

Definition eines geometrischen Korngrenzenwiderstandes
zur Quantifizierung der kristallographischen Fehlpassung
benachbarter Kornorientierungen

Dissertation

zur Erlangung des Grades des Doktors der Ingenieurwissenschaften der
Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III Chemie, Pharmazie, Bio-
und Werkstoffwissenschaften der Universität des Saarlandes

von Dipl.-Phys. Alain Franz Knorr

Saarbrücken, 2014

Tag des Kolloquiums: 29. Juli 2014

Dekan: Prof. Dr. Volkhard Helms

Berichterstatter: Prof. Dr. Horst Vehoff
Prof. Dr. Frank Mücklich

Vorsitz: Prof. Dr. Rolf Hempelmann

Akad. Mitarbeiter: Dr. Frank Aubertin

Saarbrücker Reihe

Materialwissenschaft und Werkstofftechnik

Band 42

Definition eines geometrischen Korngrenzenwiderstandes zur Quantifizierung der kristallographischen Fehlpassung benachbarter Kornorientierungen

Alain Franz Knorr

Herausgeber:

Prof. Dr. rer. nat. Horst Vehoff

Prof. Dr. Eduard Arzt
Prof. Dr.-Ing. Dirk Bähre
Prof. Dr.-Ing. Christian Boller
Prof. Dr. rer. nat. Ralf Busch
Prof. Dr.-Ing. Stefan Diebels
Prof. Dr.-Ing. Hans-Georg Herrmann
Prof. Dr. Christian Motz
Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich
Prof. Dr. rer. nat. Martin Müser
Prof. Dr. rer. nat. Wulff Possart

Shaker Verlag

Aachen 2014

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.

Zugl.: Saarbrücken, Univ., Diss., 2014

Copyright Shaker Verlag 2014

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-3170-6

ISSN 1860-8493

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Kurzfassung

Die Arbeit setzt sich mit der Frage auseinander, wie der Begriff der Fehl- bzw. Mißorientierung zwischen zwei Körnern, durch einen neuen Parameter ersetzt werden kann, der die geometrische Kopplung der benachbarten Gleitsysteme erfassen soll, wie sie durch die räumliche Lage der Korngrenzfläche bedingt werden. Dieser Parameter, die geometrische Gleitsystempassung, soll im Sinne der allgemeinen, für Gleitsystemprozesse zu beobachtende Hinderniswirkung einer Korngrenze, deren Widerstandswirkung bezüglich eben diesem Barriere-Effekt quantitativ zum Ausdruck bringen.

Da mit der klassischen Angabe der Fehlorientierung lediglich eine Einteilung in Kleinwinkel- und Großwinkelkorngrenze möglich ist, können Gleittransferprozesse bei „vermeintlich“ stark mißorientierten Körnern mit diesem Konzept nicht beschrieben werden. Tatsächlich lassen sich jedoch solche Konfigurationen experimentell beobachten, bei denen – abhängig von der lokalen Orientierung der Korngrenze – sich zwei benachbarte Gleitsysteme in guter Übereinstimmung auf der Korngrenze(ebene) treffen und somit die geometrischen Bedingungen erfüllen, um einen Transfer von Gleitung (Transmission von Versetzungen) zu ermöglichen. Dieser Effekt wird durch das in dieser Arbeit entwickelte **STRONG**-Konzept (*Slip Transfer Resistance Of Neighboring Grains*) beschrieben, indem der so definierte Gleit-Transfer-Widerstand der Korngrenze umso kleiner ausfällt, je besser sich die geometrische Gleitsystempassung auf der Korngrenze darstellt.

Abstract

Topic of the thesis is the definition of a geometric grain boundary resistance quantifying the crystallographic misorientation between neighboring grains. Main question is how to substitute the common term of misorientation through a concept of geometric mismatch between the interacting slip systems from both grains including the corresponding grain boundary plane. A new definition of such a mismatch parameter is supposed to describe the blocking effect of the grain boundary in a better way than the usual misorientation it does.

Since the misorientation traditionally solely affords a classification in low angle and high angle grain boundaries (unremarkable the actual position of the grain boundary) or even an identification of a CSL Σ relation that is why actual slip transfer processes at high angle boundaries cannot be described sufficiently in this concept. But there are such configurations with explicit grain boundary conditions in which selected neighboring slip systems can encounter each other on the boundary plane in a geometric well-fitting manner in spite of the predetermined large crystallographic misorientation. To quantify this geometric match or contrariwise mismatch a mathematic method was developed, the so called **STRONG** concept (*Slip Transfer Resistance Of Neighboring Grains*), which maintains a parameter – the grain boundary resistance – describing the barrier effect for dislocation transmission through the boundary dependent of its three dimensional layer.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	iv
Abstract	v
Inhaltsverzeichnis	vi
Abbildungsverzeichnis	viii
Tabellenverzeichnis	xv
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	xvi
Danksagung	xix
1 Einleitung	1
2 Grundlagen und Stand der Forschung	7
2.1 Grain Boundary Engineering (GBE)	7
2.2 Die Korngrenze	9
2.3 Die Kornorientierung.....	12
2.4 Die Missorientierung zweier Körner	16
2.4.1 CSL- Σ -Beziehungen	20
2.5 Die Gleitsystemcharakteristik	23
2.6 Die Korngrenzenorientierung	26
2.7 Der Einfluss der Korngrenze	28
2.8 Das LRB-Konzept	32
2.8.1 Betrachtung der Inkompatibilitätsspannungen	35
2.8.2 Betrachtung des energetischen Aspekts	37
2.8.3 Das MLRB-Konzept.....	39
2.9 Gleit-Transfer-Prozesse	42
2.9.1 Rissinitiiierung an der Korngrenze	43
2.9.2 Rissausbreitung über Korngrenzen.....	47
2.9.3 Berücksichtigung der Korngrenzenlage	51
3 Zielsetzung	55
4 Die <i>STRONG</i>-Methode	60
4.1 Erfassung der Gleitsystemkopplungen	64
4.2 Darstellung der Kopplungsmatrix	68
4.3 Berücksichtigung der Korngrenzenorientierung	70

