Anisotropie des photoelastischen Effektes in gewalztem Silberchlorid

Gieleßen, H.

Experimentelle und theoretische Untersuchungen wurden durchgeführt, um einen Zusammenhang zwischen elastischer und optischer Anisotropie mit den Gesetzen der Spannungsoptik herzustellen. Hierzu werden zunächst die Grundlagen der anisotropen Spannungsoptik beschrieben. Mono- und polykristalline Silberchloridproben wurden Zugspannungen unterworfen und relative Verzögerung und Auslöschungswinkel gemessen, um die Theorien zu stützen, die den Spannungszustand mit den optischen Erscheinungen quantitativ in Beziehung setzen. Die Texturen von gewalzten und rekristallisierten Silberchloridproben wurden mit Hilfe eines Röntgentexturgoniometers ermittelt und charakterisiert.

Experimental and theoretical studies have been carried out in order to relate elastic anisotropy to optical anisotropy by means of photoelasticity. The fundamentals of anisotropic photoelasticity have been described. Specimens of monocrystalline and polycrystalline silver chloride have been submitted to tensile stress and relative retardation and extinction angles observed in polarized monochromatic light to show conformity to the theories which quantitatively relate the state of stress and optical phenomena. Textures of cold-rolled as well as of recrystallized silver chloride specimens were determined with an X-ray goniometer. Texture determining parameters such as degree of rolling and recrystallisation time and temperature have been varied. Textures found in silver chloride after various processing have been characterized.

1. Einleitung

Warum interessieren sich Maschinenbauingenieure für Textur und Anisotropie? Und aus welchen Gründen interessieren sie sich für Silberchlorid, welches absolut keine Bedeutung als Material zur Herstellung von Maschinenteilen hat. Im Bereich Maschinenbau ist neben der Konstruktion, die Bestimmung mechanischer Beanspruchungen in Maschinenteilen eine Hauptaufgabe. Es gibt unterschiedliche Werkzeuge im Werkzeugkasten des Maschinenbauers, welche für diese Zwecke eingesetzt werden können. Bei einfacher Geometrie und Lastbedingungen ist ein analytischer Ansatz anwendbar. Heutzutage werden oft numerische Methoden wie FEM oder BEM eingesetzt, da hoch entwickelte Software und Rechnerleistung bei vergleichsweise niedrigen Preisen zur Verfügung stehen. Jedoch ist große Erfahrung notwendig, um korrekte Resultate zu erhalten.

In der Palette der experimentellen Methoden der Ganzfeldmessung ist die Spannungsoptik am weitesten verbreite. Diese Methode bedient sich des Effektes der Spannungsdoppelbrechung, welcher bei jedem kristallinen und nicht-kristallinen transparenten Material auftritt. Es wurden Analogien entwickelt, welche die Verwendung transparenter Modelle erlauben und bei Belastung dieser durch innere oder äußere Kräfte Untersuchungen der inneren Beanspruchungen zulassen. Ein wesentlicher Nachteil dieser Methode ist die Notwendigkeit ein Modell des zu untersuchenden Teils anzufertigen, falls nicht nur eine Ermittlung der Spannungen an den Oberflächen gewünscht ist.

Alle üblicherweise verwendeten spannungsoptischen Modellmaterialien haben ein nicht-kristalline Struktur, was dazu führt, daß sie nur für Untersuchungen von Elastizitätsproblemen homogener und isotroper Körper geeignet sind, da sie selber eine homogene, isotrope Struktur und entsprechende mechanische und optische Eigenschaften aufweisen. Den Hauptanteil der im Maschinenbau verwendeteten Materialien bilden Metalle, die eine kristalline Struktur aufweisen. Deren anisotrope Eigenschaften werden normalerweise durch verschiedene thermische und mechanische Bearbeitungsschritte hervorgerufen. Ein weiterer Nachteil spannungsoptischer Modellmaterialien, bei denen es sich meist um verschiedene Kunstharze handelt, ist, daß sich das mechanische Verhalten oberhalb der Elastizitätsgrenze vom Fließverhalten der Metalle unterscheidet. Die plastische Verformung von Polymeren geschieht durch Aufbrechen, Verformung und Neuanordnung von Molekülketten. Gleitebenen, sowie Zwillingsbildung und Kaltverfestigung treten nicht auf. Desweiteren hängt der Verformungsgrad von den Belastungszeiten und Dehnungsraten ab. Aus diesen Gründen war es notwendig, ein transparentes, texturierbares Material, welches Gleitebenen, Kaltverfestigung, Rekristallisation, Umformbarkeit und ausreichende spannungsoptische Empfindlichkeit aufweist, zu finden. Materialien mit diesen Eigenschaften mußten kristallin sein. Tamman /1/ beschrieb als erster Silber- und Thalliumhalogenidsalze als für spannungsoptische Untersuchungen geeignet. Stepanov /2/ entwickelte Verfahren zur Präparation von Silberchloridproben für spannungsoptische Zwecke und prägte den Begriff "transparente Metalle" für diese Stoffe. Aufgrund ihrer kubischen Kristallstruktur sind sie nicht von sich aus doppelbrechend und das Maß ihrer Doppelbrechung spiegelt direkt die Größe und Richtung einer vorhandenen inneren Beanspruchung wieder. Diese "transparenten Metalle" können wie Metalle gewalzt, geschmiedet, getrennt, geglüht und rekristallisiert werden. Das durch Texturen verursachte anisotrope, optische Verhalten ist eine direkte Folge mechanischer Bearbeitung, wie auch das Auftreten mechanischer Anisotropie in Metallen. Die Wissenschaftler, welche sich zum ersten Mal mit der Thematik der Texturen in spannungsoptischen Werkstoffen befaßten, interessierten sich für die texturellen Effekte, weil sie sie vermeiden wollten. Es wurde eine Methode zur Erzielung nahezu texturfreier polykristalliner Proben von Stepanov /3/ vorgeschlagen, welche von Weber /4/ weiterentwickelt wurde.

