

Gefüge und Mikromechanik von Dualphasenstahl

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
der Fakultät für Maschinenbau
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation

von

Dipl.-Ing. Moritz Hendrik Wenk
aus Hamburg

Tag der mündlichen Prüfung: 06.12.2016
Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Oliver Kraft
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Böhlke



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung – Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz (CC BY-SA 4.0): <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/deed.de>

Danksagungen

Die vorliegende Arbeit dokumentiert meine Tätigkeit als Doktorand am Institut für Angewandte Materialien – Werkstoff und Biomechanik (IAM-WBM). Ohne die Mithilfe und Unterstützung einiger Personen wäre diese nicht denkbar gewesen. Auf diesem Wege möchte ich mich bei ihnen bedanken.

Bei Herrn Prof. Dr. Oliver Kraft bedanke ich mich für die Übernahme des Referats, für seine Unterstützung und für wissenschaftliche Diskussionen und Beratung. Herrn Prof. Dr. Thomas Böhlke danke ich für die Übernahme des Korreferats.

Weiter danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung, die mir über das Graduiertenkolleg 1483 zuteil geworden ist und meine Promotion ermöglicht hat.

Im Besonderen möchte ich mich bei meinem direkten Betreuer Dr. Reiner Mönig für wissenschaftliche Diskussionen und Gespräche und für die gemeinsam durchgeführten Experimente bedanken. Er trägt einen großen Anteil an meiner wissenschaftlichen Fortbildung und am Zustandekommen dieser Arbeit. Sehr gerne denke ich an diese Zeit zurück.

Mein Dank gilt weiter meinen ehemaligen Zimmerkollegen Nicola Schmitt, Sven Bundschuh, Dr. Jens Steiger für die freundschaftliche Zusammenarbeit. Ich danke Dr. Simone Schreijäg für die Betreuung meiner Diplomarbeit, welche wegbereitend für die weiteren Jahre als Doktorand war. Ebenso danke ich meinem Nachfolger Michael Pfund für die wissenschaftliche Diskussion und gemeinsamen Experimente. Auch Dr. Stefan Slaby, Anke Schachtsiek, Dr. Ruth Schwaiger, Daniel Leisen und Ewald Ernst gilt für ihre Hilfe mein

Dank. Ich wurde von allen Kolleginnen und Kollegen sehr nett aufgenommen und hatte Dank ihnen eine schöne und lehrreiche Zeit am Institut.

Ich danke meiner Familie, die mich über die langen Jahre meiner Ausbildung unterstützt hat und mich stets darin bekräftigt hat, meinen Weg zu gehen.

Vor allem danke ich meiner Lebensgefährtin für die Hilfe, die Geduld und den Rückhalt. Insbesondere im schwierigen letzten Jahr meiner Promotionszeit danke ich ihr für die Unterstützung.

Ich widme diese Arbeit meiner Mutter. Sie hat mir gerade im letzten Jahr gezeigt, was es bedeutet nicht aufzugeben, allen Hindernissen zum Trotz durchzuhalten und das eigene Leben bewusst zu genießen.

Kurzfassung

Diese Arbeit befasst sich mit der experimentellen Untersuchung von Dualphasenstahl. Der Fokus liegt auf der Analyse seines Gefüges und der mechanischen Eigenschaften. Mittels Rasterelektronenmikroskopie wurden Aufnahmen erstellt und Rückstreuungselektronenbeugung eingesetzt, um die Gefüge- bzw. Orientierungsentwicklung festzuhalten. Diese Messungen wurden während Heiz- und Zugversuchen durchgeführt. Für die Heiz- und Abschreckexperimente wurde eine Apparatur entwickelt. Lokale mechanische Eigenschaften des Stahls wurden mit Hilfe des Mikrodruckversuchs bestimmt. Versuche zur Wärmebehandlung zeigen, dass sich im verwendeten Stahl Martensit über die Nishiyama-Wassermann Beziehung umwandelt, wohingegen die Ferrit-Austenit-Umwandlung eher der Kurdjumov-Sachs Orientierungsbeziehung folgt. In Mikrodruckversuchen wurde für Martensit eine Fließspannung von ca. 2 GPa gemessen, und für Säulen, die der Zweiphasenregion entstammen, also sowohl Ferrit als auch Martensit enthalten, wurden gemäß den Volumenanteilen unerwartet hohe Festigkeiten gefunden. Demzufolge ist vermutlich der zum Martensit benachbarte Ferrit, der durch das Abschrecken über eine hohe Versetzungsdichte verfügt, für die gesteigerte Festigkeit verantwortlich. Auf der Makroskala bildet ein Zugversuch schrittweise die Entwicklung des Gefüges ab. Hierbei führt die Bewegung von Versetzungen behindert durch Korn- und Phasengrenzen sowie Bereichen erhöhter Versetzungsdichte zur Ausbildung von Scherbändern. Dabei werden bestimmte Regionen vom Martensit abgeschirmt und dadurch erst spät von der Verformung erfasst. Insgesamt wird anhand der vorgestellten Experimente deutlich, wie komplex das Verformungsverhalten von Dualphasenstählen ist und wie sehr es von den einzelnen Gefügekomponenten sowie insbesondere von deren Wechselwirkung abhängt.

Abstract

This thesis is concerned with the experimental characterization of a dual phase steel in terms of its microstructure and resulting mechanical properties. The experimental research performed in this thesis strongly relies on scanning electron microscopy (SEM). Besides standard imaging, electron backscatter diffraction is used to track orientation changes, which are induced by macroscopic tensile tests or by heating experiments. The *in situ* heating experiments are performed using a home built setup that is also capable of quenching samples inside the SEM. Local mechanical investigations are performed by microcompression tests. The observed martensitic transformation fulfils the known rules of the Nishiyama-Wassermann orientation relationship in good approximation while the relation between ferrite and austenite is better described by the Kurdjumov-Sachs relationship. In microcompression experiments, a flow stress around 2 GPa was measured for the martensite phase. Pillars machined into dual phase regions consisting of ferrite and martensite can have very high strengths that cannot simply be explained by a rule of mixture between ferrite and martensite. Therefore, it is suggested that the elevated dislocation density arising from the martensitic transformation is responsible for additional strengthening. In macroscopic mechanical experiments, the evolution of the microstructure has been observed. Dislocations interact with grain or phase boundaries and regions of enhanced dislocation density to form localized slip bands. Plasticity can also be delayed in regions surrounded by martensite. Here higher deformation only occurs at higher levels of global strain. From the results presented in this thesis, it becomes apparent that the deformation behaviour of dual phase steels is complex. It is determined by the properties of the individual phases but also by the mechanical interaction of the phases within the microstructure.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung.....	iii
Abstract.....	v
Inhaltsverzeichnis	vii
Abkürzungsverzeichnis	x
1 Einleitung	1
2 Grundlagen Dualphasenstahl	5
2.1 Herstellung von Dualphasenstahl	6
2.1.1 Warmwalzen und Kaltwalzen	6
2.1.2 Wärmebehandeln	8
2.1.3 Austenitbildung beim Heizen und Ferritbildung beim Abkühlen	10
2.1.4 Abschrecken und Auslagern	12
2.2 Mechanisches Verhalten der ferritischen Matrix	14
2.3 Martensit	16
2.3.1 Entstehung und Gefüge von Martensit.....	17
2.3.2 Wärmebehandeln von Martensit.....	24
2.3.3 Mechanisches Verhalten von Martensit.....	26
2.4 Mechanisches Verhalten von Dualphasenstahl	28
2.5 Ziele der Arbeit	32
3 Experimentelles.....	33
3.1 Probenpräparation.....	33
3.2 Mikroskopie.....	34
3.2.1 Elektronenrückstreubeugung (EBSD).....	35
3.2.2 Präparation von Mikrosäulen	38
3.3 Wärmebehandlung im REM	40
3.4 Mikrodruckversuche	44

3.5	Zugversuch.....	47
3.5.1	Aufbau und Ablauf.....	47
3.5.2	Nachbearbeitung der EBSD Daten.....	48
3.5.3	Berechnung von geometrisch notwendigen Versetzen mit Hilfe von Cross Court 3.....	49
3.6	EBSD Datenverarbeitung und Auswertung mittels MTEX.....	52
4	Materialcharakterisierung von Dualphasenstahl.....	53
4.1	Die Gefügebestandteile von Dualphasenstahl in verschiedenen Prozessschritten.....	54
4.2	Die Verteilung der chem. Elemente bezüglich der Gefügebestandteile.....	59
4.3	Orientierungsentwicklung und Orientierungskarten.....	62
4.4	Folgerungen und Zusammenfassung.....	71
5	Gefügeentwicklung bei der Wärmebehandlung.....	75
5.1	Wärmebehandlung im REM.....	75
5.1.1	Auflösung und Bildung von Austenit.....	75
5.1.2	Referenzversuch zur Martensitbildung.....	82
5.1.3	Bildung von Martensit.....	84
5.2	Diskussion.....	92
5.2.1	Wachstum von Ferrit und Austenit beim Kühlen bzw. Heizen.....	93
5.2.2	Martensitbildung.....	97
5.2.3	Einfluss des Umwandlungsprozesses auf die KS/NW-Varianten.....	104
5.3	Zusammenfassung.....	109
6	Mechanisches Verhalten.....	113
6.1	Mechanisches Verhalten im Labor hergestellter Stähle.....	113
6.1.1	Dualphasenstahl aus dem Labor.....	114
6.1.2	Martensitischer Stahl aus dem Labor.....	117

6.1.3	Auslagern von Martensit	119
6.2	Mechanisches Verhalten von DP600	124
6.2.1	Ferritische Matrix	124
6.2.2	Zweiphasige Säulen	129
6.3	Diskussion	132
6.3.1	Martensitischer Stahl aus dem Labor	132
6.3.2	Auslagern von Martensit	133
6.3.3	Ferritische Matrix	137
6.3.4	Experimente an mehrphasigen Säulen	144
6.4	Zusammenfassung	149
7	Zugversuch	153
7.1	Makroskopisches Verhalten und Probenoberfläche	153
7.2	Textur	156
7.3	Gefüge	158
7.4	Entwicklung ausgewählter Bereiche	166
7.5	Diskussion	176
7.5.1	Globale Orientierungsentwicklung	177
7.5.2	Lokale Analyse	184
7.6	Zusammenfassung	189
8	Zusammenfassung	193
9	Anhang	199
9.1	Wärmebehandlung im Reagenzglasofen	199
9.2	Simulierter Temperaturgradient in Proben beim Heizen im REM	203
9.3	Anhang zu Kapitel 4	205
9.4	Anhang zu Kapitel 5	210
9.5	Anhang zu Kapitel 7	213
	Literaturverzeichnis	221

Abkürzungsverzeichnis

EBSD	Electron Backscatter Diffraction (Elektronenrückstreubeugung)
EBSP	Electron Backscatter Pattern (Beugungsbild der Elektronenrückstreubeugung)
FIB	Focussed Ion Beam (Fokussierter Ionenstrahl)
GND	Geometrical necessary dislocation (Geometrisch notwendige Versetzung)
KS	Kurdjumov-Sachs (Orientierungsbeziehung zwischen Ferrit und Austenit)
NR	Normalenrichtung (z-Achse der Probe, äquivalent zur Probennormalen von Blechen)
NW	Nishiyama-Wassermann (Orientierungsbeziehung zwischen Ferrit und Austenit)
QR	Querrichtung (y-Achse der Probe)
REM	Rasterelektronenmikroskop
WR	Walzrichtung (x-Achse der Probe beim Walzen, hier äquivalent zur ZR)
ZR	Zugrichtung (x-Achse der Probe beim Zugversuch, hier äquivalent zur WR)

1 Einleitung

Diese Dissertation befasst sich mit der Frage, in welcher Weise mechanische Eigenschaften und das Gefüge auf der Ebene der Mikroskala das makroskopische Deformationsverhalten von Dualphasenstählen beeinflussen. Das Gefüge dieser Stähle zeichnet sich durch eine Kombination von zwei Phasen, einer ferritischen Matrix und einer martensitischen Phase aus. In der Regel liegen in kommerziellen Produkten die Martensitanteile in Form von vielen kleinen Ausscheidungen innerhalb der Matrix mit einem Volumenanteil von 10 bis 20 % vor. Die Kombination aus Matrix mit geringer Fließspannung und hoher Dehnbarkeit mit einer festen Phase führt zu guten mechanischen Eigenschaften. So erreichen Dualphasenstähle Streckgrenzen von mehr als 1 GPa bei hohen Bruchdehnungen von über 20 % [1]. Aufgrund dieser für viele Anwendungen interessanten Kennwerte werden mit Dualphasenstählen bekannte Tiefziehstähle mit niedrigeren Festigkeiten ersetzt, sodass beispielsweise bei Kraftfahrzeugen Gewichtseinsparungen bei gleichzeitig höherer Sicherheit der Bauteile erzielt werden können [1]. Doch worin besteht die Notwendigkeit weitere Untersuchungen an den bereits bekannten Stählen durchzuführen? Letztlich handelt es sich um einen niedriglegierten Stahl, in dem Mangan, Chrom, Silizium und Kohlenstoff in geringen Anteilen neben Eisen vorliegen. Ebenso die Prozesskette mit Warm-, Kaltwalzen und Wärmebehandeln erscheint auf den ersten Blick trivial und ausreichend erforscht. Die Antwort auf diese Frage lässt sich mittels Literaturrecherche beantworten. Hier wird ersichtlich, dass die Entwicklung dieser Stahlkategorie noch nicht abgeschlossen ist. Um den Anforderungen der Verbraucher zu genügen, wurden in der Vergangenheit die mechanischen Kennwerte über den Martensitgehalt bzw. die Verteilung und Größe der Inseln gesteuert [2]. Heute zeigt der Trend in Richtung fein-, bzw. ultrafeinkörniger Abmessungen im

Gefüge [3]–[5]. Dazu ist es notwendig die Entstehung der Phasen [6] wesentlich genauer zu steuern und störende Einflüsse wie Perlitbandstrukturen [7], inhomogen verteilten Martensit oder höhere Anteile von Karbiden und Restaustenit zu verringern. Durch gezieltes Legieren, Wärmebehandeln, Abschrecken, abschließendes Auslagern des Martensits und die Nutzung von Härtungsmechanismen werden Stähle stetig weiterentwickelt. Nicht zuletzt ist es erst mit dem aktuellen Fortschritt der Methoden zur Gefügeuntersuchung im Rasterelektronenmikroskop möglich detailreichere Ergebnisse zu erhalten. Bessere Methoden und ein höheres Auflösungsvermögen ermöglichen auch im altbekannten Thema Stahl neue Fragestellungen. In Bezug auf die zu Beginn dieses Abschnitts formulierte Aufgabenstellung sind bisher wenige Beobachtungen publiziert und die ablaufenden Mechanismen kaum verstanden. Folglich widmet sich diese Arbeit der Entwicklung und Durchführung von neuartigen In-situ-Versuchen zur Untersuchung der Phasenbildung von Martensit, der Entwicklung des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften der Einzelphasen. Ziel ist es, basierend auf lokalen Messungen, das makroskopische Deformationsverhalten des Materials zu erklären.

Das Thema dieser Dissertation, wurde im Rahmen eines Teilprojekts eines Graduiertenkollegs bearbeitet. Es handelt sich hierbei um das Projekt A11: „Gefügeentwicklung und mechanische Eigenschaften“, das einen Teil des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft geförderten Graduiertenkollegs 1483 darstellt. Das Kolleg 1483, „Prozessketten in der Fertigung“ teilt sich in die Bereiche A und B auf. Der Teilbereich A befasst sich mit „Prozessketten bei der Blechbauteilfertigung“. Das Institut für angewandte Materialien mit der Abteilung Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) beteiligt sich jeweils mit einer experimentellen Arbeit innerhalb der drei Generationen. Das Projekt, welches in der ersten Generation von Simone Schreijäg [8] (Teilprojekt A6) bearbeitet wurde, setzt sich mit der vorliegenden Arbeit fort. In der ersten Generation wurde der einphasige, ferritische Tiefziehstahl DC04 untersucht.

Mit der zweiten Generation wurde ein Übergang in ein komplexeres Gefüge eingeleitet. Ausgewählt wurde ein Dualphasenstahl, wodurch der bis dahin untersuchte ferritische Stahl durch eine zweite martensitische Phase erweitert wird. In beiden Fällen wurden kommerzielle Produkte gewählt, die in der Herstellung, bis auf den Ablauf der Wärmebehandlung, ähnlich sind. Aufgrund der Synergien wurde ein Wissenstransfer in der Analyse des ferritischen DC04 und der ferritischen Matrix des Dualphasenstahls generationsübergreifend angestrebt. In der vorliegenden Arbeit wird dies an den wiederkehrenden Vergleichen mit den Ergebnissen aus der ersten Generation deutlich. Wie bereits in der ersten Generation beschränkt sich das Teilprojekt auf eine experimentelle Analyse des Stahls. Allgemein besteht jedoch die Kernaufgabe des Graduiertenkollegs darin, die Prozesskette mittels verschiedener numerischer Simulationsmodelle in den einzelnen Schritten Walzen, Wärmebehandeln und Tiefziehen auf mehreren Skalen abzubilden. Hierzu wurden die Messergebnisse dieser Arbeit genutzt, um Anfangswerte zu erhalten und die Validierung der Modelle durchzuführen. Ein Austausch der Daten (Kap. 4) fand mit den Projekten A7, A8 und A12 statt. Gemeinsam wurden Ergebnisse in regelmäßigen Treffen innerhalb des Graduiertenkollegs 1483 analysiert und die weitere Vorgehensweise abgestimmt. Auch bestand eine Kooperation innerhalb der experimentellen Projekte der zweiten Generation (A13 und A11). Durchgeführt wurde eine gemeinsame Analyse mittels röntgenspektroskopischen und elektronenmikroskopischen Methoden an derselben Probe, um Einflüsse auf die Deformation des Werkstoffes auf mehreren Skalen zu erfassen. Hierzu wurde ein Zugversuch durchgeführt, dessen Teilauswertung bezüglich der Mikroskala in Kap. 7 erfolgt.

Die Arbeit gliedert sich wie folgt: Zunächst wird in einem Übersichtskapitel (Kap. 2) die für die Arbeit relevante Literatur zusammengefasst. Im Anschluss erfolgt in einem Experimentalkapitel (Kap. 3) die Erklärung der verwendeten Mess- und Auswertungsmethoden. Kapitel 4 beschreibt die Gefügeuntersuchungen, welche

unter anderem durch die Kooperation der Projekte für die Modellentwicklung genutzt wurden. Inhaltlich umfasst die Charakterisierung die aus den einzelnen kommerziellen Prozesskettenschritten vorliegenden Materialzustände und eine Einordnung der Messergebnisse anhand aus der Literatur bekannter Aspekte der Fertigung.

Im Anschluss an den ersten Teil befassen sich die drei folgenden Kapitel mit den Kernthemen dieser Dissertation. Begonnen wird mit der Wärmebehandlung und der damit in Verbindung stehenden Phasenbildung. Das Kapitel 5 umfasst sowohl die In-situ-Beobachtung der Umwandlung von Ferrit in Austenit, als auch die anschließende Bildung von Martensit durch Abschrecken der Probe an derselben Stelle auf der Oberfläche. Kapitel 6 beinhaltet die Ermittlung der mechanischen Eigenschaften auf der Gefügebene (Mikroskala). Für die Messung wird der Mikrodruckversuch genutzt. Hierzu werden mittels Ionenstrahlpräparation Säulen verschiedener Größe in einen kommerziell verfügbaren Stahl und in eigens im Labor hergestellte Stähle geschnitten. Im kommerziellen Stahl werden so die ferritische Matrix und der Martensit in Form von zweiphasigen Säulen separat getestet. Zudem wird Martensit in Form von Latten, nach verschiedenen Auslagerungstemperaturen und in verzwillingter Form mit dem kommerziellen Stahl verglichen. Kapitel 7 zeigt die Ergebnisse eines makroskopischen Zugversuchs. Dafür wird eine Probe schrittweise belastet und die Entwicklung von geometrisch notwendigen Versetzungen mit zunehmender Deformation beobachtet. Hierzu wird nach jedem Belastungsschritt eine Orientierungsmessung durchgeführt und der Zustand der Probenoberfläche festgehalten.

In jedem der drei beschriebenen Versuchskapitel werden Ergebnisse separat nach jedem Ergebnisteil diskutiert und zusammengefasst. Die Zusammenfassung und wissenschaftliche Einordnung der wichtigsten Ergebnisse erfolgt in Kapitel 8. Der Anhang befindet sich in Kapitel 9.

2 Grundlagen Dualphasenstahl

Das Kapitel Grundlagen behandelt den aktuellen Stand der Forschung auf dem Gebiet des Dualphasenstahls. Der Dualphasenstahl definiert einen Stahl, dessen Gefüge aus Ferrit und Martensit besteht. In dieser Arbeit, sowie in kommerziellen Produkten besteht das Gefüge aus Inseln aus Martensit, die in einer ferritischen Matrix liegen. Anwendung finden die Stähle heute vorwiegend in der blechverarbeitenden Industrie. Hier lässt sich im Vergleich zu den in der Vergangenheit genutzten Tiefziehstählen mittels Dickenreduktion Gewicht einsparen [1]. Dies wird ermöglicht durch die verbesserten mechanischen Eigenschaften des Dualphasenstahls, nämlich der vergleichsweise hohen Streckgrenze bei hoher Bruchdehnung. Erste Veröffentlichungen aus dem Bereich ferritisch-martensitischer Stahl stammen wie von Rashid [2] berichtet aus England und datieren um 1963. Das wissenschaftliche und industrielle Interesse entstand jedoch erst zur Jahrhundertwende. Heute sind die Anforderungen und Zusammensetzungen unter anderem von Dualphasenstahl in der Norm DIN EN 10346 „kontinuierlich schmelztauchveredelten Flacherzeugnisse“ [9] festgehalten.

Die folgenden vier Abschnitte dieses Kapitels beleuchten die Stahlherstellung, die beiden Einzelphasen jeweils unabhängig voneinander und zuletzt das Zusammenwirken der Phasen im Stahl. Experimentelle Methoden finden hier keine Berücksichtigung, diesbezüglich wird auf Kap. 3 verwiesen. Grundlagen betreffend Stahl finden sich im Buch von Bhadeshia und Honeycombe [10]. Materialwissenschaftliche Aspekte wurden durch Gottstein [11] festgehalten. Die in dieser Arbeit verwendeten Methoden der Orientierungs- und Texturanalyse [12] basieren auf der Eulerwinkelkonvention nach Bunge [13].

2.1 Herstellung von Dualphasenstahl

Das Prinzip der Herstellung eines Dualphasenstahls ist zunächst ein trivialer Prozess. Man nimmt einen Eisen-Kohlenstoffstahl mit einem Kohlenstoffgehalt von bspw. 0,2 gew %. Dann stellt man durch Auslagern im Zweiphasengebiet (sog. Interkritisches Auslagern) die gewünschte Verteilung von Austenit und Ferrit im heißen Zustand ein. Anschließend wird mittels Abschrecken die Phasenumwandlung des enthaltenen Austenits in Martensit herbeigeführt. Ist der Anteil des Martensits gering, liegt eine ferritische Matrix mit Martensitinseln vor. Die kommerzielle Herstellung von Dualphasenstahl verläuft deutlich komplexer. Dabei durchläuft nach dem Stranggießen das Blech die Schritte Warmwalzen, Kaltwalzen und interkritisches Wärmebehandeln mit abschließendem Abschrecken. Abschließend wird für die Verbesserung der plastischen Eigenschaften und einen Korrosionsschutz der Stahl erneut angelassen und dann feuerverzinkt. Während der Produktion müssen diverse Einflussgrößen bedacht werden. Der Stahl verfügt über austenit- und ferritstabilisierende Legierungselemente, sowie über Legierungselemente, die die Martensitbildung unterstützen. Je nach Anwendung sollen Streckgrenzen von bis zu 1 GPa erreicht werden. Dazu muss die Korngröße der Matrix, sowie die Größe der Martensitinseln gesteuert werden. Ein Überblick der Einflussparameter bei der Einstellung des Gefüges soll im Folgenden geschaffen werden.

2.1.1 Warmwalzen und Kaltwalzen

Anschließend an das Stranggießen findet das Warmwalzen statt. Hier entsteht bei niedriglegierten Stählen ein Texturgradient von der Oberfläche zur Probenmitte hin [14]–[16]. Aufgrund der Scherung des Materials an der Oberfläche, entsteht eine Textur mit erhöhter Goss $\{112\}\langle 111 \rangle$ und $\{110\}\langle 001 \rangle$ Komponente [15]. Im Kern wird dagegen durch einen ebenen Kompressionszustand eine

der Kaltwalztextur ähnliche Verstärkung der α - und γ -Faser erzeugt [15]. Das Maximum der Textur im Kern befindet sich in der $\{001\}\langle 110 \rangle$ Komponente [15]. Der Texturgradient entsteht durch eine stetige Phasenumwandlung von Austenit in Ferrit während des Walzprozesses, welcher mit den letzten Walzzyklen in der Ferritregion endet. Insbesondere die letzten Zyklen in der Ferritregion sind maßgeblich für den Gradienten verantwortlich [14]. An der kälteren ferritischen Oberfläche können die Körner durch erhöhte Versetzungsdichte rekristallisieren, wohingegen im austenitischen/ferritischen Kern lediglich Erholung stattfindet und die Textur erhalten bleibt [14].

Im Anschluss wird im industriellen Herstellungsprozess das Warmband zu einem sog. „Coil“ gerollt, eingelagert und weitertransportiert. Dabei fällt die Temperatur nur noch langsam ab. Doch gerade die Temperatur, bei der das Material aufgerollt wird, ist wegbestimmend für die weitere Phasenbildung beim Abkühlen. Je nach Temperatur bildet sich ein ferritisch-perlitisches oder ein bainitisches Warmband [6].

Weiter besteht an dieser Stelle des Prozesses die Möglichkeit die Korngröße des finalen Dualphasenstahls einzustellen. Calcagnotto et al. [17] führte dazu einen Walzprozess über bzw. unter der sog. „Perlitfinishtemperatur“ durch, um mit hoher Deformation kleine Körner zu erzeugen. Das finale Gefüge war ein feinkörniger bzw. ultrafeinkörniger Ferrit mit, im zweiten Fall, kugelförmigen Ausscheidungen aus Zementit [5]. Für die Erhaltung der Korngröße kann Mangan zugesetzt werden, um Kornwachstum beim Wärmebehandeln vor dem Abschrecken zu vermeiden [18]. Ein weiterer Kaltwalzschritt wird in der Prozessroute nicht durchgeführt, da die hohe Versetzungsdichte Rekristallisation fördern würde [5], welche die eingestellte Feinkörnigkeit wieder zunichtemachen würde.

