

Friederike Emeis

Evolution of internal interfaces in severely deformed metals:
a case study on the Cu-Ni system
regarding alloying effects

2018

Institut für Materialphysik

Evolution of internal interfaces in severely deformed metals:
a case study on the Cu-Ni system
regarding alloying effects

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Naturwissenschaften im Fachbereich Physik
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster

vorgelegt von
Friederike Emeis
aus Hamburg
– 2018 –

Dekan/Dekanin: Prof. Dr. Michael Klasen

Erster Gutachter: Prof. Dr. Gerhard Wilde

Zweiter Gutachter: PD Dr. Sergiy V. Divinski

Datum der mündlichen Prüfung:

Tag der Promotion:

Zusammenfassung

Die *starke plastische Deformation* ist ein prominentes Verfahren zur Veränderung der Mikrostruktur und damit der Eigenschaften von Metallen. Zyklen aus plastischer Deformation und Auslagerung bei unterschiedlichen Temperaturen werden beispielsweise in der Stahlindustrie genutzt, um spezifische Charakteristika, wie etwa eine hohe Härte oder Duktilität, gezielt einzustellen. In dieser Arbeit wird die *starke plastische Deformation* angewendet, um die Korngröße zu verringern und damit die Härte zu steigern. Das Prinzip wird als *Kornfeinung* oder *Hall-Petch-Beziehung* bezeichnet und am Ende dieser Arbeit genauer untersucht. Wie weit die Korngröße bei der *starken plastischen Deformation* verkleinert und die Härte gesteigert werden kann, ist von Metall zu Metall verschieden. Leider zeigen die so behandelten Materialien oft eine niedrigere Duktilität und sind thermisch instabiler aufgrund ihrer gesteigerten Dichte an Korngrenzen im Vergleich zu ihren grobkörnigen Gegenstücken. Allerdings prägt nicht nur die Anzahl, sondern auch die Art der gebildeten Korngrenzen die Eigenschaften des Materials. Beispielsweise zeichnen sich Zwillingskorngrenzen durch eine niedrigere Energie im Vergleich zu gewöhnlichen Großwinkelkorngrenzen aus. Durch das Einbringen von Zwillingen, den sogenannten $\Sigma 3$ Korngrenzen, können also „treibende“ Kräfte aus dem Material genommen werden, da das System immer einen Zustand möglichst niedriger Energie anstrebt. Außerdem sind besonders die Eigenschaften der Netzwerke, die sie bilden, interessant: Es wurde etwa keine Materialermüdung an Tripelpunkten festgestellt, die ausschließlich aus $\Sigma 3^n$ Korngrenzen aufgebaut sind [1]. Das gezielte Einbringen solcher speziellen Korngrenzen und deren Netzwerke in die Mikrostruktur wird *grain boundary engineering* genannt. Diese Vorgehensweise ist besonders für feinkörnige Proben interessant, da hier eine große Dichte an Korngrenzen vorliegt, die systematisch verändert werden können. Die Verbindung der starken plastischen Deformation mit dem Ansatz des *grain boundary engineering* ist ein innovatives Vorgehen zum Design fortschrittlicher Materialien. Ziel ist es also, thermisch instabile, stark plastisch deformierte Materialien durch geeignete Auslagerungs- und Verformungszyklen dahingehend zu verändern, dass sie thermisch stabiler werden, jedoch ohne dabei ihren feinkörnigen und harten Charakter aufzugeben.

Das betrachtete System dieser Arbeit besteht sowohl aus einer Reihe von Kupfer-Nickel-Legierungen, als auch aus reinem Kupfer und Nickel. Das Kupfer-Nickel-System zeichnet sich durch eine komplette Mischbarkeit aus, wodurch die Einflüsse der verschiedenen Legierungs-Effekte auf die Entwicklung untersucht werden können. Die Mischkristalle liegen, wie auch Kupfer und Nickel, in der

