

# Hochgradige plastische Verformung

Ein Weg zu verbesserten Werkstoffen

*Von Juri Estrin, Ralph Hellmig und Seung Chul Baik*

In einem Zeitalter, das ganz im Zeichen von Nanotechnologien steht, gehen die Bestrebungen der Forscher dahin, möglichst fein strukturierte Werkstoffe zu entwickeln, von denen man besondere Eigenschaften erwartet. Meistens geschieht dies durch Erzeugung von feinsten Pulvern mit der Teilchengröße unter einem Mikrometer. Zur Herstellung von massiven Bauteilen müssen diese Pulver dann konsolidiert werden.

Ein wesentlicher Nachteil solcher Verfahren ist die kaum vermeidbare Restporosität sowie die über Kontamination von Pulverteilchen eingebrachten Verunreinigungen im Material. Das volle Eigenschaftspotential eines feinstrukturierten Materials kann dabei gar nicht zum Tragen kommen.

Ein in jüngster Zeit von vielen favorisiertes Verfahren zur Herstellung von massiven ultrafeinkörnigen Werkstoffen, die frei von solchen

Defekten sind, basiert auf hochgradiger plastischer Verformung (**Severe Plastic Deformation, SPD**). Die dabei erreichbaren plastischen Verformungen von mehreren hundert Prozent verdienen wahrlich diese Bezeichnung. Auf diese Weise gelingt es, dichte massive Proben oder Werkstücke herzustellen, deren Gefüge zwar nicht ganz auf der Nanometerskala, jedoch deutlich unterhalb der Mikrometerskala liegt. Verbunden damit sind veränderte mechanische und phy- ►

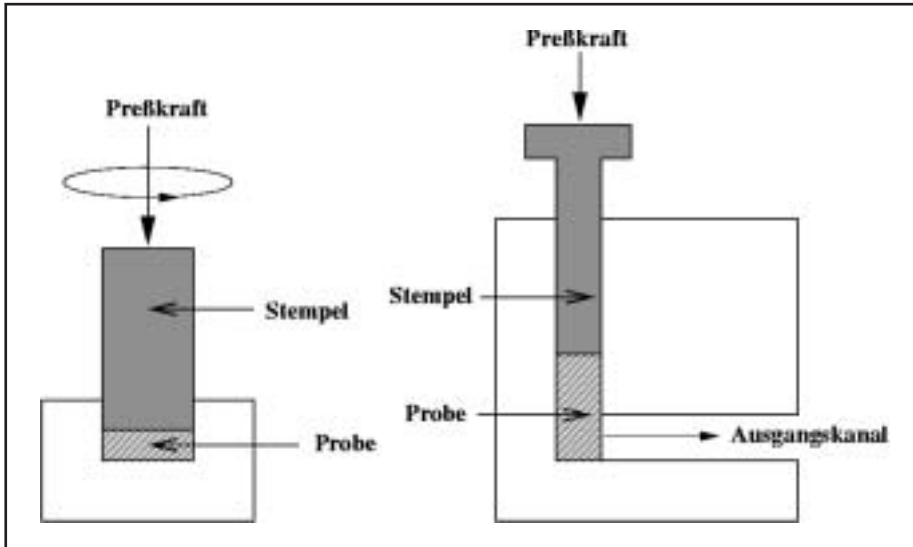


Bild 1: Gängige SPD-Verfahren: links HPTS, rechts ECAP

sikalische Eigenschaften gegenüber dem grobkörnigen Material.

Zu den wichtigsten Änderungen physikalischer Eigenschaften gehören eine Erniedrigung der Curie- und Debye-Temperatur sowie verbesserte Hystereseeigenschaften in hartmagnetischen Werkstoffen. Auch die Diffusion wird drastisch verändert. So nimmt beispielsweise der Diffusionskoeffizient von Kupfer in hochgradig verformtem Nickel um sechs Zehnerpotenzen zu. Besonders stark werden die mechanischen Eigenschaften beeinflusst.

Ganz signifikant dabei ist die Steigerung der Streckgrenze, was die Möglichkeit zur Herstellung hochfester Werkstoffe eröffnet. Des Weiteren verfügen diese Materialien zum Teil über hervorragende superplastische Verformbarkeit bei relativ niedrigen Temperaturen und recht hohen Verformungsgeschwindigkeiten – eine Eigenschaft, die bei der Metallumformung erwünscht ist. Durch hochgradige plastische Verformung können auch Werkstoffe mit verbessertem Ermüdungs- und Kriechverhalten hergestellt werden.