Während des Kaltwalzens gleicht sich die Textur über die gesamte Probendicke hin an. Es bildet sich eine stark ausgeprägte α -Faser

und eine schwächere Belegung der γ -Faser aus. Die Maxima liegen in den Komponenten $\{001\}\langle 110\rangle$ und/oder $\{112\}\langle 110\rangle$ auf der α -Faser, bzw. in $\{111\}\langle 112\rangle$ und/oder $\{111\}\langle 110\rangle$ auf der γ -Faser [14]. In niedrig legierten Stählen bildet sich bei Dehnungen kleiner als 70% bevorzugt die $\{111\}\langle 112\rangle$ Komponente der γ -Faser aus, wohingegen bei höheren Dehnungen $\{111\}\langle 110\rangle$ hervorsteht [14]. Die vorab aus dem Warmwalzen in der Probenmitte vorliegende Walztextur wirkt sich verstärkend auf die Kaltwalztextur aus [14]. Insofern werden Unterschiede in der Textur der Probe weitervererbt.

2.1.2 Wärmebehandeln

Der vorletzte Schritt der Prozesskette beinhaltet die interkritische Wärmebehandlung im Ferrit-Austenit-Phasengebiet und das Abschrecken. Die Textur von Stählen mit wenig Kohlenstoff nimmt durch Rekristallisation und Phasenumwandlung insbesondere in der α -Faser ab und verstärkt sich leicht in der γ -Faser [14]. Durch eine weitere Vererbung der Texturgradienten aus dem Warm- und Kaltwalzen kann es auch nach der Wärmebehandlung zu Texturunterschieden zwischen den Rand- und Kernbereichen der Probe kommen [19]. Der Einfluss, der aus den Walzprozessen weitergegebenen Textur, ist durchaus von Bedeutung. So kommt es beim Hochheizen des kaltgewalzten Materials zu einem Wettbewerb zwischen Rekristallisation, Erholung und Phasenumwandlung [19]. Durch eine zum Kern hin abfallende Versetzungsdichte, welche in dem Warm- und Kaltwalzschritt entsteht, rekristallisieren am Rand vermehrt Körner [19]. Diese so gebildeten, relativ defektarmen Körner bieten weniger Nukleationspunkte für Austenit und verzögern dadurch eine Phasenumwandlung [19]. In Folge kann sich dort kein Martensit bilden und es kommt zu einem höheren Martensitanteil im Kern der Probe [19]. Insgesamt stellt das Kaltwalzen den Einflussfaktor dar, durch welchen sich die enthaltende Versetzungsdichte für den folgenden Prozess steuern lässt. Wird,

im Gegensatz dazu, die Wärmebehandlung nicht interkritisch ausgeführt, sondern Temperaturen im oberen Zweiphasengebiet genutzt oder sogar komplett austenitisiert, verschwindet die Textur fast vollständig [16]. Generell überführt man mit höheren Temperaturen der Wärmebehandlung die Textur, aber auch die Phasenverteilung in eine homogenere Form [16]. Für das Verschwinden der Textur könnte die zufällige Auswahl einer Orientierungsbeziehung (Erläuterung der Beziehungen in Kap. 2.3.1) bei der Ferrit Austenit Umwandlung verantwortlich sein. Jedoch zeigt die Umwandlung in Austenit und in Martensit bei der Herstellung von Dualphasenstählen nur geringe Texturveränderungen [20]. Insgesamt wird so je nach Anteil der Erholung, Rekristallisation oder Phasenumwandlung in Austenit die Textur in Abhängigkeit der Temperatur beim Wärmebehandeln geschwächt bzw. verschoben.

In der Arbeit von Schemmann [6] wird beschrieben, wie sich bereits im Warmwalzprozess lokal hohe Konzentrationen von Legierungselementen bilden, die dann einen Einfluss auf die Phasenbildung nehmen. Wichtig ist, dass sich Legierungselemente wie Mangan und Chrom beim Warmwalzen an Karbiden (Zementit) ansammeln und sich im Anschluss primär dort der Austenit bildet [6]. Je nach Temperatur beim Aufrollen zum Coil kann zwischen Warmbändern, die ein bainitisches oder ferritisch-perlitisches Gefüge haben, unterschieden werden [6]. Im ersten Fall sind das Mangan, wie auch der Zementit über die gesamte Probe hinweg gleichmäßiger verteilt und die Austenitbildung geschieht überall im gleichen Umfang und in der gleichen Geschwindigkeit [6]. Entstehen die charakteristischen, perlitischen Bänder beim Warmwalzen, liegt im abgekühlten Zustand Zementit, sowie das Mangan zeilenförmig vor. Diese Regionen sind demnach auch primärer Nukleationsort für den, in der Wärmebehandlung gebildeten, Austenit [6], [21], [22]. Nach der Umwandlung des Perlits ist das Wachstum im restlichen Ferrit aufgrund der Unterschiede in der Mangankonzentration stark verzögert [6]. Somit nimmt die Manganverteilung Einfluss auf die Phasenumwandlung und -verteilung.

Für die Bildung und die lokale Verteilung von Austenit, bzw. Martensit sind zudem die Heizraten, die Haltedauer und die Abschreckrate von Bedeutung. Der zuvor erläuterte Wettbewerb von Erholung, Rekristallisation und Phasenumwandlung lässt sich auch durch diese Parameter einstellen. Wird bspw. nur kurz auf Temperaturen unter 740°C erhitzt, ist der Martensit nach dem Abschrecken deckungsgleich mit dem zuvor enthaltenen Perlitbereichen, und auch die Textur bleibt erhalten [19]. Ein schnelles Heizen zu höheren Temperaturen lässt die Phasenumwandlung gleichzeitig mit der Rekristallisation ablaufen, bzw. verzögert diese sogar [23]. Das Ergebnis ist eine zeilige Gefügestruktur [23]. Der Austenit entsteht in den Perlitbereichen und kann sich nicht in den benachbarten Ferrit ausbreiten, da hier parallel Rekristallisation abläuft [24]. Somit liegt der Austenit neben den langgezogenen, kaltgewalzten, teilweise rekristallisierten Ferritkörnern vor [23]. Mittlere Heizraten lassen zunächst Rekristallisation zu, und der Austenit wächst zwischen den neuen Körnern, wodurch sich feine, verteilte Austenitinseln erzeugen lassen [23], [24]. Erst längeres Halten der hohen Temperatur hat nach dem Auflösen des Perlits die langsam ablaufende Diffusion von Mangan in den Austenit zur Folge [21]. Ferner verteilen sich alle weiteren Legierungselemente in die präferierten Phasen. Wird die Wärmebehandlung früher abgebrochen, können nicht aufgelöster Perlit bzw. mit Mangan übersättigter Ferrit zurückbleiben [21].

2.1.3 Austenitbildung beim Heizen und Ferritbildung beim Abkühlen

Beim Wärmebehandeln wandelt sich Ferrit bei hoher Temperatur in Austenit um. Dabei gelten Orientierungsbeziehungen zwischen Ferrit und Austenit. Bekannt sind die Kurdjumow-Sachs (KS) oder die Nishiyama-Wassermann (NW) Orientierungsbeziehung (Tab. 2-1). In vielen Wärmebehandlungsversuchen verwendet man die KS-Beziehung zur Beschreibung der Umwandlung, da diese bei der

Phasenumwandlung bevorzugt auftrat [25]. Die Umwandlung beginnt mit der Nukleation an verschiedensten Defekten [26]. Dabei wird eine der möglichen Orientierungsvarianten von KS bzw. NW gewählt [26]. Mit In-situ-Versuchen wurde die Austenitbildung von Lischewski et al. [27], [28] an niedriglegierten Stahl und von Fukino et al. [29], [30] an Fe-Ni-Stahl untersucht. Hier fanden Lischewski et al. [28] präferierte Nukleation an Tripelpunkten und untersuchten an diesen die Variantenselektion der KS-Orientierungsbeziehung. Dabei ergaben sich folgende Gesetzmäßigkeiten für die Phasenbildung von Austenit in Ferrit: 1. Die Austenitnukleation findet an Tripelpunkten unter Einhaltung der KS-Beziehung zu mindestens einem, der umliegenden, Ferritkörner statt [28]. Dabei wird die Orientierungsvariante gewählt, die ungefähr die KS-Beziehung zu zwei benachbarten Ferritkörnern einhält [28]. 2. Besonders entsteht diejenige Orientierung, deren Ebenen der KS-Beziehung in der Korngrenzebene liegen [28]. Die Präferenz der Nukleation an Tripelpunkten begründeten Lischewski et al. mit der Linienspannung an Tripelpunkten, die die Nukleation gegenüber der an Korngrenzen begünstigt [28]. Im Gegensatz dazu prognostizieren Fukino et al. Nukleation vermehrt an Korngrenzen als an Tripelpunkten [29]. An Korngrenzen lagen die neuen Körner in KS- oder NW-Beziehungen zu einem Ferritnachbarn vor, wohingegen an Tripelpunkten die Nukleation mit zufälligen Orientierungen zu Ferritnachbarn wahrscheinlicher wurde [29]. Auch wurde die Nukleation von Austenit in einem kaltgewalzten FeNi-Stahl untersucht. Hier laufen Rekristallisation des Ferrits sowie Austenitbildung parallel ab [30]. Entstand Austenit in den nicht rekristallisierten Gebieten, war die Orientierung eher zufällig. Die KS-Beziehung zum ursprünglichen Ferrit fand man bei Nukleationen in bereits rekristallisierten Gebieten [30]. Zudem wurden von den zwei Gruppen (Lischewski et al. und Fukino et al.) das weitere Wachstum der Austenitkörner beobachtet. In beiden findet das Wachstum vermehrt entlang, d.h. nicht senkrecht zu der Phasengrenzen mit den Ebenen $\{111\}_{\gamma}||\{101\}_{\alpha}$ statt [27], [29]. Damit stellen KS-Phasengrenzen ein

Hindernis beim Wachstum von Austenit dar, wodurch sich Austenit ungleichmäßig ausbreitet [27], [30].

Wird die Probe langsam aus der Austenitphase abgekühlt, findet das Wachstum des Ferrits auch in Abhängigkeit der KS-Beziehung statt [27]. Ist dabei die Fehlorientierung der Phasengrenze zu dieser Orientierungsbeziehung gering, so ergibt sich eine abschirmende Wirkung, denn KS-Grenzen verfügen analog zum zuvor beschriebenen Austenitwachstum über eine geringere Mobilität [27]. Dadurch können neben sehr kleinen abgeschirmten Körnern deutlich größere heranwachsen, weshalb eine inhomogene Korngrößenverteilung entsteht [27]. Letztlich ist Ferritwachstum (beim Kühlen) deutlich schneller als selbiger Prozess für Austenit (beim Heizen) [27]. Liegt in dem Ausgangsgefüge vor dem Abschrecken Ferrit und Austenit vor, kann der benachbarte Ferrit durch schnelles Wachstum den Austenit verkleinern, bevor sich der restliche Austenit in Martensit umwandelt. Dieser Ferrit enthält dann zwangsweise die Konzentrationen der Elemente des ursprünglichen Austenits, da deren Beweglichkeit nicht ausreicht, um mit der Phasengrenze zu diffundieren [31], [32]. Bildet sich bei hohen Temperaturen Ferrit im Austenit, kann sich dieser wie zuvor beschrieben „rekonstruktiv“ aus dem benachbarten Ferrit oder bei noch höheren Abkühlraten „displaziv“ aus dem Austenit bilden [6].

2.1.4 Abschrecken und Auslagern

Die Wärmebehandlung endet mit dem Abschrecken wobei sich Austenit in Martensit umwandelt. Wurde jedoch zuvor vollständig austenitisiert (andere Prozessroute), muss gezielt abgeschreckt werden, sodass sich zuerst Ferrit bilden kann und sich dann der Restanteil in Martensit umformt [33]. Für das finale Gefüge sind die Abschreckrate sowie die Legierungszusammenstellung entscheidend. Die Textur ist damit nicht der einzig zu kontrollierende Para-

meter in der Herstellung. Einen großen Einfluss haben die Legierungselemente bei der Wärmebehandlung. Die Einflüsse von Mangan, Chrom, Silizium, Aluminium, Nickel, Kohlenstoff, usw. auf die Bildung anderer Phasen oder auf die Martensitstarttemperatur sind allgemein bekannt [1]. Durch eine geeignete Wahl können ungewünschte Phasenbildungen, wie die Perlitbildung oder die Bainitbildung verhindert werden [1], [2]. Dies kann mittels einer Steuerung der Ferritbildung bei hohen Temperaturen durch Aluminium und Silizium erfolgen [1], [34]. Bildet sich genug Ferrit zu Beginn, kann es beim weiteren Abkühlen die Bildung von Bainit und Karbiden verhindern [1]. Der nun verbleibende Austenit wandelt sich mit unterschreiten der Martensitstarttemperatur um. Hier unterscheidet man zwischen gescherten und verzwilligten bzw. Latten- und Plattenmartensit [35]. Weitere Informationen zur martensitischen Umwandlung sind im Kap. 2.3 zu finden.

Der abschließende Schritt beinhaltet ein finales Auslagern, um die mechanischen Eigenschaften des Martensits zu verbessern. Hier diffundiert durch kurzes Anlassen der Kohlenstoff aus dem Martensit in Karbide wodurch sich die plastische Dehnbarkeit und Zugfestigkeit des Martensits und auch des Stahls vergrößert [36]. Bei der Belastung von Dualphasenstahl treten dann weniger Schädigung, wie z.B. Mikrorisse auf [36]–[43]. Zu diesem Thema wird auf das Kap. 2.3.2 und 2.4 verwiesen.

Zusammenfassend stellt sich die Herstellung des Dualphasenstahls wie folgt dar: Sie ist komplex und hängt von vielen Parametern ab. Entscheidend sind die vererbte Textur, die Art des Gefüges nach den Walzprozessen und die damit verbundene lokale Verteilung der Legierungselemente. Die gewählte Route der Wärmebehandlung und des Abschreckens beeinflusst die Bildung von Austenit und die daraus resultierende Verteilung an Ferrit, Martensit.

2.2 Mechanisches Verhalten der ferritischen Matrix

Bedingt durch den Herstellungsprozess tritt der Ferrit in der Matrix des Dualphasenstahls mit unterschiedlichen Festigkeiten in Erscheinung. Zu Beginn liegt der Ferrit mit hoher Versetzungsdichte im kaltgewalzten Zustand vor. Je nach Wärmebehandlungsschritt können unterschiedliche ferritische Gefüge entstehen [6]. Es muss also unterschieden werden, ob Ferrit bei der Wärmebehandlung vollständig rekristallisiert oder sich erst später beim Abschrecken rekonstruktiv oder displaziv aus dem Austenit gebildet hat [6]. Die displazive Umwandlung führt zu einer erhöhten Versetzungsdichte [6] und Festigkeit. Daraus folgt, dass rekristallisierter und rekonstruktiv gebildeter Ferrit im Vergleich zum displaziv umgewandelten und zum kaltgewalzten Ferrit niedrige Fließspannungen besitzen. Je nach Wärmebehandlungsdauer sind ebenso Reste von Mangan und unvollständig aufgelösten Perlit in der ferritischen Matrix zu finden [6], [21]. Reste von Mangan verbleiben im Ferrit, wenn dieser schnell durch Phasenumwandlung oder durch Wachstum entsteht [31], [32]. Hier kann aufgrund der Prozessgeschwindigkeit keine Diffusion von Mangan und ähnlichen Legierungselementen mehr in dem restlichen Austenit stattfinden, wodurch Mischkristallverfestigung die Fließgrenze der Matrix lokal erhöht [44]. Wird während der Wärmebehandlung lediglich der Zementit in Perlitbereichen abgebaut, so bleiben nicht vollständig aufgelöste Perlitregionen enthalten [6]. Diese enthalten aus dem Kaltwalzen eine erhöhte Versetzungsdichte [6].

Neben den herstellungsbedingten Faktoren gibt es grundsätzlich verschiedene Optionen die Festigkeit von Ferrit zu steigern. Erstens besteht die Möglichkeit die Korngröße anzupassen [45], zweitens kann mit Kaltverfestigung gearbeitet werden [45], oder drittens über Legierungselemente wie Mangan, Silizium und Kohlenstoff signifikante Steigerungen der Festigkeit erreicht werden [44].

Verdeutlicht wird dies mit Messungen an verschiedenen Dualphasenstählen. Diese zeigen Unterschiede in der Belastbarkeit der ferritischen Matrix aufgrund von Legierungsunterschieden [46]. Des Weiteren können, wenngleich mit geringem Potential, bspw. fein verteilte Ausscheidungen (z.B. MnS-Teilchen) die Fließgrenze erhöhen [45]. Je nach Kombination lassen sich diese Einflüsse mit den allgemein bekannten Zusammenhängen abschätzen [11], [45]. Im Vergleich zu Reineisen kann so die Festigkeit im makroskopischen Verhalten stark gesteigert werden [45].

Im mikroskopischen Bereich erreicht Ferrit ähnliche Werte in Bezug auf die Festigkeiten und Exponenten des Größeneffekts, wie Reineisen [45], [47]–[49]. Schreijäg et al. [45] beobachtete eine Orientierungsabhängigkeit der Festigkeit bei der Kompression von Mikrosäulen. Hierbei zeigte sich bei Säulen mit der Orientierung $\langle 111 \rangle$ und $\langle 123 \rangle$ ein ähnlich hoher Exponent (-0,81) des Größeneffekts, wie für $\langle 211 \rangle$ orientiertes α -Fe [45], [47]. Für Proben, die eine $\langle 001 \rangle$ Orientierung vorwies, wurden geringere Fließspannungen erreicht. Die Unterschiede wurden wie folgt erklärt [45]: Im Fall von kubisch raumzentrierten Ferrit gibt es eine Vielzahl von $\{110\}$ oder $\{112\}$ Gleitsysteme, die nach Schmid'schem Schubspannungsgesetz aktiviert werden können und orientierungsabhängig unterschiedlich hohe Fließspannungen aufweisen. Generell gilt für hinreichend kleine, ausgelagerte und einkristalline Proben bei der Belastung das Prinzip der sog. „Dislocation Starvation“ [50]. Dabei verschwinden Versetzungen über die Oberfläche aus der Probe, so dass nicht ausreichend Versetzungen für die Verformung zur Verfügung stehen. Um Verformung einzuleiten müssen daher erst Versetzungen nukleieren. Ein Prozess, der hohe Spannungen erfordert kann und dadurch hohe Festigkeiten bedingt. Sinkt die Anzahl möglicher Gleitsysteme mit hoher Schubspannung, so sinkt auch die Wahrscheinlichkeit Versetzungen zu nukleieren und die Festigkeit steigt [45]. Bspw. wurden für Säulen mit Einfachgleiten auf der $\{123\}$ Ebene vergleichsweise hohe Fließspannungen beobachtet [45]. Ähnliche Ergebnisse für die Orientierungsabhängigkeit von

Proben einer ferritischen Matrix eines Dualphasenstahls wurden auch von Ghassemi-Armaki et al. [51] und von Chen et al. [46] berichtet.

Mittels Mikrodruckversuchen wurde der Einfluss der Kaltverformung gemessen [45]. Die Messungen an kaltgewalztem, ferritischen DC04 Stahl zeigen, dass sich die Fließspannung bei 5 % plastischer Dehnung auf der Mikroskala im Vergleich zur makroskopischen Fließspannung verdoppelt [45]. Ein Größeneffekt ließ sich nur noch schwach nachweisen und die Streuung der Ergebnisse nahm stark zu. Gleichzeitig ließ sich für Proben kleiner 2 μm eine Herabsetzung der Fließspannung beobachten. Dieses Verhalten kann folgendermaßen erklärt werden: Wegen der hohen Anzahl an bereits vorhandenen Versetzungen verfestigen die Säulen stark [45]. Im Vergleich zu ausgelagerten oder rekristallisierten Proben sind nun mehr Versetzungen und Quellen vorhanden, wodurch Gleitung bei niedrigeren Spannungen ermöglicht wird und die sog. „Dislocation Starvation“ in kleinen Proben keine Rolle mehr für die Verformung spielt [45]. Ähnliches wurde auch im Fall von Dualphasenstahl gemessen. Schon eine geringe Vorverformung wirkt sich auf die Festigkeit eines Dualphasenstahls aus und bewirkt eine Steigerung von Streck- und Fließgrenze von Säulen aus der ferritischen Matrix [51].

2.3 Martensit

Im folgenden Abschnitt wird der Martensit, bzw. die zweite Phase des Dualphasenstahls näher beleuchtet. Zunächst werden die Entstehung des Martensits, das Gefüge und die Orientierungsbeziehungen beschrieben. Darauf folgt der aktuelle Kenntnisstand bezüglich der Gefügeentwicklung bei der Wärmebehandlung. Abschließend wird das mechanische Verhalten behandelt. Anzumerken ist, dass sich viele der Arbeiten auf einen martensiti-

schen Stahl und nicht auf Dualphasenstahl beziehen. Dem mechanischen Zusammenwirken von Ferrit und Martensit widmet sich das Kap. 2.4.

2.3.1 Entstehung und Gefüge von Martensit

Für die Erzeugung von Martensit muss ein Stahl, wie z.B. der, in dieser Arbeit verwendete, niedriglegierte Stahl mit geringen Anteilen an Mangan, Chrom und Silizium in die austenitische Phase geheizt werden. Je nach Legierung und Kohlenstoffgehalt ist die Temperatur für den Beginn der Austenitbildung von denen eines reinen FeC-Stahls zu unterscheiden. Nach dem Aufheizen und Halten muss hinreichend schnell abgeschreckt werden, um durch Unterkühlung unter die Martensitstarttemperatur (M_S) die Phasenumwandlung zu starten. Per Definition ist die M_S der Messpunkt, an dem metallographisch die ersten Volumenanteile an Martensit nachgewiesen werden. Die vollständige Umwandlung des Austenits ist mit Erreichen der Martensitfinishtemperatur (M_F) gegeben. Wird diese nicht unterschritten und das Abschrecken davor abgebrochen, so bleiben neben dem Martensit metastabile Anteile an Austenit oder andere sich bildende Phasen zurück. M_S und M_F werden über den Kohlenstoffgehalt, die Legierungselemente [10] und die Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst [52]–[54]. Eine Senkung des Kohlenstoffgehalts lässt zum Beispiel M_S steigen. Lokale Unterschiede in den Konzentrationen der Legierungselemente werden über die Diffusion während der Wärmebehandlung hervorgerufen, wodurch die Martensitbildung über lokale Werte von M_S beeinflusst wird [43]. Ebenso kann während der Umwandlung im übrigen Austenit über mechanische Spannung M_S und M_F verändert werden und die Martensitbildung starten [55], [56]. Dies wird mit dem Effekt der sog. „Transformation induced plasticity (TRIP)“ beschrieben.

Die Bildung von Martensit ist eine diffusionslose Umwandlung [10]. Im Unterschied zur rekonstruktiven Phasenbildung einer

metastabilen Phase bei langsamer Abkühlung wird nicht durch Diffusion von Phasengrenzen, sondern durch Dilatation und Scherung der Kristallstruktur die Umwandlung von Austenit in Martensit realisiert. Dieser Wechsel des Kristallgitters wird „displazive“ Umwandlung genannt. Weitere Beispiele für ähnlich entstandene nicht Gleichgewichtsgefüge sind nadelförmiger Ferrit, Widmanstättenferrit und Bainit [10]. Diese Gefüge bilden sich in Abhängigkeit von der Abkühlrate, Temperaturkurve und der lokalen Kohlenstoffkonzentration während der Wärmbehandlung [53]. Martensit entsteht bei sehr hohen Abkühlraten. Aufgrund dessen kann der im Austenit in den Oktaederlücken vorliegende Kohlenstoff nicht mehr aus den Elementarzellen diffundieren und es bildet sich eine tetragonalraumzentrierte Martensitzelle.

In Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt entstehen verschiedene Martensitgefüge [10]. Bei niedrigen Kohlenstoffanteilen bildet sich Lattenmartensit [35]. Ist der Anteil an Kohlenstoff höher als ca. 1 % bildet sich stattdessen Plattenmartensit [35]. In der Literatur gibt es verschiedene Bezeichnungen für die Arten von Martensit. Um hier Verwechslungen zu vermeiden, werden nur diese beiden Begriffe Platten- bzw. Lattenmartensit verwendet. Beide Formen erfordern einen weiteren Abbau von Dehnungen im Nachbargefüge. Die Scherung bei der Bildung von Lattenmartensit führt zu hohen Versetzungsdichten in der Umgebung des Martensits. Der Plattenmartensit baut statt mit Scherung der Umgebung die Anpassungsverformung mittels Zwillingbildung des Martensits ab. Dazu wurden die Spannungen in der Deformationszone um verschiedene Martensitarten in verschiedenen legierten Fe-Ni-Stählen innerhalb des umgebenden Austenits gemessen [57]. Im Fall von Plattenmartensit befindet sich eine elastisch deformierte Zone um den Martensit, die um die 1,5 fache Plattenbreite in die Nachbarregion reicht [57]. Stärkere Verformung findet man im Lattenmartensit [57]. Dort sind weitreichende plastische Deformationen des benachbarten Austenits mit der mehrfachen Lattenbreite um den Lattenmartensit herum zu finden [57].

Für eine displazive Umwandlung zwischen Austenit und Ferrit wurden verschiedene Modelle für Orientierungsbeziehungen entwickelt. Diese werden stets über die Parallelität zweier Ebenen und zwei Raumrichtungen definiert. Tab. 2-1 zeigt die bekanntesten Beziehungen nach Bain [58], Kurdjumov-Sachs [59] und Nishiyama-Wassermann [60], [61]. Diesen Zusammenhang kann man innerhalb zweier Elementarzellen darstellen, in deren Mitte eine Martensitzelle eingezeichnet ist (Abb. 2-1 a). Nach Bain wird dies über die Seitenebenen dargestellt. Im Fall von KS und NW realisiert man die Umwandlung über die parallel ausgerichteten, dichtest gepackten Ebenen (Abb. 2-1 b, c).