4.4	Berücksichtigung der Schmidfaktor-Kopplung.....	72
4.5	Reduktion auf die ε -Abhängigkeit.....	75
4.6	Zusammenfassung des Anwendungsprinzips.....	78
5	Ergebnisse	81
5.1	Gleitlinientransmission im statischen Zugversuch.....	81
5.1.1	Einzelfallbetrachtung: Blockade und Transfer.....	86
5.1.2	Fehlpassungs-Map des Gesamtgefüges.....	89
5.2	Gleitsystemkopplung bei Zwillingskorngrenzen.....	95
5.2.1	Fall 1: Quergleitung (Cross slip).....	97
5.2.2	Fall 2: Gleitung parallel zur Zwillingsebene.....	99
5.2.3	Fall 3: Gleitungsinkompatibilität in der Zwillingskorngrenze.....	100
5.2.4	Klassifizierung der Zwillingskorngrenzen.....	104
5.3	Transmissions-/Blockierungswirkung in Abhängigkeit der Korngrenzenorientierung.....	110
6	Diskussion.....	119
6.1	Fehlpassung bei teilweiser oder vollständiger Unkenntnis der Korngrenzenorientierung.....	119
6.1.1	Unkenntnis des Tiefenverlaufs der Korngrenze.....	119
6.1.2	Unkenntnis beider Parameter.....	126
6.2	Definition der fundamentalen Passung.....	127
6.3	Versetzungsmechanismen und Schädigung im Spezialfall der Zwillingskorngrenzen.....	134
6.4	Riss-Transfer in Abhängigkeit der Korngrenzenlage.....	140
6.4.1	Der kontinuierliche Riss-Transfer.....	140
6.4.2	Der diskontinuierliche Riss-Transfer.....	141
6.4.3	Einfluss des Restburgersvektors.....	143
7	Zusammenfassung und Ausblick	146
7.1	Zusammenfassung.....	146
7.2	Ausblick.....	149
	Anhang: Probenherstellung, Präparation und Charakterisierung.....	151
	Literaturverzeichnis	154
	Lebenslauf:	159
	Erklärung	160

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1-1: Alltagsexperiment – Biegung einer Büroklammer	1
Abb. 1-2: Eisenbahnunfall auf der Dee-Brücke 1847 [Lewi04]	2
Abb. 1-3: Rissinitiierung an einer Zwillingsgrenze in Kupfer, beobachtet im Seitenschliff [Veho04]	3
Abb. 1-4: Rissinitiierung an einer Pore in einer Nickelbasis-Superlegierung	3
Abb. 1-5 MD Simulation einer Versetzungsstransmission [Jin08]	4
Abb. 1-6: Blackbox-Konzept für den Prozess der Versetzungsstransmission	5
Abb. 1-7: Prinzip der <i>STRONG</i> -Methode zur Bewertung der einzelnen Korngrenzen hinsichtlich ihrer Neigung den Transport von Gleitung zu erlauben oder zu blockieren mit der damit verbundenen Entstehung von Schädigung (Aufreißen des Gleitbandes oder der Korngrenze)	6
Abb. 2-1: a) Netzwerk sämtlicher Korngrenzen und b) Korngrenzencluster zusammenhängender (nicht-speziieller) Großwinkelkorngrenzen [Schu03]	8
Abb. 2-2: a) Ausbildung von Makro-Scherbändern [Guil09] und b) Korncluster innerhalb derer sich die plastische Deformation über mehrere Körner hinweg erstreckt [Abuz12a]	8
Abb. 2-3: Schematische Darstellung der Spannungsanteile bestehend aus (grau) globaler Spannung, (blau/rote Pfeile) elastische Zug-/Druck- Inkompatibilitätsspannungen an der Korngrenze, sowie die Spannungsverteilung einer Versetzungsanordnung	11
Abb. 2-4: Darstellung der Kristallorientierung als gedrehter Würfel	12
Abb. 2-5: Prinzip der stereographischen Projektion eines facettierten Kubus	14
Abb. 2-6: Blick auf die Äquatorialebene nach der Projektion	14
Abb. 2-7: Standard Dreieck (SST)	15
Abb. 2-8: Farbcodierung der Orientierung	15
Abb. 2-9: Schema Orientierungsmatrix und Miller-Indizierung	15
Abb. 2-10: Definition der Missorientierung ΔR zwischen zwei Würfeln A und B	16
Abb. 2-11: Schematische Darstellung der möglichen Drehoperationen der Würfelsymmetrie	17
Abb. 2-12: Beispiel einer speziellen Missorientierungsbeziehung aus zwei Blickrichtungen	18
Abb. 2-13: Blick in 111-Richtung, Axis-Angle-Perspektive	19
Abb. 2-14: Missorientierungsverteilung ultra-feinkörniger Cu-Al und Cu-Zn Legierungen [Sarm08]	20
Abb. 2-15: Mackenzie-Plot statistisch verteilter Kristallorientierungen in kubischer Symmetrie [Mack58]	20
Abb. 2-16: CSL- $\Sigma 7$ Missorientierung mit $38,2^\circ$ Drehung um die Achse 111	21
Abb. 2-17: CSL- $\Sigma 3$ Zwillingsorientierung	21
Abb. 2-18: Darstellung der Gleitsystemcharakteristik	23
Abb. 2-19: Thompson Tetraeder mit der Versetzungsreaktion gemäß Gl.(10)	24
Abb. 2-20: Aufgefalteter Thompson Tetraeder	24