### Grundlagen der hochgradigen plastischen Verformung

Die Verfahren, die hochgradige Verformung ermöglichen, sind in der Grundidee relativ simpel, was ihren enorm großen Zuspruch bei den Forschern erklärt. Die gängigsten davon sind ECAP (Equal Channel Angular Pressing) und HPTS (High Pressure Torsion Straining). Bei letztgenanntem Verfahren (s. **Bild 1**) werden scheibenförmige Proben mit einem Durchmesser von 12 bis 20 mm und Dicken von 0,2 bis 2 mm gleichzeitig sowohl hohem hydrostatischem Druck als auch einer starken Torsionsbeanspruchung ausgesetzt. Der über den Stempel aufge-

brachte Druck liegt im Bereich von 5 bis 10 GPa. Starke Reibungskräfte werden durch das Drehen des Stempels bei hohem Druck induziert; es kommt zu einer Scherverformung der Probe. Das Verfahren ermöglicht die Herstellung von ultrafeinkörnigen Werkstoffen mit Korngrößen von 50 bis 100 nm. Als nachteilig erweist sich jedoch die geringe Probengröße, so daß HPTS-verformte Werkstücke überwiegend zum Studium ihrer interessanten physikalischen Eigenschaften verwendet werden.

ECAP dagegen ermöglicht die Herstellung deutlich größerer Proben und verfügt daher über das Potential einer weitreichenden industriellen Anwendbarkeit. Bei ECAP (**Bild 1**) wird das Werkstück in einer Pressmatrize durch einen gewinkelten Kanal gedrückt. In der Ebene, in der sich die beiden Kanalhälften treffen, erfährt das Werkstück eine starke Scherverformung, welche die Ursache für die Kornfeinung und die damit verbundenen physikalischen und mechanischen Eigenschaftsänderungen ist. Die Umformung eines Werkstücks kann im Falle von ECAP mehrfach wiederholt werden, da es nach dem Verlassen der Pressmatrize die gleichen Querschnittsdimensionen aufweist. So kann eine extrem hohe Verformung in das Material eingebracht werden.

Da die Proben wieder dem Eingangskanal zugeführt werden können, hat man die Freiheit, sie vor der Durchführung des folgenden Pressvorgangs zu drehen. So können verschiedene Pfade der Verformung verfolgt werden (s. **Bild 2**). Man unterscheidet zwischen den Routen A, B und C. Bei der Route A wird das Werkstück ohne Drehung in derselben Orientierung in den Kanal wieder eingefügt, in der es diesen verlassen hat. Bei der Route B wird die Probe um 90° um die Längsachse gedreht. Man unterscheidet dabei zwei Varianten: bei der einen (B<sub>A</sub>) wird die Drehrichtung nach jedem Durchgang umgekehrt, bei der anderen (B<sub>C</sub>) konstant gehalten. Bei der Route C dagegen wird das Werkstück nach jedem Durchgang um 180° um die Längsachse gedreht. Diese verschiedenen Prozessrouten bedingen unterschiedliche Scherebenen ►