Name	Ebenenbeziehung	Kristallrichtung
Bain	$\{010\}_\gamma \{010\}_\alpha$	$\langle 001 \rangle_\gamma \langle 101 \rangle_\alpha$
Kurdjumov-Sachs (KS)	$\{111\}_\gamma \{110\}_\alpha$	$\langle \bar{1}10 \rangle_\gamma \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle_\alpha$
Nishiyama-Wassermann (NW)	$\{111\}_\gamma \{110\}_\alpha$	$\langle 0\bar{1}1 \rangle_\gamma \langle 001 \rangle_\alpha$

Tab. 2-1: Auflistung der häufig auftretenden Orientierungsbeziehungen der Austenit->Ferrit oder Austenit->Martensit Umwandlung [58]–[61]. Tabelle nachempfunden von Nolze [62].

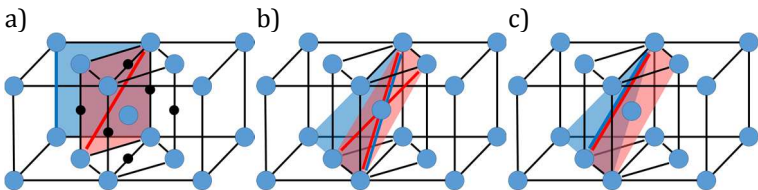


Abb. 2-1: Austenit-Ferrit Orientierungsbeziehung nach: a) Bain, b) KS und c) NW zur Tab. 2-1. Bilder zeigen verdrehte Elementarzelle von Ferrit/Martensit innerhalb zwei vereinfacht dargestellten Austenitzellen. In a) sind die für die tetragonale Verzerrung verantwortlichen Kohlenstoffatome in den Oktaederlücken eingezeichnet. (Es sind nicht alle vorliegenden Fe- und C-Atome eingezeichnet. Die Darstellung ist vereinfacht.)

Das Modell nach Bain kann aus der Abb. 2-1 a abgeleitet werden und die Dehnungen berechnen sich aus den geometrischen Abhängigkeiten der Beziehung [10]. Für die KS- und NW-Beziehung ist die Darstellung in Abb. 2-1 b, c ungünstig gewählt, denn die Umwandlung erfolgt über Scherung und nicht über Rotationen. Im Fall von KS und NW findet die Scherung auf der $\{111\}_\gamma$ in $[01\bar{1}]_\gamma$ bzw. $[11\bar{2}]_\gamma$

Richtung statt [63]. Für die Umwandlung muss die Martensitzelle also schräg im gezeigten Modell liegen und hat die Ebene $\{111\}_\gamma$ bzw. $\{101\}_\alpha$ als Basis. Die Umwandlungsmodelle finden bis heute Anwendung. Jedoch ist unklar, welche in welchem Fall gültig ist. Cayron [64] greift dies auf und entwickelt ein Modell, das als Produkt der Umwandlung einen Orientierungsbereich beschreibt, der die Ergebnisse der Modelle nach KS und NW enthalten kann.

Durch die Vielfalt an symmetrisch äquivalenten Konstellationen im kubisch-flächenzentrierten (kfz) und kubisch-raumzentrierten (krz) Gitter kann sich eine Austenitorientierung in drei Bain, 24 KS- oder 12 NW-Varianten in Ferrit bzw. Martensit transformieren. Eine Variante bezeichnet dabei eine mögliche Orientierung des Martensits. Abb. 2-2 bildet diese Varianten in einer $\{001\}$ -Polfigur ab. Aus der Graphik wird ersichtlich, dass es verschiedene Verfahren zur Gruppierung gibt, in die sich die Varianten nach KS oder nach NW einsortieren lassen. Zunächst sollten dabei nur die nummerierten KS-Varianten betrachtet werden. Ausgehend von einer KS-Variante sucht man die am nächsten gelegene Bain Variante. In der Umgebung um diese Bain Variante sammeln sich 8 KS-Varianten. Diese bilden eine Bain Gruppe [65], in der sich alle KS-Varianten sammeln, die untereinander die kleinsten Fehlorientierungswinkel vorweisen. Der Winkel unter 8 benachbarten KS-Varianten erstreckt sich von $10,6^\circ$ bis $21,1^\circ$. Setzt man diese Varianten in geeigneter Weise nebeneinander, so kann man die maximale Fehlorientierung auf $10,6^\circ$ beschränken. Eine andere Gruppierungsart ergibt sich über die dichtest gepackten Ebenen [66]. Diese sind mit dem gleichen Symbol in Abb. 2-2 markiert. Diese Ebenengruppe ist unübersichtlich über die Polfigur verteilt. Es handelt sich hierbei um die Paarung mit der KS-Nummer 1-6, 7-12, usw. Insgesamt ergeben sich dadurch 4 Gruppen, eine für jede dichtest gepackte Ebene im krz Gitter. Für Plattenmartensit werden die sog. „Platten Gruppen“ gebildet, die in Zwillingrelation zueinander stehen (Beispiel: Variante 1, 16, 17, 6) [67]–[69]. Insgesamt gibt es 6 Gruppen dieser Art. Zwischen direkt nebeneinander liegenden KS- und NW-

Varianten beträgt der Winkel $5,26^\circ$. Dementsprechend kann die Einteilung auch gemäß dem NW-Modell erfolgen. In der Regel wurden die Gefügeanalysen jedoch mittels Einteilung in KS-Varianten durchgeführt. Dies ist allerdings diskutabel, denn letztlich ist über die Unschärfe der Messmethode und der Modelle selbst eine eindeutige Aussage nicht möglich, ob es sich um eine KS- oder NW-Beziehung handelt. Mit der Messungenauigkeit treten in der Realität die Orientierungen zwischen KS und NW auf [62], [66], [70].

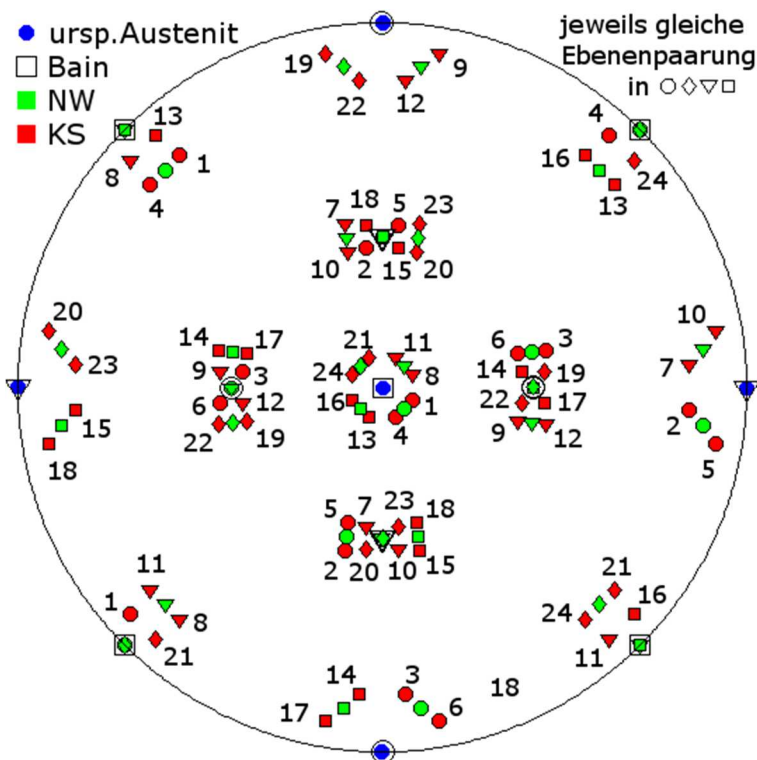


Abb. 2-2: $\{100\}$ -Polfigur der Bain, KS- und NW- Varianten eines $\{001\}[100]$ Austenits. Die Varianten nach KS sind nummeriert (Bild nachempfunden von Takayama et al. [65] und Kitahara et al. [71]).

Das Gefüge des Martensits ist hierarchisch strukturiert. Zunächst unterteilt er sich anhand der Korngrenzen des ursprünglichen Austenits [66]. Die nächste Ebene bildet die Aufteilung in Pakete [66]. Innerhalb dieser Pakete liegen z.B. die sog. Martensitlatten vor. Morito et al. [66] führte zudem die Unterteilung in Blöcke und Subblöcke ein. Demzufolge befinden sich in den Blöcken eine oder zwei KS-Varianten. Je nach Abschreckrate und Kohlenstoffanteil bilden sich unterschiedliche Kombinationen der Varianten in den Paketen bzw. Blöcken aus. So ist mit steigendem Kohlenstoffgehalt eine Verfeinerung der Paket- und Blockgrößen bei gleichzeitigem Wechsel der Variantenpaarung zu beobachten [66]. Mit niedrigem Kohlenstoffgehalt bilden sich Kombinationen aus einer Bain Gruppe in den Paketen [66], [69], [71]. Ist der Kohlenstoffanteil höher als ca. 0,6 %, findet man in den Paketen die Varianten nach einer Ebenengruppe [66], [69]. Für noch höhere Konzentrationen entsteht verzwillingter Martensit aus Varianten der Plattengruppen [69]. Die Variantenauswahl wird durch den Dehnungsabbau innerhalb des Materials hervorgerufen [66], [69], [71]. Hat der Austenit einen höheren Kohlenstoffgehalt, sinkt MS ab und der Austenit ist bei niedrigeren Temperaturen fester, da er über eine stärkere Mischkristallverfestigung verfügt. Somit muss der Martensit bei der Bildung vermehrt diejenigen Varianten bilden, deren Fähigkeit selbst Dehnungen aufzunehmen günstiger ist, denn anders als zuvor kann dies jetzt nur noch schwer im benachbarten Austenit geschehen [66], [69]. Dementsprechend geschieht bei sehr hohem Kohlenstoffanteil der Abbau der Anpassungsverformung über die Zwillingbildung. Ein gleicher Effekt kann über eine Verfestigung des Austenits bei hoher Temperatur erzielt werden. Eine Mischkristallverfestigung mit Mangan kann damit Einfluss auf die Martensitbildung haben [43]. Ein weiteres Thema ist die Reihenfolge der Variantenbildung. Hierzu wurden Versuche von Nambu et al. [72] durchgeführt. In diesen wurde die Bildung von Lattenmartensit *in situ* in niedrig legierten Stahl an der Oberfläche der Probe unter-

sucht (ähnliche Versuche [35], [73]). Die ersten gebildeten Varianten zerteilten zunächst das Austenitkorn [72]. In diesem ersten Schritt wuchsen an der Oberfläche diejenigen Varianten, deren Scherkomponente minimal war, sodass sich lediglich die Volumenausdehnung zur Oberfläche ausbildete ($\{111\}_\gamma || \{101\}_\alpha$ liegt parallel zur Oberfläche) [72]. Die, im Anschluss gewachsenen, Varianten minimieren die Scherkomponente zum umliegenden Gefüge [72]. In diesen Varianten liegen die dichtest gepackten Ebenen parallel zur den umgebenden Korngrenzen [72]. Die Ebenen $\{111\}_\gamma || \{101\}_\alpha$ liegen dadurch im großen Winkel zur Oberfläche und parallel zu den Grenzflächen [72]. Die letzten gebildeten Varianten gehören zur selben Ebenengruppe [72]. Zhang et al. [73] führte denselben Versuch mit Fe-13Cr%-9Ni% Stahl mit wenig Kohlenstoff durch und ermittelte zusätzlich einen Oberflächeneffekt. Im Kern der Probe bildeten sich primär Kombinationen der Varianten der gleichen Ebenengruppe, wohingegen an der Oberfläche die Baingruppen dominant vertreten waren [73]. Nach Morsdorf et al. [43] ergibt sich die Abfolge der Martensitbildung anhand von Untersuchungen im Vollmaterial auf ähnliche Weise: Zunächst bilden sich große Martensitlatten von den Austenitkorngrenzen her und verfestigen zusätzlich den umgebenden Austenit. Diese Latten enthalten eine geringere Versetzungsdichte und weniger Kohlenstoff [43]. Der restliche Austenit muss den Umwandlungsparametern entsprechend bei niedrigeren Temperaturen durch feiner verzweigte Varianten umgewandelt werden [43].

Ein, in der Literatur bisher weitgehend ungeklärtes, Thema ist die Nukleation von Martensit. Ein Problem der Erklärung ist, dass man diese nicht mit Hilfe der Differenz der freien Enthalpie, der klassischen Keimbildungstheorie, beschreiben kann. In der Abschätzung würde die benötigte Energie nicht ausreichen den gebildeten Keim wachsen zu lassen [10]. Ein Lösungsansatz wäre, dass die Keime bereits im Material vorhanden sind [10]. Olson und Cohen entwickelten dafür ein Modell, dass die Bildung eines Keims mit Hilfe von

Versetzungsaufspaltung generiert [74]. Am Ende der Aufspaltung ist ein „krz Embryo“ vorhanden, der eine KS-Phasengrenze einhält [74]. Das anschließende Wachstum geschieht über Ausbreitung von Versetzungsringen in die Umgebung des Keims [74]. An kohärenten Grenzen konnte diese Theorie im Transmissionselektronenmikroskop experimentell nachgewiesen werden. Es wurden sich aufspaltende Versetzungen identifiziert, die für die Martensitnukleation verantwortlich sind [75]. Mit fortschreitender Ausbreitung des Martensits wird die Generierung benachbarter Martensitvarianten wichtig. Diese erklären Olson und Cohen mit der „autokatalytischen Nukleation“ [76]. Hierbei werden durch die fortlaufende Martensitbildung und der damit verbundenen Anpassungsverformung neue Martensitvarianten durch den TRIP Effekt gebildet [76]. Ebenso gibt es die „Autokatalyse an Grenzflächen“, wodurch direkt an der Martensitphasengrenze neue Martensitkeime über die Versetzungsaufspaltung generiert werden [74]. Es ist bekannt, dass Korngrenzen [74], [75] und Zwillingsgrenzen [77], [78] Orte sind, an denen sich präferiert Martensit bildet.

2.3.2 Wärmebehandeln von Martensit

Ein einphasiger martensitischer Stahl erreicht Zugfestigkeiten jenseits von 1 GPa [79]. Gleichzeitig ist die erreichbare Dehnung bei Belastung gering. Noch geringer fällt die Dehnung aus, wenn der Stahl direkt beim Abschrecken auf bis zu -100°C gekühlt wird [79]. Bei Belastung im Zugversuch reagiert dieser unmittelbar mit einem Sprödbbruch [79]. Um den Werkstoff diesbezüglich zu optimieren und eine höhere Dehnung zu erreichen, muss die Probe ausgelagert werden. Hierbei jedoch vermindert sich die Fließspannung des Materials [36]. Die Veränderungen werden hauptsächlich durch die Diffusion des im Martensit gelösten Kohlenstoffs in sich neu bildende Karbide hervorgerufen [36].

Gewöhnlich wird auf Raumtemperatur abgeschreckt. Nach dem Abschrecken ist bereits ohne weiteres Auslagern von vornherein nicht jeglicher Kohlenstoff im Martensit gelöst. Aufgrund des sog. „Autotempering“ segregiert Kohlenstoff schon bei niedrigen Temperaturen beim Abschrecken an Versetzungen oder zu länglichen Kohlenstoffausscheidungen [43]. Je nach Fe-C Zusammensetzung kann beim Auslagern von bis zu 100°C ein leichter Härtezuwachs durch diesen Effekt beobachtet werden [37], [79]. Für das konventionelle Auslagern auf höhere Temperaturen fassten Speich und Leslie [37] die verschiedenen Prozesse in mehrere Stufen zusammen: Wird ein Stahl mit weniger als 0,2 % Kohlenstoff nur bis 200°C ausgelagert, so lagert sich der Kohlenstoff zunächst in Segregationen und an Versetzungen an [37]. Bei Temperaturen bis 300°C stellen sich erste Absenkungen der Härte von Martensit ein, es bilden sich stangenförmige Karbide und eine Zersetzung von Restaustenit beginnt [37]. Ab 400°C bilden sich sphärische Karbide und jenseits der 700°C vergrößern sie durch Ostwald-Reifung [37]. Bei diesen Temperaturen kann sich der Martensit zusätzlich durch Rekristallisation zersetzen [37]. Vorher war hier lediglich Erholung innerhalb der Blöcke möglich [37]. Im Rahmen der Arbeit von Masardier et al. [36] wurde dieses Verhalten mittels FIB Schnitten und an TEM-Proben untersucht, wodurch sich das gerade geschilderte Verhalten bestätigt hat. Bis 400°C waren die länglichen Karbide innerhalb der Martensitblöcke fein verteilt [36]. Je höher die Auslagerungstemperatur, desto mehr vergrößerten und entwickelten sie sich entlang der Grenzflächen zwischen den Martensitblöcken [36]. Die Abnahme von Zugfestigkeit und Verfestigung sowie der Übergang zu ideal-plastischem Materialverhalten fallen mit der Grenze der Karbidbildung bei 400°C zusammen. Es wird angenommen, dass die hohe Festigkeit des Martensits bis dahin über den in ihm gelösten Kohlenstoff zustande kommt [36]. Mit der folgenden Ausscheidungsbildung bis 700°C bleiben hohe Festigkeiten durch andere Mechanismen, die die Festigkeit erhöhen, erhalten [36].

2.3.3 Mechanisches Verhalten von Martensit

Martensit verfügt aufgrund seiner hierarchischen Struktur (Kap. 2.3.1) über eine Vielzahl an Verfestigungsmechanismen. Es ist anzunehmen, dass ein Großteil der Festigkeit dem kleinen und verzweigten Gefüge, der Mischkristall- und Kaltverfestigung sowie der tetragonal verzerrten Kristallstruktur zuzuschreiben ist. Die Größen der Gefügeteile werden über die Legierungselemente und die Festigkeit des Austenits vor und beim Abschrecken definiert [43]. Zum Beispiel sinkt mit steigendem Kohlenstoffanteil die gebildete Block- und Paketgröße, bzw. die Verzweigungsvielfalt [66]. Die Mischkristallverfestigung äußert sich hauptsächlich über Anteile von Kohlenstoff und anderer Legierungselemente, die als Substitutionsatome eingebunden sind. Je nach Menge und Art der Verteilung des Kohlenstoffs in Lösung oder in Karbiden steigen die Festigkeitswerte im Zugversuch an, oder die Duktilität des Materials vergrößert sich [36], [79]. Die in Kap. 2.3.2 erläuterte Wärmebehandlung ermöglicht es, dass Martensit eine Vielzahl von Karbiden enthält. Dadurch wird es möglich, die Werkstoffeigenschaften bezüglich Festigkeit und Duktilität gezielt einzustellen. Durch die Zunahme der Ausscheidungshärtung bei gleichzeitiger Abnahme anderer Beiträge kann umfassend ausgelagerter Martensit immer noch hohe Werte relativ zu vor der Auslagerung erreichen [36], [37]. Die Kaltverfestigung äußert sich innerhalb der Lamellen in Abhängigkeit von der Bildungshistorie. Betrachtet man bspw. einen Lattenmartensit, so liegt eine hohe Versetzungsdichte von bis zu ca. $1,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ [43] im Material vor.

Das Zusammenspiel der festigkeitssteigernden Effekten ist für die Abschätzung der makroskopischen Werkstoffkennwerte von Bedeutung. Erste Zug und Druckversuche von Mikroproben zum Verständnis der Mikromechanik wurden vor kurzem veröffentlicht. Mine et al. [80] fertigten mittels Ionenpräparation (Ga^+) Zugproben der Größe $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ an, die entweder ein einzelnes Paket, Paketgrenzen oder Grenzen des ursprünglichen Austenits

enthielten. Proben eines Pakets, die parallel zur Blockgrenze belastet wurden, wiesen deutlich weniger Einschnürung auf [80]. In Versuchen mit mehreren Paketen fand Gleitung präferiert entlang der schräg oder quer zur Belastungsrichtung stehenden Martensitblöcke statt [80]. Ebenso trat Gleitung an Grenzen des ursprünglichen Austenits auf, wohingegen Paketgrenzen nicht von Scherbändern überschritten wurden [80]. Es zeigt sich, dass Block- sowie Paketgrenzen im hohen Maße Barrieren für die Gleitung darstellen [80]. Innerhalb der Blöcke ist Martensit auf der Mikroskala im hohen Maße duktil bei hoher Fließspannung ($\sigma > 1$ GPA, $\epsilon > 0,2$) [80]. Des Weiteren ist durch die Wachstumshistorie stets zwischen großen Blöcken mit geringer Versetzungsdichte und den fein verzweigten Martensitbereichen zu unterscheiden [43]. Letztere verfügen über höhere Versetzungsdichten und sind daher resistenter gegenüber plastischer Deformation [43]. Ein weiterer Ansatz, die hohen Verfestigungen und Dehnungen von kleinen Martensitproben zu erklären, ist eine zwischen den Blöcken liegende dünne Restaustenit-schicht [81], die zusätzliche Gleitung ermöglicht [82], [83].

Ergebnisse von Mikrodruckexperimenten wurden von Stewart et al. und Ghassemi-Armaki et al. publiziert. In der Arbeit von Stewart et al. [84] wurden Dualphasenstahlproben (0,13 % C, 12 % Cr, 1 % Si, Ni, Cu, usw.) pulvermetallurgisch hergestellt und jeweils nach dem Sintern und Auslagern Säulen in den Ferrit und den Martensit geschnitten. Die Volumenfraktion von Martensit betrug 92 %. Durch die Wärmebehandlung bei 538°C wurde eine Steigerung der Festigkeiten von ca. 1250 MPa auf 1550 MPa erzielt (bei 5 % plastischer Dehnung, Daten aus Diagramm in Veröffentlichung abgelesen) [84]. Ghassemi-Armaki et al. befassten sich weiter mit der Auswirkung des Größeneffekts [85] und der Vordeformation [51] auf die Festigkeit von Martensit (0,18 % C, 0,47 % Mn, usw.). Ein Größeneffekt war schwer nachweisbar, da die Ergebnisse von Säulen mit einem Durchmesser unter 1 μm stark streuten (0,35-2,1 GPA bei 1 % plast. Dehnung) [85]. Die Säulen mit einem Durchmesser größer als 2 μm erreichten Fließspannungen zwischen 1,2 und

1,6 GPa bei 5 % plast. Dehnung [85]. Es konnte die verfestigende Wirkung von Blockgrenzen in größeren Säulen ($>2 \mu\text{m}$) beobachtet werden [85]. Kleinere Säulen ($2 \mu\text{m}$), die möglicher Weise nur einen Block enthielten, verformten ideal-plastisch [85]. Der Einfluss der Vorabdeformation wurde an martensitischen Säulen ($2 \mu\text{m}$) aus einem Dualphasenstahl (0,15 % C, 1,45 % Mn, 0,3 % Si, usw.) gemessen [51]. Säulen von unbelastetem Probenmaterial erreichten ihre Fließspannung bei ca. 1,5 GPa und verfestigten bei weiterer Belastung bis Festigkeiten zwischen 2 und 2,5 GPa bei 5 % plastischer Dehnung [51]. Nach einer Vorbelastung von Proben mit 7 % plastischer Dehnung wurden erneut Säulen hergestellt, bei denen im Vergleich eine signifikante Verfestigung im Martensit verzögert ab einer Belastung von 2 GPa gemessen wurde [51].

Da in allen der hier präsentierten mikromechanischen Ergebnisse der Martensit über eine andere Kohlenstoffkonzentration verfügt, sind die Festigkeitswerte schwer zu vergleichen. Die zuvor gezeigten Säulen eines einphasigen Martensits erreichten Werte um 1,4 GPa. Säulen aus Martensit, die aus einem Dualphasenstahl entstammen und dadurch über mehr Kohlenstoff verfügen, überschreiten die Fließspannung von 2 GPa. Vergleicht man dies mit den makroskopischen Kennwerten, so erreicht Martensit eine Zugfestigkeit von 1,4 GPa [85].

2.4 Mechanisches Verhalten von Dualphasenstahl

Dieser Abschnitt fasst die neueren Untersuchungen der lokalen Deformation von Dualphasenstählen zusammen. Hierzu wurden In-situ-Zugversuche an Dualphasenstahl (DP) durchgeführt, um die lokale Entwicklung der Dehnungen mittels digitaler Bildkorrelation zu untersuchen [7], [38], [86]–[89]. Oft wurden Orientierungskarten genutzt, um die Ergebnisse zu unterstützen. Ein beliebter

Ansatz ist es, zusätzlich Simulationen zu nutzen, um Rückschlüsse auf das Verhalten zu ziehen [88], [90], [91]. Des Weiteren wurden Nanoindentation und Mikrodruckversuche genutzt, um lokale mechanische Eigenschaften innerhalb der Phasen vor und nach der Belastung zu studieren [85], [89], [92].

Die mechanischen Eigenschaften der Einzelphasen Ferrit und Martensit wurden in den Kap. 2.2 und Kap. 2.3.3 aufgezeigt. Im Folgenden wird deren Einfluss auf das makroskopische Deformationsverhalten eines Dualphasenstahls vorgestellt. Für die ferritische Matrix sind die Verteilung der Versetzungsdichte sowie weitere festigkeitssteigernde Effekte dafür verantwortlich, welche Körner sich zuerst verformen, bzw. legen die lokale Fließgrenze fest. Zum einen sind aufgrund des Produktionsprozesses unterschiedliche Versetzungsdichten bereits vorhanden [6], zum anderen können über die Anpassungsverformung der Martensitumwandlung weitreichende Verformungen in die ferritische Matrix eingebracht werden [57]. Diese, den Martensit umgebenden, Bereiche verstärken somit die Phasengrenze, da sie stärkere Hindernisse für Versetzungsbewegung darstellen [92]. Bei weiterer Deformation kann es sogar zur Entfestigung dieser Bereiche kommen, wohingegen weiter entfernte Matrixkörner verfestigen [51]. Bezüglich des Martensits oder auch des Gesamtgefüges ist eine hinreichend große plastische Dehnbarkeit und Zugfestigkeit, die mittels Wärmebehandlung eingestellt wird, wichtig. Spröder oder zu fester Martensit würde zu lokaler Anhäufung von Dehnungen und Schädigung an den Phasengrenzen herbeiführen [37]–[42]. Die Wärmebehandlung gleicht im gewissen Maß die mechanischen Eigenschaften beider Phasen an [90] und verbessert so die Werkstoffkennwerte.

