
τ_{ext}	extern anliegende Spannung
τ_{int}	Spannung im Zellinneren
τ_{LR}	langreichweitige Spannungen
τ_{sol}	Spannungsanteil durch den Lösungsanteil der Fremdatome
$\tau_{\text{sol,rel}}$	Effektivitätsfaktor der Spannung
τ_{Taylor}	Taylorspannung
τ_{w}	Spannung in der Zellwand
τ_{OK}	Spannungsanteil bei OK der thermischen Hindernisse in Form von gelösten Fremdatomen



v	Versetzungsgeschwindigkeit
v_{dip}	Klettergeschwindigkeit der Dipole
v_{gleit}	mittlere Gleitgeschwindigkeit der mobilen Versetzungen
v_{kletter}	Klettergeschwindigkeit
V	Aktivierungsvolumen
V_{gl}	Aktivierungsvolumen für Gleitprozesse
V_{quer}	Aktivierungsvolumen für das Quergleiten
V_{rv}	Aktivierungsvolumen für Erholungsprozesse

1 Einleitung

1.1 Motivation

Der weite Einsatzbereich metallischer Werkstoffe ist bedingt durch ihre vielfältigen Eigenschaften, wie z.B. eine hohe Verformbarkeit und hohe Festigkeit. Die physikalische Ursache für die guten Umformeigenschaften ist weitestgehend die Induzierung und Bewegung eindimensionaler Kristallbaufehler „Versetzungen“, denn in großen Bereichen mechanischer Spannung und Temperatur ist die Versetzungsbewegung der entscheidende Verformungsmechanismus in Metallen. Mittels thermomechanischer Behandlungen lassen sich hohe Umformgrade durch den Wechsel von Ver- und Entfestigung – also Zunahme und Abbau der Versetzungen – im Material erzielen. Das Verständnis über den Einfluss von Temperatur, Dehngeschwindigkeit und aktueller Mikrostruktur auf das Ver- und Entfestigungsverhalten ist demnach von großem wissenschaftlichem Interesse, da dies die wesentlichen Kriterien für die Auswahl der Herstellungsverfahren und die Anwendung metallischer Werkstoffe bestimmt.

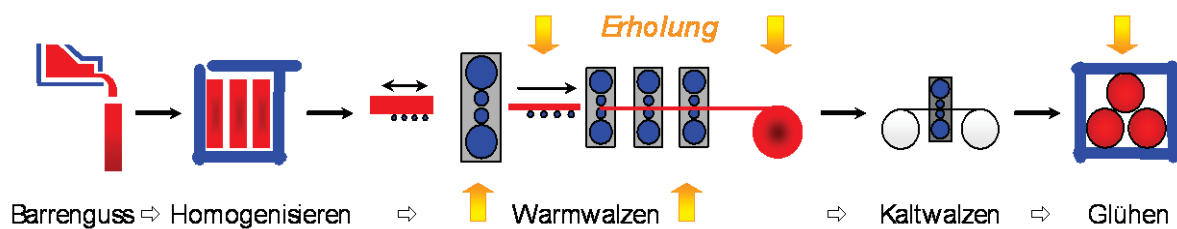


Abbildung 1-1: Schematische Darstellung der Aluminium Bandfertigung mit Kennzeichnung der Prozessschritte, die durch Erholungsprozesse beeinflusst werden [Engler 2002].

In der vorliegenden Arbeit wird der Entfestigungsprozess Erholung und dessen Kinetik behandelt. Der Prozess der Erholung ist definiert als die Annihilation und Umordnung der Versetzungen. Erholungsprozesse treten insbesondere in Materialien mit hoher Stapelfehlerenergie auf, wie z.B. Aluminium. Während der industriellen Fertigung von Aluminium-Walzprodukten können Erholungsprozesse einen starken Einfluss auf die treibende Kraft für konkurrierende Entfestigungsprozesse haben, wie die primäre, statische Rekristallisation, aber auch auf das Verfestigungsverhalten (Abbildung 1-1). Dies kann somit zu einer starken Beeinflussung der Materialeigenschaften führen, die schlussendlich maßgeblich für das Erzeugnis und dessen Einsatzgebiet sind. Aus diesem Grund sind die Analyse der Entfestigungsprozesse und die Bestimmung ihrer Kinetik unerlässlich. Heutzutage tritt ebenso die geschlossene Modellierung der Prozesskette für die Vorhersage und Optimierung der Materialeigenschaften immer weiter in den Vordergrund, um umfangreiche und aufwendige Versuchsreihen in der industriellen Fertigung zu vermeiden. Deshalb ist eine akkurate Modellierung aller auftretenden Prozesse notwendig, um eine verlässliche Vorhersage der Eigenschaften zu gewährleisten.