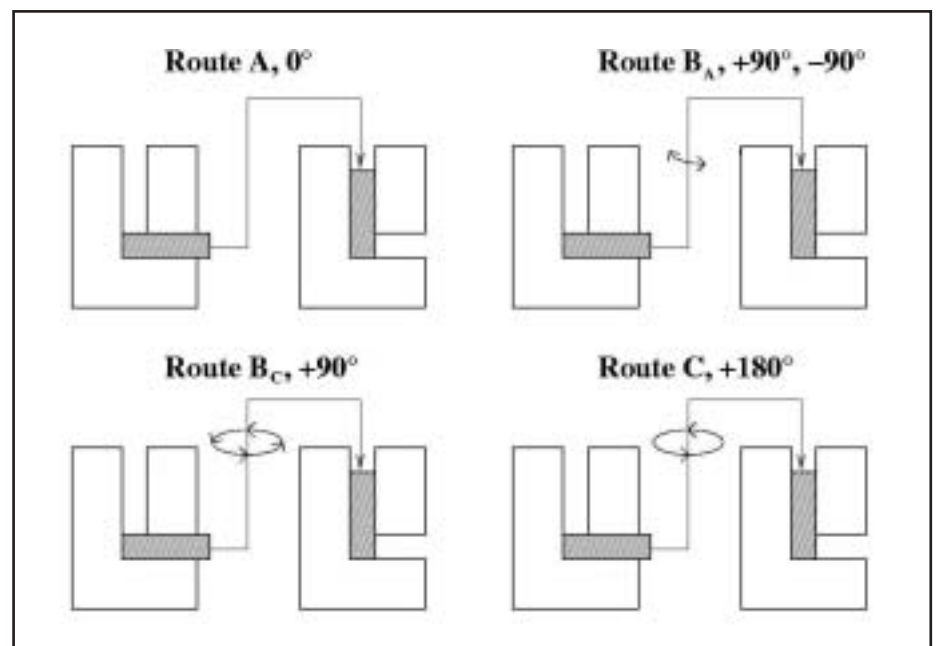


Bild 2: Die verschiedenen ECAP-Prozessrouten

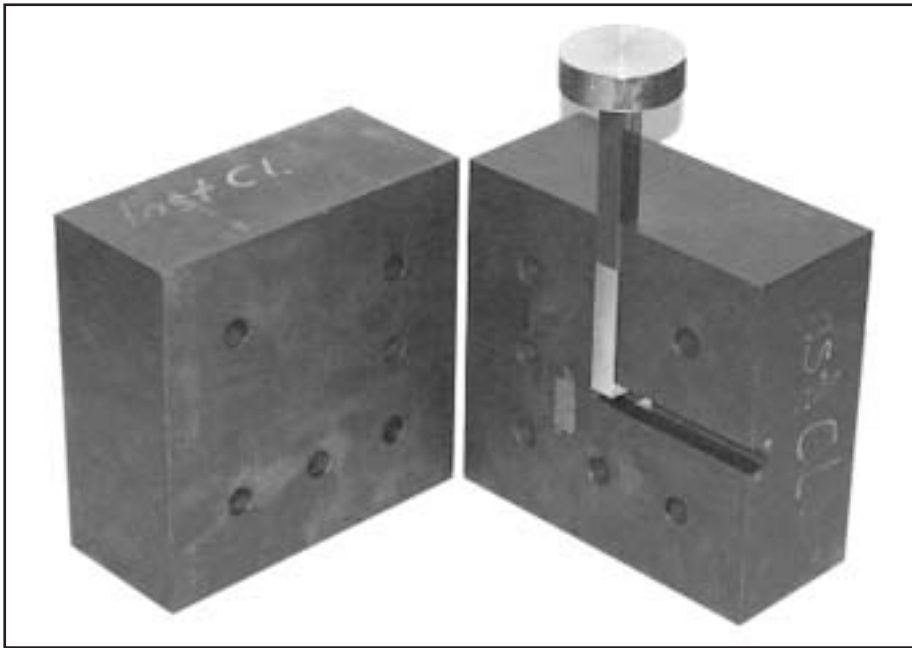


Bild 3: Die geöffnete ECAP-Matrize mit Kupferprobe

bei den verschiedenen ECAP-Durchgängen, was zu einer unterschiedlichen Ausprägung der sich einstellenden Kornstruktur führt. Es wurde festgestellt, dass die Route B<sub>C</sub>, bei der die Drehrichtung beibehalten wird, zu einer schnellen Kornfeinung mit einer äquiaxialen Kornstruktur führt. Aber auch über die Route C wird eine schnelle Kornfeinung erreicht, so dass diesen beiden Routen die meiste Aufmerksamkeit zuteil wird. Trotz scheinbarer Einfachheit dieser Methode gibt es bei einer konkreten Realisierung der Grundidee nicht wenige technische Probleme, die aber mit dem am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik (IWW) verwendeten Design der ECAP-Vorrichtung bewältigt werden konnten.

Hier wurde eine ECAP-Matrize entwickelt, welche in einer Universalprüfmaschine (INSTRON 8502) eingebaut werden kann. Die INSTRON ist zur Steuerung der Prozessparameter geeignet. Die Pressmatrize ist derart zweiteilig konstruiert, dass sich der ECAP-Kanal vollständig in einer Hälfte der Matrize befindet (Bild 3). Die Matrize wird verschraubt und mit einer äußeren Klammer versehen, um den auftretenden Kräften widerstehen zu können und ein Öffnen im Betrieb zu vermeiden. Der so zur Verfügung stehende Aufbau wird bei Raumtemperatur betrieben. Bis dato wurden Versuche an verschiedenen metallischen Werkstoffen durchgeführt, darunter Kupfer, Aluminium und Stahl, sowie Testexperimente an einer Magnesium-Scandium-Legierung.