Abb. 2-21: Blick auf die (111)-Ebenen im kfz-Gitter (roter Pfeil: vollständige Versetzung, gelber Pfeil: Shockley Partialversetzung).....	24
Abb. 2-22: Blick entlang der (111)-Ebenen (links: ungestörte Stapelfolge, rechts: gestörte Stapelfolge infolge eines Stapelfehlers).....	24
Abb. 2-23: HRTEM-Aufnahme einer (112) und (111) Σ 3 Korngrenze in polykristallinem Si [Saka07].....	25
Abb. 2-24: Grobkörniges Gefüge einer Flachzugprobe (P2) aus reinem Nickel.....	26
Abb. 2-25: Schematische Darstellung der geometrischen Gegebenheiten zweier benachbarter Kristallorientierungen A und B, die durch die Korngrenze voneinander getrennt sind.	27
Abb. 2-26: Planarer Versetzungs-Pileup vor einer Korngrenze [Bran04].....	28
Abb. 2-27: TEM-Aufnahme transmittierender Versetzungen und Schema der vier Mechanismen nach Shen et al. [Shen88].....	29
Abb. 2-28: Cross-Slip durch eine Zwillingskorngrenze.....	30
Abb. 2-29: Transmission unter Erzeugung eines Restburgersvektors.....	30
Abb. 2-30: links: Schema nach [Shen88], rechts: Nomenklatur der beteiligten Winkel.....	32
Abb. 2-31: Spannungsfeld (DDD-Simulation) einer Versetzung im Abstand vor einer Korngrenze. Farbskala: Spannungserhöhung (rot) –Verminderung (blau) [More08].....	34
Abb. 2-32: Spannungsfeld Einfacher Pile-Up vor einer Korngrenze bestehend aus 144 Versetzungen (von links kommend) [Scho10].....	34
Abb. 2-33: Simulation der Inkompatibilitätsspannungen eines Bikristalls infolge der elastischen Anisotropie [Wels11].....	35
Abb. 2-34: Gleitlinien in der Nähe der Korngrenze eines Fe3%Si-Bikristalls [Hirt72].....	35
Abb. 2-35: Korngrenzenenergie als Funktion des Twistwinkels für Nickel in $\langle 111 \rangle$ Orientierung [Sang10a].....	37
Abb. 2-36: Energiebarriere für Gleitung durch die Korngrenze für verschiedene CSL-Typen [Sang11a].....	37
Abb. 2-37: Vergleich von LRB-Konzept und Energie-Konzept [Sang11a].....	39
Abb. 2-38: a) Transmission von Gleitung durch eine Zwillingskorngrenze in grobkörnigem Nickel (Probe P3), sowie b) Blockierungswirkung ein Σ 17b Korngrenze in ultrafeinkörnigem Nickel (Probe P4).....	42
Abb. 2-39: Schematische Darstellung der Wechselwirkung von PSB-Strukturen mit Korngrenzen [Sang11c].....	43
Abb. 2-40: Aufreißen der Korngrenze infolge von Extrusionen durch PSBs [Zhan11].....	43
Abb. 2-41: a) Passieren der Korngrenze [Zhan11] und b) Blockierung der PSBs an der Korngrenze [Zhan00b].....	45
Abb. 2-42: Rissinitiierung durch Aufreißen (a) der Korngrenze oder (b) eines PSB [Li13].....	46
Abb. 2-43: Schematische Konfiguration bestehend aus Risskerbe, Rissspitze a, plastischer Zone p und der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ im Fall des sogenannten „Equilibrium Slip Band“ (ESB-Fall), also einem	

Gleichgewichtszustand, der sich gemäß Gleichung (25) noch ohne Einfluss der Korngrenze zum Nachbarkorn (grün) einstellt	47
Abb. 2-44: BSB-Fall: Blockierung der plastischen Zone p durch die Korngrenze verbunden mit einem Pile-Up der Versetzungsdichtefunktion $D(x)$	49
Abb. 2-45: (links) Schematische Darstellung der Rissausbreitungskurve in Abhängigkeit von ΔK einschließlich der fluktuierenden Geschwindigkeit im Bereich Stage I.	50
Abb. 2-46: Schematische Darstellung der geometrischen Verhältnisse zweier Gleitsysteme, die auf einer Korngrenze miteinander koppeln [Wern89]	52
Abb. 3-1: Erfassung des Probengefüges (Korngrenzen und Kornorientierungen) mittels Lichtmikroskop und EBSD (Probe P3).....	56
Abb. 3-2: Schematische Darstellung der Linearisierung und Klassifizierung der einzelnen Korngrenzen. (links): Korngrenzenetzwerk, (mitte): Linearisierung mittels Verbindung der Tripelpunkte, (rechts): Farbcodierung entsprechend der nachbarschaftlichen Missorientierung	57
Abb. 3-3: Beschreibung des Korngrenzencharakters durch dessen Fehlpassung anstelle der konventionellen Fehlorientierung.....	58
Abb. 3-4: Auftreten von Gleitlinientransmission durch Großwinkelkorngrenzen (P2).....	58
Abb. 4-1: Schematische Darstellung der <i>STRONG</i> -Methode, sowie der 3D-Konfiguration	61
Abb. 4-2: Abhängigkeit der α -Passung von der Korngrenzenlage.....	61
Abb. 4-3: Vollständige Erfassung und Abbildung der dreidimensionalen geometrischen Gesamtkonfiguration	64
Abb. 4-4: Verbesserte Darstellung der Gleitsystemkopplungsmatrix mittels Farbcodierung	66
Abb. 4-5: Visualisierung und quantitative Erfassung der Gleitebenenschnitte und der Gleitrichtungskopplungen. Großbuchstaben identifizieren die Ebenen aus Korn A (rot), die Kleinbuchstaben aus Korn B (grün). Die mit Groß-R bzw. klein-r adressierten Felder beziehen sich auf die korrespondierenden Gleitrichtungskopplungen. In Kombination von Gleitebenen E/e und Gleitrichtungen R/r werden mittels den Indizes i und j die 144 möglichen Gleitsystemkopplungen adressiert.	68
Abb. 4-6: Farbcodierung entsprechend des ω -Grenzwertes von 0,067 (vor dem Hintergrund des eingeführten Grenzwertes für $\alpha = \beta = 15^\circ$) mit dem Ziel den Blick auf die tatsächlich für eine Transmission in Frage kommenden Gleitsystemkopplungen zu lenken (hier: $i = 11, j = 11$).....	69
Abb. 4-7: Bei variabler Korngrenzenorientierung wird jeder Matrixeintrag zu einer Funktion der Korngrenzenparameter δ und ε	70
Abb. 4-8: 2D-Kacheldarstellung der Kopplungsfunktion in Abhängigkeit von δ und ε	71
Abb. 4-9: Ganzheitliche Erfassung aller Gleitsystemkopplung für alle Korngrenzenorientierungen mittels der sog. Farbkachelmatrix.....	72
Abb. 4-10: Berechnung der 144 Schmidfaktorkopplungen als Kombination der je 12 einzelnen Schmidfaktoren aus Korn A und Korn B. Zur Vermeidung von Fehlinterpretationen bezüglich der Farblogik seien die	