Doch wieviel Dehnung muss Martensit überhaupt während der Belastung aushalten? Dazu führten Diego-Calderón et al. [89] Versuche an „Quenching&Partitioning“ Stählen durch. Durch früheres beenden des Abschreckens enthalten diese zusätzlich eine höhere Menge an Restaustenit. In dieser Konstellation werden zunächst

die weicheren Phasen (Ferrit und Austenit) belastet, bevor der Martensit verzögert mit bis zu 8 % Dehnung belastet wird [89]. In einer anderen Arbeit führten Ghassemi-Armaki et al. [51] Mikrodruckversuche an Zugproben aus Dualphasenstahl mit verschiedenen Vorverformungen durch. Es zeigte sich, dass bereits mit einer Vorverformung von 0,5 % plastischer Dehnung eine erhöhte Festigkeit im Martensit messbar war [51]. Dabei belaufen sich die Unterschiede in der Fließspannung vom Ferrit zu Martensit um das drei bis vierfache.

Es stellt sich die Frage, inwiefern sich die Deformation eines Dualphasenstahls von der eines einphasigen ferritischen Stahls unterscheidet. Kim et al. [93] zeigten, dass in beiden Stählen unter uniaxialer Belastung die Orientierungen in Richtung der [001] und [111] Seite der inversen Polfigur bezüglich der Probennormalen rotierten. Jedoch konnten sie beobachten, dass sich in der Matrix des Dualphasenstahls höhere Fehlorientierungen als bei gleichartiger Verformung eines interstitiell freien Stahls ausbildeten [93]. Besonders hoch waren diese Verformungen in den [101] orientierten Körnern, die eine besonders hohe Rotation zeigten. Der Unterschied zwischen den beiden Materialien wird der lokalen Dehnungsverteilung insbesondere an den Phasengrenzen im Dualphasenstahl zugeschrieben [93]. Insofern stellte sich heraus, dass die mechanischen Eigenschaften von Dualphasenstahl weniger durch Orientierungen der Phasen Ferrit oder Martensit und den Grenzen vorgegeben werden. Vielmehr ist es die Morphologie der ferritischen Matrix und des Martensits, die die lokale Deformation und damit das Makroverhalten definieren [94]. Ein wichtiger Punkt während der Verformung ist die lokale Dehnungsaufteilung zwischen Ferrit und Martensit [95]. Die Dehnungen konzentrieren sich in den Scherbändern und bilden ein Netzwerk aus [86]. Diese Struktur ist je nach Morphologie des Gefüges heterogen ausgeprägt. Überschreiten die Dehnungen lokal ein gewisses Maß, so kommt es in der Nähe zur Schädigung bzw. zur Porenbildung an Korn- und Phasengrenzen [86]. Zu diesem Thema untersuchten

Tasan et al. [88] verschiedene Dualphasenstähle mit unterschiedlicher Verteilung von Matrixkörnern und Martensit. In einem DP mit großen Matrixkörnern und unverbundenen kleineren Martensitinseln beginnt die Deformation innerhalb der größten Körner [88]. Mit zunehmender Dehnung verbinden sich diese Regionen über Dehnungsbänder [88]. Zwischen den weitläufigen, breiten Bändern bleiben gering verformte Martensit- und Ferritregionen erhalten und daher werden nicht alle Regionen gleichermaßen belastet [88]. Wird die Ferritgröße hingegen verkleinert, kommt es darauf an, ob der Martensit fein verteilt ist oder in größeren Inseln ungleichmäßig verteilt vorliegt [88]. Im ersten Fall entstehen feinere Dehnungsbänder, die sich über die gesamte Matrix erstrecken, wohingegen sich in letzterer Variante die Verformung an einem Ort konzentriert und diese schnell zum makroskopischen Versagen führt [88]. Eine weitere Möglichkeit ist die vollständige Umschließung der Ferritkörner durch sog. „Chain-Type“ Martensit [96]. Dieser, in Kettenform den Ferrit umschließenden, Martensit gleicht die Dehnungslokalisation in beiden Phasen an, führt jedoch dazu, dass das Material nur noch geringfügig einschnüren kann [96]. Ebenso treten Probleme auf, wenn die über die Prozesskette schwer zu entfernenden Bandstrukturen, bzw. Zeiligkeit, von Martensit vorliegen. Die langgezogenen Martensitinseln verhindern, dass Scherbänder sich im Material ausbreiten können, wodurch hohe Dehnungen und in Folge Schädigungen an den Verbindungsstellen Martensit-Matrix entstehen [7], [97].

Tasan et al. [33] untersuchten dazu mehrere Quellen und identifizierten folgende Trends: Eine Vergrößerung der Martensitinseln führt zur Erhöhung der Zugfestigkeit, hat aber eine Verkleinerung der Bruchdehnung zur Folge. Gleiches Verhalten kann über die Erhöhung des Kohlenstoffgehalts und der damit einhergehenden Verfestigung des Martensits erzielt werden [33]. Eine Verkleinerung der Martensitinseln bewirkt Gegenteiliges. In modernen Dualphasenstählen wird deshalb ein gleichzeitiges Verkleinern von Martensit und Ferrit, genauer eine isotrope Verteilung der Ferritkörner

und fein verteilten Martensitinseln, angestrebt [33]. Diese Morphologie erhöht die erzielbare Zugfestigkeit und Dehnung des Stahls am besten. Untersuchungen bezüglich Herstellung und der mechanischen Eigenschaften von feinkörnigem Dualphasenstahl wurden von Calcagnotto et al. [17], [4], [5] durchgeführt. Für solche mechanisch optimierten Dualphasenstähle bedarf es höheren Aufwands, um diese Eigenschaften in einer industriellen Prozesskette im Gegensatz zum Labor zu realisieren.

2.5 Ziele der Arbeit

Ausgehend von dem Forschungsthema des DFG Graduiertenkollegs 1483, der Prozesskette in der Fertigung (Walzen, Glühen und Tiefziehen) und dem beschriebenen Stand der Forschung, gehen folgende experimentelle Fragestellungen für diese Arbeit hervor:

- Untersuchung der Gefügeumwandlung und der Orientierungsbeziehungen während der Ferrit-Austenit und Ferrit-Martensit Phasenumwandlung
- Mechanisches Verhalten einzelner Gefügekomponenten,
- Größen- und orientierungsabhängiges Verformungsverhalten der einzelnen Phasen
- Verformungsverhalten des Gefüges
- Einfluss der Eigenschaften einzelner Gefügekomponenten auf das makroskopische Deformationsverhalten

Zur Untersuchung dieser Themengebiete verwendet diese Arbeit Elektronenmikroskopie, Orientierungsmessungen, In-situ-Heizversuche und Mikrodruckversuche. Diese Verfahren werden im folgenden Kapitel vorgestellt.

3 Experimentelles

Im Folgenden werden die experimentellen und zur Charakterisierung angewendeten Techniken und Geräte dieser Arbeit vorgestellt. Auf eine gesamte Darstellung aller Methoden wird verzichtet und auf Literatur verwiesen. Anschließend werden nur die für die Arbeit spezifischen Methoden vorgestellt.

3.1 Probenpräparation

Der Stahl wurde in Form von Blechen der Größe 1250 mm x 1000 mm geliefert. Dieser wurden mit einer Tafelschere in DIN A4 große Stücke zerteilt. Aus den so entstandenen Stücken, welche der Mitte des Stahlbandes entstammten, wurden mittels Diamantdrahtsäge 1 cm x 1 cm große Proben gesägt. Die Wahl der Bandmitte garantiert die Ähnlichkeit der Proben, da eine Texturveränderung zur Bandkante hin zu erwarten ist.

Aufgrund möglicher Ausgasung des Zinküberzugs im Vakuum wurde das Fertigband mittels HCl-Säure gereinigt und von der Verzinkung befreit [9]. Im Anschluss erfolgte die Einbettung der Proben in Phenolharz. Danach wurden die Proben mit SiC-Papier geschliffen und mittels, 6, 3 und 1 μm Diamantpaste poliert. Alternativ wurden die Proben mittels Crystal Bond auf Aluminiumblöcke geklebt und anschließend auf die gleiche Art geschliffen und poliert. In der Regel führte das Letztere jedoch zur Verrundung der Kanten. Im Anschluss fand die finale Politur mit Oxidpoliermitteln im Vibrationspolierer Vibromet 2¹ statt. Beim finalen Polieren ist stets darauf zu achten, dass man trotz bereits visuell guter Oberflächenqualität die unterliegende Deformationsschicht ausreichend

¹ Produkt der Firma Buehler (<http://buehler.com>)

entfernt. Durch die geringe und damit defektarme Abtragsrate des Vibrationspolierers dauerte das Polieren mehrere Stunden. Für das Fertigband mit weichem Ferrit und hartem Martensit wurde zunächst Al_2O_3 als Poliermedium verwendet. In der so erzeugten Oberfläche waren die Martensitbereiche, im Vergleich zu der auf einem Niveau liegenden ferritischen Matrix, eingesunken. Nutzt man stattdessen SiO_2 , wird durch dieses leicht basische Poliermittel die Matrix orientierungsselektiv abgetragen und die harten Martensitinseln stehen nun aus der Oberfläche hervor. Für eine optimale Probenoberfläche wurden beide Effekte kombiniert, um eine glatte Oberfläche zu erreichen. Die Kombination erfolgte indem zunächst mit Al_2O_3 poliert wurde und zum Ende hin etwas SiO_2 in die Polierschale gegeben wurde. Für das Warm- und Kaltband wurde nur Al_2O_3 genutzt, da in diesen Proben alle Phasen gleichmäßig abgetragen wurden. Zusätzliche Verfahren wie Ionenpolieren (Argon) und elektrolytisches Polieren wurden ebenfalls getestet. Beide erzeugten jedoch innerhalb der Martensitbereiche raue hervorstehende Gebilde, weshalb diese Methoden in dieser Arbeit keine weitere Anwendung fanden.

3.2 Mikroskopie

Für die Materialcharakterisierung und das Präparieren von Mikrosäulen wurde ein FEI Nova NanoLab Zweistrahl-Mikroskop genutzt. Bei diesem Gerät handelt es sich um ein Rasterelektronenmikroskop (REM), das zusätzlich über eine Ionensäule, engl. Focussed Ion Beam (FIB) verfügt. Zudem sind ein Elektronenrückstreubeugungs-Detektor, engl. Electron Backscatter Diffraction (EBSD) und ausreichend elektrische Durchführungen an die Vakuumkammer montiert, wodurch Versuche mechanischer oder thermischer Art ermöglicht werden. Einen weiteren Vorteil bieten die große Kammer und hinreichend Platz unter den Säulen für sperrige Proben oder Aufbauten.

Für weiterführende und hochauflösende Arbeiten stand ein Zeiss Merlin mit Gemini II Säule zur Verfügung. Hier wurden EDX- (Energiedispersive Röntgenspektroskopie) Messungen zur Elementanalyse und hochauflösende Gefügaufnahmen erstellt.

Als häufig angewandte Methoden wird im Folgenden die EBSD-Messung und die Probenpräparation von Säulen mittels FIB vorgestellt. Grundlagen der Elektronenmikroskopie werden durch Zhou und Wang [98] erläutert.

3.2.1 Elektronenrückstreubeugung (EBSD)

Die Elektronenrückstreubeugung ist ein Werkzeug in der Rasterelektronenmikroskopie. Diese Technik nutzt, dass sich beim Auftreffen des Elektronenstrahls auf eine kristalline Probe ein Beugungsbild, engl. Electron Backscatter Diffraction Pattern (EBSP) des Kristallgitters auf einem schräg liegenden Phosphorschirm oder einer Fotoplatte bildet [99]. Im Folgenden werden einige Aspekte und Zusammenhänge der Beugungsbilder kurz erläutert, da in Auswertungen der EBSD-Daten zum Teil nicht dem Standard entsprechende Verfahren genutzt werden. Für weiterführende Theorie und Informationen über die Nutzung von EBSD wird an dieser Stelle auf das Buch von Schwarz et al. [100] verwiesen. Von Wichtigkeit für diese Arbeit sind die folgenden Zusammenhänge: Entstehung von Beugungsbildern metallischer Werkstoffe, die Einflussfaktoren auf deren Qualität und die Korrelationen mit Spannungen und Verformungen, bzw. Rotationen des Kristallgitters.

Ein Beugungsbild entsteht z.B. bei dem Auftreffen des Elektronenstrahls auf einer metallischen Probenoberfläche. Um einen möglichst guten Kontrast zu erreichen, sollten hinreichend große Beschleunigungsspannung und Strom verwendet werden (übliche Werte für Stahl in dieser Arbeit: 20keV und ca. 8-10nA mit einer Feldemissionkathode).

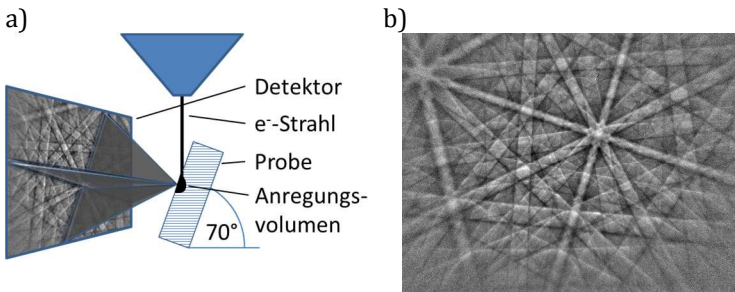


Abb. 3-1: a) Skizze zur Entstehung eines Beugungsbildes (Dies ist eine reduzierte Darstellung, da jedes Band über die eingezeichneten sich radial ausbreitenden Beugungsmaxima verfügt, die sich in den Kikuchi Linien repräsentieren.), b) Beugungsbild eines ferritischen Stahls (kfz)

Die Entstehung des EBSPs wird von Zaefferer [101] wie folgt interpretiert: Die Elektronen treffen auf die Probenoberfläche und werden zunächst inkohärent in einem Volumen, nahezu elastisch um den Quellpunkt im Material gestreut (Abb. 3-1 a). Im Anschluss werden Elektronen kohärent anhand der Kristallebenen durch Beugung in einem kleinen definierten Streuwinkel wieder aus der Probe gelenkt [101]. Auf einem gegenüber angebrachten Phosphorschirm werden die Elektronen nun sichtbar. Die Größe des genutzten Volumens in der Probe definiert nun die minimale Ortsauflösung [102]. Betrachtet man das Beugungsbild (Abb. 3-1 b), so erkennt man, dass dies durch sog. sich schneidende Kikuchi Linien aufgebaut ist. Sie unterscheiden sich in helleren Bereichen in der Mitte und dunkel erscheinende Bandkanten. Nach der Bragg-Bedingung bilden die Bandmitten die Hauptmaxima und die dunklen Kanten liegen davon einen Beugungswinkel entfernt. Allgemein verbreiten sich die Elektronen kugelförmig von der Probenoberfläche aus. Der ebene EBSD-Detektor bildet daher das Kristallgitter mittels gnomonischer Projektion ab, wodurch das Bild verzerrt erscheint. Durch eine Hough Transformation werden die Linien detektiert. Über einen Abgleich der Lage von simulierten Kikuchi Linien mit den detektierten Bändern lässt sich so die Orientierung des Kristalls errechnen.

Verschiedene Einflussfaktoren können die Erfassung eines Beugungsbildes erschweren. So sind bspw. eine höhere Versetzungsdichte, kleinere sich abwechselnde Gefügeanteile oder eine Ausscheidung innerhalb des Anregungsvolumens des Messpunktes für ein Verwaschen bzw. für Kontrastverluste des EBSPs verantwortlich. Trifft der Elektronenstrahl eine Korngrenze so sind sich überschneidende Beugungsbilder erkennbar. Ein Maß für die Qualität eines Beugungsbildes ist der sog. Bandkontrast², dieser stellt die Kontrastwerte auf den Bändern ins Verhältnis zum Gesamtbild. Daher handelt es sich bei einer Bandkontrastkarte um eine zusätzliche Möglichkeit den Messbereich darzustellen und einzelne Körner oder den sich mit geringen Werten darstellenden Martensit zu erkennen [103]. Der Bandkontrast ist indirekt auch ein Maß für die Gesamtzahl an Versetzungen in einem Messpunkt, sofern sich andere Faktoren wie Unterschiede in der Oberflächenrauheit ausschließen lassen.

Bei guter Beugungsbildqualität ist es möglich durch die direkte Kopplung der Kristallebenen mit den Kikuchi Linien über die gnomonische Projektion die elastischen/plastischen Dehnungen sichtbar zu machen [104]. Wird bspw. ein Material in einem Zugversuch belastet, so spiegelt sich diese Deformation lokal in den einzelnen Gefügeanteilen/Körnern wieder. In diesen Bereichen gleicher Orientierung werden elastische Verformungen durch Änderung der Gitterebenenabstände realisiert, wohingegen plastische Deformation mittels der eingebrachten geometrisch notwendigen Versetzungen die Kristallite zueinander verdrehen. Diese Veränderungen äußern sich von EBSP zu EBSP in einer Messung nur minimalst und erfordern für die Detektion eine gute Qualität der Messdaten. Diesbezüglich gibt es verschiedene Konzepte die Spannungs- und Dehnungsmessung zu realisieren. Eine mehr oder

² Der „Bandkontrast“ ist ein Parameter der kommerziellen Software *Flamenco* von Oxford Instruments (<http://www.oxford-instruments.com>) zur EBSD Messung

weniger etablierte Variante wendet digitale Bildkorrelation in Subregionen eines EBSPs an und wurde durch Wilkinson et al. [104]–[106] entwickelt. Die Anwendung einer Software, die sich dieser Methode bedient, wird in Kap. 3.5.3 näher erläutert.

3.2.2 Präparation von Mikrosäulen

Für die Bestimmung lokaler Festigkeiten wurde der Mikrodruckversuch ausgewählt. Die Fertigung von Säulen erfolgt mit dem Zweistrahl Rasterelektronenmikroskop. Dabei nutzt man das REM und das FIB in der euzentrischen Höhe (die beiden Säulenachsen schneiden sich in einem Punkt auf der Probe und liegen 52° zueinander.). Dies ermöglicht es die Proben „blind“ zu schneiden. Das FIB wird ausschließlich zum Abtragen von Material im Umfeld der Säule genutzt und die Positionierung und Kontrolle geschieht einzig über die Elektronensäule. Mittels dieser Arbeitsweise werden möglichst wenig Ga^+ -Ionen zusätzlich zum eigentlichen Schneidprozess in die Säule eingebracht. Das Präparieren der Säulen erfolgt in der sog. „Top-Down Milling“ Methode [8].

Hier wird zunächst mit einer Vielzahl von Durchläufen des Ionenstrahls ein Vorschnitt durchgeführt (Abb. 3-2 a). Die Größe des Vorschnittes ist auf $30\ \mu\text{m}$ Außen-, und $10\ \mu\text{m}$ Innendurchmesser festgelegt. Der Außendurchmesser wird durch die Größe der Indenter Spitze definiert. Auf der nun freistehenden Insel werden bei hoher Verweildauer des Ionenstrahls im Bereich von Millisekunden in einem Durchgang die Säulen von außen nach innen zurechtgeschnitten (Abb. 3-2 b). Beim Dualphasenstahl ist es wichtig, entweder möglichst mittig in ein Martensitgebiet oder in ein Korn der ferritischen Matrix zu schneiden. Für die bestmögliche Lage ist notfalls eine asymmetrische Lage der Säule relativ zum Vorschnitt notwendig (Abb. 3-2 c). Alle Säulen werden mit dem Verhältnis Durchmesser zu Höhe von 1:2 bis 1:3 gefertigt, um ein späteres Knicken beim Belasten zu vermeiden. Ein Nachteil dieser Methode stellt die nicht

zu vernachlässigende Schräge der Säulenflanke und die mit Ga-Ionen kontaminierte, bzw. geschädigte Oberflächenschicht dar. Dies wurde bereits in [8], [47] diskutiert und gilt als unvermeidbarer Aspekt dieser experimentellen Methode. Die in [8], [47] zum Teil praktizierte „Lathe-Methode“ [107] limitiert zwar die Schräge der Flanke, erhöht aber die Schneidezeit pro Säule und damit zwangsweise auch die Ionenkontamination.

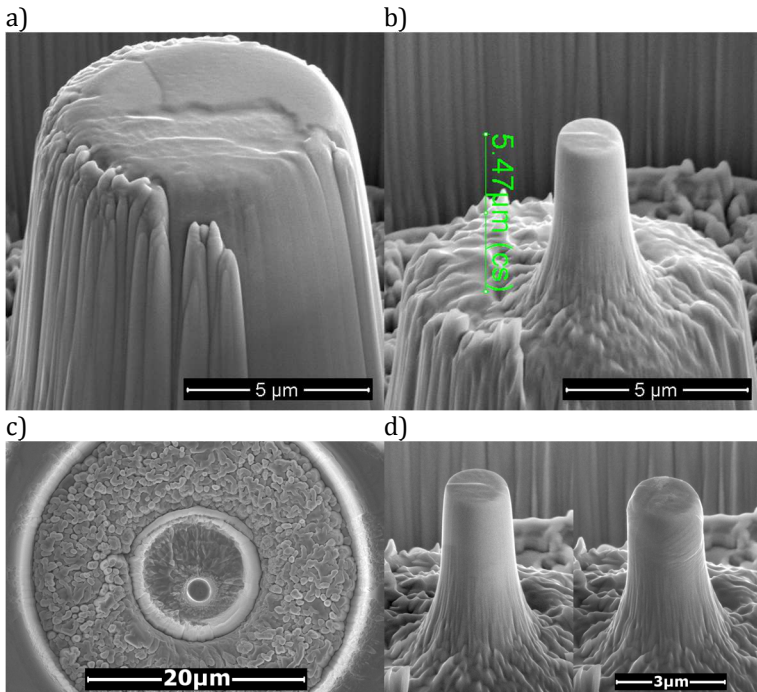


Abb. 3-2: Beispiel für die Präparation einer Mikrodrucksäule aus Martensit: a) Vorschnitt, b) gewünschter Bereich wird asymmetrisch aus der Insel geschnitten, c) Draufsicht, d) Mikrodruckversuch Vorher/Nachher

3.3 Wärmebehandlung im REM

Wärmebehandlungsversuche im REM wurden in der Vergangenheit einige Male durchgeführt. S. Schreijäg [8] untersuchte Keimbildung und Kornwachstum an kaltgewalztem, ferritischem, niedriglegiertem Stahl. Weiter wurden Texturentwicklung und Kornwachstumsverhalten an Ti-SULC Stahl und IF Stahl untersucht [108]–[110]. Ein weiteres Anwendungsfeld bietet die Untersuchung des Phasenumwandlungsprozesses von Ferrit zu Austenit und umgekehrt [27], [28]. Hierbei wurde insbesondere die Orientierungsbeziehung zwischen den beiden Phasen statistisch und lokal experimentell nachvollzogen. Um die Bildung von Martensit zu untersuchen muss nach der Wärmebehandlung abgeschreckt werden. Dies wurde von Hansen [111] im REM realisiert. Sein Versuch simulierte die Bildung eines Schweißzyklus von API X70 Stahl über eine Wärmebehandlung und Abschrecken in der Vakuumkammer des Mikroskops. Zum Abschrecken wurde Helium über ein Rohr direkt auf die Probe geleitet. Während des Versuchs oxidierten große Bereiche der Probe, wodurch die Auswertung der Probenoberfläche problematisch war. Versuche des Studiums der Bildung von Martensit aus dem Zweiphasengebiet gab es bisher nicht. Ähnliche Versuche der Bildung von Martensit an der Oberfläche wurden mit Hilfe eines konfokalen Mikroskops mit Hochgeschwindigkeitskameras durchgeführt [72], [73]. Hier konnte die Bildung einzelner Pakete/Varianten mit Hilfe von Filmaufnahmen *in situ* an der Oberfläche untersucht werden. Anhand der Topographie und mittels EBSD konnte die Abfolge der Paketbildung nachvollzogen werden.

Im Unterschied zu den bisherigen Methoden ist hier das Ziel die Untersuchung eines lokalen Bereichs bei hoher Temperatur im ferritisch/austenitischen Zweiphasengebiet mit anschließendem Abschrecken der Probe im REM. Der gleiche Bereich soll sowohl bei hohen Temperaturen als auch danach mit REM Bildern und EBSD Orientierungsmessungen untersucht werden.

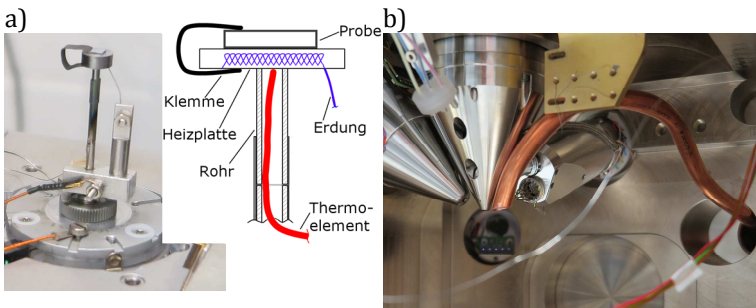


Abb. 3-3: Heizer im REM mit Kupferrohr zum Abschrecken: Die Heizplatte ist auf ein dünnes Rohr gesteckt in dem sich ein Thermoelement befindet. Die Heizleistung erfolgt mittels externer Stromquelle über Durchführungen in der Vakuumkammer. a) Bild, Skizze und b) Kupferrohr am Polschuh zum Abschrecken mit Helium bei niedriger Turbopumpendrehzahl

Zum Wärmebehandeln von Proben wurden zwei unterschiedliche experimentelle Aufbauten genutzt. Ein Reagenzglasofen zum Heizen und Abschrecken, sowie ein In-situ-Heizer für das REM. Der Reagenzglasofen wurde gebaut, um eine Alternative zu den im REM durchgeführten, sehr zeitaufwendigen Experimenten zu bieten. Der Reagenzglasofen wird im Anhang (Kap. 9.1) behandelt, da er nicht für die vorgestellten Experimente relevant ist.