## Experimentelle Ergebnisse und Simulation

Kupferproben mit einer Reinheit von 99,95% wurden mit der oben beschriebenen Apparatur verformt. Die Probendimensionen in der verwendeten Testvorrichtung sind 12x12x60 mm<sup>3</sup>, die Stempelgeschwindigkeit beim Pressen beträgt typischerweise 8 mm/min. Um die Reibung zwischen Kanal und Probe bzw. Pressstempel gering zu halten, wird der Kanal mit Molybdändisulfid geschmiert.

Bereits nach einem Durchgang durch die Pressmatrize zeigt sich eine deutliche Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften. Theoretisch hat die bei einem Pressdurchgang in die Probe eingebrachte Scherverformung  $\gamma$  bei dem abgebildeten Presswerkzeug einen Betrag von 100%, was bereits einer beträchtlichen Umformung entspricht. Ein Vielfaches davon wird nach mehreren ECAP-Durchgängen erreicht. Bild 4 zeigt die Zugfestigkeit von ECAP-verformten Kupferproben in Abhängigkeit des Verformungsgrades. Man erkennt, daß sich bereits nach dem ersten ECAP-Durchgang fast die maximale Festigkeit einstellt. Im Falle von Kupfer scheint sich eine Sättigung der Zugfestigkeit einzustellen. Ein ähnliches Resultat erhält man aus transmissionselektronenmikroskopischen (TEM) Untersuchungen. Auch dort zeigt sich nach einem einmaligen Durchgang durch die Pressmatrize eine deutliche Kornfeinung. Es kommt zunächst zur Fragmentierung von Körnern durch Bildung von Zellen bzw. Subkörnern. Sie sind getrennt durch Zellwände, zu denen sich die durch starke plastische Verformung induzierten Versetzungen formieren. Diese zellartige Struktur hat nach dem ersten ECAP-Durchgang bereits eine mittlere Zellgröße von etwa 200 nm. Die Zellen unterscheiden sich in ihrer Ausrichtung zunächst nicht sehr stark voneinander, lediglich um ein paar Grad. Durch das Einbringen weiterer Scherverformung kommt es zu größeren Misorientierungen, d.h. zur Bildung von Großwinkelkorgrenzen, so dass man dann von einer ultrafeinen Kornstruktur sprechen kann. Bei wenigen ECAP-Durchgängen geht die erhöhte Zugfestigkeit mit einer Einbuße der Raumtemperatur-Duktilität einher, was dadurch zu erklären ist, dass überwiegend Zellen (Subkörner) vorliegen und der Anteil der ▶