In den 70er Jahren begann das Institut für Maschinenwesen die Untersuchung von Silberchlorid, als der Bedarf für ein spannungsoptisches Material hoher Plastifizierbarkeit zur Simulation von Umformvorgängen entstand. Derzeit liegt unser Schwerpunkt bei der Erzeugung gezielter optischer Anisotropie in Silberchlorid, und der Formulierung einer Theorie, welche den Zusammenhang mit der mechanischen Anisotropie gewalzter Bleche herstellt.

2 Neue Anforderungen an die Spannungsoptik

Der Ansatz einer anisotropen Spannungsoptik erfordert die Kombination konventioneller Spannungsoptik mit den Gesetzen der Kristalloptik unter Berücksichtigung der Textur im Modell und Bauteil. Die klassische Spannungsoptik befaßt sich mit amorphen, molekularen oder isotropen Materialien, während die Kristalloptik das optische Verhalten einzelner Kristalle beschreibt. Der polykristalline Zustand wird durch die Orientierungsverteilungsfunktion (ODF), mit der verschiedene physikalische Eigenschaften berechnet werden können, beschrieben.

Ein Maschinenteil, welches für Untersuchungen der



Abb. 1: Gesamtzusammenhang anisotrope Spannungsoptik

mechanischen Anisotropie geeignet ist, besteht vorzugsweise aus Stahl, da Aluminium nur eine geringe elastische Anisotropie besitzt. Die mechanischen Eigenschaften werden durch die Textur des Materials beeinflußt, die wiederum vom Verformungszustand abhängt. Die Textur wird durch Koeffizienten der Ausrichtungsverteilungsfunktion (ODF) beschrieben. Die makroskopische elastische Anisotropie kann mit Hilfe der elastischen Konstanten, welche bei fast allen Materialien bekannt sind, aus den Konstanten der ODF berechnet werden. Zusammen mit einer äußeren Belastung oder bekannten Restspannungen ergibt dies die Spannungs- und Dehnungsverteilung. Den Zusammenhang zeigt die **Abb. 1**.

Um die Spannungsverteilung des Bauteils mittels Spannungsoptik simulieren zu können, muß ein Modellteil aus Silberchlorid hergestellt werden. Durch Bearbeitungsschritte, wie Strangpressen, Walzen und Rekristallisationsprozesse, werden unterschiedliche Texturen erhalten. Die Texturkoeffizienten sind zu bestimmen und zusammen mit den elastooptischen oder piezooptischen Konstanten kann das spannungsoptische Verhalten des texturierten Materials berechnet werden. Spannungsoptisches Verhalten bedeutet in diesem Zusammenhang, die Änderungen der Brechungsindizes zweier polarisierter Lichtwellen, mit orthogonalen Polarisationsrichtungen. Die Überlagerung der zwei Wellen führt zu Interferenzen, welche gemessen und aus denen letztlich der Spannungszustand des Bauteils bestimmt werden kann. Die folgende Abhandlung beschäftigt sich mit den Aspekten in den grau hinterlegten Feldern aus Abb. 1.