Schmidfaktorkopplungen im Folgenden zusätzlich durch eine kontinuierliche Graustufencodierung hervorgehoben.....	73
Abb. 4-11: Eingrenzung der Farbkachelmatrix durch Ausblenden der inaktiven Kopplungen.....	73
Abb. 4-12: Eingrenzung der möglichen Korngrenzenorientierung durch Bestimmung des durch den Verlauf der Korngrenzenlinie erfassbaren Twistwinkels δ	74
Abb. 4-13: Schematische Darstellung der Reduktion der Korngrenzenorientierung von zwei Parametern δ und ε , auf eine reine ε -Abhängigkeit, für zwei beispielhaft gewählte Twistwinkel $\delta = 60^\circ$ bzw. $\delta = 155^\circ$ bei sonst völlig identischen Rahmenbedingungen.	75
Abb. 4-14: Wechsel der Farblogik (von grün-gelb-rot zu weiß-blau) nach der Reduktion auf nur noch eine Variable ε	76
Abb. 4-15: Darstellung der Gesamtmatrix als Reduktion der Farbkachelmatrix für einen bestimmten Wert δ	76
Abb. 4-16: Anwendungsprinzip der <i>STRONG</i> -Methode (linker Seite) Inputdaten: die Kornorientierungen A und B, die Orientierung (räumliche Lage) der Korngrenzenebene δ und ε , abhängig davon ob die Parameter bekannt sind oder nicht, gehen sie als konkrete Werte ein oder bleiben variabel (symbolisiert durch die Fragezeichen), die Zugrichtung definiert die Verteilung der Schmidfaktoren auf den einzelnen Gleitsystemen, (rechts) mögliche Szenarien:.....	78
Abb. 4-17: Darstellung der Kopplungsmatrizen für die Szenarien (I), (II), (III), sowie der Schmidfaktorkopplungen. Beispielhaft ist Kachel (9-4) aufgeführt, in der bei Kenntnis beider Parameter, mit einem Wert von 0,04, die beste geometrische Gleitsystempassung zu finden ist, wenngleich für diese Kopplung nur eine äußerst geringe gemeinsame Gleitsystemaktivität ausgewiesen wird. Die Kopplung (1-9) erfüllt hingegen beide Kriterien. (Passung: 0,05 und Aktivität: 0,17)	79
Abb. 4-18: Nachbildung des realen Szenarios zur Veranschaulichung der für den Gleittransfer relevanten Gleitsystemkopplung.....	80
Abb. 5-1: (links) Probengeometrie und Abmessungen, (rechts) Zugkurve der Probe P1	81
Abb. 5-2: Erfassung aller Körner und Korngrenzen mittels Nummerierung	82
Abb. 5-3: Plausibilisierung der Annahme im Tiefenverlauf senkrechter Korngrenzen.....	83
Abb. 5-4: Darstellung der einzelnen Korngrenzen bzgl. ihres Charakters (Kleinwinkel, Großwinkel bzw. spezieller Winkel inkl. CSL- Σ -Beziehung).....	83
Abb. 5-5: Mackenzie-Plot der 104 betrachteten Korngrenzen	84
Abb. 5-6: Visualisierung der einzelnen nachbarschaftlichen Missorientierungen durch die sogenannten Miss- bzw. Fehlorientierungs-Map	85
Abb. 5-7: Experimentelle Bestätigung des Fehlpassungscharakters. Ein großer Korngrenzenwiderstand ($0,25 \gg 0,067$) verhindert die Transmission (Nachbarschaft A-C), ein Widerstandswert unterhalb des Grenzwertes ($0,03$ $< 0,067$) erlaubt die Transmission (A-B).....	86