kubisch-flächenzentrierten Struktur vor. Die Stapelfehlerenergien, die in hohem Maße die Bildung von Zwillingen beeinflussen, und die Schmelztemperaturen, sind (signifikant) verschieden. Der Einfluss der drei unterschiedlichen Legierungs-Effekte, also der Mischkristallbildung, der Stapelfehlerenergie und der Schmelztemperatur, auf die Möglichkeit und Grenzen des Einbringens von vielen Zwillingskorngrenzen in eine feinkörnige Mikrostruktur, wird untersucht. Die Ergebnisse geben Aufschluss darüber, welche Materialien sich besonders für das grain boundary engineering eignen. Zusätzlich kann auch abgeschätzt werden, welche Parameter verändert werden können, um eine höhere Anzahl von Zwillingen bei kleinen Korngrößen zu realisieren. Als obere Grenze für die Größe der Körner in der Mikrostruktur wird $1\ \mu\text{m}$ angesetzt. Materialien, die aus größeren Körnern bestehen, werden nicht mehr als ultrafeinkörnig bezeichnet und zeigen keine stark gesteigerte Härte im Vergleich zu ihren grobkörnigen Gegenstücken. Nichtsdestotrotz werden auch Mikrostrukturen mit größeren Körnern untersucht, um die Einflüsse der Parameter besser einschätzen zu können.

Zunächst wird der stark plastisch deformierte Zustand des Kupfer-Nickel Systems analysiert:

Bereits die stark plastisch verformten Zustände der verschiedenen Kompositionen zeigen Unterschiede hinsichtlich ihrer Korngröße, Korngrößenverteilung, Härte und Textur. Es sei darauf hingewiesen, dass alle Deformationen bei der gleichen (absoluten) Temperatur eingebracht wurden. Daher ist die homologe Deformationstemperatur, also die Deformationstemperatur bezogen auf die jeweiligen Schmelztemperaturen, verschieden. Wie stark dieser Einfluss ist, ist jedoch unbekannt. Zuerst werden die Unterschiede in der erreichbaren Korngröße in Relation zu den drei Parametern gesetzt. Die minimal erreichbare Korngröße und maximale Härte ist durch die Mischkristallbildung bestimmt: $\text{Cu}_{50}\text{Ni}_{50}$, mit dem höchsten Mischkristalleffekt, zeigt die kleinsten Körner. Bei Kupfer und Nickel, also den Materialien, die keine Mischkristalle bilden, überwiegt der Einfluss der Schmelztemperatur, den der Stapelfehlerenergie auf die erreichbare minimale Korngröße: In Nickel werden kleinere Körner erreicht als in Kupfer. Auch die Breite der Korngrößenverteilung zeigt eine Kompositionsabhängigkeit: Die Mischkristalle haben eine größere Homogenität in Bezug auf ihre Korngrößenverteilung. Außerdem gibt es Unterschiede hinsichtlich der vorliegenden Korngrenzen in Abhängigkeit von kompositionsspezifischen Parametern. Beispielsweise lässt sich der Einfluss der Stapelfehlerenergie bei der mechanischen Zwillingsbildung beobachten: Für die Kompositionen mit einer größeren Stapelfehlerenergie nimmt die Anzahl der Deformationszwillinge ab.

Untersuchungen der thermischen Stabilität bei Raumtemperatur zeigen, dass sowohl stark plastisch deformiertes Kupfer als auch Nickel für mindestens 10 Monate stabil ist. Daraus lässt sich schließen, dass auch die Legierungen eine derartige thermische Stabilität zeigen, da der zusätzliche Einfluss der Mischkristallbildung die thermische Stabilität stark erhöht.

Die Untersuchungen der stark plastisch deformierten Mikrostrukturen nach Auslagerungen bei höheren Temperaturen zur Einbringung vieler Zwillingskorngrenzen werden im Folgenden in Relation zu den drei Parametern gesetzt.