3 Gleitmechanismen in Silberchlorid

Um die anisotropen Eigenschaften von Silberchlorid diskutieren zu können, müssen zunächst die Verformungsmechanismen unter Belastung geklärt werden. Das in einem Zonenschmelzofen hergestellte Rohmaterial für die Proben wird zunächst stranggepreßt und anschließend gewalzt, um eine feinkörnige Struktur zu erhalten. Durch die Verformung bilden sich feine Gleitlinien auf der Probenoberfläche wie in **Abb. 2** dargestellt. Diese Gleitlinien ähneln denen, die bei polierten metallischen Oberflächen bei Verformung in Erscheinung treten. Nye /5/ zeigte, daß diese Streifen kleine Stufen auf der Oberfläche darstellen und daher durch Gleiten und nicht durch Zwillingsbildung entstehen. Das Auftreten der Gleitlinien hängt von der Ausrichtung der Körner relativ zur Oberfläche ab. Abb. 2 stellt zwei benachbarte Körner dar, wobei in einem Korn die Normale der Gleitebene einen kleinen Winkel mit der Oberfläche bildet. Im anderen Korn liegt die Gleitebene nahezu parallel zur Oberfläche, so daß keine Gleitlinien auftreten. Ein anderes typisches Phänomen ist das Auftreten doppelbrechender Bänder, wenn die Probe in polarisiertem Licht beobachtet wird (Abb. 3). Diese Bänder sind das Resultat von Restspannungen zwischen benachbarten Gleitzonen nach der Verformung. Ihr Auftreten hängt wiederum von der Neigung der Gleitebenen zur Oberfläche der Probe ab. Der Abstand der doppelbrechenden Bänder ist bei großen Winkeln klein. Bei kleinen Winkeln können die sich dann überlappenden Bänder aufgrund gegenseitiger Auslöschung verschwinden. In diesem Falle können zwei Gleitliniensysteme mit einem System doppelbrechender Bänder erkannt werden, welches parallel zur Winkelhalbierenden zwischen den Gleitsystemen ausgerichtet ist.



Abb. 2: Gleitlinien in AgCl



Abb. 3: Doppelbrechende Bänder in AgCI

Nye (1949) stellte durch optische Bestimmung der Ausrichtung der Gleitlamellen und durch Orientierungsmessung der Körner mittels Laue-Methode fest,



Abb. 4: Pole der Gleitebenen einiger Körner /5/

daß die Gleitebenen in den meisten Fällen nahe [111] sind (**Abb. 4**). Die Gleitrichtung wurde zu <110> bestimmt, was mit kfz-Metallen übereinstimmt.

4 Texturentwicklung in gewalztem Silberchlorid

Aufgrund der Struktur von Silberchlorid kann vermutet werden, daß Texturen durch Walzen und Strangpressen erzeugt werden. Verschiedene Autoren erwähnten eine optische Anisotropie von Silberchlorid und die Existenz von einer Texturen als deren Ursache wurde vermutet. Jedoch wurde dies bis heute nicht näher untersucht. Polfiguren unserer ersten Experimente zeigten nur schwache Textureffekte, so daß Reihenuntersuchungen durchgeführt wurden.

Das in einem Brigdman-Stockbarger Zonenschmelzofen hergestellte Rohmaterial hatte einen Durchmesser von 32 mm und eine Länge von ungefähr 80 mm. Alle Proben, die zum Walzen verwendet wurden, wurden durch Strangpressen mit einem Querschnitt von 30x12mm erzeugt. Sie besaßen eine relativ gleichmäßige Korngröße mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 100 µm. Es wurde bei Temperaturen von 23°C, 0°C und -35°C in mehreren Schritten bis zu einem Umformgrad von 98% gewalzt. Abb. 5 stellt Korngrößen bei unterschiedlichen Walzgraden bei -35°C dar. Ab ungefähr 40 % Umformgrad kam es zu einer erheblichen Streckung der Körner, die bei 60 % ein Maximum erreichte. Walzen bei höheren Temperaturen verschob diese Werte auf 30% bzw. 40%. Es bestand nur ein geringer Unterschied zwischen den Experimenten bei 23°C und 0°C. Bei einem Walzgrad von 80% ist ein Maximum von ungefähr 0,2 mm der Korngröße erreicht (erhöhte Temperaturen: 60%-80%).

Ursprünglich sollte eine kleinere Korngröße durch Walzen erhalten werden, da dies für optische Untersuchungen günstiger ist. Der Effekt wachsender



<u>Abb. 5:</u> Korngrößen bei steigenden Walzgraden, T=-35°C, Vergr. 80-fach

Korngrößen widerspricht den Literaturangaben und wird wahrscheinlich durch eine hohe Reinheit des Materials verursacht. Es ist offensichtlich, daß während des Walzvorganges dynamische Rekristallisation stattfand, was dazu führte, die Experimente bei niedrigeren Temperaturen durchzuführen. Der Beginn der Kornvergrößerung verschob sich, wenn die Proben vorher abgekühlt wurden, zu einem höheren Walzgrad, konnte jedoch nicht ganz verhindert werden.

Die Ausgangstextur war noch bei einem Walzgrad von 20% vollständig erhalten (**Abb. 6**). Die ODF in **Abb. 7** zeigt die Existenz einer ausgesprochen scharfen Goss-Textur, die durch das Strangpressen entstand. Ab 60% tritt eine Würfeltextur auf, wobei die Goss-Textur immer noch vorhanden ist. Wie in rekristallisiertem Aluminium tritt eine gedrehte Würfeltextur auf. Die Goss-Textur ist bei 80% nahezu aufgelöst. Die Würfeltextur ist eine typische Rekristallisationstextur von kfz Metallen und ist damit ein weiterer Hinweis auf dynamische Rekristallisation. Das Korngrößenwachstum, das Auftreten der Würfeltextur und die verschwindende Kornstreckung stehen in Einklang miteinander und treten bei demselben Walzgrad auf. Bei Umformgraden von 60% und 80% werden die Polfiguren durch die grobkörnigen Struktur etwas zerrissen. Aufgrund der dynamischen Rekristallisation konnten keine typischen Walztexturen erhalten werden.