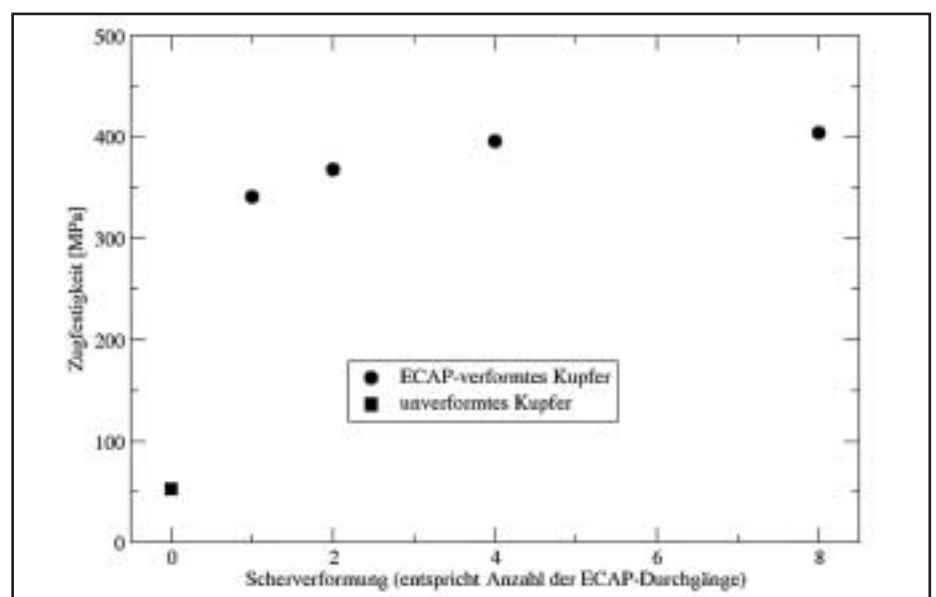


Bild 4: Zugfestigkeit von ECAP-Kupfer, Route C

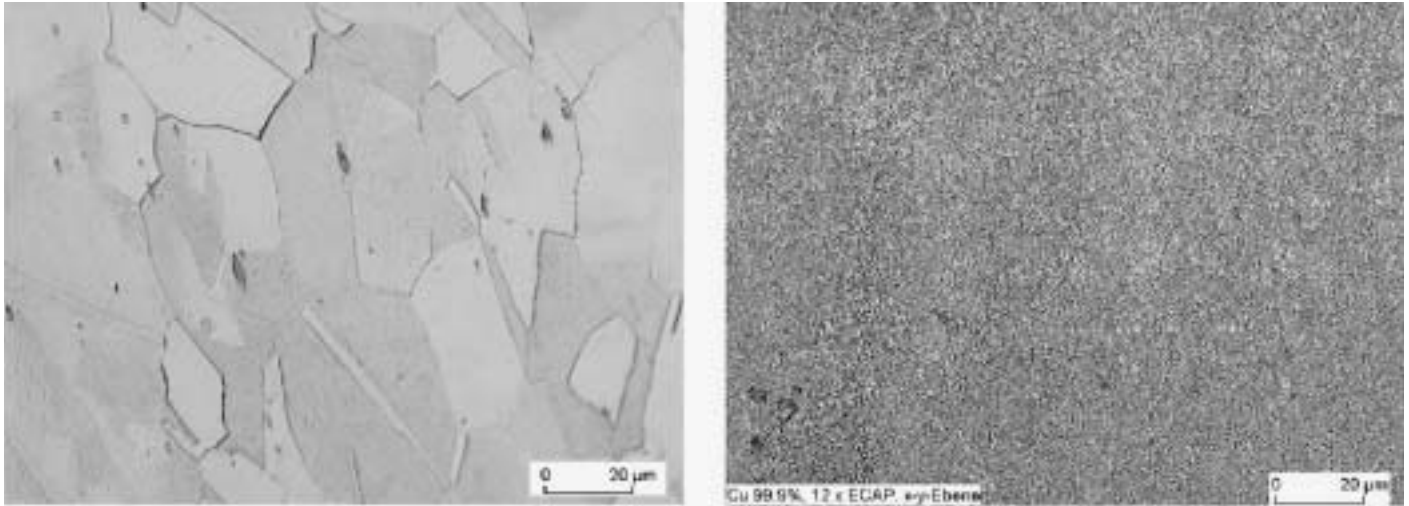


Bild 5: Lichtmikroskopische Aufnahmen: von unverformtem Kupfer (links) und ECAP-verformtem Kupfer (rechts)

Großwinkelkorngrenzen noch gering ist. Bei 16 ECAP-Durchgängen wurde ein Anstieg der Duktilität beobachtet; das Material verfügte bei einer deutlich erhöhten Festigkeit (vergleichbar mit den Werten in **Bild 4**) über eine annähernd gleiche Bruchdehnung wie unverformtes Kupfer. Die beobachtete Zellgröße ändert sich kaum mit zunehmendem Verformungsgrad, so dass lediglich die Orientierungsänderung der Subkörner und später Körner zueinander, also die Evolution der Textur dieser Materialien, die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften bestimmt. Einen deutlichen Eindruck der auftretenden Kornfeinung kann man schon durch lichtmikroskopische Untersuchungen gewinnen. **Bild 5** zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der Oberflächen von unverformtem und ECAP-verformtem Kupfer. Die Probe wurde 12 mal nach der Route B<sub>C</sub> gepresst. Man erkennt ein äußerst feinstrukturiertes Gefüge; die mittlere Zellgröße beträgt auch hier etwa 200 nm, was mit TEM-Untersuchungen nachgewiesen wurde.