Die Entwicklung der Mikrostruktur mit Erhöhung der Auslagerungstemperatur zeigt einige Charakteristika. So wird die thermische Stabilität in hohem Maße von der Mischkristallbildung bestimmt. Bei der Betrachtung von homologen Auslagerungstemperaturen, also der Ausschließung des Einflusses der Schmelztemperatur, zeigt sich ein Einfluss der Stapelfehlerenergie: Die Materialien mit einer kleineren Stapelfehlerenergie zeigen eine höhere thermische Stabilität. Die Härteentwicklung und die Entwicklung der Form der Körner mit höher werdender Auslagerungstemperatur und folglich größer werdenden Körnern sind durch die typischen Stadien: (I) Erholung, (II) Rekristallisation und (III) Kornwachstum bestimmt. Dabei findet das Stadium der Rekristallisation in den Legierungen auf einem sehr viel breiteren Temperaturintervall statt, was äußerst hilfreich für das genaue Einstellen von Korngrenzen sein kann. Dieser Einfluss des Mischkristalls auf das Rekristallisationsverhalten zeigt sich auch bei der Betrachtung der Anzahl der Zwillinge in der Mikrostruktur in Relation zur Korngröße: Nur in den Legierungen lässt sich eine hohe Dichte an Zwillingskorngrenzen für kleine Körner realisieren. Außerdem scheint es einen maximalen (Längen-)Anteil von Zwillingskorngrenzen zu geben, der durch einmalige Deformation und Auslagerung in die Mikrostruktur eingebracht werden kann. Dieser liegt ungefähr bei 40%, ist kompositionsunabhängig und mit dem Ende der primären Rekristallisation erreicht. Während des Stadiums (III) nimmt der Anteil an Zwillingskorngrenzen wieder ab.

Die Ausbildungen der Netzwerke der $\Sigma 3^n$ Korngrenzen mit zunehmender Korngröße zeigen Unterschiede hinsichtlich ihrer Größe und Anzahl. Allgemein liegen in allen Kompositionen nach abgeschlossener primärer Rekristallisation, von einem grain boundary engineering-Standpunkt aus betrachtet, die günstigsten Netzwerkstrukturen vor. Es gibt dann keine kleinkörnigen Bereiche ohne Zwillingskorngrenzen und die Mikrostruktur ist von den $\Sigma 3^n$ -Netzwerken durchzogen. Durch das anschließende Stadium (III), dem Kornwachstum, verschlechtert sich die Homogenität der Mikrostruktur. Die Untersuchung der kompositionsabhängigen Entwicklung der Netzwerke zeigt einen Einfluss der Stapelfehlerenergie: In den Materialien mit einer höheren Stapelfehlerenergie liegen mehr Bereiche vor, die nicht aus $\Sigma 3^n$ Netzwerken bestehen. Diese Materialien besitzen daher von einem grain boundary engineering-Standpunkt aus betrachtet eine weniger günstige Mikrostruktur. Auch der Mischkristalleffekt beeinflusst die kompositionsabhängigen Strukturen nach Abschluss der primären Rekristallisation: In Kupfer und Nickel sind die $\Sigma 3^n$ -Netzwerke deutlich größer als beispielsweise in $\text{Cu}_{50}\text{Ni}_{50}$.

In Ergänzung zur Analyse der Korngrenzlänge wurde auch die Anzahl der besonderen Tripelpunkte untersucht. Hier wurde die speziell entwickelte Software *pythorient* von Dr. Jörn Leuthold verwendet. Es zeigt sich ein etwas abweichendes Verhalten der $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$

Tripelpunkte von dem der speziellen KorngröÙenlänge in Relation zu den drei Stadien: Noch während des Kornwachstums nimmt die Anzahl dieser Tripelpunkte zu, wodurch eine vielversprechendere Struktur, beispielsweise in Bezug auf das Ermüdungsverhalten, erreicht wird. Durch die Untersuchung der Tripelpunkte erhält man also wertvolle Informationen hinsichtlich der Mikrostruktur und ihrer Entwicklung.

Materialien mit den Parametern **starke Mischkristallbildung**, **niedrige Stapelfehlerenergie** und **hohe Schmelztemperatur** eignen sich für erfolgreiches *grain boundary engineering* von *stark plastisch deformierten* Zuständen.