Im experimentellen Teil dieser Arbeit werden verschiedene Versuchsdurchführungen und ihre Eignung zur Bestimmung der Erholungskinetik diskutiert. Eine häufig bis heute eingesetzte Standardmethode ist die Glühbehandlung eines vorverformten Materials mit anschließender experimenteller Ermittlung der Festigkeit. Dies können zum einen Glühbehandlungen eines kalt gewalzten Materials mit anschließender Härtemessung [Masing 1950, Michalak 1961, Tietz 1962, Lytton 1965, Barioz 1992, Nes 1995, Verdier 1998, Verdier 1999, Martinez 2004, Vandermeer 2008] oder Doppel-Stauch-/Zugversuche sein [Wilber 1968, Kwon 1990, Fernández 1999, Li 1996, Sun 1997, Yanagida 2008]. Diese Standardmethoden sind jedoch aufgrund der erforderlichen Versuchswiederholungen und diverser Messproblematiken sehr arbeits- und somit auch kostenintensiv. Deshalb ist das Ziel des aktuellen Forschungsvorhabens die Etablierung einer geeigneten Methode zur Bestimmung der Erholungskinetik. Dazu werden Spannungsrelaxationsexperimente (SR) eingeführt. Der Vorteil dieser Methode ist die kontinuierliche Messung der zeitlichen Spannungsentwicklung für einen bestimmten Zustand. Es bedarf keiner aufwendigen Versuchswiederholungen. Obwohl diese Messmethode seit vielen Jahren bekannt und vielfach untersucht worden ist, wurde sie jedoch bis heute nur selten gezielt für die Untersuchung der Erholung eingesetzt [Bradley 1976, Hart 1967, Hart 1970, Lee 1971, Hart 1973, Ilchner 1973, Hausselt 1975, Blum 1976, Hausselt 1976, Jakobsen 2009, Pantleon 2009, Smith 2007]. Aus diesem Grund war es notwendig, für die Verifizierung der Spannungsrelaxationsversuche (SR) zusätzlich eine bereits zur Bestimmung des Entfestigungsverhaltens erfolgreich eingesetzte Standardmethode – Doppelzugversuche (DZ) – anzuwenden [Wilber 1968, Kwon 1990, Fernández 1999, Li 1996, Sun 1997, Yanagida 2008]. Dabei werden erstmals im direkten Vergleich zwei Arten an Doppelzugversuchen durchgeführt: Doppelzugversuche unbelastet (DZU) und die Doppelzugversuche mit Last (DZL). Die ermittelten Spannungszeit-Verläufe der drei angewandten Methoden SR, DZL und DZU werden miteinander verglichen und diskutiert. Weiterhin ermöglichen die erzielten Ergebnisse eine Diskussion über die ablaufenden physikalischen Prozesse und deren Parameter, wie z.B. Aktivierungsenergien. Die Aktivierungsparameter sollen letztendlich Aufschluss über die dominierenden Prozesse während der Erholung geben.

Mittels der vorliegenden experimentellen Ergebnisse war ein weiteres Ziel der Arbeit ein Modell zu entwickeln, das eine präzise Vorhersage der Spannungsentwicklung während der Erholung ermöglicht. Es werden die Überprüfung vorhandener Modelle und die Entwicklung und Validierung eines neuen Versetzungsdichte-basierten Erholungsmodells vorgestellt. Dieses Modell soll zur Beschreibung der auftretenden Erholungsprozesse und insbesondere deren Spannungsabhängigkeit dienen [Roters 1999, Goerdeler 2007, Gurla 2007, Mohles 2008, Brüggemann 2009]. Die Validierung der Modelle erfolgt mittels der experimentellen Ergebnisse der drei Versuchsmethoden. Dabei sollen die Mechanismen, die Gesetzmäßigkeiten, die während spannungsfreier und spannungsunterstützter Erholungsprozesse herrschen, und deren Abbildung diskutiert werden. Schlussendlich besteht die Möglichkeit die gewonnenen Erkenntnisse zur Optimierung des bereits vorhandenen physikalischen, versetzungsbasierten Verfestigungsmodells 3IVM+ zu verwenden.



2 Ver- und Entfestigung

Die gute Verformbarkeit metallischer Werkstoffe ermöglicht einen weiten Einsatz in verschiedenen Bereichen. Die Umformung kann dabei von verschiedenen Prozessen wie Diffusion, mechanische Zwillingsbildung, Korngrenzengleitung oder kristallographische Gleitung getragen werden, welche einen irreversiblen Materialtransport zur Folge haben. Der dominierende Prozess beeinflusst die Materialeigenschaften. Somit ist das Verständnis des Verformungsverhaltens und der ablaufenden Mechanismen von großer wissenschaftlicher Bedeutung. In großen Bereichen der Spannung und Temperatur wird die Verformung hauptsächlich durch kristallographische Gleitung getragen, d.h. durch die Induzierung und Bewegung eindimensionaler Kristallbaufehler, den Versetzungen.

Zur Erzielung hoher Umformgrade werden oftmals thermomechanische Behandlungen durchgeführt. Diese haben ein Wechselspiel der Verfestigungs- und Entfestigungsvorgänge im Material zur Folge. Allgemein lässt sich sagen, dass insbesondere zwei Entfestigungsprozesse große Bedeutung haben: Erholung und primäre, statische Rekristallisation. Die treibende Kraft für beide Prozesse ist der Abbau der gespeicherten Energie des verformten Zustandes. Aus diesem Grund konkurrieren die beiden Entfestigungsprozesse Erholung und primäre, statische Rekristallisation miteinander. Erholungsprozesse können die treibende Kraft für die Rekristallisation stark reduzieren und diese somit verzögern bzw. sogar verhindern [Gottstein 2006]. Gleichmaßen sind jedoch Erholungsprozesse für die Keimbildung bei der Rekristallisation unabdingbar. Daraus resultiert, dass die beiden Prozesse zugleich auftreten können und ihre Unterscheidung in diesem Übergangsbereich erschwert ist. Beide Entfestigungsprozesse können sowohl während (dynamisch) als auch im Anschluss (statisch) an die Verformung eine entscheidende Rolle spielen.

In den folgenden Kapiteln wird sowohl auf die Verfestigung, explizit durch Induzierung und Bewegung der Versetzungen, als auch auf den Entfestigungsprozess Erholung, der durch die Annihilation und Umordnung der Versetzungen gesteuert wird, detailliert eingegangen. Anschließend werden Modelle zur Beschreibung des Ver- und Entfestigungsverhaltens zellbildender Metalle wie Aluminium vorgestellt.