119

Literaturangaben über die Rekristallisation von Silberchlorid unterscheiden sich erheblich voneinander /4, 6/, was die Anfangstemperaturen und Rekristallisationszeiten anbelangt. Es wurden Proben ausgewählt, die bei Raumtemperatur um 30% umgeformt waren, um dynamische Rekristallisation durch Wal-



 $\varphi = 20\%$

 $\varphi = 60\%$

 $\varphi = 80\%$





 $\phi = 20\%$

 $\varphi = 60\%$

 $\phi = 80\%$

zen auszuschließen. Die Ausgangskörner zeigten deutliche Elongationen mit einer ungefähr doppelt so großen Länge wie Breite. Die Korngrößen variierten von 50 μm bis 100μm. Bei einer Rekristallisationstemperatur von 100°C begann nach 6 Minuten eine kugelförmige Kornform aufzutreten, die Korngröße verringerte sich um 20%. Nach 20 Minuten war eine kugelförmige Gestalt der Körner erreicht, wobei die Korngröße bis t=30 min konstant blieb. Danach fand eine sekundäre Rekristallisation statt, welche große Körner bildete (**Abb. 8**) und makroskopisch nach dem Ätzen beobachtet werden konnte. peraturen rufen eine Koagulation der Ausscheidung hervor /7/. Daraus folgt, daß eine höhere Anzahl von Körnern in der Lage ist gleichzeitig zu wachsen wodurch die Ausbildung kleinerer Körner begünstigt wird. Bei einphasigem Material kann dieser Effekt durch Verunreinigungen hervorgerufen werden. Bei Silberchlorid, welches sichtbarem Licht ausgesetzt wurde, ist immer koaguliertes Silber vorhanden, welches möglicherweise verantwortlich für diesen Effekt ist.



Abb. 8: Kornwachstum von AgCI bei verschiedenen Rekristallisationstemperaturen und 30% igem Umformgrad

Bei einer Temperatur von 120°C begann die sekundäre Rekristallisation bereits nach 6 Minuten, jedoch wurde eine Korngröße von 200µm nicht überschritten, obwohl die Proben 30 Minuten lang dieser Temperatur ausgesetzt waren. Bereits nach 10 Minuten war diese Größe erreicht und zur gleichen Zeit wurde die Struktur kugelförmig. Die sekundäre Rekristallisation begann schon nach 4 Minuten als eine Temperatur von 150°C verwendet wurde. Die endgültige Größe wurde nach 6 Minuten erreicht, aber die Verringerung der Kornstreckung trat erst bei t= 15 min auf. Natürlich kann erwartet werden, daß die sekundäre Rekristallisation bei einer Erhöhung der Temperatur zu früheren Zeiten stattfindet. Im Gegensatz dazu steht die Verminderung der Kornstreckung, welche bei Erhöhung der Temperatur zu einem späteren Zeitpunkt einsetzt. Bei hohen Glühtemperaturen wurden geringe endgültige Korngrößen erhalten. Hohe Tem-

5 Spannungsoptischer Effekt in monokristallinem Silberchlorid

Um spannungsoptische Effekte mit Texturen in Zusammenhang bringen zu können, ist es notwendig, die Beziehung zwischen Spannungszustand und spannungsoptischem Effekt, also relative Verzögerung und Auslöschungswinkel, zu quantifizieren. Aus diesem Grund wurden Untersuchungen am Einkristall durchgeführt. Im Allgemeinen fallen die Hauptspannungsrichtungen, die Hauptachsen der Indikatrix oder des Fresnel-Ellipsoids, die Kristallachsen, die Wellennormale und die Orientierung der Probe nicht zusammen. In den gegenwärtigen Untersuchungen werden Probenrichtung, Spannungsrichtung und Richtung der Wellennormalen gleich gewählt. In diesem Falle muß nur die Orientierung des Index-Ellipsoids und die Kristallorientierung in Bezug auf das Probenkoordinatensystem bekannt sein. Der Auslöschungswinkel

wurde mit einem einfachen Polariskop gemessen und die Kristallorientierung mit einem Röntgentexturgoniometer. Der Winkel zwischen dem Fresnel-Ellipsoid und der Probe ist vom Spannungstensor, Spannungswert und der Orientierung der Probe abhängig. Für diese Bestimmung ist es notwendig, die relative Phasenverschiebung zu ermitteln. Dies geschieht durch die Kompensationsmethode nach Sénarmont, für die die meisten Polariskope ausgerüstet sind.