Der In-situ-Heizer für das REM (Abb. 3-3 a) besteht aus einer Heizplatte, die auf ein Rohr aufgesteckt ist. Durch das Rohr wird das Thermoelement in den Heizer geführt. Die Probe wird mittels Molybdänklemme auf der Heizplatte befestigt. In den Experimenten sind Temperaturen von bis zu 1100°C möglich. Zum Abschrecken der Probe auf dem Heizer wurde eine Leitung aus Kupfer (Abb. 3-3 b) am Polschuh in der REM-Kammer montiert. Über diese wurde mittels Gasdurchführung mit einem Kugelhahn Gas eingeleitet, welches die Probe abschreckte. Einen ähnlichen Aufbau verwendete zuvor Hansen [111]. Er testete die Abschreckgeschwindigkeiten von unterschiedlichen Edelgasen und erreichte mit Helium, aufgrund der hohen Wärmekapazität, die höchste Rate [111]. Deswegen wird auch in den folgenden Versuchen Helium verwendet. Eine Beobachtung der Probe während des Abschreckens ist

nicht möglich, da vorher alle Säulenventile geschlossen werden müssen, um die Pumpen vor dem Edelgas zu schützen. Vor dem Brechen des Vakuums wird die Turbopumpe in ihrer Drehzahl gebremst. Während der Versuche wurden die Probe und Heizer innerhalb von ca. 10s von 900°C auf Raumtemperatur abgeschreckt.

Die Probe selbst ist maximal so groß wie die Heizplatte. Es liegt nahe, die Probe möglichst dünn zu schleifen, damit kein großer Temperaturgradient über die Probe entstehen kann. Allerdings hatte dies in Vorversuchen eine inhomogenere Temperaturverteilung vom Klemmbereich weg auf der Oberfläche der Probe zufolge. Erkennen konnte man dies an den lokal unterschiedlichen Gefügetypen nach der Wärmebehandlung. Bedingt durch das Vakuum ist der Wärmeübertrag von dem Heizer zur Probe offensichtlich nur im Bereich der Klemme gewährleistet. Wodurch im Fall von dünnen Proben die Temperatur entlang der Oberfläche stärker abfiel. Aus diesen Erkenntnissen (Anhang Kap 9.2 Simulation der Probe) resultierte, dass die Proben möglichst eben und mit wenig Abtrag vorbereitet werden müssen, um ausreichend Wärmeleitung auch entlang der Probe zu ermöglichen.

In Wärmebehandlungsversuchen mit niedriglegiertem, kaltgewalztem Stahl ergaben sich zuvor keinerlei Komplikationen [8]. Die Oberfläche blieb intakt und es konnte selbst über einen Zeitraum von 26 h bei ca. 600°C keine Qualitätsverschlechterung der Orientierungsmessung beobachtet werden. Vielmehr wurde die Qualität der Beugungsbilder und der Oberfläche durch die Wärmebehandlung besser und etwaige Kohlenstoffkontaminationen wurden durch die heiße Probe über Diffusion abgebaut. Problematisch wurde der Wechsel zum DP600 Stahl, der in dieser Arbeit verwendet wird. Nach dem Halten der Temperatur bei bspw. 700°C sind bereits nach wenigen Minuten Diffusionsprodukte von Legierungselementen auf der Oberfläche zu erkennen. Zunächst diffundiert Aluminium an die Korngrenzen und oxidiert dort (Abb. 3-4 a). Er-

hört man nun die Temperatur bis 900°C in das austenitische Phasengebiet, so bilden sich neue Korngrenzen, an denen sich allerdings kein Aluminium mehr ansammelt. Dennoch bleiben die hell erscheinenden „alten“ Korngrenzen erhalten. Gleichzeitig bilden sich Partikel von Legierungselementen an der Oberfläche, die dort zu Oxiden und Karbiden reagieren. Lagert man die Probe bei 700°C für mehrere Stunden aus, so setzt sich die Oberfläche vollständig zu (Abb. 3-4 b). Um dies zu vermeiden wurden die Proben für Phasenumwandlungs- und Abschreckversuche vorab für mehrere Stunden bei 700°C im Mikroskop ausgelagert und anschließend poliert. Durch die selektiv entfernten Legierungselemente bleibt nun die Oberfläche länger bei höheren Temperaturen intakt und das Gefüge kann auch bei längeren Versuchszeiten noch mit EBSD-Messungen untersucht werden. Das Auslagern hat den Nachteil, dass Versuche, die die Rekristallisation betreffen, nicht mehr möglich sind, da dieser Schritt bereits stattgefunden hat. Auch ist mit einer Reduzierung von Legierungselementen, Bildung von Segregationen und einem Verlust von Kohlenstoff durch Karbidbildung an der Oberfläche zu rechnen. Bei zu langen Haltezeiten werden Legierungselemente in deren bevorzugte Phasengebiete diffundieren, wodurch der Bezug zur kommerziellen Herstellung des Stahls verloren geht. Gleichzeitig lässt sich mit der Wärmebehandlung die Korngröße des Ferrits steuern. Zyklert man die Probe am Schluss mehrfach in den vollständig austenitischen Zustand, so bilden sich beim Abkühlen der Probe in der Regel größere Körner als vorher aus. In dieser Arbeit wurde über ein zweifaches Überschreiten von 900°C in der vorbereitenden Wärmebehandlung Körner erzeugt, die anschließend einen Durchmesser von ca. 30 µm haben. Im Anschluss wurden die störenden Produkte an der Oberfläche (Abb. 3-4) durch Polieren entfernt.

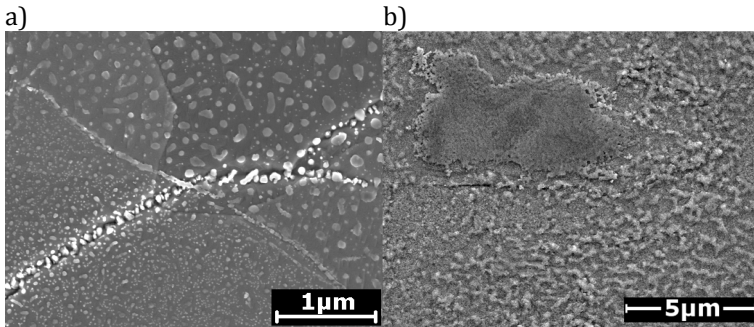


Abb. 3-4: a) Al_2O_3 Partikel sammeln sich bei hohen Temperaturen im REM an der Korngrenze. Diese Korngrenzen erscheinen aufgrund von Aufladungen hell. Partikel aus Legierungselementen und Eisen befinden sich jenseits der Korngrenzen. b) Anreicherung von Legierungselementen (Mn, Cr, Si, Al und Cu), Eisen und deren Oxiden auf der Probenoberfläche während der Wärmebehandlung im REM. Zustand nach ca. 700°C über 2h neben der Klemme, die die Probe auf dem Heizer befestigt.

Eine Alternative zu Auslagerung und Politur ist es bei den Versuchen auf lang andauernde EBSD Orientierungsmessung zu verzichten. Durch schnelles manuelles Fokussieren und Driftkorrektur ist es bei hohen Temperaturen möglich die Zustände lokal mit dem Sekundärelektronendetektor aufzuzeichnen. Aufgrund der Bildung von Al_2O_3 an den Korngrenzen ist die Auswertung immer noch kompliziert, denn die gebildeten Korngrenzen sind schwer von den ursprünglichen zu unterscheiden. Auch kann man auf diese Weise Austenit nicht klar identifizieren. Versuche dieser Art wurden zur schnellen Charakterisierung durchgeführt, werden aber aus zuvor genannten Gründen nicht in dieser Arbeit erwähnt.

3.4 Mikrodruckversuche

Mikrodruckversuche sind eine Methode um das mechanische Verhalten und insbesondere Festigkeitswerte auf der Mikroskala zu untersuchen [112]. Anders als bei der Nanoindentation, werden hier die aus den makroskopischen Zugversuchen bekannten Werte

aufgezeichnet. Mikrodruckversuche fanden erstmals Anwendung bei der Untersuchung von Größeneffekten an Ni-Superlegierungen [107] und Gold [50]. Diese Methode hat sich inzwischen etabliert und kann benutzt werden, um Materialfestigkeiten einzelner Gefügebestandteile auf kleinen Längenskalen zu testen [51], oder auch deren Größenabhängigkeiten zu untersuchen [113]–[116]. Es ist üblich die Festigkeiten in Abhängigkeit der Probengröße mit einem einfachen Potenzgesetz zu beschreiben, das an die Experimente angepasst wird. Eine solche Betrachtung sollte aufgrund verschiedener Einflüsse auf die Materialfestigkeit vorsichtig und allenfalls als Trend zur Diskussion genutzt werden [45]. In diesem Sinne wird die Berechnung der Exponenten wie üblich genutzt.

Für einen solchen Versuch werden Säulen nach dem in Kap. 3.2.2 vorgestellten Verfahren an die gewünschte Stelle in das zu prüfende Material mit einem FIB geschnitten. Generell laufen die Versuche folgendermaßen ab: Eine plangeschnittene Diamantspitze wird auf die Säule gefahren, während die benötigte Kraft und der zurückgelegte Weg aufgezeichnet werden. Zu beachten ist, dass es aufgrund von Reibung der Indenterspitze und/oder schräger Belastung zur Verfälschung der Ergebnisse kommen kann. Des Weiteren kommt es abhängig von der Säulengröße zu Spannungskonzentrationen an der Säulenspitze und dem Fuß. Kleine Säulen verformen sich zunehmend zur Spitze hin, da sich hier die Spannungsüberhöhungen der oberen Kante überlagern. Zusätzlich führt die schräge Säulenflanke unvermeidbar zu einer inhomogenen Spannungsverteilung entlang der Probe. Diese Problematiken werden durch Schwaiger et al. [117] näher beleuchtet.

Durchgeführt wurden alle Mikrodruckversuche in einem Nanoindenter G200³ mit einem Diamantstempel mit 20 µm Durchmesser. Die Belastung erfolgte mit einer Verschiebungsrate bezüglich

³ Keysight Technologies (<http://www.keysight.com>)

der Anfangshöhe von ca. $\sim 0,16$ %/s bis ~ 10 % der Gesamtdehnung. Alle Säulen mit einem Durchmesser von $2\ \mu\text{m}$ haben eine max. Höhe von $6\ \mu\text{m}$ und werden dementsprechend um $0,6\ \mu\text{m}$ Längenänderung belastet. Aufgrund der kraft-, bzw. spannungskontrollierten Messung und den sog. „Strain-Bursts“ wurde die max. totale Dehnung oftmals überschritten. In diesem Fall gleitet die Säule bei konstanter Kraft, hervorgerufen durch die elektromagnetische Spule, weg. Die Indentersteuerung kann diese plötzliche Wegänderung nicht regeln und es kommt zu einer großen Verschiebung. Generell brach der Versuch beim Überschreiten der max. Dehnung ab. Nach dem Ende bei maximaler Verschiebung und der Entlastung folgte ein Haltesegment zur Kontrolle der thermischen Drift. Dies ist in den Kurven der einzelnen Experimente am Ende der Entlastung zu erkennen. Da der gemessene thermische Drift nie zu groß wurde, war eine Korrektur nicht erforderlich. Getestet wurden Säulen aus Gefügekomponenten von Dualphasenstahl mit dem Durchmesser $0,5$, 1 und $2\ \mu\text{m}$ der ferritischen Matrix und zweiphasige Säulen mit $2\ \mu\text{m}$ Durchmesser. Die Höhe definierte sich durch das Verhältnis $1:2$ bis $1:3$ Durchmesser zur Höhe. Je nach Orientierung, Material und Strahlzustand erreichte man den Verhältnisbereich in der Fertigung. Neben der Bestimmung der Eigenschaften der Gefügebestandteile wurde der Mikrodruckversuch genutzt, um die Festigkeiten und Veränderungen von im Labor wärmebehandelten Stählen zu testen. Diese Säulen hatten immer einen Durchmesser von $2\ \mu\text{m}$. Die Auswertung geschieht stets nach dem gleichen Schema. Aus der Kraft dividiert durch den mittleren Probendurchmesser und dem Verhältnis aus dem Weg der Indenterspitze und der Säulenhöhe ergeben sich die technische Spannung und die technische Dehnung. Für statistische Auswertungen werden stets Spannungswerte bei 5 % plastischer Dehnung verwendet. Diese werden am Schnittpunkt der Messkurve und einer zu 5 % plastischer Dehnung verschoben, aus Entlastungskurven gemittelten, Geraden abgelesen.

3.5 Zugversuch

3.5.1 Aufbau und Ablauf

Im Rahmen einer Zusammenarbeit innerhalb des DFG Graduiertenkollegs 1483 wurde ein Zugversuch an einer polierten DP600 Probe durchgeführt. Das Ziel war, die Probe zu vordefinierten Dehnungsschritten zu belasten und die Entwicklung auf verschiedenen Skalen zu untersuchen. Die Probe wurde auf der Makroskala mittels XRD-Messungen⁴, sowie mittels EBSD-Messung *ex situ* im Mikrometerbereich vermessen. Die Prüfung wurde mit einem Zug-/Druckmodul⁵ durchgeführt. Die Dehnung wurde mit Hilfe eines Dehnungsaufnehmers zum Aufsetzen auf die Probe gemessen. Ein Teil der XRD-Messungen erfolgten *in situ* bei montierter Prüfeinheit im Diffraktometer. Im Ursprungszustand und nach jedem einzelnen Teilschritt erfolgte eine EBSD-Messung einer kleinen Region (350 μm x 300 μm mit 0,2 μm Schrittweite) und eines größeren Bereichs (1000 μm x 1000 μm mit 0,5 μm Schrittweite). Der kleine Bereich dient der Beobachtung der Gefügeentwicklung und der größeren der Orientierungsentwicklung. Abb. 3-5 zeigt die Lage der Regionen und die Zugprobengeometrie. Die Auswertung des Zugversuchs in der vorliegenden Arbeit wird ausschließlich Bezug auf die EBSD-Messungen nehmen.

Misst man mit EBSD mehrfach auf der gleichen Stelle, so wird mehr, als dies bei normaler REM Anwendung üblich ist, Kohlenstoff auf der Probe abgeschieden. Das führte dazu, dass sich nach und nach durch die gebildete Kohlenstoffschicht die Qualität der Beugungsbilder verschlechterte. Mittels der Methode der Plasma-Reinigung

⁴ Die XRD-Messungen und Belastungsschritte wurden von Simone Schuster (IAM-WK am KIT) durchgeführt. S. Schuster bearbeitet das Projekt A13 im Grako 1483.

⁵ Firma Kammrath & Weiss (<http://www.kammrath-weiss.com>)

lässt sich dem entgegenwirken. Dazu wird Sauerstoffplasma⁶ in einer evakuierten Kammer gezündet und über die Probe geleitet. Die gebildeten reaktiven Formen von Sauerstoff (u.a. Ozon) reagieren mit dem Kohlenstoff und den Kohlenwasserstoffen und bilden CO₂. Die Schicht wird dadurch langsam abgetragen und weitere Messungen sind möglich. Daher wurde ab dem dritten Belastungsschritt die Probe vorab stets gereinigt.

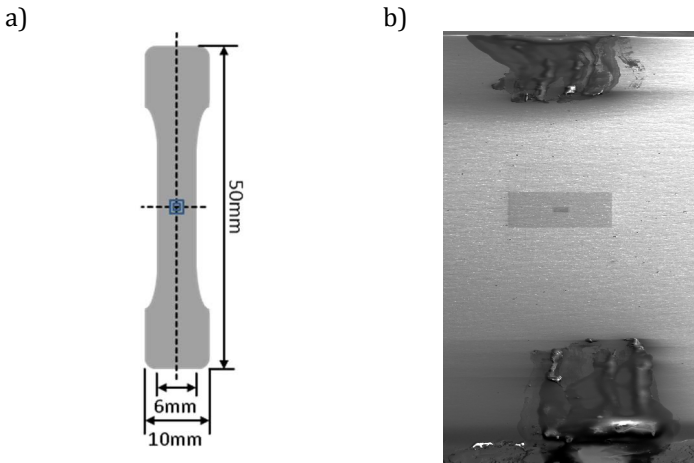


Abb. 3-5: a) Zugprobengeometrie zeigt den großen EBSD-Messbereich in blau, b) Kohlenstoffkontamination zeigt kleinen und großen EBSD-Messbereich bei 70° gekippter Probe, die Markierungen sind wichtig für die Positionierung der XRD-Messung (großer Messbereich 500 µm x 500 µm)

3.5.2 Nachbearbeitung der EBSD Daten

In dem, in Kap. 3.5.1 vorgestellten, Zugversuch kommt es in der Analyse der Ergebnisse auf möglichst gut berechnete Orientierungen, bzw. Indizierung der Beugungsbilder an. Die Indizierung von Beugungsbildern in der verwendeten EBSD Software HKL Fla-

⁶ Evactron Plasmareinigung von Firma XEI Scientific (<http://www.evactron.com/>)

menco war dafür unzureichend, da im Voraus nur eine gewisse Anzahl an Kikuchi Linien eingestellt werden können. Ist diese Anzahl jedoch zu hoch gewählt, können zu viele Messpunkte niederer Qualität nicht vermessen werden. Ist sie zu niedrig, so ist der Fehler in der Orientierungsmessung hoch. Um möglichst genau die Orientierungen aus den Beugungsbildern der EBSD-Messung zu bestimmen, wurden die Beugungsbilder neu indiziert. Nach dem gleichen Schema wurden in jedem Schritt die Anzahl der indizierbaren Linien um eins reduziert und mit der gleichen Einstellung der Programmparameter nachanalysiert. Begonnen wurde mit 12 in einem Durchlauf erkannten Bändern, bis nach sechs Iterationen nur noch sechs Bänder erkannt werden mussten. Nach und nach wurden dadurch Indizierungsraten nahe 90%, selbst in stark deformierten Bereichen, erreicht. Die Indizierung erfolgte jeweils mit einem MAD (Mean Angular Deviation) besser als 0,5 und einem Hough Raum mit einer Auflösung von 90x90 Pixeln. Somit wurde mit der älteren Software HKL Flamenco die Art der Bänderindizierung moderner EBSD-Software nachempfunden.

3.5.3 Berechnung von geometrisch notwendigen Versetzungen mit Hilfe von Cross Court 3

Mit den Orientierungsdaten werden die geometrisch notwendigen Versetzungsdichten berechnet. Die Berechnung der Versetzungsdichte ist dem Ansatz von Kubin und Mortensen [118] bzw. Calcagnotto et al. [119] nachempfunden. Dabei wird die geometrisch notwendige Versetzungsdichte ρ über die Winkeländerung durch eine Aneinanderreihung von Kleinwinkelkorngrenzen [8] über den Messpunkt abgeschätzt. Für Fehlorientierungswinkel $\varphi \ll 1$, der Schrittweite u und dem Burgersvektor b , gilt [118], [119]:

$$\rho \approx 2\varphi/ub.$$

Im Folgenden wird nicht, wie sonst üblich, die Fehlorientierung φ des Berechnungspunktes über eine Mittelung zu den nächsten vier

oder acht Nachbarn bestimmt (sog. Kernel Average Misorientation). Vielmehr wird zunächst die Fehlorientierung φ in x- bzw. y-Richtung des Datensatzes berechnet. Diese Fehlorientierungen φ_x und φ_y werden mittels zentralem Differenzenquotienten berechnet. Fehlt ein Messpunkt oder beide Nachbarn in einer Raumrichtung des Berechnungspunktes, so wird der vor- oder rückwärtige Differenzenquotient gebildet oder es entfällt der Wert dieser Raumrichtung. Zum Schluss wird mit der oben genannten Formel aus φ_x und φ_y je eine Versetzungsdichte errechnet. Die Summe beider ergibt schließlich die Dichte an geometrisch notwendigen Versetzungen an einem Messpunkt. Durch diesen Ansatz reduziert sich die Größe des sog. Kernels auf je zwei Messpunkte in x- und y-Richtung und es wird eine bessere Auflösung erwartet.

In einem alternativen Ansatz werden mittels digitaler Bildkorrelation die Orientierungen aus den EBSD Beugungsbildern bestimmt. Mit dieser Methode ist es möglich kleinste Verschiebungen in den Beugungsbildern zu berechnen, welche aufgrund elastisch-plastischer Verformungen entstehen [105], [106] (Kap.3.2.1). Normalerweise dient diese Methode der Berechnung der lokalen Spannungen aus dem symmetrischen Anteil des berechneten Deformationstensors. In dieser Arbeit werden aber nur die Rotationen genutzt, die im schiefssymmetrischen Anteil des Deformationstensors vorliegen. Dieser spiegelt die Rotation des Kristallgitters wieder und ist damit direkt mit der geometrisch notwendigen Versetzungsdichte gekoppelt [120]. Zur Berechnung des Deformationstensors in einem Messpunkt müssen x-y-Verschiebungen mindestens in vier Subregionen im Beugungsbild bezüglich einer Referenz gleicher Orientierung berechnet werden [120]. Dabei gilt die Randbedingung, die Normalspannung auf der Oberfläche ist gleich null, und das Hook'sche Gesetz [120]. Somit sind ausreichend Gleichungen zur Lösung des Problems vorhanden. Zur Fehlervermeidung werden z.B. 20 Subregionen ausgewertet und durch ein Minimierungsproblem ausgewertet [120]. Aus dem Deformationstensor

wird nun der schiefssymmetrische Anteil berechnet. Mittels Normierung und dem „Satz von Cayley“ werden die schiefssymmetrischen finiten Rotationsmatrizen in eine orthogonale Rotationsmatrix überführt. Die Multiplikation mit den Orientierungsmatrizen der jeweiligen Referenz ergibt eine genaue Orientierungskarte. Zu beachten ist, dass diese Methode nur Ergebnisse bezüglich einer im Korn befindlichen Referenz wiedergeben. Somit muss dieser Vorgang für jedes Korn wiederholt werden. Allerdings werden hier nur Fehlorientierungen betrachtet, wodurch die Messergebnisse über die Grenzen des Gefüges hinweg vergleichbar sind.

Der, in dieser Arbeit verwendete, Dualphasenstahl wurde mit der kommerziellen Software Cross Court ³⁷ ausgewertet, die die zuvor beschriebene Berechnung enthält. Aufgrund der Beschaffenheit des Materials und den damit zusammenhängenden Rotationen innerhalb der Körner kam es zu unglaublichen Spannungserhöhungen. Dieses Phänomen machte die Auswertung von Spannungsdaten unnötig, da sie sicher nicht der Realität entsprechen konnten. Jedoch erwies sich der Rotationsanteil des Deformationstensors als verwendbar. Wilkinson postuliert in der Theorie seiner Methode eine bis zu zwei Größenordnungen höhere Genauigkeit in der Winkelauflösung [104] als die durch konventionell über eine Hough-Transformation berechneten Orientierungen. Auch wenn in der Auswertung verrauschter experimenteller Daten diese nicht ganz erreicht werden kann, lohnt sich der Mehraufwand in Bezug auf niedrige Versetzungsdichten, die sonst in der Streuung der konventionellen Messungen untergehen.

Die hier neu berechneten Orientierungen werden mit dem zuvor beschriebenen Ansatz in Fehlorientierungen und dann in Versetzungsdichten umgerechnet. In der späteren Ergebnisdarstellung des Zugversuches (Kap. 7) wird dieser Ansatz bevorzugt verwen-

³⁷ *BLG Productions* (<http://www.blgvanatage.com/wp/>)

det. Für Ergebnisse in anderen Kapiteln werden die Orientierungen, die über eine Hough-Transformation berechnet wurden, als Basis verwendet. Dies entspricht dem ersten beschriebenen Ansatz in diesem Kapitel.

3.6 EBSD Datenverarbeitung und Auswertung mittels MTEX

Die Auswertung von Orientierungsdaten wurde mittels der Matlab Toolbox MTEX⁸ durchgeführt [121]. MTEX bietet dabei die nötigen Datenformate und Methoden, die zur Programmierung von Auswertungen nötig sind. Auf dieser Basis wurden Auswertungen und deren Darstellung über eine graphische Oberfläche programmiert. Alle, in dieser Arbeit angefertigten, Kartendarstellungen von originalen und zuvor gefilterten oder nachbearbeiteten Datensätzen wurden über diese Schnittstelle erstellt.

⁸ Projekt von Dr. R. Hielscher (TU Chemnitz) zur Analyse von Orientierungs-, Texturdaten für Matlab als Toolbox (<http://mtex-toolbox.github.io>)

4 Materialcharakterisierung von Dualphasenstahl

Diese Arbeit ist im Rahmen eines Graduiertenkollegs⁹ der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) finanziert und eingegliedert. Das Graduiertenkolleg in der zweiten Generation befasst sich zum einen mit der Simulation und zum anderen mit der Gefüge- und mechanischen Charakterisierung von Dualphasenstählen. Die experimentellen Ergebnisse werden für die Validierung und als Basis für die Modelle der auf Gefügekennwerte basierenden Simulationen verwendet. Im Folgenden wird die, für das Graduiertenkolleg durchgeführte Charakterisierung, des Gefüges vorgestellt. Die Beobachtungen werden im Anschluss bezüglich der weiteren Probenverwendung bewertet und zusammengefasst.

Für die Durchführung dieser Arbeit wurde ein kommerzieller Dualphasenstahl (DP) erworben. Das Material wurde jeweils im Anschluss von drei aufeinander abfolgenden Produktionsschritten einer Charge entnommen. Die drei Entnahmen erfolgten nach den Schritten Warmwalzen, Kaltwalzen und nach dem finalen interkritischen Wärmebehandeln und Verzinken. Das Material ist ein DP600 mit einer Streckgrenze von ca. 600 MPa und einem Verhältnis der Volumenfraktion Ferrit/Martensit von 90/10. Es handelt sich bei den Stählen aus den Prozessschritten um ein kommerziell verfügbares Produkt, dessen Produktionsparameter in weiten Teilen nicht bekannt sind.

⁹ *Prozesskettensimulation von Blechbauteilen ist das Thema des Grako 1483 Teilbereich A. Das Material in der aktuellen Generation ist ein Dualphasenstahl*

4.1 Die Gefügebestandteile von Dualphasenstahl in verschiedenen Prozessschritten

Nach dem Warmwalzen wurde das 2,7 mm starke Warmband der Prozesskette entnommen. Das ferritisch-perlitische Gefüge wird in Abb. 4-1 a dargestellt. Bei den gleichmäßig grauen Bereichen handelt es sich um Ferritkörner. Im kleineren Ausschnitt (Abb. 4-1 b) sind die, mit geringerer Teil parallel verlaufenden, Lamellen und zum größten Teil regellos globular vorliegenden Zementitanteile im Perlit zu sehen. Der hier vorliegende Anteil an Perlit ist relativ hoch und damit nicht repräsentativ für die gesamte Probe. Es existieren ähnlich große Bereiche, in denen sich kein Perlit finden lässt.