Abb. 5-8: Verknüpfende Betrachtung von Gleitsystem- und Schmidfaktorkopplungsmatrix zur Prüfung, ob Kompatibilität und Aktivität in Einklang stehen, was hier nicht der Fall ist.	87
Abb. 5-9: Vergleichende Betrachtung von Passungs- und Aktivitätsmatrix. Zwei Gleitsystemkopplungen (die weiß umrandeten) erfüllen beide Kriterien – gemeinsame Gleitsystemaktivität verbunden mit geometrisch günstiger Passung. Bei allen anderen Kopplungen treffen entweder Aktivität auf schlechte Passung, gute Passung auf Inaktivität oder aber, dass keines der beiden Kriterien erfüllt wird.	88
Abb. 5-10: Auftragung des jeweils kleinsten ω -Wertes (aus der jeweiligen ω -Matrix), der 104 betrachteten Korngrenze, aufgelistet nach deren Fehlorientierung.	89
Abb. 5-11: Auftragung des jeweils kleinsten Kopplungswiderstandes für den das Aktivitätskriterium $SFK \geq 0,09$ erfüllt ist.	91
Abb. 5-12: Ausprägung der Korngrenzentopographie infolge des unterschiedlichen Passungscharakters. Stetiger Gleittransfer bei guter Passung (1) und (2), sowie massive Verwerfungen infolge von Versetzungsaufstauungen bei (3) und (4)	92
Abb. 5-13: Vergleich zwischen der berechneten Transmissionstendenz der einzelnen Korngrenzen mit dem tatsächlich auftretenden Deformationsverhalten in Korngrenzenumgebung.	94
Abb. 5-14: (links) allgemeiner Fall: die zwei die Kristallorientierung repräsentierenden Tetraeder (rot und grün) liegen willkürlich bzgl. der Korngrenzebene (beige);	95
Abb. 5-15: (links) allgemeiner Fall der regellosen Verteilung der Gleitlinienschnitte in der Korngrenzebene, während (rechts) die Schnittlinien in der gemeinsamen Zwillingsebene hochsymmetrisch (60°) angeordnet liegen.	96
Abb. 5-16: Interpretation des Gleitebenen-Schnittbildes (rechts) mit der Gleitsystemkopplungsmatrix einschließlich der Identifikation der jeweiligen Gleitebenenpaare.	97
Abb. 5-17: Zwillingbeziehung A-B mit kohärenter Korngrenze entlang der gemeinsamen Zwillingsebenen K und k mit beidseitigem Gleitlinientransfer der Ebenen L und n.	98
Abb. 5-18: Verknüpfung der Kopplungsmatrizen zur Identifikation der aktiven Quergleitkopplung L2n6 für die Zwillingbeziehung AB (Korn 29 und 28 in Probe P3).	98
Abb. 5-19: 3D-Visualisierung der Quergleitkopplung mit den beteiligten und identischen Burgersvektoren R2 und r6, sowie den beteiligten Gleitebenen L (rot) und n (grün).	99
Abb. 5-20: Die hauptaktive Gleitung (Gleitlinien im rechten Bild) erfolgt auf den (Zwilling-)Ebenen, die parallel zur Zwillingkorngrenze (gelb) verlaufen - (Korn 35 und 38) in Probe P2.	99
Abb. 5-21: Die hauptaktiven Schmidfaktorkopplungen fallen teilweise mit geometrisch ungünstigen Passungen zusammen, aber auch mit der Zwillingsebene selbst, was die Gleitung parallel und entlang dieser beiden gemeinsamen Ebene erklärt. Die drei außerhalb der Zwillingsebene liegenden (Quergleit)-Kopplungen bleiben inaktiv.	100

Abb. 5-22: Zwei links- und rechtsseitig der Zwillingskorngrenze hauptaktive und gleichzeitig geometrisch äußerst unpassende Gleitsysteme treffen auf der Korngrenzenebene aufeinander, mit der Folge der Initiierung eines Ermüdungsrisse - (Korn 35 und 38) in Probe PW	101
Abb. 5-23: 3D-Visualisierung der in Abb. 5-22 gezeigten Gleitsystemkopplung N4k2.....	101
Abb. 5-24: Die Gleitsystemkopplung N4k2 weist mit einem Wert von 0,22 die höchste Schmidfaktorkopplung bei gleichzeitig äußerst ungünstiger Passung (0,85) auf.....	102
Abb. 5-25: Schematische Einteilung und Visualisierung der drei grundsätzlichen Kopplungsarten: Fall 1 Quergleitung, Fall 2 Gleitung parallel zur Zwillingsene und Fall 3 Gleitsystemkopplung zweier nichtpassender Gleitsysteme (Blockade).....	104
Abb. 5-26: (oben) Lichtmikroskopisches Stütz-Bild der gesamten Probenoberfläche inklusive EBSD-Mapping des Stegbereichs, (unten) Einschränkung des Betrachtungsbereiches	105
Abb. 5-27: (links) Charakterisierung des Bildausschnitts aus Abb. 5-26 hinsichtlich der potentiellen Gleitaktivität basierend auf einem Mapping der (pro Korn maximalen) Schmidfaktoren und (rechts) Identifikation der CSL- Σ -Beziehungen (Zwillinge rot).....	105
Abb. 5-28: (links) Kategorisierung der einzelnen Zwillingskorngrenzen bezüglich deren jeweils dominierenden Kopplungscharakters mit nebenstehender farblicher Visualisierung im Gefüge.....	106
Abb. 5-29: Visualisierung der Ω -Einteilung (vgl. Tabelle 5-2) in der Gefüge Map.....	107
Abb. 5-30: Initiierung eines Ermüdungsrisse an der Korngrenze 66 infolge der starken Ausprägung der Blockierungswirkung aufgrund der intensiven Gleitsystemaktivität	108
Abb. 5-31: Theoretisches Experiment einer halbseits eingeschlossenen Viertelkugel, um eine Korngrenzenfläche zu erzeugen, welche alle denkbaren Orientierungen beinhaltet.....	110
Abb. 5-32: (links) künstlich in die ursprüngliche Oberfläche eingebrachte FIB-Kerbe in definiertem Abstand vor einer Korngrenze, (rechts) Risspfad wie er sich nach einigem Oberflächenabtrag im Probeninnern zeigt (Probe P8)	111
Abb. 5-33: (links) Absteckung des zu tomographierenden Bereichs um die FIB-Kerbe einschließlich des Risses (rechts) 3D-Rekonstruktion des Rissverlaufs im Probeninnern anhand der einzelnen Schnittbilder	112
Abb. 5-34: Seitliche Projektion der 3D-Rekonstruktion aus Abb. 5-33. An den Wechselwirkungsstellen 1 bis 10 wurde der Riss (bis auf Stelle 8) aufgehalten, bei den Stellen 11 bis 15 konnte er passieren.....	113
Abb. 5-35: Schematische Darstellung des Rekonstruktionsprinzips zur Bestimmung der Korngrenzenparameter δ und ε	114
Abb. 5-36: Vergleich des tatsächlich auftretenden Transmissions- bzw. Blockierungsverhaltens mit den berechneten Widerstandswerten $\omega(\delta, \varepsilon)$	114
Abb. 5-37: (links, Stelle 8) minimaler Rissübertritt von B nach A, (rechts) deutlicher Rissübertritt von Korn B nach Korn A. In beiden Fällen kommt die geometrisch am besten passende Kopplung zum Tragen (n4 mit N4).....	115
Abb. 5-38: Übersicht des gesamten Riss-Transfer-Prozesses von Korn B nach Korn A in der folgenden Abfolge: n4 Stage I Mikrorisswachstum, Passieren der	