Die experimentellen Arbeiten gehen mit theoretischen Überlegungen und den damit verbundenen Simulationsrechnungen Hand in Hand. So ist es möglich, den Einfluss der ECAP-Verformung auf die mechanischen Eigenschaften und die damit verbundenen mikrostrukturellen Änderungen, auch in Abhängigkeit von der Prozessroute, vorherzusagen. Dieses geht mit der Entwicklung leistungsfähiger Werkstoffmodelle einher. Eine erfolgreiche Modellbildung gelingt mit einem konstitutiven Modell, welches die Kaltverfestigung polykristalliner Materialien beschreibt, die zur Bildung von Zellstruktur neigen. Dieses Modell, in dem zwischen Versetzungen in den Zellwänden und im Zellinneren unterschieden wird, gilt insbesondere für den Fall großer Verformungen. Die konstitutive Beschreibung basiert auf den klassischen Modellen von *KOCKS* und *MECKING* sowie den Erweiterungen durch *TOTH*, *MOLINARI* und

*ESTRIN*. Das Modell wurde in das Softwarepaket ABAQUS implementiert und zur Simulation des Werkstoffverhaltens verwendet. Neben den mechanischen Eigenschaften der verformten Werkstoffe erhält man auch Informationen über die Änderungen der Versetzungsdichten und Zellgrößen sowie über die Texturentwicklung. Ebenfalls kann die Verformungsverteilung innerhalb der Probe auf diese Weise berechnet werden. Eine der Ursachen für leichte Inhomogenitäten in der Verformungsverteilung innerhalb eines Werkstücks liegt darin, dass es beim Scheren der Probe in der Matrize nicht unbedingt zu einer vollständigen Füllung des ECAP-Kanals kommt; es kann sich eine Lücke direkt im Winkel zwischen den beiden Kanälen an der unteren Seite ausbilden. Die Größe der Lücke hängt

neben der Geometrie der Pressmatrize auch vom Verfestigungsverhalten der Probe ab: Eine höhere Verfestigungsrate führt zur Bildung einer größeren Lücke. Da die Verfestigungsrate mit zunehmender akkumulierter Scherverformung abnimmt, wird dieser Effekt bei mehreren Pressungen zunehmend geringer, so dass dann der Einfluss der Kanalgeometrie stärker zum Tragen kommt. Rechnungen wurden inzwischen für Kupfer, Aluminium und kohlenstoffarmen Stahl durchgeführt, begleitet von vergleichenden Experimenten an diesen Werkstoffen.

Ein weiteres Beispiel ist die ECAP-Verformung von Stahl. Als Testsystem wurde ein kohlenstoffarmer Stahl verwendet, welcher ebenfalls eine deutliche Kornfeinung aufweist. Bereits nach zwei ECAP-Durchgängen hat sich eine ►

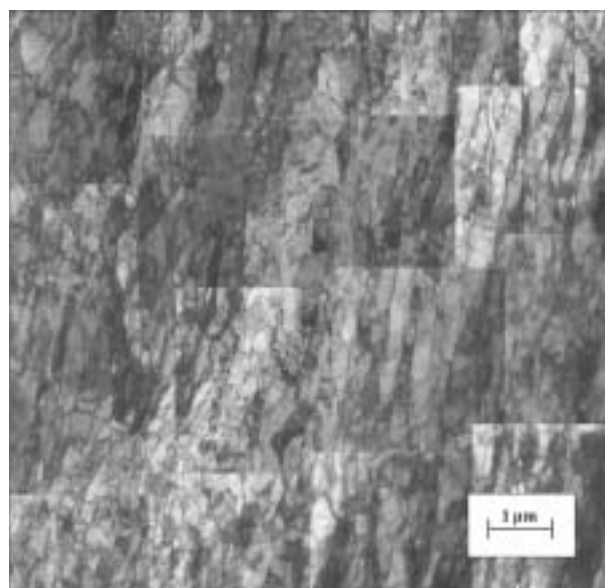


Bild 6: TEM-Collage eines ECAP-verformten kohlenstoffarmen Stahls (zwei Durchgänge, Route A)



mittlere Zellgröße von etwa 200 nm eingestellt. Eine Collage aus mehreren TEM-Aufnahmen einer nach Route A verformten Probe zeigt Bild 6.