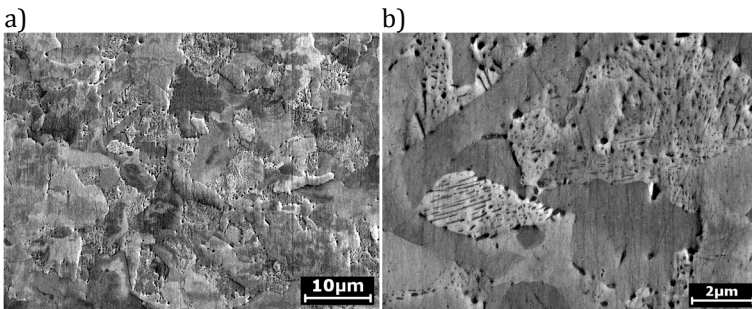


Abb. 4-1: ferritisches/perlitisches Gefüge des Warmbandes. Nur teilweise lamellarer Perlit ist in ausgelagerter ferritischer Matrix eingebettet. a) und b) zeigen Bereiche unterschiedlicher Größe.

Im Anschluss an das Warmwalzen erfolgte das Kaltwalzen mit einer Dickenreduktion auf 37 %, bzw. 1 mm. Das Gefüge des Kaltbandes ist in Abb. 4-2 abgebildet. Hier liegen die Ferritkörner in der Walzrichtung ausgestreckt vor. Die hohen Kontraständerungen (Channeling Kontrast) deuten auf hohe Versetzungsdichte hin. Durch das Kaltwalzen sind die Großwinkelkorngrenzen verwachsen und die längliche, bzw. elliptische Form der Körner ist schwer zu erkennen. Anders als im Warmband, liegt der Perlit in lamellarer Form mit konstantem Abstand vor (Abb. 4-2b).

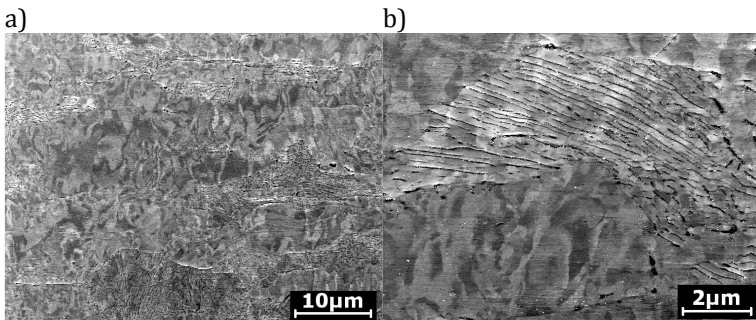


Abb. 4-2: ferritisch/perlitisches Gefüge des Kaltbandes. Die vielen Kontraständerungen deuten auf die hohe Kaltverformung des Stahls hin. Die länglich, bzw. elliptisch geformten Ferritkörner sind entlang der WR, bzw. horizontal ausgedehnt. a) und b) zeigen Bereiche unterschiedlicher Größe.

Nach dem Kaltwalzen findet die finale Wärmebehandlung statt. Hier wird der Stahl im Produktionsprozess bis in das Ferrit/-Austenit Zweiphasengebiet aufgeheizt und nach einer Haltezeit auf Raumtemperatur abgeschreckt. Anschließend an das Abschrecken erfolgen eine weitere Auslagerung im Bereich der Verzinkungstemperatur und gleichzeitig die Feuerverzinkung. Das Gefüge zeichnet sich nun durch ferritische/-martensitische Phasenanteile aus. Abb. 4-3 und Abb. 4-4 zeigen Übersichtsbilder mit unterschiedlichem Martensitanteil. In Abb. 4-3 wurde ein Ausschnitt mit größerem und in Abb. 4-4 mit geringerem Martensitanteil ausgewählt. Ist mehr Martensit vorhanden, so verringert sich die Größe der ferritischen Körner. Ist wenig Martensit (vergl. Abb. 4-4) vorhanden, sind die Matrixkörner größer. In der Regel liegen die Martensitinseln an den Korngrenzen des Ferrits und ragen spitz geformt in diesen hinein. Dabei haben sie beliebige Formen angenommen. In Abb. 4-4 a hingegen haben sich primär entlang der Korngrenzen schmale Martensitinseln ausgebildet.

In Abb. 4-4 d wird eine mittels Rückstreuielektronen abgebildete Martensitinsel in hoher Auflösung untersucht. Diese befindet sich im unteren Bereich der Abb. 4-4 a. Es wird gezielt eine besonders

große Insel gezeigt, da es bei kleineren Inseln nicht möglich ist innerer Strukturen herauszuarbeiten. Die Intensität der rückgestreuten Elektronen weist eine Abhängigkeit von der Kristallrichtung auf (sog. Channeling Contrast). Dadurch werden die einzelnen Lamellen des Martensits sichtbar. Die Randbereiche erscheinen wegen der Kante schwärzer, hier tritt aufgrund der tieferen Lage Abschattung von rückgestreuten Elektronen zum Detektor auf. Innerhalb der Lamellen sind einzelne verzwillingte Bereiche zu erkennen. Dazu im Wechsel befinden sich einige Bereiche, in denen starke Grauwertschwankungen und daher Orientierungsschwankungen, bzw. eine hohe Versetzungsdichte vorliegen. Diese kann man vereinzelt anhand der zu sehenden Versetzungsnetzwerke erkennen. Allgemein lagen nicht in jeder untersuchten Martensitinsel Zwillinge vor. Insbesondere in kleinen Inseln war mehr Martensit mit hoher Versetzungsdichte zu finden. Eine dazu passende Stelle wird im Anhang (Kap. 9.3) gezeigt. Zum Vergleich und zum Ausschluss von Effekten durch Kratzer oder Resten von Polierpartikeln auf der Probe, ist jeweils auch ein topographieabhängiges Bild des Sekundärelektronendetektors angefügt (Abb. 4-4 c).

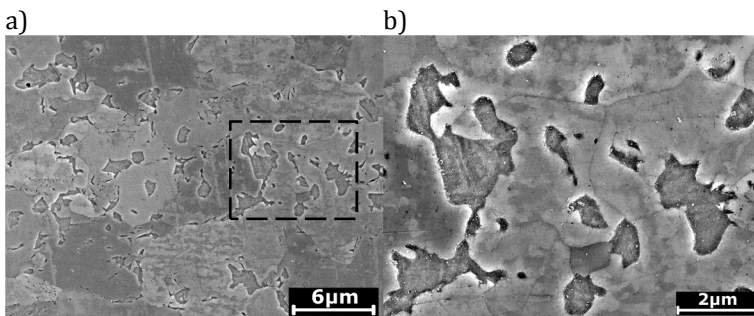


Abb. 4-3: Ferritisch/martensitisches Gefüge des Fertighandes. Die leicht eingesenkten harten Martensitbereiche liegen an den Korngrenzen der ferritischen Matrix. Der in a) gezeigte Ausschnitt zeigt einen Bereich mit höherem Martensitanteil. b) zeigt einen Ausschnitt von a).

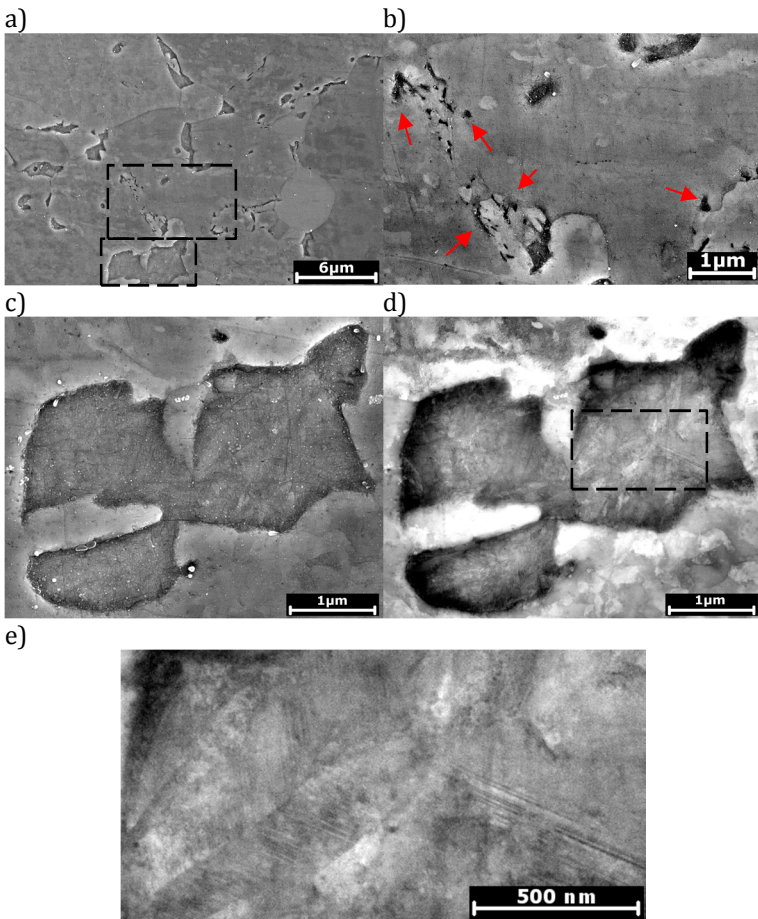


Abb. 4-4: Ferritisch/martensititsches Gefüge des Fertigbandes: a) Übersichtsbild des Gefüges. Die leicht eingesenkten, festeren Martensitbereiche liegen zwischen den Körnern der ferritischen Matrix. Ausschnitt mit geringem Martensitanteil. b) Weitere Ausscheidungen im Gefüge aus a), c) über Sekundärelektronen abgebildete Martensitinsel aus a), d) gleiche Stelle wie c) mittels Rückstreuielektronen abgebildet., e) Vergrößerte Aufnahme von d) mit einer verzwilligten Lamelle.

Zusätzlich befinden sich in dem Gefüge unterschiedliche Ausscheidungen (Pfeile in Abb. 4-4 b). Der Hauptteil der Ausscheidungen sammelt sich in kleineren Gebieten innerhalb des Ferrits an. Viele kleine Ausscheidungen (~50 nm Durchmesser) liegen unregelmäßig verteilt in der Matrix vor. Diese schwarz erscheinenden Ausscheidungen enthalten hauptsächlich Zementit und andere Legierungselemente. Eine chemische Analyse stellt Kap. 4.2 vor. Ein nach DIN EN 10346 [9] produzierter DP600 darf Anteile an Bainit und Restaustenit enthalten. In diesem Stahl konnte jedoch kein bainitisches Gefüge gefunden werden. Wertet man bei Orientierungsmessungen die Beugungsbilder zusätzlich mit kubisch raumzentriertem Eisen aus, so kann der Restaustenit sichtbar gemacht werden. In Abb. 4-5 b werden die unterschiedlichen Phasen dargestellt. Zwischen der blau eingefärbten Matrix sind in Gelb die Restaustenitinseln und in Schwarz die Martensitbereiche hervorgehoben. Ausreichend große Zementitbereiche können auch indiziert werden (rot). Jedoch lässt sich kein Rückschluss auf den Gesamtanteil ziehen, da die meisten Ausscheidungen nicht indiziert werden. Es tritt ein generelles Problem zutage. Martensitinseln und auch die Ausscheidungen weisen hohe Anteile an Kohlenstoff und eventuell hohe Verformungen auf. Hier sinkt der erreichbare Kontrast im Beugungsbild, sodass an dieser Stelle keine Indizierung mehr möglich ist. Diese Messpunkte, wie auch die Korngrenzen (dünne Linien) sind in Abb. 4-5 b schwarz markiert. In Abb. 4-5 a wird derselbe Bereich im Gefügebild dargestellt. Hier wird deutlich, dass nicht jede uneben oder rau erscheinende Region automatisch einer Ausscheidung oder einer Martensitinsel zuzuordnen ist, stattdessen handelt es sich um Ferrit.

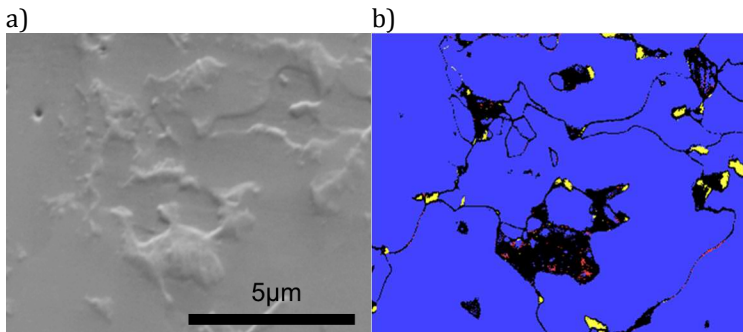


Abb. 4-5: a) REM Bild eines Bereichs des Fertigbands, b) zugehörige EBSD Phasenanalyse mit Restaustenit in Gelb und Zementit in Rot.

4.2 Die Verteilung der chem. Elemente bezüglich der Gefügebestandteile

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der chemischen Analyse präsentiert. Zunächst wurde im Rahmen der Kooperation im DFG Graduiertenkolleg die chemische Zusammensetzung mittels Funkenspektroskopie auf einer makroskopischen Skala ermittelt. Diese chemische Analyse wurde von Simone Schuster (IAM-WK am KIT) durchgeführt. In Tab. 4-1 sind die Elemente nach ihrem Masseanteil sortiert dargestellt. Die höchsten Konzentrationen sind durch die Elemente Mangan, Chrom, Silizium, Kohlenstoff und Eisen gegeben.

Fe	Mn	Cr	Si	C	Ni	Al	Cu	Sn, Co, Nb, Ta	W, Mo, Ti, V, S, Mg, B
Rest	1,663	0,341	0,29	0,093	0,047	0,046	0,029	jeweils <0,015	jeweils <0,01

Tab. 4-1: Chemische Zusammensetzung (Gewichts %) des Dualphasenstahls gemessen von Simone Schuster IAM-WK (KIT)

Zur Verdeutlichung in welchem Phasenanteil sich die Elemente auf der Mikroskala ansammeln, wurde eine lokale EDX-Messung an einem Gefügeausschnitt durchgeführt, der sowohl Ferrit, Martensit als auch verschiedene Ausscheidungen enthält. Das Ergebnis wird in Abb. 4-6 gezeigt. Die nun präsentierten Ergebnisse sind qualitativ, da die Auswertung der EDX Daten an kleinen bzw. dünnen Teilchen aufwändig ist und die Empfindlichkeit von EDX für geringe Konzentrationen nicht ausreicht.

Der in Abb. 4-6 a gezeigte Gefügeausschnitt enthält in der rechten Hälfte zwei größere und kleinere Bereiche mit gelb markierten Restaustenit. Diese enthalten vermehrt Kohlenstoff und Mangan. Die in Abb. 4-6 b detektierten Zementitphasen (rote Markierung) haben ähnliche Zusammensetzungen wie Martensit. Betrachtet man die Martensitbereiche, das sind die Bereiche, welche in Abb. 4-6 b schwarz markiert sind und nicht in Abb. 4-6 a als Korngrenze oder schwarze Ausscheidung erscheinen, so stellt man eine erhöhte Kohlenstoff, Mangan und Kupferkonzentration fest. In der ferritischen Matrix heben sich der niedrigere Kohlenstoff- und der erhöhte Siliziumgehalt hervor. Auffällig ist, dass sich bei keinem Element ein scharfer Übergang der Konzentrationen eingestellt hat. Am stärksten ist der Gradient noch bei Silizium und Kupfer bzw. an den Ausscheidungen vorzufinden. Gerade diese Ausscheidungen in der Bildmitte in Abb. 4-6 a lassen sich schwer analysieren, da hier fast jedes zuvor genannte Element in hoher Konzentration nachgewiesen wurde. Aus dem Gefügebild erschließt sich, dass die Ausscheidungen beim Polieren ausgehöhlt wurden. Ein Kanten effekt könnte hier die Messung verfälschen. Plausibel erscheinen die größeren Anteile an Kohlenstoff, Mangan und Chrom. Der in Abb. 4-6 g dargestellte Siliziumgehalt, ist an drei Stellen aufgrund von verbliebenden Polierpartikeln stark überhöht. Weniger Silizium scheint in den Martensitbereichen vorzuliegen. Zusätzlich wurden noch Aluminium und Nickel untersucht, da diese ebenfalls in der Messung (Tab. 4-1) registriert wurden. Die gemessenen Elemente lagen gleichmäßig im Material vor, weshalb sie nicht gezeigt

werden. Die weiteren, in Tab. 4-1 aufgelisteten, Elemente konnten nicht mit EDX nachgewiesen werden.

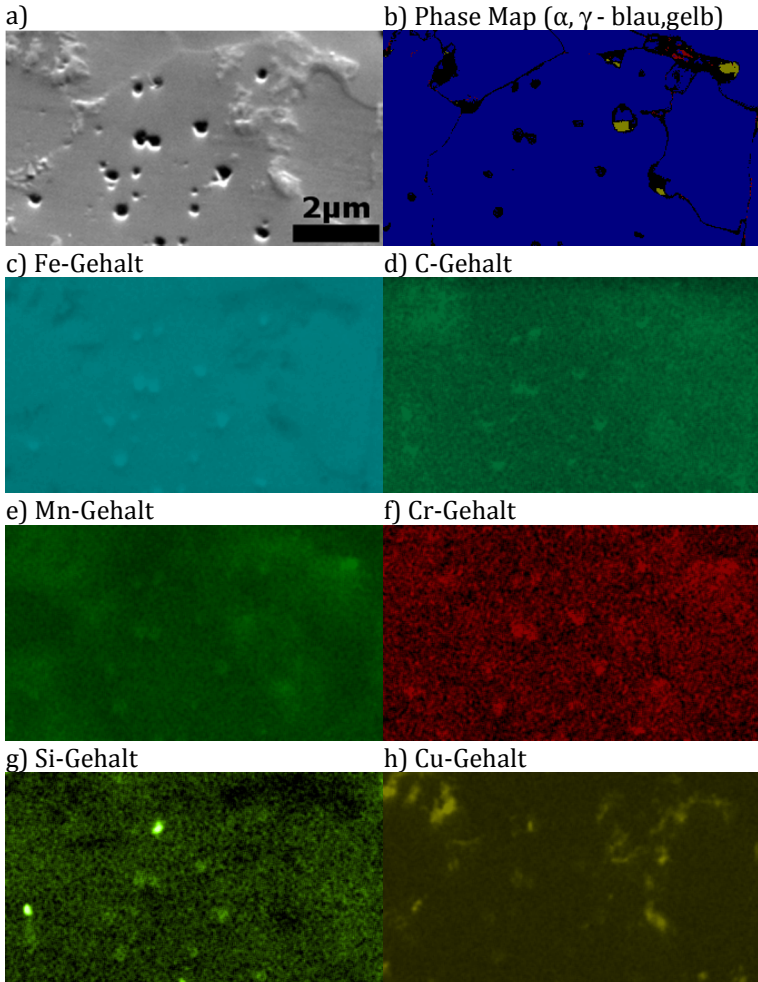


Abb. 4-6: EDX Messung vom Fertigband: a) Gefügebild der Messstelle, b) Phasenkarte, c)-h) Gehalt des Elements (Ergebnisse sind qualitativ - hellere Bereiche zeigen erhöhten Anteil. Die Al und Ni Verteilungen sind gleichmäßig und werden nicht gezeigt.)

4.3 Orientierungsentwicklung und Orientierungskarten

Über die Prozesskette hinweg durchläuft der Dualphasenstahl verschiedene Walzarten und Wärmebehandlungen, die eine Veränderung der Textur zur Folge haben. Dieser Abschnitt befasst sich mit der Entwicklung von Textur und Gefüge. In Abb. 4-7 und Abb. 4-8 werden die Texturen einmal als Polfigur in stereographischer Projektion in der Blechebene und einmal mit Hilfe des Orientierungsraums der Eulerwinkel ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) [122] dargestellt. Das genutzte Koordinatensystem für die x, y, z Probenachsen setzt sich aus Walz- (WR), Quer- (QR) und Normalenrichtung (NR) zusammen.

Die Polfiguren wurden aus Querschliffen (Abb. 9-7) der einzelnen Stahlbänder erstellt und jeweils in [001], [101] und [111]-Richtung parallel zur NR ausgewertet. Im Gegensatz zu der im Anschluss durchgeführten Analyse im Eulerraum, wird hier die orthorhombische Spiegelsymmetrie nicht eingerechnet. Im Anhang werden die gleichen Daten zusätzlich parallel zur WR dargestellt. Die Abb. 4-7 a, b zeigen die Polfigur des Warmbandes an der Probenoberfläche und in der Bandmitte. Es gibt deutliche Unterschiede zwischen der Oberfläche und der Mitte des Bleches. An der Blechoberfläche ist die Vorzugsrichtung der [001] und [111]-Richtungen entlang der WR klar zu erkennen. Die [101]-Richtungen richten sich während des Walzens parallel zur NR aus. Zwei weitere Maxima befinden sich in zwei länger gezogenen, parallel zur QR liegenden Bereichen, die die WR in den $[\bar{2}01]$ - und [201]-Punkten der Polfigur senkrecht schneiden. In der Probenmitte des Warmbandes zeigen die [001]-Richtungen entlang der NR, liegen parallel zu den $[\bar{2}01]$ - und [201]-Punkten der Polfigur und in den vier äquivalenten Diagonalen [110]-Punkten der Polfigur. Die [101]-Richtungen liegen parallel zur WR. Die [111]-Richtungen haben ihre Maxima in den $[\bar{2}01]$ - und [201]-Punkten der Polfigur. Nach dem Kaltwalzen (Abb. 4-7 c) unterscheiden sich die Polfiguren nicht mehr stark zwischen

Oberfläche und Probenmitte. Das Blech zeigt eine klassische Kaltwalmtextur [8], [14]. Die Textur des Fertigbandes (Abb. 4-7 c) ist gegenüber dem Kaltband nur leicht verändert. Die Maxima verlieren an Intensität und die Schärfe der Textur nimmt ab.

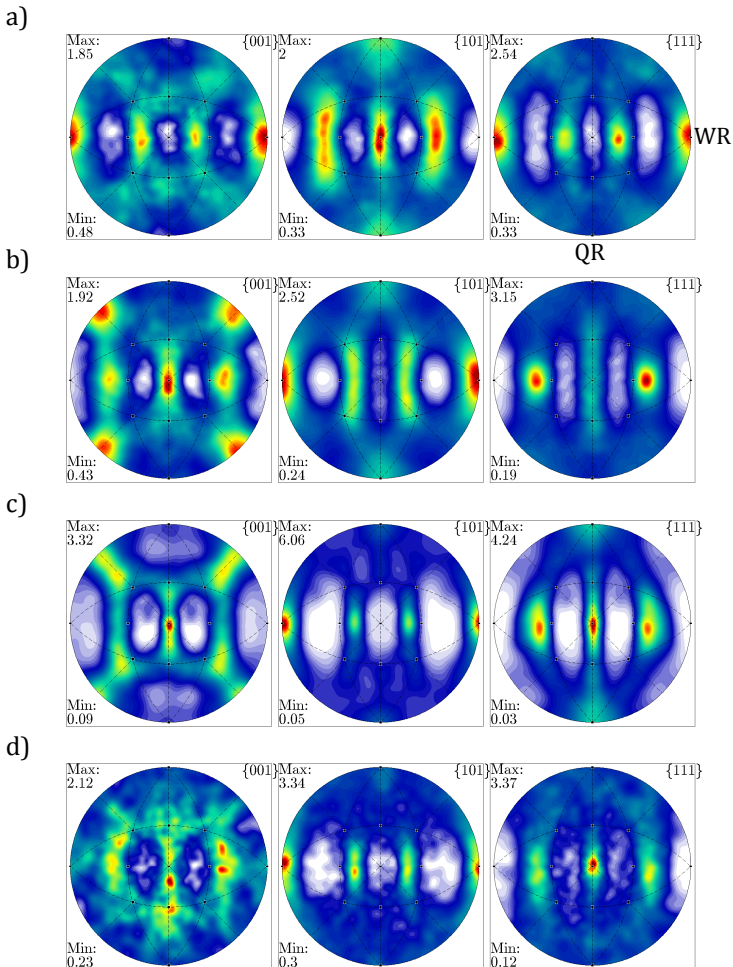


Abb. 4-7: Entwicklung der Textur (Polfiguren der Blechebene) von oben nach unten: a) Oberflächennahes Warmband, b) mittleres Warmband, c) Kaltband und d) Fertigband.

Abb. 4-8 zeigt die Texturdaten als α -Faser und γ -Faser von kubischen Werkstoffen im Schnitt durch den Eulerraum. Die α -Faser fasst Richtungen mit $\langle 011 \rangle$ parallel zur WR und die γ -Faser $\langle 111 \rangle$ parallel zur NR zusammen.

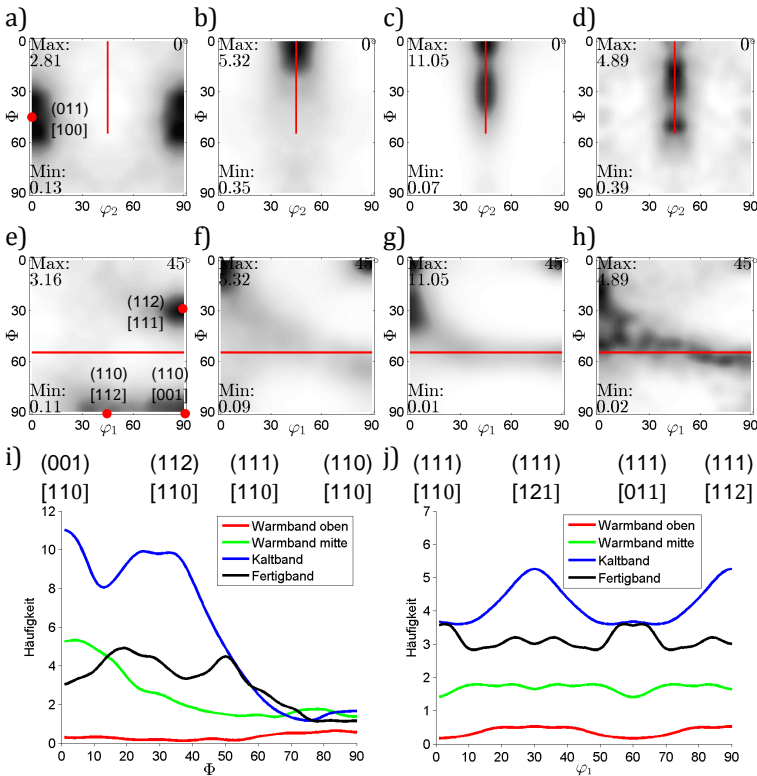


Abb. 4-8: Entwicklung der Texturkomponenten: a)-d) α -Faser und e)-h) γ -Faser von oberflächennahem, mittigem Warmband, Kaltband und Fertigband. In a)-h) sind markante Texturkomponenten mit rot markiert und beschriftet. i) zeigt α -Phase und j) zeigt γ -Phase über die Prozesskettenschritte im Vergleich.