Als *Kornfeinung* wird der Prozess bezeichnet, bei dem durch Korngrößenverminderung eine höhere Härte erreicht wird. Am Beispiel des Kupfer-Nickel-Systems wird der Einfluss unterschiedlicher Korngrößen und Mikrostrukturelementen auf das Härteverhalten untersucht. Es werden für jede Komposition die Ergebnisse von zwei auf verschiedene Weisen hergestellten Proben, die damit deutlich unterschiedliche Mikrostrukturelemente, aber ähnliche Korngrößen aufweisen, untersucht. Herstellungsweise (I): Zum Einen werden die zuvor beschriebenen stark plastisch deformierten und ausgelagerten Proben verwendet. Herstellungsweise (II): Zum Anderen werden stark plastisch deformierte Proben, die nicht bis zu einer Sättigung bearbeitet wurden, die also noch nicht ihre kleinste Korngröße und maximale Härte erreicht haben, untersucht. Jede Herstellungsweise einzeln betrachtet zeigt eine Hall-Petch-Beziehung, d.h. die Wurzel der Korngröße und die Härte verhalten sich linear zueinander. Folglich erhält man für jede Komposition zwei verschiedene Sets von Hall-Petch-Parametern. Daraus folgt direkt, dass nicht nur die Korngröße, sondern auch die Eigenschaften der KorngröÙe und das Korninnere entscheidend für das Härteverhalten von Materialien sind. Der separate Vergleich der beiden Sets von Hall-Petch-Parametern in Abhängigkeit von der Kupferkonzentration zeigt ein übereinstimmendes Verhalten. Ein Vergleich von auf die gleiche Art hergestellten Proben untereinander ist also möglich. Es ist daher ungemein wichtig, die Art der Herstellung der Proben zu benennen, um die Vergleichbarkeit verschiedener Hall-Petch-Parameter zu gewährleisten. Dieses ist von besonderer Bedeutung in der Diskussion um den in der Literatur beschriebenen inversen Hall-Petch-Effekt.

Beim Vergleich der Materialien der Herstellungsweise (II) miteinander zeigt sich ein Einfluss des Mischkristalleffekts: Die Legierungen erreichen ihre minimale Korngröße für eine kleinere eingebrachte Verformung, d.h. die Korngröße ist bereits an ihrem minimalen Wert, die Härte aber noch nicht an ihrem maximalen Wert. Im Gegensatz dazu erreichen die reinen Materialien, Kupfer und Nickel, ihre maximale Härte für eine kleinere eingebrachte Verformung, d.h. die Härte entspricht bereits der maximalen Härte, wohingegen die Korngröße noch nicht ihren minimalen Wert erreicht hat. Der Einfluss des Mischkristalls ist omnipräsent und überwiegt den der anderen materialspezifischen Parameter.

Abstract

The Cu-Ni system is chosen as a model case for the microstructure evolution during deformation - up to different strain levels - and annealing of non-segregating alloys. Cu and Ni are completely miscible forming face-centred cubic alloys and the stacking fault energy varies strongly with the alloy composition.

The main impacts on the evolution of the microstructures are studied via a systematic variation of Cu and Ni and thus of alloying effects, i.e. differences in stacking fault energies, solid solution effects and melting temperatures. Ultrafine-grained microstructures are produced by high-pressure torsion and their evolution upon annealing is investigated, in order to assess how easily grain boundary engineering would work. By applying the concept of grain boundary engineering, where a high fraction of $\Sigma 3$ -grain boundaries (including their conjunctions) is desired, one could benefit simultaneously from small grains and a high hardness as well as an increased thermal stability and crack resistance. The thermal stability of the different compositions, the saturation grain sizes and saturation hardnesses after deformation are determined by solid solution effects. The fraction of deformation twins varies in accordance with the stacking fault energy. The increase of the fraction of $\Sigma 3$ -grain boundaries versus the grain size / annealing temperature is found to be governed by solid solution effects, whereas the increase of the fraction of $\Sigma 9$ -grain boundaries versus the grain size depends on the stacking fault energy. Moreover, there is a maximum fraction of $\Sigma 3$ - and $\Sigma 9$ -grain boundaries for one cycle of deformation and annealing. The maximum fraction of $\Sigma 3$ -grain boundaries does not depend on the composition while the maximum fraction of $\Sigma 9$ -grain boundaries is governed by an inverse solid solution effect behaviour, i.e. the alloys tend to reach a smaller fraction than the pure materials. Nevertheless, the results indicate that grain boundary engineering may lead to an optimum ultrafine-grained structure, i.e. with a high length fraction of special grain boundaries of approximately 40%. This is a significantly large fraction in comparison to a not-engineered microstructure and achieved for grain sizes below 1000 nm in alloys close to the equiatomic composition having a low stacking fault energy and a high melting temperature. Thus, for $\text{Cu}_{50}\text{Ni}_{50}$ and $\text{Cu}_{65}\text{Ni}_{35}$, a narrow grain size distribution of small grains, a high hardness, and a high fraction of special grain boundaries can be adjusted. These special grain boundaries, however, show a more desirable arrangement to twin related domains from a grain boundary engineering point of view for $\text{Cu}_{65}\text{Ni}_{35}$.