Eine planparallele Silberchloridplatte wird unter ebenem Spannungszustand betrachtet. Die Platte wird aus dem Probenrohling in zufälliger Orientierung herausgeschnitten, so daß drei Koordinatensysteme in Betracht gezogen werden müssen. Sie werden als XYZ-Kristallkoordinaten, X'Y'Z'-Hauptspannungssystem mit einer zu der Plattenoberfläche senkrechtstehenden Z'-Komponente und X''Y''Z''-Koordinatensystem des optischen Ellipsoids bezeichnet. Das Indexellipsoid, ausgedrückt im X'Y'Z'-System, besitzt die allgemeine Form:

$$B'_{11}x'^{2} + B'_{22}y'^{2} + B'_{33}z'^{2} +$$
(1)
$$2B'_{23}y'z' + 2B'_{13}x'z' + 2B'_{12}x'y' = 1$$

Für den ebenen Fall mit Z´=0 vereinfacht sich dies zu einer Ellipse der Form:

$$B'_{11}x'^2 + B'_{22}y'^2 + 2B'_{12}x'y' = 1$$
 (2)

Die B'_{ii} beschreiben die Abschnitte der Ellipse auf dem Koordinatensystem, wogegen B'₁₂ ein Maß für den Winkel α ist, welcher der optischen Isokline oder dem Auslöschungswinkel entspricht.

$$\tan 2\alpha = \frac{2B'_{12}}{B'_{11} - B'_{22}}$$
(3)

Das Fresnel-Ellipsoid und der Spannungszustand, welcher ebenfalls ein Ellipsoid repräsentiert, müssen in Beziehung zueinander gesetzt werden. Dazu ist ein System von 36 spannungsoptischen Koeffizienten π_{ij} für den allgemeinen Fall erforderlich. Aufgrund kubischer Symmetrie bleiben nur drei Koeffizienten übrig. Mit der Annahme, daß die Änderungen der Koeffizienten B´_{ij} des Ellipsoids lineare Funktionen der Spannungen /8/ sind, können diese Koeffizienten folgendermaßen ausgedrückt werden:

$$B'_{11} - v_0^2 = \pi'_{11}\sigma_1 + \pi'_{12}\sigma_2$$
(4)

$$B'_{22} - v_0^2 = \pi'_{12}\sigma_1 + \pi'_{22}\sigma_2$$
(2)

$$2B'_{12} = \pi'_{16}\sigma_1 + \pi'_{26}\sigma_2$$

Hierbei sind die σ_i die Hauptspannungen, v₀ die Licht-

geschwindigkeit in unbelastetem AgCI und die π_{ij} Funktionen der drei piezooptischen Koeffizienten π_{11} , π_{12} und π_{44} im Kristallkoordinatensystem. Wenn diese in Gleichung (4) und dann in (3) eingesetzt werden, wird α als Funktion der piezooptischen Koeffizienten, der Hauptspannungen und der Richtungscosini der Winkel zwischen dem Kristall- und dem Probenkoordinatensystem, die alle bekannt sind, erhalten.

Der Winkel a der optischen Isokline beschreibt die Polarisationsebenen der beiden Wellen, die aus dem Kristall austreten. Der relative Gangunterschied beider Wellen kann mittels einer Kompensationsmethode durch Addition oder Subtraktion eines künstlichen Gangunterschiedes, bis die Auslöschung für eine bestimmte Wellenlänge auftritt, ermittelt werden. Wenn dies in monochromatischem Licht durgeführt wird, kann eine Genauigkeit bis zu 0,02 Isochromatenordnungen erreicht werden. Sowohl der Gangunterschied als auch die optische Isokline hängen vom Spannungszustand ab, wie bereits erwähnt wurde. Daher ist die Beziehung zwischen dem Gangunterschied und dem Spannungszustand zu formulieren. Wenn Gleichung (4) im optischen KS X'Y'Z' ausgedrückt wird, ergibt sich:

$$B_{11}'' - v_0^2 = \pi_{11}'' \sigma_{x''} + \pi_{12}'' \sigma_{y''} + \pi_{16}'' \tau_{x''y''}$$
(5)

$$B_{22}'' - v_0^2 = \pi_{12}'' \sigma_{x''} + \pi_{22}'' \sigma_{y''} + \pi_{26}'' \tau_{x''y''}$$
(2)

$$B_{12}'' = 0 = \pi_{16}'' \sigma_{x''} + \pi_{26}'' \sigma_{y''} + 2\pi_{26}'' \tau_{x''y''}$$