Auch bei diesem Werkstoff gelang es, mit dem angewandten Modell eine sehr gute Übereinstimmung von Experiment und Simulation zu erzielen. Dies betrifft sowohl die mechanischen Eigenschaften, als auch die Mikrostruktur und die Texturentwicklung. **Bild 7** zeigt einen Vergleich zwischen einer experimentell ermittelten Polfigur eines kohlenstoffarmen Stahls (ECAP, zwei Pressungen, Route A) und den aus der Simulation gewonnenen Daten. Es zeigt sich auch hier eine gute Vorhersagefähigkeit des am IWW entwickelten Modells. Die im Bild verwendeten Bezeichnungen ED (Extrusion Direction) und TD (Transverse Direction) beschreiben die Richtungen in der Probe. Die Polfiguren beziehen sich auf die von diesen Vektoren aufgespannte Ebene, welche einer Betrachtung der herausgepressten Probe von oben entspricht. Es zeigt sich, dass die simulierten Polfiguren nicht symmetrisch bezüglich der Querrichtung (TD) sind, wohl aber bezüglich der Preßrichtung (ED). Solche asymmetrischen Polfiguren werden auch in anderen scherverformten Materialien gefunden, so zum Beispiel bei Torsion oder asymmetrischem Walzen. Eine für Scherverformung typische Textur wird zunächst in ECAP-verformtem Material erwartet. Die ideale Verformungstextur für Scherung,  $\{112\}\langle 111 \rangle$  und  $\{110\}\langle 001 \rangle$ , wird unter anderem bei Torsionsversuchen erreicht. Für den ersten ECAP-Durchgang werden die Komponenten  $(110)[001]$  und  $(112)[111]$  in den Polfiguren gefunden. Dennoch sind die großen Intensitätsmaxima nicht exakt an der Position für die ideale Scherverformung. Nach vier ECAP-Durchgängen wird die Vorzugsorientierung  $\{145\}\langle 321 \rangle$  nachgewiesen, was sicher nicht der idealen Scherverformungstextur entspricht. Eine Ursache für die Abweichung der Texturkomponenten von der idealen Scherverformung kann durch das Vorhandensein von ebenen Verzerrungszuständen beim ECAP erklärt werden. Da die plastische Verformung innerhalb der Probe variiert, ergibt sich eine entsprechende Ortsabhängigkeit der Textur. Auch dieser Effekt wird vom Modell richtig erfasst.

### Anwendungen und Ausblick

Das Anwendungspotential der oben beschriebenen Verfahren ergibt sich aus den neuen Eigenschaften hochgradig verformter metallischer Werkstoffe, wobei die Möglichkeiten noch lange nicht ausgereizt sind. Wie bereits erwähnt, zeichnen sich ECAP-verformte Werkstoffe durch eine hohe Festigkeit bei guter Duktilität und in manchen Fällen auch durch superplastische Eigenschaften aus. Des weiteren ist es möglich, ECAP in bestehende Prozessketten einzubauen, so daß Walzen, Schmieden, Biegen etc. folgen könnte. Soweit die Strukturstabilität bei erhöhter Tem-