Korngrenze unter Benutzung der günstigsten Kopplung $n4N4$, danach alternierende Ausbreitungen auf den Ebenen N und L, um schließlich wieder zu kristallographischem Wachstum (Stage I) auf der für Korn A optimalen Gleitebene L zu wechseln.	116
Abb. 6-1: Interpretation verschiedener charakteristischer Funktionsverläufe für $\omega(\varepsilon)$	120
Abb. 6-2: (links) alle Werte ε führen zu hohen Widerstandswerten, (rechts) in 95% der Fällen liegen die Widerstandswerte unterhalb des Grenzwerts, entsprechend hoch die Wahrscheinlichkeit, dass eine willkürliche Tiefenneigung tatsächlich in einer solchen Lage vorzufinden ist.....	121
Abb. 6-3: Vergleich der Fehlpassungs-Maps mit und ohne Kenntnis von ε . Farbcode der Korngrenzen: (schwarz) Barrierecharakter, (hellgrün) Transmission in Theorie und Experiment, (hellrot) nur theoretisch vorliegende Transmissionstendenz, da keine Gleitlinientransferprozesse feststellbar	122
Abb. 6-4: Veranschaulichung der Übereinstimmung der jeweiligen Vorhersagen bezüglich der Tendenz zur Gleittransmission und dessen tatsächliches Auftreten für beide Szenarien bzgl. der Kenntnis des Parametes ε (vgl. Abb. 6-3). Für 93 der insgesamt 104 Korngrenzen sind die mittels <i>STRONG</i> kalkulierten Vorhersagen identisch (vgl. Balken in der Mitte).....	123
Abb. 6-5: Variation von δ mittels gekrümmten Korngrenzenverlaufs: a) Hauptaktive und nebenaktive Gleitlinien, b) Kopplung der nebenaktiven Gleitsysteme N1-m1,	124
Abb. 6-6: (links) Binäre Reduktion der Farb(verlaufs)kachel aus Abb. 6-5 in „passend“ und „nicht passend“ für alle denkbar möglichen Korngrenzenkonfigurationen.	125
Abb. 6-7: (links) Farbkachelmatrix $\omega_{ij}(\delta, \varepsilon)$ und deren Reduktion zu $\Pi_{ij}(\delta, \varepsilon)$	126
Abb. 6-8: Reduktion der Widerstandsmatrix zur Passungsmatrix und schließlich zur fundamentalen Passung Π	128
Abb. 6-9: Auftragung der fundamentalen Gesamtpassung der 104 Korngrenzen, sortiert nach deren Fehlorientierung	129
Abb. 6-10: Mackenzie-Plot von 10.000 statistisch berechneten Nachbarschaften.....	130
Abb. 6-11: Fundamentale Passung Π von 820 simulierten Nachbarschaften, aufgetragen über deren Fehlorientierung	131
Abb. 6-12: Reproduktion des grundsätzlichen Kurvenverlaufs aus Abb. 6-11 durch Mittelung der Passungswerte mit 1°-scharfer Unterteilung.....	131
Abb. 6-13: Passungswerte von 32 ausgewählten CSL- Σ -Beziehungen.....	132
Abb. 6-14: Gleittransfer eines persistenten Gleitbandes durch eine $\Sigma 19b$ Korngrenze (Missorientierung 46,8°) [Zhan03]	133
Abb. 6-15: Gleittransmission durch einen inkohärenten Abschnitt 112 einer Zwillingkorngrenze (GB 69 in Probe 3).....	134
Abb. 6-16: Klassifizierung der möglichen Gleitrichtungskopplungstypen nach Analyse der Restburgersvektoren r_{res} (RBV), deren Beträge, sowie ihrer Lage zur gemeinsamen Zwillingsebene.	135
Abb. 6-17: Klassifizierung der 36 möglichen geometrischen Versetzungsreaktionen.	136