Die B^{''}_{ii} repräsentieren die Geschwindigkeiten der polarisierten Lichtwellen, welche aus dem Kristall austreten. Nach /8/ werden diese wie folgt dargestellt:

$$B_{11}'' = v_0^2 (1 + \frac{p}{v_0^2} \sigma_{x''} + \frac{q}{v_0^2} \sigma_{x''})$$

$$B_{22}'' = v_0^2 (1 + \frac{q}{v_0^2} \sigma_{x''} + \frac{r}{v_0^2} \sigma_{x''})$$
(6)

wobei p, q und r Funktionen der piezooptischen Koeffizienten und der Orientierung des optischen Koordinatensystems in Bezug auf das kristallographische System sind. Die Lichtwellengeschwindigkeiten müssen dann in Form von Brechungsindizes ausgedrückt werden. Rücktransformation der Spannungen in Hauptspannungen führt zu Gleichung (7) für den relativen Gangunterschied δ .

$$\delta = d \frac{V}{2v_0^3} \{ [(p-q)\cos^2 \alpha - (r-q)\sin^2 \alpha]\sigma_1$$

$$+ [(p-q)\sin^2 \alpha - (r-q)\cos^2 \alpha]\sigma_2 \}$$
(7)

V ist die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum und d die

Dicke der Probe. Mit diesen Beziehungen kann der Spannungszustand aus den spannungsoptischen Messungen ermittelt oder andererseits können spannungsoptische Konstanten des Materials ermittelt werden.

6 Experimentelle Untersuchung von Einkristallen unter Zugbelastung

Die verwendeten Silberchlorid-Einkristalle waren 30 mm lang, 10 mm breit und 3 mm dick. Es wurden kleine Klammern als Probenhalterung konstruiert. Ihre Besonderheit bestand darin, daß der Kontaktdruck proportional zur Zuglast war, damit die Kontaktstellen nicht mehr als nötig deformiert wurden. Zusammen mit einem Ringkraftmesser wurden die Proben in einen Belastungsrahmen gesetzt, wobei die Last in Schritten von jeweils 50 N bis zu einer Grenze von 15 N/mm² erhöht wurde. Eine der Proben zerbrach bei Erreichen diesen Wertes. Plastische Verformung setzte bei 3-5 N/mm² ein.

Der Belastungsrahmen wurde mit den Proben in einen vergrößerndes Projektionspolariskop eingesetzt, wobei Auslöschungswinkel und Isochromatenordnungen gemessen wurden. Während die Last schrittweise erhöht wurde, erfuhr der Probenquerschnitt eine Scherung. **Abb. 9** zeigt die auf den wahren Querschnitt bezogene Spannung über der Isochromatenordnung für drei Proben. Auch im plastischen Bereich, welche bei einer Spannung von weniger als 5 N/mm² beginnt, zeigen sie eine gute Linearität.



<u>Abb. 9:</u> Isochromatenordnung bei λ=546 in Abhängigkeit der Probenbeanspruchung, Proben K1, K12 und K18

Es stellt sich die Frage, ob die Messungen in Einklang mit den Theorien aus Kapitel 5 stehen. Aus den oben angegebenen Gleichungen folgt, daß drei piezooptische oder elastooptische Konstanten und einige Transformationsmatrizen benötigt werden. Die Orientierung der Probe K12 wurde mit Hilfe eines Röntgengoniometers mit den Werten (-2,1,8) [-3,1,-1] gemessen. Die benötigten optischen Konstanten wurden bislang überhaupt nur zweimal durch spannungsoptische Messungen bestimmt. Die Werte sind in **Tab. 1** angegeben.

	West / Makas	Goodman / Sutherland	Gieleßen
π ₁₁ - π ₁₂	$-5,62 \cdot 10^{-6}$	-9,4 • 10 ⁻⁶	-5,72 • 10 ⁻⁶
π ₄₄	8,89 • 10 ⁻⁶	$12 \cdot 10^{-6}$	7,97 • 10 ⁻⁶

<u>Tabelle 1:</u> Werte der piezooptischen Konstanten nach /9/, /10/, Autor. (Einheiten=mm²/N)

Es ist nicht möglich π_{11} und π_{12} mit spannungsoptischen Mitteln zu trennen. Um diese Konstanten zu vereinzeln ist eine Messung des absoluten Gangunterschiedes mit einem Interferometer notwendig. Aus diesen Konstanten, der Kristallorientierung und der aufgebrachten Beanspruchung wird eine theoretische Isochromatenordnung erhalten und mit der gemessenen Isochromatenordnung verglichen. Als Lichtquelle dient eine Weißlichtquelle mit Metallinterferenzfilter mit einer Wellenlänge von 589 nm.



Abb. 10: Spannungsoptische Messungen und Theorie

Bis zu einer Spannung von 3 N/mm² stimmten die Messungen mit den theoretischen Werten, die aus den Konstanten berechnet wurden, gut überein (**Abb. 10**). Oberhalb diesen Wertes setzte plastisches Fließen ein und die Isochromatenordnung erhöhte sich nur wenig bis 6N/mm² erreicht waren. Bei höheren Spannungswerten werden die Kurven wieder

linear. Dies wird durch eine Orientierungsänderung des Kristalls bei Fließbeginn bewirkt. Doppelbrechende Bänder, wie oben erwähnt, konnten bei Fließbeginn deutlich beobachtet werden und breiteten sich über den größten Teil der Probe bis zu einer Spannung von 6N/mm² aus. Oberhalb dieses Wertes war die Orientierungsänderung beendet und der spannungsoptische Effekt wurde wieder linear.