Das Warmband (Abb. 4-8 a, e) hat an der Oberfläche Maxima in den Komponenten (011)[100] und (112)[111]. Die α -Faser und γ -Faser

sind kaum belegt. In der Probenmitte (Abb. 4-8 b, f) ist eine Zunahme der Intensität dieser Fasern, mit gleichzeitigem Verschwinden der vorherigen Maxima, zu beobachten. Das Maximum der Warmbandmitte liegt in $(001)[110]$. Die Textur des Kaltbandes (Abb. 4-8 c, g) zeigt eine starke Ausprägung der α -Faser und eine etwas schwächere γ -Faser. In $(112)[110]$ erhält die α -Faser ein Nebenmaximum zu dem Maximum in $(001)[110]$. Im Produktionsschritt zum Fertigband (Abb. 4-8 d, h) wird die Intensität in der γ -Faser auf ein konstantes Niveau abgeschwächt. Die Intensität in der α -Faser wird durch die Wärmebehandlung deutlich herabgesetzt. Das Maximum bei $(001)[110]$ aus den Walzprozessen verschwindet. Insgesamt ist ein Verlust an Textur zu beobachten.

Die Entwicklung der Texturen wird anhand der Orientierungskarten der Querschliffe in Abb. 4-9 nochmals deutlich. Hier ist der Orientierungsgradient von der Oberfläche bis in die Probenmitte zu erkennen. Von einer eher rot/blau ($[001]$ und $[111]$ parallel zur WR) dominierenden Einfärbung, verfärbt sich die Karte zur Mitte hin zunehmend grün ($[101]$ parallel zur WR). Das Kaltband und das Fertigband hingegen zeigen über die Probendicke keine Variation der Orientierungsverteilungen. Ebenso ist die Korngröße nahezu konstant über die Probendicke. Im Kaltband sind horizontal gewalzte/langgestreckte Körner zu erkennen. Die ausgeprägte $[101]||WR$ Textur lässt den Datensatz hauptsächlich grün erscheinen. Wohingegen im vergleichsweise untexturierten Fertigband wieder eine Gleichverteilung der Farben vorliegt.

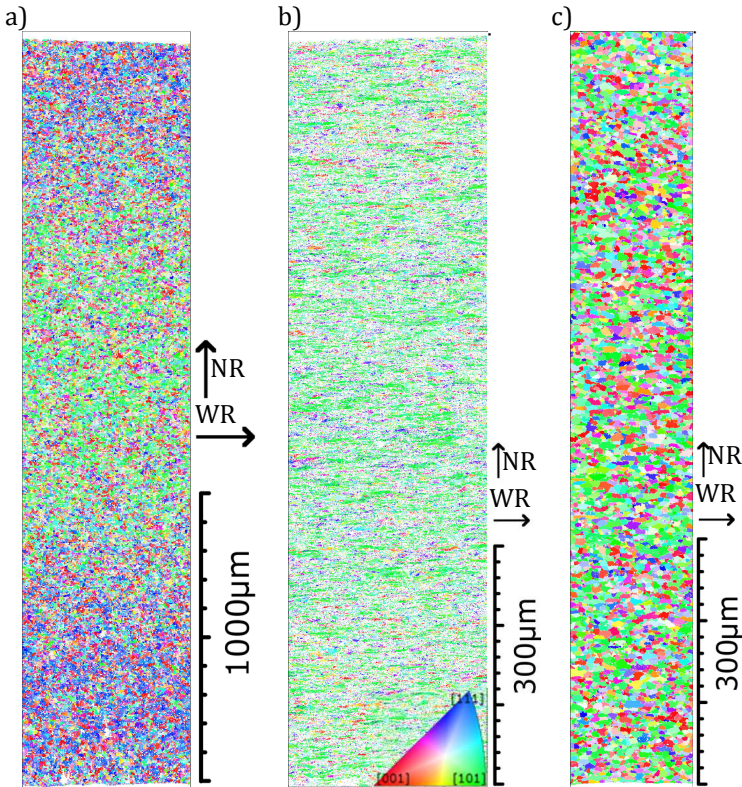


Abb. 4-9: Orientierungskarten über die gesamte Probendicke der drei Prozesskettenstapen des DP600 im Längsschliff (Orientierungen||WR): a) Warmband, b) Kaltband und c) Fertigband

Die folgenden Abbildungen stellen Orientierungskarten der drei Stahlbänder mittels EBSD unter höherer Vergrößerung dar. Abb. 4-10 a zeigt die Orientierungskarte des Warmbands in der Blechebene in einem Schliff nahe der Probenoberfläche. Es sind ausgelagerte Ferritkörner zu sehen, die anisotrop gewachsen sind, sodass unregelmäßige Kornformen entstanden sind. Der Perlit ist mit EBSD nicht eigens als Phase identifiziert worden. Der fein verteilte Zementit konnte nicht detektiert werden, stattdessen ist nur der zwischen den Zementitphasen liegende Ferrit indiziert worden und stellt damit den Perlit als Ferritkorn dar. In Abb. 4-10 b ist das

Kaltband abgebildet. Die, durch das Walzen bedingt langgezogenen, Körner sind deutlich zu erkennen. Hier lässt sich ebenfalls kein Perlit finden, da er über den Ferrit mitgemessen wird. Innerhalb der Körner sind zudem sehr starke Orientierungsänderungen durch das Walzen als Farbverläufe zu erkennen.

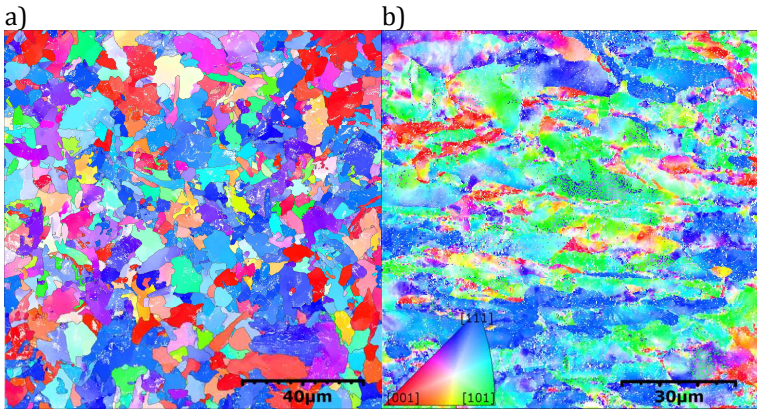
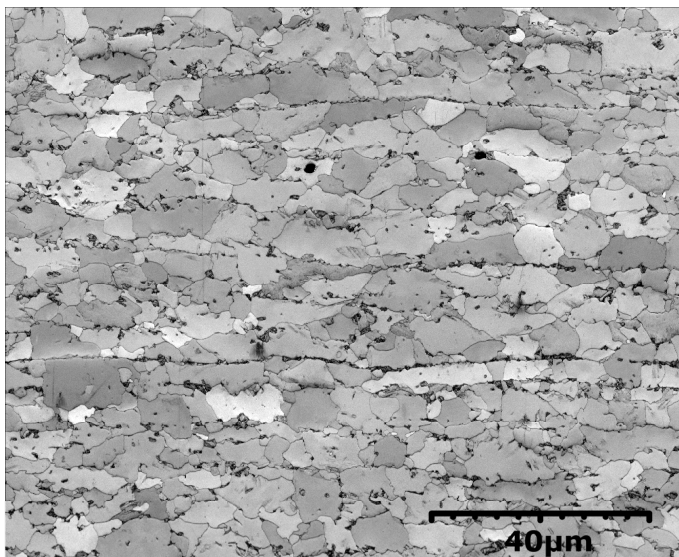


Abb. 4-10: a) Orientierungskarte //WR vom Warmband in der Blechebene b) Orientierungskarte//WR vom Kaltband in der Blechebene (WR// zur x-Achse, QR// zur y-Achse)

Abb. 4-11 zeigt eine EBSD-Messung eines Längsschliffs des Fertigbandes und Abb. 4-12 den dazugehörigen Schliff in der Blechebene. Dazu sind jeweils die Bandkontrastkarten der Messungen beige-fügt. In diesen Bandkontrastkarten lassen sich die Martensitinseln, die in der Orientierungskarte nicht identifiziert worden sind, finden. Die, zuvor gezeigte, Struktur des Martensits (hohe Versetzungsdichte, Zwillinge und Karbide) lässt die Beugungsbilder verwaschen wirken, wodurch diese aufgrund des geringen Bandkontrasts schwer bis nicht mehr indizierbar werden. Die Martensitinseln erscheinen dadurch zusammen mit den Korngrenzen, Ausscheidungen und Poren als schwarze Bereiche.

a)



b)

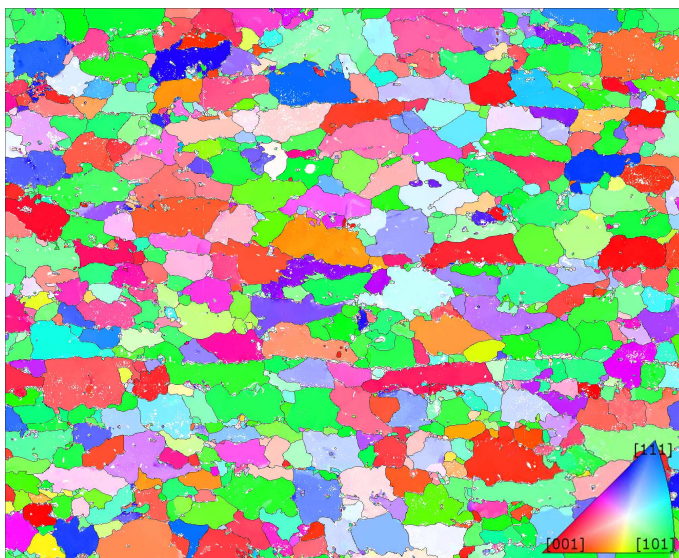


Abb. 4-11: a) Bandkontrast- und b) Orientierungskarte //WR vom Fertigband im Längsschliff (WR// zur x-Achse, NR// zur y-Achse)

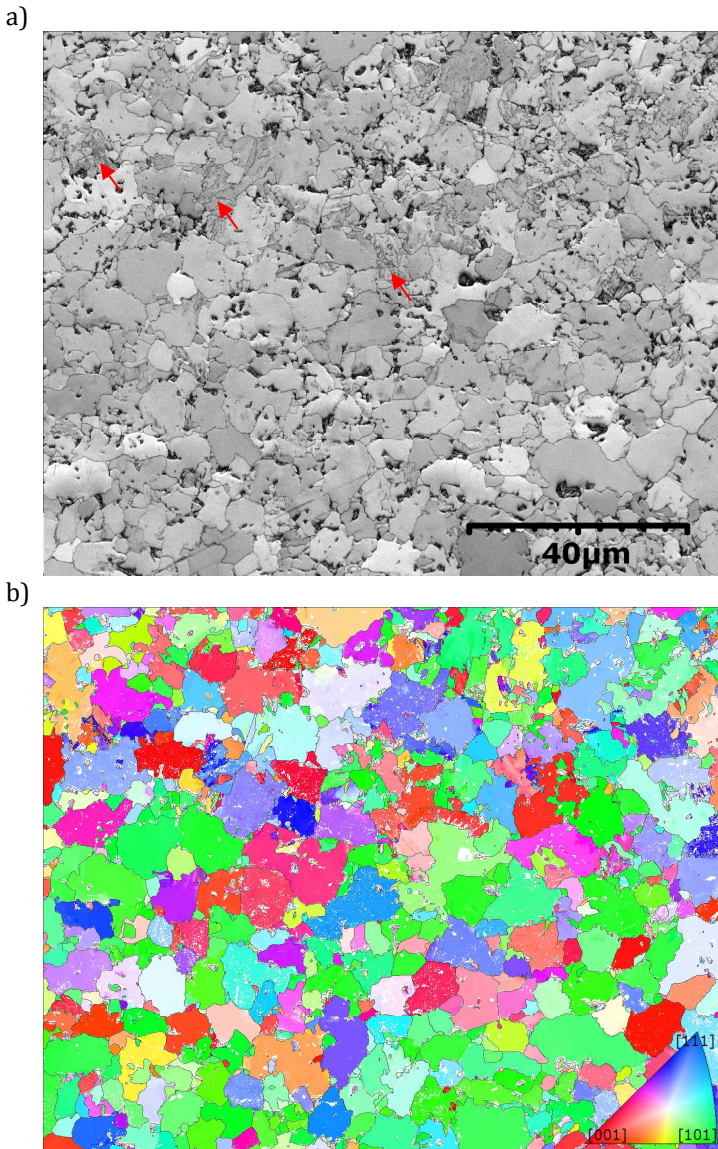


Abb. 4-12: a) Bandkontrast- und b) Orientierungskarte //WR vom Fertigband in der Blechebene (WR// zur x-Achse, QR// zur y-Achse)

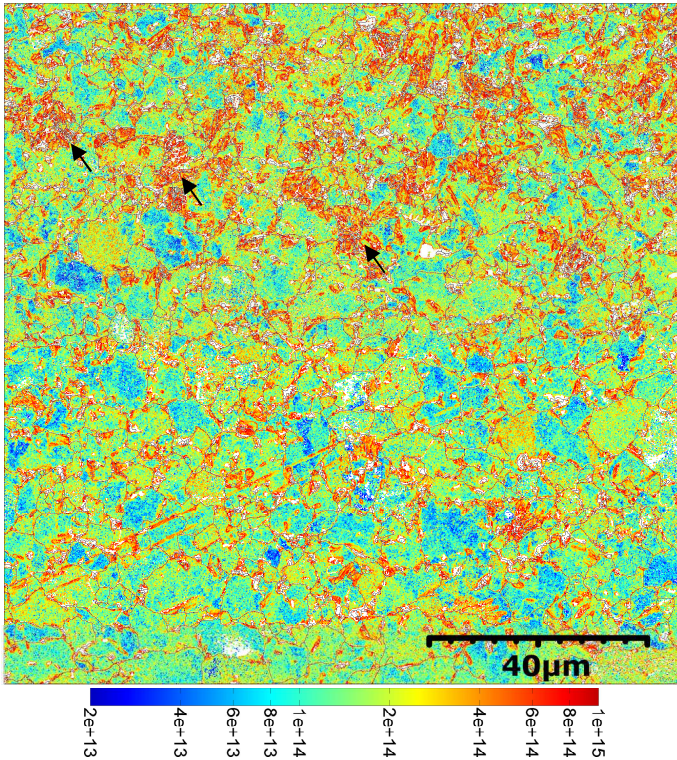


Abb. 4-13: Versetzungsdichte [m^{-2}] von Abb. 4-12 (GND berechnet aus der Fehlorientierung, $WR||$ zur x-Achse, $NR||$ zur y-Achse)

In beiden Schliffen lässt sich erkennen, dass stets Bereiche mit höheren und geringeren Anteilen an Martensit existieren. Im Längsschliff sind die Martensitbereiche nicht durchgängig, zeilenförmig und parallel zur WR angeordnet. Die Zeilenform des Martensits ist im Schliff der Blechebene nicht zu erkennen. Hier findet man neben den Martensitinseln zusätzlich raue Bereiche mittleren Grautons in der Bandkontrastkarte vor. Diese Bereiche haben die gleiche Orientierung des sie umgebenden Kornes und zeigen in der Bandkontrastkarte feine Linien (Pfeile in Abb. 4-12 a). In diesen Messpunkten wurde die Qualität des Beugungsbildes durch Ausscheidungen oder Fehlorientierungen (Abb. 4-4 b) verschlechtert. Betrachtet

man die Körner der ferritischen Matrix in Abb. 4-12 b, so erscheinen diese globular und nahezu vollständig ausgelagert. Schätzt man anhand der Fehlorientierung die Versetzungsdichte ab, so lassen sich jedoch starke Unterschiede innerhalb der Matrix beobachten. Die Versetzungsdichte wird in Abb. 4-13 dargestellt.

Der hierbei verwendete EBSD-Datensatz wurde nicht mit höchster Orientierungsauflösung erstellt. Es wurde eine 4x4 Pixelvereinigung verwendet, wodurch ein höheres Maß an Orientierungsrauschen entsteht. Dieses Rauschen erhöht die Mindestversetzungsdichte. Da hier lediglich die Unterschiede hervorgehoben werden sollen, erfüllt dieses Verfahren dennoch ausreichend seinen Zweck. Es zeigt sich, dass im Umfeld und innerhalb der Martensitinseln, sofern die Orientierung messbar war, eine hohe Versetzungsdichte von bis zu $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ vorliegt. Innerhalb der ferritischen Matrix bestehen Unterschiede zwischen $2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ und $1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Zusätzlich gibt es jene Bereiche in denen zuvor in der Bandkontrastkarte (Abb. 4-12 a) feine Linien erkennbar waren. Hier werden sehr hohe Versetzungsdichten von $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ erreicht. Sie liegen hauptsächlich im oberen Bereich der Karte vor, in denen auch ein höherer Martensitanteil vorliegt. Eine besondere Abhängigkeit der Ferritkörner mit niedrigerer Dichte von bspw. der Korngröße, der Nähe zum Martensit oder der Orientierung, konnte nicht festgestellt werden.

4.4 Folgerungen und Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde das, in der Arbeit verwendete Material detailliert untersucht und beschrieben. Im folgenden Abschnitt werden nun diese Daten benutzt, um die Entstehung des Dualphasenstahls und das Gefüge anhand der Literatur einzuordnen. Insbesondere werden die einzelnen Gefüge nach der Entnahme aus den Prozessschritten bezüglich ihrer weiteren Verwendbarkeit für diese Arbeit bewertet.

Die im Warmband beobachtete Textur entspricht den aus der Literatur bekannten Texturen [14]–[16]. Durch den Walzprozess von hoher Temperatur bis unter die eutektische Temperatur stellt sich ein Texturgradient von der Oberfläche bis in die Probenmitte ein. Allgemein ist nach dem Walzen keine große Veränderung im Gefüge, weit unterhalb der eutektischen Temperatur bei vollständiger Umwandlung und Rekristallisation in Ferrit, zu erwarten. Lediglich die Abkühlraten dürften die Morphologie der Zementitanteile bestimmen. Das wird deutlich beim Vergleich zwischen Warmband (Abb. 4-1) und Kaltband (Abb. 4-2). Hier sticht die unterschiedliche Morphologie der Perlitbereiche hervor. Der Perlit im Warmband hat breite Streifen und globulare Anteile an Zementit, wohingegen der Perlit im Kaltband feinstreifig angeordnet ist. Die Unterschiede in der Morphologie des Perlits lassen sich nicht über den Walzprozess erklären. Daher müssen sich die Temperaturen, die bei der Abkühlung des Warmbandes nach der Herausnahme (Entnahme der Probe für diese Arbeit) gelten, grundlegend von den Prozesstemperaturen unterscheiden, bei denen das Stahlband in der Realität dem Kaltwalzprozess zugeführt wird. So ist es möglich, dass das hier vorliegende Warmband vor dem Wickeln eines Coils entnommen wurde und daher andere Temperaturen bei der Abkühlung erfahren hat. Eine detailliertere Untersuchung des Warmbandes wird daher im weiteren Verlauf dieser Arbeit nicht angestrebt, da das aufgrund des anderen Temperaturprofils nun anders entwickelte Gefüge und insbesondere die Verteilung der Legierungselemente einen Einfluss auf das Endprodukt nehmen. Daher liegt der Fokus dieser Arbeit auf dem Fertigband. Daneben wird das Kaltband (ein vergleichbares Material wurde von Simone Schreijäg [8] untersucht) als Ausgangsmaterial für die Wärmebehandlung benutzt.

Der Stahl wurde anhand einer in der Literatur (Kap. 2.1) bekannten Prozessroute hergestellt. Nach dem Warmwalzen wird über gezieltes Abkühlen ein ferritisch-perlitisches Gefüge hergestellt. Dieses wird kaltgewalzt, anschließend im Ferrit-Austenit Zweiphasengebiet wärmebehandelt und abgeschreckt. Der Stahl verfügt neben

Mangan und Kohlenstoff über weitere Legierungselemente, deren Effekte bei der Herstellung in Kap. 2.1 beschrieben wurden. Zusätzlich wurde Kupfer (Abb. 4-6 h) entdeckt, das vermutlich innerhalb der Martensitinseln für eine zusätzliche Mischkristallverfestigung sorgt. Die Texturentwicklung des Stahls ähnelt den bekannten Entwicklungen [15], [20], [33]. Die finale Textur des Fertigbandes ist im Vergleich zu vorherigen Prozessschritten schwach ausgeprägt. Übrig bleibt eine etwas stärker in der α -Faser und geringer in der γ -Faser ausgeprägte Textur. Das finale Gefüge des Dualphasenstahls besteht aus einer ferritischen Matrix, teilweise verzwilligtem Martensit, diversen Ausscheidungen in unterschiedlichen Größen (Abb. 4-3, Abb. 4-4), sowie Restaustenit (Abb. 4-5). Eine Mittelung über alle Datensätze des Fertigbandes ergab eine mittlere Korngröße von ca. $7\ \mu\text{m}$ (äquivalenter Kreisdurchmessers) der Ferritmatrix. Im Ferrit variiert die Versetzungsdichte in einem breiten Spektrum. Es gibt Bereiche mit hoher Versetzungsdichte, deren Ursache die Anpassungsverformung der Martensitbildung sein dürfte, aber auch Bereiche, die von Schemman et al. [6] als nicht vollständig bei der Wärmebehandlung aufgelöster Perlit identifiziert wurden. Sie hinterlassen ebenso eine hohe Versetzungsdichte, die noch vom Kaltwalzen im Material vorhanden ist [6]. Einige dieser Stellen sind in den Abb. 4-12 und Abb. 4-13 mit Pfeilen markiert. Eine Berechnung des Martensitanteils stellt sich als schwierig heraus, da Martensit aufgrund seiner Ähnlichkeit zu Ferrit nicht als Phase gemessen werden kann. Eine Lösung ist die Identifizierung über den Bandkontrast [103], [123]. Eine Vermessung der Bereiche mit hohem Bandkontrast ergab für die Martensitinseln eine hohe Streuung unterschiedlichster Größen und Formen (Abb. 4-3, Abb. 4-4). Diese Unterschiede werden besonders im Längsschliff erkennbar (Abb. 4-11). Hier zeigt sich eine leichte Zeiligkeit im Fertigband. Das bedeutet der Martensit ordnet sich in Ketten parallel zur Walzrichtung an. Diese Bereiche liegen unverbunden über die Blechdicke hinweg verteilt vor. Auch in der Tiefe sind diese Bandstrukturen von Martensit nicht durchgängig und

äußern sich im Schliff der Blechebene (Abb. 4-12) in Bereichen mit einem Durchmesser von ca. 80 μm . So wechseln sich Bereiche mit wenig Martensitanteil und großen Ferritkörnern mit Bereichen vieler Martensitinseln und deutlich kleineren Ferritkörnern ab. In den Zwischenbereichen liegt der Martensit partikelförmig oder in länglichen Inseln meist an Korngrenzen der Matrix vor. Innerhalb von Gebieten mit hoher Martensitbelegung ergab sich im Mittel ein äquivalenter Durchmesser von 2 μm der Martensitinseln.

Fasst man die Beobachtungen zusammen, so setzt sich der Stahl sowohl durch den Martensit in seiner Form und Verteilung, als auch durch die ferritische Matrix in ihrer Korngröße und Orientierungsverteilung betreffend sehr heterogen zusammen. Insbesondere der Ferrit ist mittels verschiedener Einflüsse durch eine hohe Bandbreite an Vorverformung geprägt. Es ist zu erwarten, dass sich das Gefüge bei Belastung in einigen Bereichen wie ein reiner Ferrit, als auch wie ein Dualphasenstahl mit hoher Martensitdichte verhält. Das Gefüge setzt sich dementsprechend durch Schichten verschiedener mechanischer Eigenschaften zusammen. Erst in deutlich größeren Messbereichen von einigen hundert Mikrometern liegt eine repräsentative Textur und ein visuell homogeneres Gefüge vor.

Im folgenden Kapitel werden die Phasenumwandlung von Ferrit nach Austenit, sowie die Entstehung von Martensit experimentell untersucht. Die Kapitel 6 und 7 beschäftigen sich mit der mechanischen Untersuchung der einzelnen Phasen und der Entwicklung der Verformung in einem makroskopischen Zugversuch.

5 Gefügeentwicklung bei der Wärmebehandlung

Das folgende Kapitel behandelt die Entwicklung des Gefüges während der Wärmebehandlung. Hierbei liegt der Fokus insbesondere auf der Austenitbildung bei hohen Temperaturen und der Entstehung von Martensit bei dem Abschrecken der Probe. Das Gefüge wird mit EBSD während der Wärmebehandlung sowie vor und nach dem Abschrecken erfasst, um Orientierungsveränderungen und Phasenumwandlungen zu untersuchen. Die Messdaten werden hinsichtlich der neu gebildeten Phasen und ihrer Orientierungsbeziehung zu den Nachbarn analysiert. Die Ergebnisse geben Aufschluss über die Orientierungsbeziehungen zwischen einzelnen Phasen sowie Hinweise zur Variantenauswahl und zur lokalen plastischen Verformung des Ferrits.

5.1 Wärmebehandlung im REM

5.1.1 Auflösung und Bildung von Austenit

In Zusammenarbeit mit Michael Pfund¹⁰ wurde ein Wärmebehandlungsversuch im REM durchgeführt. Die, dazu verwendete, Versuchsanlage ist in Kap. 3.3 detailliert beschrieben. Die Probe wurde vor dem Versuch ausgelagert und die Oberfläche durch wiederholtes Polieren gesäubert. Das ursprüngliche Gefüge des verwendeten Kaltbandes war nach dem Auslagern vollständig rekristallisiert. Am Ende der, in Kap. 3.3 beschriebenen, Prozedur zur

¹⁰ Doktorand am IAM-WBM (KIT) im Projekt A19 der 3. Generation DFG Graduiertenkolleg 1483. Die zeitliche Überschneidung der Projekte A11 und A19 wurde genutzt, um den Wissenstransfer und die Einleitung in die Versuche und Geräte zu realisieren.