Abb. 6-18: Charakterisierung der Versetzungsreaktionen an den bereits als blockierend identifizierten Zwillingskorngrenzen und Bewertung der Schädigungstendenz.....	137
Abb. 6-19: a) Transmission persistenter Gleitbänder (PSBs) durch die Zwillingskorngrenze (TB) und b) schematische Darstellung des Transmissionsprozesses durch Quergleitung [Li13].....	138
Abb. 6-20: FIB-Tomographie [Schäfl10] und Visualisierung mittels <i>STRONG</i> , kontinuierlicher Riss-Transfer	140
Abb. 6-21: (links oben) FIB-Tomographie [Schäfl10] diskontinuierlicher Riss-Transfer, (rechts oben) Visualisierung der geometrischen Konfiguration, (links unten) Schnittkopplungen in der Korngrenzenebene, (rechts unten) Zick-Zack-Verlauf des Risspfades infolge der alternierenden Benutzung zweier Gleitsysteme	142
Abb. 6-22: Berechnung der „Passung“ des Restburgersvektor in die Korngrenzenebene anhand des Winkel ϑ zwischen Restburgersvektor und Korngrenze. Die Kachel (rechts) zeigt die Variation dieser Passung in Abhängigkeit der Korngrenzenparameter δ, ε	143
Abb. 6-23: Die Berücksichtigung der „Einpassung“ des Restburgersvektors in die Korngrenze führt zu einer genaueren Eingrenzung der tatsächlichen Transmissionsaffinität.....	144
Abb. 6-24: Diagramm (b): Auftragung der über die Korngrenze hinweg akkumulierten Dehnung in Abhängigkeit vom Betrag des Restburgersvektors [Abuz12b]. a) und c) Visualisierung der Dehnung mittels DIC-Messungen [Patr13].....	145
Abb. 7-1: a) AFM-Aufnahme der Gleitbandspitze unmittelbar vor der Korngrenze. b) REM-Aufnahme einer beispielhaften Untersuchungskonfiguration, bestehend aus FIB-Kerbe, Gleitband (plastische Zone) und Korngrenze. c) Schema zur Vermessung des Gleitbandprofils. d) Berechnung der Versetzungsdichte anhand des Gleitbandprofils.	149
Abb. 7-2: a) Visualisierung der Verschiebungsvektoren (gelb) mittels Bildkorrelation, b) Berechnung der daraus resultierenden Dehnung ε_{xx} , c) Konzentration der plastischen Zone im Gleitband vor der Risspitze und d) Sichtbarmachung mittels DIC	150

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Die 23 nichttrivialen Drehoperationen der Oktaedergruppe in Matrizenform	18
Tabelle 2-2: CSL-Beziehungen sortiert nach Σ, θ und <i>UVW</i>	22
Tabelle 2-3: Nomenklatur.....	23
Tabelle 5-1: Detaillierte Analyse der vier in Abb. 5-12 gezeigten Kopplungsfälle	92
Tabelle 5-2: Ermittlung des Korngrenzenwiderstandes Ω in Abhängigkeit der SFK-Aktivität.....	107

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Abkürzungen

A, B	Korn A bzw. B
APB	Anti Phase Boundary (Antiphasengrenze)
BCS	Bilby, Cottrell und Swinden (Riss-Modell)
BSB	Blocking Slip Band (blockiertes Gleitband)
CSL	Coincident Site Lattice
CTB	Coherent Twin Boundary (kohärente Zwillingskorngrenze)
DDGBI	Dislocation Density Grain Boundary Interaction
DFZ	Dislocation Free Zone (Model)
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction
ESB	Equilibrium Slip Band (Gleitband im Gleichgewichtszustand)
FIB	Focussed Ion Beam
GB	Grain Boundary (Korngrenze)
GBD	Grain Boundary Dislocation (Korngrenzenversetzung)
GBE	Grain Boundary Engineering
GBN	Grain Boundary Number (Korngrenzennummerierung)
GR	Gleitrichtung
HAGB	High Angle Grain Boundary (Großwinkelkorngrenze)
K,L,M,N	Gleitebenen von Korn A (bzw.: k,l,m,n von Korn B)
LAGB	Low Angle Grain Boundary (Kleinwinkelkorngrenze)
LRB	Lee, Robertson und Birnbaum (Geometrie-Konzept)
MLRB	Modified LRB Concept
<i>mSIF</i>	mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor
0432	Symmetrieoperationen der Oktaedergruppe
OGM	Orientation Gradient Mapping

PSB	Persistent Slip Band (persistentes Gleitband)
QG	Quergleitung
RBV	Restburgersvektor
Σ	Sigma-Wert bzgl. einer CSL-Symmetriebeziehung
SF	Stacking Fault (Stapelfehler)
SST	Standard Stereographic Triangle (stereographisches Standarddreieck)
<i>STRONG</i>	Slip Transfer Resistance Of Neighboring Grains
TB	Twin Boundary (Zwillingskorngrenze)
TEM	Transmission Electron Microscopy
HRTEM	High Resolution Transmission Electron Microscopy
ZWG	Zwillingsgleitung (parallel oder entlang der Zwillingskorngrenze)