Furthermore, not only the length fraction but also the number fraction of special triple junctions to describe a microstructure is analysed. The increase in $\Sigma 3$ -grain boundaries is compared to the increase in $\Sigma 3$ -x-x triple junctions, while the increase in $\Sigma 9$ -grain

boundaries is compared to the increase in $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ triple junctions, for an increase in grain size. Comparing microstructures and corresponding properties of equally processed samples with different compositions, the length fraction of $\Sigma 3$ -grain boundaries seems to be sufficient. For a given composition, the length fraction of $\Sigma 3$ -grain boundaries shows the same tendency as the number fraction of $\Sigma 3$ -x-x triple junctions upon deformation and annealing. Thus, at first glance, the measurements of the length fraction of $\Sigma 3$ -grain boundaries give the right tendencies. However, at certain grain sizes the fraction of $\Sigma 9$ -grain boundaries stagnates, while there is still a considerable change of $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ triple junctions during grain growth. Thus, the microstructure is still evolving even though the length fraction of $\Sigma 9$ -grain boundaries is constant. It is therefore necessary to additionally analyse the characteristics of special triple junctions to evaluate the evolution and the saturation states of a microstructure, and the success of grain boundary engineering.

The grain size and hardness values of Cu-Ni samples for two different processing routes are compared in order to verify the proposal from literature that the Hall-Petch parameters depend on the characteristics of the grain boundaries in the microstructure. The four Cu-Ni alloys and pure Cu and Ni were processed by severe plastic deformation at room temperature up to different strain levels and were subsequently relaxed via annealing. There exist differing Hall-Petch parameters for the same composition, processed in two different ways to achieve a variation of grain sizes and distributions of microstructure elements. The processing conditions determine the characteristics of the grain boundaries irrespective of the composition of the material. The saturation-deformed microstructures can be described by the Hall-Petch parameters of the relaxed microstructures. It is concluded that dynamic recovery and recrystallisation change the saturation-deformed microstructure in a way that the influence of grain boundaries on the hardness is as dominant as in a relaxed microstructure. Moreover, an additional influence of the solid solution effect on the behaviour during severe plastic deformation is detected: the alloys tend to reach the saturation grain size, while the pure materials tend to reach the saturation hardness for smaller degrees of deformation.

Contents

List of Figures	xv
List of Tables	xvi
1 Introduction	1
2 Theoretical background and concepts	5
2.1 Face-centred cubic crystals and Miller indices	5
2.2 Lattice defects	5
2.2.1 0D defects: point defects	6
2.2.2 1D defects: dislocations	7
2.2.3 2D defects: grain boundaries	9
2.3 Recovery and recrystallisation	13
2.3.1 Recovery	13
2.3.2 Recrystallisation	13
2.4 Theoretical influence of different (alloying) effects on the characteristics of the microstructure	14
2.5 Concept of grain boundary strengthening	15
2.6 Concept of grain boundary engineering	16
3 Experimental techniques	19
3.1 X-ray diffraction	19
3.1.1 Influence of strain and grain sizes on XRD patterns	20
3.1.2 Influence of the sample height on the peak position	20
3.2 Electron backscatter diffraction	21
3.2.1 Pattern formation and identification	21
3.2.2 Settings of measurements and evaluations	23
3.2.3 Types of maps and charts	26
3.2.4 Data cleaning of EBSD measurements	30
3.3 Hardness measurements	34
3.3.1 Micro indentation: Vickers hardness	34
3.3.2 Nano indentation: hardness and Young's modulus	36