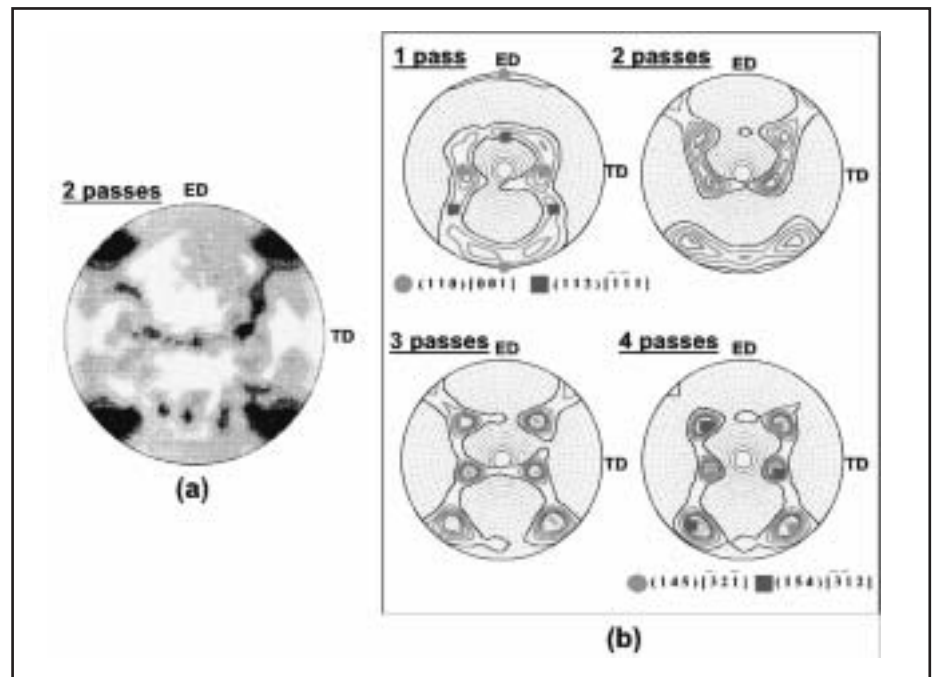


Bild 7: (200) Polfiguren: links gemessen für 2 x ECAP Route A, rechts die zugehörige Simulation

peratur gewährleistet ist, bieten sich derartig bearbeitete Werkstoffe auch für Anwendungen in Motorkomponenten an. Weitere Einsatzmöglichkeiten im Automobilbau, wie etwa für Crashelemente oder für Teile des Lenkungssystems, wären ebenfalls denkbar. Das IWW arbeitet daran, zu untersuchen, wie dank der Kornfeinung durch ECAP möglicherweise die Wassertrockspeicherkapazität derjenigen Werkstoffe erhöht werden kann, die als Kandidaten für Anwendungen in transportablen Brennstoffzellen gelten. An HPTS-verformten Stählen wurde eine Beschleunigung der Nitrierkinetik festgestellt. Auch kann ein feines Korn Abschattungseffekte beim Abspulern von Metalloberflächen verhindern und einen regelmäßigen Abtrag ermöglichen. Der Einsatz von ECAP-verformten Titanlegierungen in der Prothetik steht unmittelbar vor der Kommerzialisierung.

Der ECAP-Prozess bietet noch weitere interessante Anwendungsmöglichkeiten. So sind im IWW Versuche durchgeführt worden, die zeigen, dass durch das gleichzeitige Pressen verschiedener Werkstoffe neuartige Fügeverfahren entwickelt werden können. Zusätzlich soll demnächst untersucht werden, inwieweit das Pressen eingekapselter Pulver nach der ECAP-Methode neue Wege in der Pulvermetallurgie eröffnen kann.

Diese Beispiele zeigen, dass hochgradige plastische Verformung als Methode zur Verbesserung von Materialeigenschaften eine Zukunft hat und dass ein großes Potential im Forschungsbereich ECAP vorhanden ist, sowohl aus grundlagenwissenschaftlicher als auch industriellen Sichtweise. Zur Zeit wird im Institut für

Werkstoffkunde und Werkstofftechnik ein beheizbarer ECAP-Versuchsaufbau realisiert. Damit sollte es möglich sein, bei Raumtemperatur schwer verformbare Werkstoffe, beispielsweise Magnesium und Magnesiumlegierungen, zu bearbeiten. Auch bei diesen Werkstoffen sind zahlreiche interessante Materialverbesserungen zu erwarten.

Um die der Kornfeinung zugrunde liegenden Mechanismen zu verstehen, werden am Institut, auch im Rahmen internationaler Kooperationen, Untersuchungen der Gefügeentwicklung mittels TEM, Röntgen- und Neutronenbeugung, Positronenzerstrahlung und anderer Charakterisierungsmethoden auf breiter Front durchgeführt. Ergebnisse aus dieser Forschung sollen dazu dienen, die Prozessparameter beim ECAP im Hinblick auf das gewünschte Eigenschaftsprofil zu optimieren und die Anwendungsmöglichkeiten metallischer Werkstoffe auf dem Wege des ECAP zu erweitern.

*Anm. d. Red.:*

*Literaturhinweise sind bei den Verfassern erhältlich.*

*Prof. Dr. rer. nat. habil. Juri Estrin*

*Dr.-Ing. Ralph Hellmig*

*Dr. Seung Chul Baik*

*Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik  
Agricolastraße 6*

*38678 Clausthal-Zellerfeld*

*Tel.: 05323/72-2004 (Estrin)*

*05323/72-2748 (Hellmig)*

*05323/72-3115 (Baik)*

*Fax: 05323/72-3148*