7 Optische Anisotropie von Silberchlorid

Die Orientierung der Körner wird durch den Brechungszustand dargestellt. Die Beziehung zwischen Indikatrix oder dem Fresnel-Ellipsoid und dem Spannungszustand wird durch die elastooptischen oder piezooptischen Konstanten beschrieben. Im Allgemeinen kann dies wie folgt beschrieben werden:

 $\begin{array}{lll} \Delta B_{ij} = \pi_{ijkl}\sigma_{kl} & \pi_{ijkl} = \text{piezooptische Konstanten} & (8) \\ \Delta B_{ij} = p_{ijrs}\epsilon_{rs} & p_{ijrs} = \text{elastooptische Konstanten} \\ p_{ijrs} = \pi_{ijkl} \ c_{klrs} & c_{klrs} = \text{elastische Konstanten} \\ \text{wobei } \pi_{ijkl} \ \text{und } p_{ijkl} \ \text{Tensoren vierter Stufe kennzeichnen und die Materialeigenschaft mit 81 Komponenten} \\ \text{im allgemeinen Fall beschreiben. Unter Berücksichtigung der kubischen Kristallsymmetrie ist es einfacher \\ die Matrixdarstellung π_{mn} und p_{mn} zu verwenden, mit \\ m, n = 1 - 6 / 11 /. Im Fall des kubischen m3m Materials verbleiben die Konstanten π_{11}, π_{12} und π_{44}. \end{array}$

Diese drei piezooptischen Konstanten wurden für das kubische Material mit Hilfe eines einfachen interferometrischen Aufbaus bestimmt. Bisher wurden nur wenige Messungen durchgeführt und da die interferometrischen Ordnungen nicht sehr klar waren, müssen weitere Untersuchungen hierzu durchgeführt werden. Aus den vorläufigen Konstanten ($\pi_{11} = 4.38 \times 10^{-6}$ mm²/N, $\pi_{12} = 1.01 \times 10^{-5}$ mm²/N, $\pi_{44} = 7.97 \times 10^{-6}$ mm²/N) kann mit Hilfe von Gleichung 9 /11/ eine räumliche Darstellung (**Abb. 11**) berechnet werden.

$$\pi_{\tilde{r}} = \pi_{11} - 2(\pi_{11} - \pi_{12} - \frac{1}{2}\pi_{44})(l_1^2 l_2^2 + l_2^2 l_3^2 + l_3^2 l_1^2);$$
(9)
$$\vec{r} = \{l_1, l_2, l_3\}$$



<u>Abb. 11:</u> Orientierungsabhängigkeit der piezooptischen Konstante von Silberchlorid

Die Richtungen der Maximalwerte sind die Würfelachsen. Da dieses Diagramm die piezooptische Konstante darstellt, wird der spannungsoptische Effekt (Isochromatenordnung), welcher immer ein differentieller Effekt ist, nicht gezeigt.

Im einfachen Fall der einachsigen Belastung in [001]-Richtung, wird der relative Gangunterschied normal zur Probenoberfläche und der Spannungsrichtung aus den piezooptischen Konstanten zu

$$\mathbf{s} = -\frac{1}{2} \mathrm{dn}_0^3 (\pi_{11} - \pi_{12}) \mathbf{\sigma} \tag{10}$$

berechnet, mit n_0 als isotropem Brechungsindex und d als Probendicke. Bezogen auf die verwendete Wellenlänge ergibt sich die Isochromatenordnung.

8 Spannungsoptische Anisotropie in polykristallinem Material

Der logisch nächste Schritt ist zu zeigen, ob überhaupt sichtbare Effekte optischer Anisotropie im Silberchlorid auftreten. Eine Probe wurde mit einem Umformgrad von 60 % gewalzt und dann derart teilweise rekristallisiert, daß grobe Körner entstanden. Die Probe wurde daraufhin Unter Zugbelastung in einem Polariskop beobachtet (**Abb. 12**).



<u>Bild 12:</u> Isochromatenordnung in polykristallinen Proben unter Zug (Einheit = 1/10)

Die verschiedenen Körner zeigen sich orientierungsabhängig in verschiedenen Farben (=Isochromatenordnungen). Im spannungsoptischen Bild sind die Korngrenzen etwas undeutlich aufgrund der teilweisen Überlappung in Blickrichtung.