Mathematische Symbole

α	Schnittwinkel zweier Gleitebenen auf der Korngrenze
a	(An)risslänge
β	Winkel zwischen zwei Gleitrichtungen
\vec{b}_r	Restburgersvektor
c	Risslänge
δ	Twistwinkel der Korngrenze
$D(x)$	Versetzungsdichteverteilung
$\frac{da}{dN}$	Rissausbreitungsgeschwindigkeit
ε	Tiltwinkel der Korngrenze
\vec{E}	Gleitebene bzw. deren Normalenvektor
$\varphi_1, \Phi, \varphi_2$	Eulerwinkel-Tripel
Φ_1, φ, Φ_2	Eulerwinkel-Tripel (z.B. des Nachbarkorns)
$(hkl)\langle uvw \rangle$	Darstellung der Orientierung mittels Millerscher Indizes

i	Indizierungsymbol (zur Adressierung eines konkreten Gleitsystems)
ΔK	Spannungsintensitätsfaktor
ΔK^m	mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor
λ	Gleitüberföhrungszahl
M_{IJ}	Transmissionfaktor bzgl. der Gleitsysteme I und J
$\min(\omega_{ij})$	geometrisch günstigste Gleitsystemkopplung
$\vec{n}(\delta, \varepsilon)$	Korngrenzennormalenvektor
p	Länge der plastischen Zone
Π	fundamentale Passung
Π_{ij}	Passungsmatrix
ρ_{in}	incoming dislocation density
ρ_{out}	outgoing dislocation density
\vec{r}	Gleitrichtung
\mathbf{R}	Rotationsmatrix
$\Delta \mathbf{R}$	Missorientierungsmatrix
θ	Missorientierungswinkel
σ	Hauptspannung
S_{ijkl}	Steifigkeitsmatrix
SF	Schmidfaktor
SFK	Schmidfaktorkopplung
τ	Schubspannung
ϑ	Einpassung des Restburgersvektors in die Korngrenzebene
$t(\alpha, \beta)$	Transmissionsfaktor in Abhängigkeit der Korngrenzenorientierung
$\langle UVW \rangle$	Richtungssachse bzgl. Axis-Angle-Darstellung
ω	geometrischer Korngrenzenwiderstand (reine Gleitsystempassung)
Ω	(mit Gleitaktivität) gewichteter geometrischer Korngrenzenwiderstand
\vec{Z}	Zugachse

Danksagung

„Dankbarkeit ist das Eingeständnis unserer Abhängigkeit von anderen.“

*Erhard Blanck (*1942)*

Nach dem Diplom in Physik, 2009 in Karlsruhe, fand ich, zurückgekehrt in meine Heimat, das Saarland, in Prof. Dr. Horst Vehoff einen Doktorvater, der mir auf dem Weg zur Promotion zugleich Kompass und Leuchtturm in einem war. Er gab mir stets Freiraum für kreative Ideen und auch den Mut neue Wege zu gehen, ohne jedoch den Blick für das Ziel zu verlieren. Hierfür, für die Begleitung meiner Arbeit und die vielen lehrreichen Gespräche bin ich über alle Maßen dankbar.

In besonderer Schuld stehe ich bei Dr. Michael Marx, der meine Doktorarbeit als permanenter Ansprechpartner vom Anfang bis zum Ende mit enormem Engagement betreut und unterstützt hat. Die letzten vier Jahre waren geprägt durch eine intensive und sehr freundschaftlich-vertrauensvolle Zusammenarbeit, die mir dauerhaft in Erinnerung bleiben wird.

Ebenfalls zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen hat der rege Austausch und die Hilfsbereitschaft zwischen den gegenwärtigen, aber auch ehemaligen Kollegen und Mitarbeitern des Lehrstuhls, einschließlich Herrn Prof. Dr. Christian Motz, der meine Tätigkeit am Lehrstuhl auch nach dem Ausscheiden von Herrn Prof. Dr. Horst Vehoff weiter unterstützte.

Dank für die enge und freundschaftliche Zusammenarbeit gilt vor allem meinen Mitdoktoranden Dipl.-Ing. Kerstin Schüler, M.Sc. Mohammad Zamanzade, Dr. Tao Qian, Dr. Nousha Kheradmand, M.Sc. Idriss Tiba, Dipl.-Ing. Matthias Thielen, sowie Dipl.-Ing. Florian Schäfer.

Ebenso Dankbar bin ich für die in Rat und Tat kräftige Unterstützung ehemaliger Doktoranden des Lehrstuhls: Dr. Wolfgang Schäf, Dr. Mark Henning, Dr. Markus Welsch, Dr. Camille Perrin und Dr. Afroz Barnoush.

Für stets schnelle und engagierte Hilfe in Sachen Organisation, IT, Probenpräparation, Maschinen und technischen Lösungen bedanke ich mich bei: Elisabeth Ohm, Diana Born, Andreas Kirsch, Rita Maron, Peter Limbach und Stefan Schmitz.

Einen nicht wegzudenkenden Beitrag, nicht nur was die Probenpräparation und experimentelle Messungen angeht, sondern auch in Form von Anregungen und Denkanstößen verdanke ich meinen Diplomanden, Bachelor-/Masteranden, Studienarbeitern und Hilfswissenschaftlern: Dipl.-Ing. Florian Schäfer, Dipl.-Ing. Kerstin Domin, Michael Bick, Coralie Alazet, Dominic Ries, sowie Loriane Prato.

Auch die lehrstuhlübergreifende Zusammenarbeit zeichnete sich stets durch große Hilfsbereitschaft aus. An dieser Stelle bedanke ich mich bei Dr. Flavio Soldera und Dipl.-Ing. Christoph Pauly für die Unterstützung am FIB, bei Dipl.-Ing. Jörg Schmauch für zahlreiche Messungen und Gespräche bezüglich EBSD, sowie bei Melanie Groh für ihre bibliothekarische Hilfe.

„fili recordare quia recepisti bona in vita tua.“

„Gedenke, Sohn, daß du dein Gutes empfangen hast in deinem Leben.“

aus dem Evangelium nach Lukas – Kapitel 16, Vers 25

Ich bedanke mich bei meinem Vater, bei meiner Oma, bei Mamie und Papou, sowie bei Cynthia und Robert.

Sie waren meinen Glück in Vergangenheit und Gegenwart.

Doch das allergrößte Glück, das der Gegenwart und der Zukunft, habe ich in zwei Menschen empfangen – meiner Frau Janine Marie und meinem Sohn Henri Lucien Knorr.