4	The Cu-Ni system: fundamentals, sample preparation and overview measurements	39
4.1	Melting temperature, stacking fault energy and solid solution effects	39
4.1.1	Melting temperature T_m	39
4.1.2	Solid solution effects (yield strength)	40
4.1.3	Stacking fault energy γ_{SFE}	40
4.2	Sample preparation and overview about (experimental) parameters	42
4.2.1	Manufacture of the compositions	42
4.2.2	Severe plastic deformation: high-pressure torsion	43
4.2.3	Annealing treatments of the saturation-deformed samples	48
4.2.4	Sample preparation for EBSD	48
4.2.5	Lattice constants	52
4.3	Resistance to corrosion	55
4.3.1	Etching behaviour of measured EBSD areas	58
4.4	Severe plastic deformation as a tool to remove texture	59
4.5	Impact of high-pressure on the microstructure	59
4.6	Problems caused by the sample preparation using HPT	64
5	Microstructure of the saturation-deformed samples	67
5.1	Crystal directions / orientation distributions in the saturation-deformed state	67
5.2	Grain misorientation distribution in the saturation-deformed state	67
5.3	Saturation grain size and saturation hardness in the saturation-deformed state	68
5.3.1	Saturation grain size distribution	71
5.3.2	Saturation grain sizes correlated to materials properties	72
5.4	XRD measurements on saturation-deformed samples	75
5.4.1	Grain size estimation using XRD	75
5.4.2	Contribution of strain	77
5.5	Thermal stability of saturation-deformed samples at room temperature	77
6	Microstructure evolution of saturation-deformed samples during annealing	81
6.1	Overview on the microstructure evolution during annealing	81
6.1.1	a: pure Ni	82
6.1.2	b: $Cu_{10}Ni_{90}$	82
6.1.3	c: $Cu_{50}Ni_{50}$	82
6.1.4	d: $Cu_{65}Ni_{35}$	83
6.1.5	e: $Cu_{90}Ni_{10}$	83
6.1.6	f: pure Cu	83
6.2	Thermal stability: comparison using homologous and absolute temperatures	90
6.2.1	Thermal stability using homologous temperatures	90
6.2.2	Thermal stability on an absolute temperature scale	92
6.3	Evolution of the hardness during annealing	94

6.4	Evolution of the aspect ratio during annealing	96
6.4.1	Comparison of the number weighted average and the area weighted average aspect ratio	98
6.5	Evolution of special grain boundaries during annealing	100
6.5.1	Evolution of Σ 3-GBs with increasing grain size	100
6.5.2	Evolution of Σ 9-GBs (and Σ 27-GBs) with increasing grain size	100
6.6	Evolution of twin related domains during annealing	104
6.6.1	a: pure Ni	104
6.6.2	b: Cu ₁₀ Ni ₉₀	106
6.6.3	c: Cu ₅₀ Ni ₅₀	106
6.6.4	d: Cu ₆₅ Ni ₃₅	107
6.6.5	e: Cu ₉₀ Ni ₁₀	107
6.6.6	f: pure Cu	108
6.6.7	Comparison of the evolutions of TRDs in the different compositions	108
6.7	Influence of the annealing route on the microstructure obtained	121
6.8	Grain boundary engineered microstructure	123
6.9	Thermal stability of a grain boundary engineered microstructure	123
7	Grain boundary engineering: comparison of parameters	127
7.1	Length fraction of grain boundaries and number fraction of triple junctions	127
7.1.1	Σ 3-grain boundaries and Σ 3-x-x triple junctions	128
7.1.2	Σ 9-grain boundaries and Σ 3- Σ 3- Σ 3 triple junctions	130
8	Hall-Petch relations and their dependence on the saturation degree	133
8.1	First processing pathway: annealing of the saturation-deformed microstructures	134
8.2	Second processing pathway: unsaturation-deformed microstructures	136
8.2.1	Hardness and grain size evolution	136
8.2.2	Evolution of texture	138
8.2.3	Evolution of the misorientation distribution	147
8.2.4	Evolution of the aspect ratio	148
8.3	Comparison of microstructures obtained by different processing routes	149
8.3.1	Hall-Petch parameters	149
8.3.2	Misorientation distribution	149
8.3.3	Similar hardness but different grain sizes and vice versa	149
8.4	Change in <i>K</i> -value and comparison to literature	154
9	Summary	157
9.1	Microstructure of saturation-deformed samples	157
9.1.1	Thermal stability of the deformed microstructures	158
9.2	Microstructure evolution and GBE of annealed saturation-deformed samples	158

9.3	Parameters to describe GBE: GB length fraction and triple junction number fraction	161
9.4	Hall-Petch relations of Cu-Ni alloys: dependence on severe plastic deformation and annealing	162
9.5	Perspective	163
A	Appendix	165
B	Abbreviations and denotations	168
	Bibliography	171
	Curriculum Vitae	183
	Veröffentlichungen	184
	Konferenzbeiträge	185
	Danksagung	186