Die Richtungsabhängigkeit des spannungsoptischen Effekts kann mit einer in verschiedenen Richtungen belasteten texturierten Probe demonstriert werden. Wiederum wurden Proben mit 60%igem Umformgrad gewalzt und aus ihnen wurden die Proben unter Winkeln von 0°, 45° und 90° zur Walzrichtung ausgeschnitten. Diese wurden einer Zugspannung ausgesetzt und der relative Gangunterschied wurde gemessen (**Tab. 2**).

s _{0°} = 2,78 nm/N	Tabelle 2: Relativer
s _{4a5°} = 3,67 nm/N	Gangunterschied, in ver-
s _{90°} = 2,27 nm/N	gemessen

 $s = s_0 + s_2 \cos 2a + s_4 \cos 4a$ (11)

$$s_{0} = \frac{1}{4} \left[\frac{1}{s_{90^{\circ}}} + \frac{1}{s_{0^{\circ}}} + \frac{2}{s_{45^{\circ}}} \right] = 0,335$$
(12)
$$s_{2} = \frac{1}{4} \left[\frac{1}{10^{\circ}} - \frac{1}{10^{\circ}} \right] = 0,040$$

$$s_{4} = \frac{1}{4} \left[\frac{1}{s_{90^{\circ}}} + \frac{1}{s_{0^{\circ}}} - \frac{2}{s_{45^{\circ}}} \right] = 0,063$$

Die Winkelabhängigkeit des Gangunterschiedes wird durch Gleichung (11) ausgedrückt. Aus den Messungen wurden der isotrope Anteil und die Anteile doppelter und vierfacher Symmetrie in der Walzebene errechnet /12/. Im Polardiagramm (**Abb. 13**) kann die Anisotropie des spannungsoptischen Effekte in der Walzebene deutlich erkannt werden.



Bild 13: Optische Anisotropie gewalzter Proben

Die Koeffizienten und das Diagramm in **Abb. 13** zeigen, daß der isotrope Bereich dominiert und daß die Richtung des größten Effektes mit der Walzrichtung übereinstimmt.

Zusammenfassung

Einige Weiterentwicklungen der Anwendung der Spannungsoptik wurden vorgestellt. Zum ersten Mal wurden Metallverarbeitungsprozesse benutzt, um mechanische und optische Anisotropie in einem doppelbrechenden Material herzustellen, um damit eine mechanische Anisotropie in Metallteilen zu simulieren. Sobald die photoelastischen Konstanten genauer bekannt sind, wird es möglich sein sie mit den ODF-Koeffizienten zu gewichten und den makroskopischen, spannungsoptischen Effekt texturierter Proben quantitativ zu erhalten. Mit den dann bekannten Beziehungen zwischen Textur und photoelastischen Effekt können die Modellgesetze formuliert werden.

Literatur

- /1/ Tamman, G. (1932). Naturwissenschaften, 20, 958.
- /2/ Stepanov, A.V., Zhitnikov, R.A. (1956a). An optical method of investigation of averaged stressed states in small-grained polycrystals, part I: Preparation of smallgrain polycrystal specimens of silver chloride. *Soviet Physics - Technical Physics*, **4**, 754 -761.
- /3/ Stepanov, A.V., Zhitnikov, R.A. (1956b). An optical method of investigation of averaged stressed states in small-grained polycrystals, part III: Photoelastical (piezooptical) properties of polycrystalline silver chloride, *Soviet Physics - Technical Physics*, **4**, 769 - 776.
- /4/ Weber, H.J. (1986). Eigenschaften des spannungsoptisch aktiven Modellwerkstoffes Silberchlorid und seine Anwendung auf die Untersuchung von Spannungszuständen mit teilweise plastischer Verformung. Dissertation, Universität Clausthal.
- /5/ Nye, J.F. (1949). Plastic deformation of silver chloride (Part I). *Proc. Royal Soc. London*, A198, 190 - 204.
- /6/ Gmelin (1971). Handbuch der anorganischen Chemie, Ag[B1], 6.2.3.7.3, pp. 378 - 380, Weinheim: Verlag Chemie GmbH.
- /7/ Brickenkamp, W. (1984). Kornvergrößerung, sekundäre und tertiäre Rekristallisation. In *Rekristallisation metallischer Werkstoffe*, Hrsg. G. Gottstein, pp. 83 - 98, Oberursel: Deutsche Gesellschaft für Metallkunde.
- /8/ Krasnov, V.M. (1947). On determination of stress in cubic crystals by means of the optical method. Ucenye Zapiski LGU, ser. mat.-mech., **13**, no.87, 97 - 114 (in russian).
- /9/ West, C.D., Makas, A.S. (1948). Technical crystals with abnormally large stress birefringence. Polaroid Corporation, Cambridge 39, Massachusetts.
- /10/ Goodman, E., Sutherland, J.G. (1953). Elasto-plastical stress-optical effect in AgCl single crystals. *J. Appl. Phys.*, **24**, 5, 577 - 584.
- /11/ Nye, J.F. (1957). Physical properties of crystals, reprinted 1967, London: Clarendon Press
- /12/ Bunge, H.J., Esling, C. (1982). Mean values of physical properties. In *Quantitative Texture Analysis*, Hrsg. H. J. Bunge, C. Esling, pp. 383 - 406, Oberursel: Deutsche Gesellschaft für Metallkunde.