Probenherstellung lagen die Abmessungen der Probe bei ca. 5 mm x 5 mm x 0,9 mm. Zu Beginn des Experiments wurde die Probe auf 877°C geheizt, wo sie nach einer Haltezeit von ca. einer Stunde nahezu vollständig austenitisch wurde. Wie auch schon in Vorexperimenten beobachtet, war erst ab ca. 860°C Austenit auf der Probenoberfläche zu finden. Die vollständige Umwandlung trat in den Vorexperimenten je nach Wartezeit und Rate der Erwärmung erst bei ca. 900 bis 920°C ein. Nach der Haltezeit wurde die Temperatur zunächst reduziert, wobei die Ferritanteile auf Kosten der Austenitanteile wuchsen. Anschließend wurde die Temperatur wieder erhöht, wodurch nun umgekehrt der Austenit auf Kosten des Ferrits wuchs. In Tab. 5-1 sind die Temperaturstufen des Versuchs aufgelistet.

Schritt	Änderung vor der Messung	Temperatur am Anfang der Messung	Halte-dauer inkl. Messung [min]	Gefügebild
1	Halten	877°C	67	Abb. 5-1 a
2	Kühlen -5 K	872°C	24	Abb. 5-1 b
3	Kühlen -5 K	863°C	36	Abb. 5-1 c
4	Heizen +10 K	870°C	49	Abb. 5-1 d
5	Heizen +5 K	875°C	20	Abb. 5-2 a
6	Heizen +5 K	880°C	18	Abb. 5-2 b
7	Halten	880°C	14	Abb. 5-2 c
8	Halten	880°C	32	Abb. 5-2 d

Tab. 5-1: Temperaturen des Wärmebehandlungsversuchs (konstante Heizleistung während der EBSD-Messung)

Das resultierende Gefüge des ersten Schritts zeigt Abb. 5-1 a. Es war nach ca. einer Stunde stabil ohne beobachtbare Veränderungen. Die Ferritkörner wurden bis zu diesem Zeitpunkt weitgehend durch die Phasenumwandlung aufgezehrt. Die grün markierten Linien entsprechen Phasengrenzen, die durch einen charakteristischen Orientierungsunterschied definiert sind. Es geht dabei um die Kurdjumov-Sachs (KS) und die Nishiyama-Wassermann (NW)

Orientierungsbeziehungen für die Austenit-Ferrit-Umwandlung (Tab. 2-1). Beide Beziehungen führen zu ähnlichen Fehlorientierungen zwischen den Körnern und werden hier zunächst gemeinsam betrachtet. Zur Berechnung, ob diese Beziehungen erfüllt sind wird eine Fehlorientierung über die Phasengrenze direkt benachbarter Messpunkte verwendet. Wenn die Abweichung von der KS/NW-Beziehung weniger als 7° beträgt, werden die Grenzen grün markiert. Alle Gefüge in Abb. 5-1 und Abb. 5-2 werden auf diese Art unter Verwendung der gleichen Parameter dargestellt. Im Anhang (Kap. 9.4) werden zusätzlich die Orientierungskarten der acht Schritte gezeigt.

Nach dem Aufheizen und Halten der Temperatur bei 877°C (Abb. 5-1 a) wird die Probe in zwei Schritten um je 5 K abgekühlt. Über die beiden Abkühlsschritte hinweg nimmt der Ferritanteil stark zu, indem die bereits vorhandenen Ferritkörner wachsen (Abb. 5-1 b, c). Insbesondere kleinere Austenitkörner werden von den wachsenden Ferritkörnern aufgezehrt. Eine Ausnahme bilden die markierten Stellen in Abb. 5-1 b, in denen sich die Austenitphase vergrößert. Im gesamten Prozess des Abkühlens entstehen keine neuen Ferritkörner. Bis auf die Ausnahmen in Schritt 2 handelt es sich um Wachstum der vorhandenen Ferritkörner in die Austenitphase. Das danach verbleibende Austenitgefüge ist im Vergleich zum Schritt 2 nicht erkennbar verändert. Eine genauere Betrachtung der KS/NW-Grenzen zeigt, dass das Wachstum der Ferritbereiche vornehmlich nicht an diesen Grenzen sondern an anderen Grenzen stattfindet. Insbesondere im Vergleich zwischen Abb. 5-1 b und Abb. 5-1 c, bei denen die Ferritkörner schon eine für die Beobachtung ausreichende Größe besitzen, ist zu erkennen, wie die KS/NW-Grenzen beim Wachstum benachteiligt werden. Dies sieht man beispielsweise im Bereich leicht oberhalb der Bildmitte. Dort befindet sich ein kleines Ferritkorn, das von Austenit umschlossen wird und sich aufgrund seiner KS/NW-Grenzen nicht mehr deutlich entwickelt. Ein weiteres Beispiel befindet sich im linken, unteren

Drittel der Abb. 5-1 c, in dem ein, mit einer KS/NW-Grenze umgebenes, Ferritkorn mit nur sehr geringem Wachstum in dem benachbarten Austenit liegt, während daneben ein großes Ferritkorn entsteht. Einige KS- und NW-Grenzen verlieren in den Abbildungen ihre grüne Markierung. Bei genauerer Untersuchung zeigt sich, dass diese Grenzen ihre Orientierung leicht verändern und damit durch Unter- oder Überschreiten der 7° Grenze in den Abbildungen auftauchen bzw. verschwinden. Neben der Phasenumwandlung begradigen sich besonders stark gekrümmten Korngrenzen innerhalb der Phasen. Das Gefüge in Abb. 5-1 d ist bereits nach anschließendem Erhöhen der Temperatur um 10 K (Schritt 4) entstanden. Bis zu diesem Zeitpunkt wuchs der Ferrit noch etwas weiter.

Nach dem Abkühlen auf 862°C in Schritt 3 und Halten bei 870°C in Schritt 4 stellt sich erneut ein stabiles Zweiphasengefüge ein. Im nächsten Versuchsteil (Abb. 5-2) wurde die Temperatur um insgesamt 10 K bis Schritt 6 erhöht. Über die beiden letzten Schritte (7 und 8) war die Temperatur konstant. Diese wurden zur Stabilisierung des Gefüges genutzt. Bis zu Schritt 7 erfolgten die einzelnen Messungen in ähnlichen Zeitabständen. In dieser Abfolge wächst der Austenitanteil durch zwei unterschiedliche Mechanismen. Zum einen geschieht dies durch die Nukleation neuer Bereiche und zum anderen durch das Wachstum bereits vorhandener Körner.

Nukleationen finden hauptsächlich erst in dem zweiten Heizschritt von 5 K statt (Schritt 6, Abb. 5-2 b). Neue Austenitkörner, die sich an Korngrenzen des Ferrits bilden, treten an Tripelpunkten auf und wachsen entlang von Korngrenzen zu länglichen Körnern. An Phasengrenzen finden ebenfalls Nukleationen statt. Dabei handelt es sich nicht um das Wachstum der dort vorhandenen Austenitbereiche, sondern um die Bildung neuer Orientierungen. Dies geschieht an beliebigen Punkten zwischen zwei Körnern, oder an Tripelpunkten beliebiger Zusammensetzung zwischen Ferrit und Austenit. Es ist nicht ersichtlich, ob diese Körner, aus dem Volumen her zur Oberfläche hervortreten, oder nahe der Oberfläche ihren Ursprung

haben. Insgesamt entstehen ca. 35 neue Körner die sowohl an Tripelpunkten im Ferrit oder an Phasengrenzen entstehen. Bei der Nukleation treten neben beliebigen Grenzen auch KS/NW-Grenzen zu einem der Nachbarbereiche auf.

Parallel zur Nukleation wachsen auch vorhandene Austenitbereiche in die Ferritphase hinein. Hierbei sind Unterschiede zwischen Phasengrenzen erkennbar. Die aus dem Abkühlvorgang vorhandenen KS/NW-orientierten Grenzen bleiben dabei vergleichsweise stabil. Während Phasenwachstum an den anders orientierten Körnern leichter erfolgt. Die Ferrit-Austenit-Umwandlung ist nicht reversibel. Das bedeutet, dass der Austenit beim zweiten Heizen nicht wieder entgegen der Richtung wächst, in der die Ferritphase beim vorhergehenden Kühlen ausgebreitet hat. Abb. 5-2 d stellt das finale Gefüge dar, das nach einer erhöhten Haltezeit von 32 min stabil ist. Seine Unterschiede zu Abb. 5-2 c sind nur gering. Abb. 5-2 d dient auch als das Startgefüge für den Abschreckversuch zur Untersuchung der Martensitbildung.

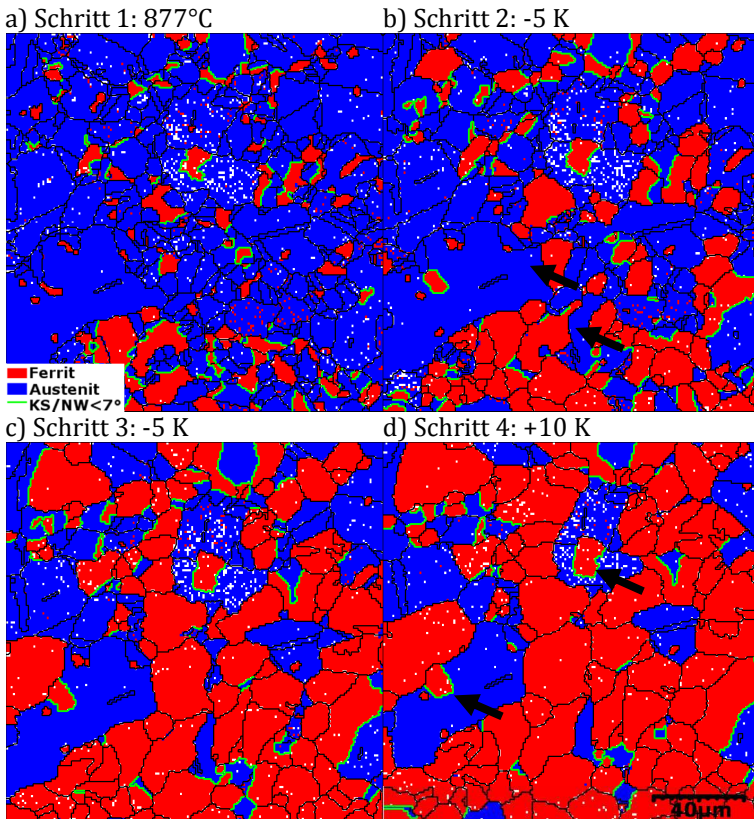


Abb. 5-1: Phasenkarte vom Wachstum von Ferrit in Austenit: a) Anfangszustand bei 877°C, b) Kühlen bis 872°C c) Kühlen bis 863°C und d) Endzustand bei 870°C. Der Ablauf des Versuchs ist in Tab. 5-1 aufgelistet.

Die dazugehörigen Orientierungskarten befinden sich im Anhang (Kap. 9.4).

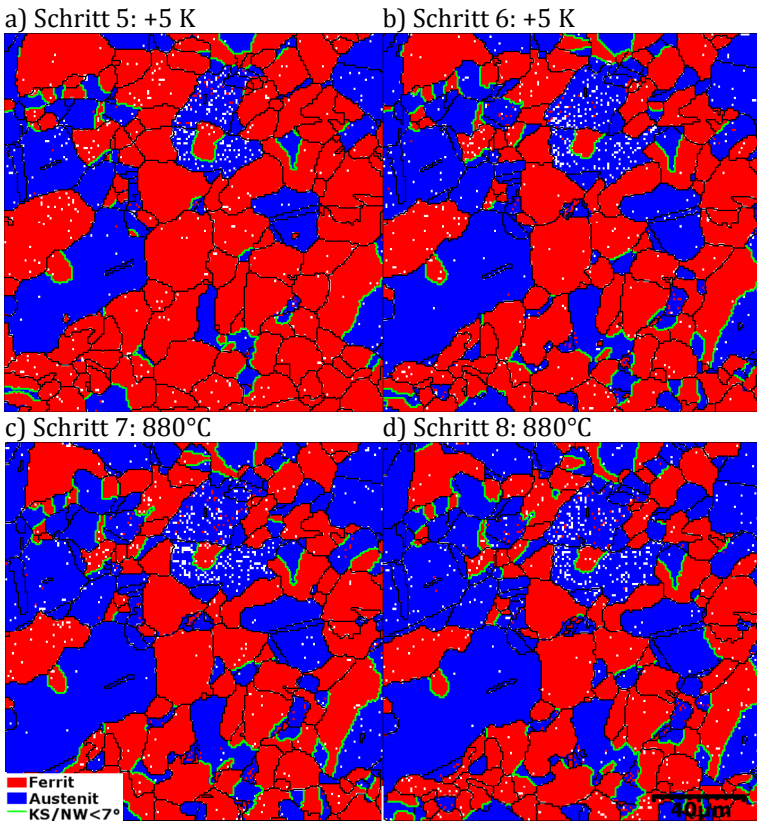


Abb. 5-2: Phasenkarte vom Wachstum von Austenit in Ferrit: a) Heizen bis 875°C, b) Heizen bis 880°C, c) Halten bei 880°C und d) Endzustand bei 880°C. Der Ablauf des Versuchs ist in Tab. 5-1 aufgelistet.

Die dazugehörigen Orientierungskarten befinden sich im Anhang (Kap. 9.4).

5.1.2 Referenzversuch zur Martensitbildung

In mehreren Vorexperimenten zeigte sich, dass die Bildung von Martensit an der Oberfläche schwer zu erreichen ist. In einem Experiment mit hoher Anfangstemperatur und hohen Abschreckraten sollte überprüft werden, ob dies möglich ist.

In dem Versuch wird eine Probe aus dem vollständig austenitischen Zustand von 1080°C abgeschreckt (Abb. 5-3 a). Das Gefüge ist über die gesamte Probenoberfläche hinweg martensitisch. Unterschiede sind nur unterhalb der Klemme, welche die Probe auf dem Heizer fixiert, zu sehen. Hier ist die Topographie deutlicher ausgeprägt. Dies ist durch die vermutlich heißere Probe unterhalb der Klemme zu erklären. Auf der Probe findet man starke Furchen an den vorher gebildeten Austenitkorngrenzen. Diese Furchen an den Korngrenzen bilden sich bei hohen Temperaturen. Die hohen Diffusionsraten und ein Ausgleichen zwischen Oberflächen- und Korngrenzenergie führen zu diesem Phänomen. An manchen Stellen liegen in Abb. 5-3 b keine Lamellen vor. Hier ist zu vermuten, dass die notwendige Abschreckrate nicht erreicht wurde und sich Ferrit displaziv aus der Austenitphase gebildet hat. Alternativ kann eine Martensitlamelle in dem Schliff eine schräge Lage haben, so dass diese größer erscheint. Die für diese Probe abgeschätzte Versetzungsdichte liegt mit Werten zwischen $5 \cdot 10^{13} - 1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ höher als bei einem ausgelagerten Ferrit (Abb. 5-3 c).

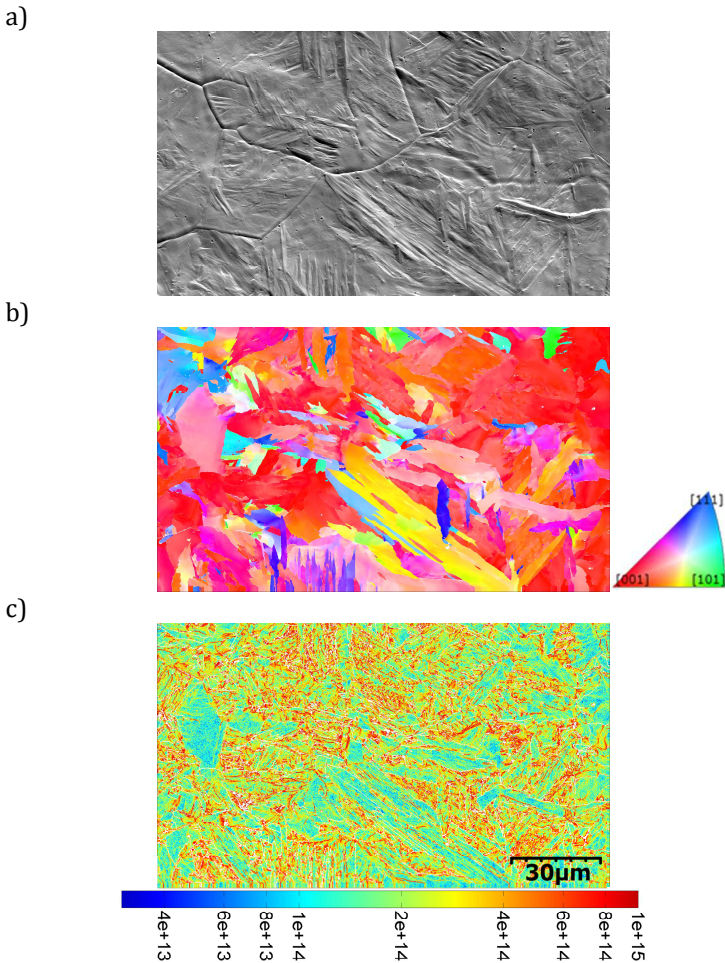


Abb. 5-3: a) Martensitisches Gefüge an der Probenoberfläche nach dem Abschrecken mit Helium im REM von 1080°C auf RT. b) Dazugehörige Orientierungskarte||NR von Martensit an der Probenoberfläche. c) Dazugehörige Karte der Versetzungsdichte [m^{-2}] (berechnet aus der Fehlorientierung).

5.1.3 Bildung von Martensit

Im Anschluss an das in Kap. 5.1.1 erläuterte Wärmebehandlungsexperiment wurde die Probe abgeschreckt, um die Entstehung von Martensit zu untersuchen. Beginnend mit dem Gefüge aus Abb. 5-2 d wird nach einer experimentell bedingten Wartezeit die Probe durch das Einlassen von He-Gas innerhalb von ca. 10s auf RT abgeschreckt (Kap. 3.3). Abb. 5-4 a, b zeigt das Gefüge vor und nach dem Abschrecken. Bei Martensit ist die tetragonale Verzerrung zu gering, um mit EBSD erkannt zu werden. Da deshalb eine Unterscheidung zwischen Ferrit und Martensit nicht möglich ist und es weitere, ähnlich aussehende Gefüge gibt, werden die Bereiche zunächst ohne Nennung ihrer Phase (indiziert als Ferrit) in ihrer Orientierung erfasst. Abb. 5-4 c zeigt die Phasenverteilung bei 880°C vor dem Abschrecken mit Austenit und Ferrit. Nach dem Abschrecken findet man im gleichen Bereich kein Austenit mehr. Abb. 5-4 d enthält die Versetzungsdichte nach dem Abschrecken. Die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen wird aus der Fehlorientierung der EBSD-Messdaten abgeschätzt [118], [119].

In Abb. 5-4 a wurden beispielhaft einige Stellen markiert, in denen sich Austenit (Abb. 5-4 c) befindet, der sich aufgrund des Abschreckens umwandelt. Innerhalb dieser veränderten Gebiete erkennt man in Abb. 5-4 b ein fein unterteiltes Gefüge. Darin und um die Regionen herum (Abb. 5-4 d) liegt eine erhöhte Versetzungsdichte vor. Untersucht man die neuen Orientierungen in Relation zum markierten Austenit, so ist im Kern der Gebiete die KS/NW-Beziehung zum ursprünglichen Austenit erfüllt (Markierungen in Abb. 5-4 b). Als Grenze des mit einer Linie markierten Bereichs wurde eine maximale Fehlorientierung von 7° zu allen KS/NW-Varianten des ursprünglichen Austenits gewählt. Es fällt auf, dass diese Gebiete kleiner als die ursprünglichen Austenitbereiche sind. Dementsprechend könnte ein Großteil des Austenits vor der Umwandlung durch Wachstum des benachbarten Ferrits aufgezehrt worden

sein. Beispiele dafür sind die Regionen 1 und 3, die im späteren Verlauf noch genauer beleuchtet werden.

Ein Problem stellen die Austenitregionen dar, an denen eine KS/NW-Grenze zum benachbarten Ferrit vorliegt. Hier kann schwer unterschieden werden, wie sich der Austenit umgewandelt hat. Folgt die Umwandlung im Austenit entsprechend der KS/NW-Beziehung, so können die umgewandelten Bereiche die Orientierung des benachbarten Ferrits annehmen. In diesem Fall kann nicht unterschieden werden ob der umgewandelte Bereich aus dem Austenit herrührt oder seinen Ursprung im benachbarten Ferrit hat. In beiden Fällen erhält man die KS/NW-Beziehung zwischen der neuen Phase und dem ursprünglichen Austenit. Dies tritt z.B. in den Regionen 2, 4 und 5 auf. Dort ist ein Großteil der Orientierungen innerhalb der umgewandelten Regionen gleich denen der Nachbarkörner und es lag im heißen Zustand eine KS/NW-Grenze zwischen Austenit und Ferrit vor. Beispielfür die anderen wird die Region 2 später genauer untersucht.

Abb. 5-5 a zeigt die mittels Sekundärelektronen (SE) untersuchte Region. Hier kann man die Topographie der umgewandelten Bereiche erkennen. Für eine Abbildung des Orientierungskontrastes mit Rückstreuielektronen war die Verschmutzung der Probe zu hoch. Aus diesem Grund wurde die Probe nachträglich poliert und analysiert. Abb. 5-5 b zeigt das Gefüge im Rückstreuielektronenbild. Innerhalb der umgewandelten Bereiche liegt das Gefüge stellenweise lammellenförmig mit einem hohen Orientierungskontrast vor. Eine erneute EBSD-Messung der polierten Probe unterschied sich nicht signifikant von der Messung der Versetzungsdichte in Abb. 5-4 d. Auf ihre Darstellung wird hier verzichtet.

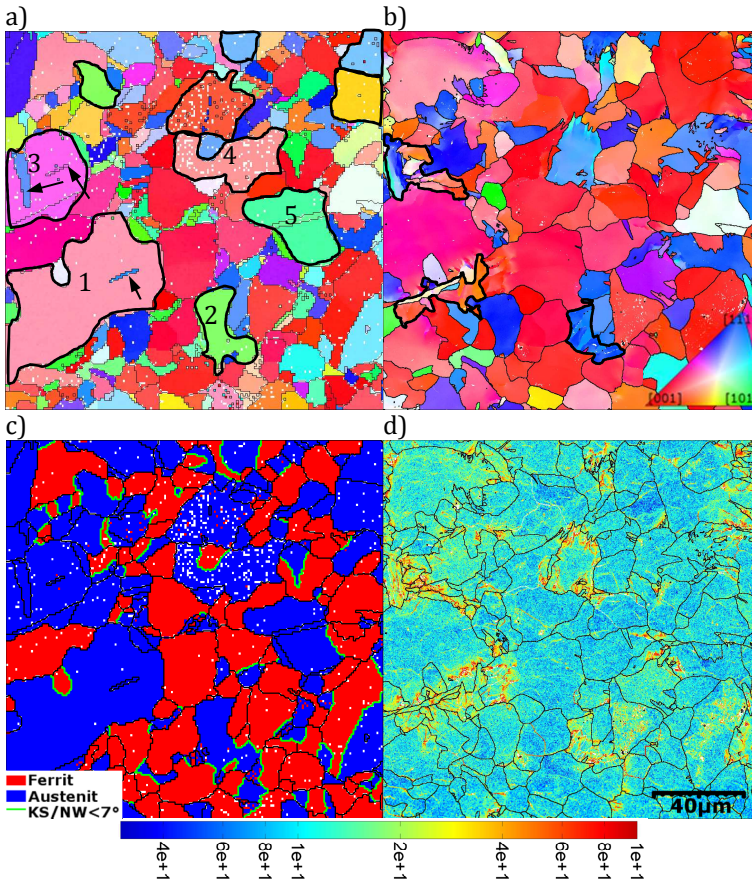


Abb. 5-4: Abschrecken von ferritisch/austenitischem Gefüge bei 880°C auf RT: a), b) Orientierungskarte $\parallel NR$ vor und nach dem Abschrecken. Regionen, die auffällige Umwandlungen von Austenit in Ferrit/Martensit zeigen, sind markiert. Die ausgewählten, schwarz markierten Bereiche in a) haben sich gemäß der KS/NW-Beziehungen umgewandelt. In b) ist das nach KS/NW umgewandelte Gebiet der Region 1, 2 und 3 schwarz markiert. In Region 1 und 3 sind Zwillinge mit Pfeilen markiert. c) Phasenkarte vor dem Abschrecken und d) Versetzungsdichte [m^{-2}] nach dem Abschrecken (berechnet aus der Fehlorientierung). In a) sind Beispiele für umgewandelte Bereiche markiert. Im Text werden die Gebiete 1-3 näher beleuchtet.

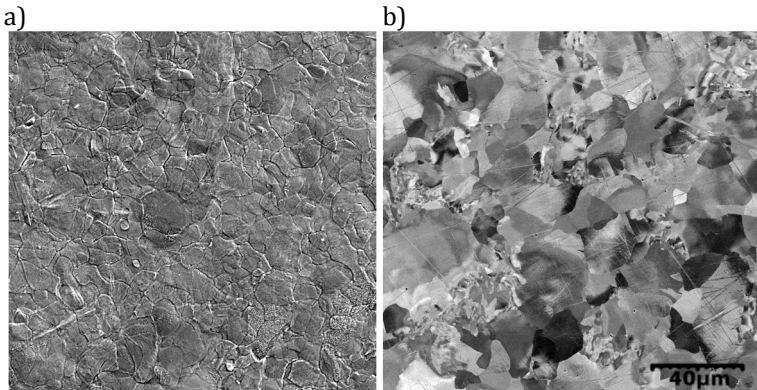


Abb. 5-5: Probenoberfläche nach dem Abschrecken der Probe von 880°C: a) zeigt die Oberfläche nach der Wärmebehandlung mit entstandener Topographie (SE-Detektor), b) zeigt gleichen Ausschnitt der Oberfläche nach kurzem Polieren mit Al_2O_3 (Kratzer sind beim erneuten Polieren entstanden). Das Bild entstand mit dem Rückstreuелеktronendetektor.

Im Folgenden wird der Fokus auf die drei markierten, umgewandelten Regionen gesetzt. Für die Auswertung ist die Orientierung des ursprünglichen Austenits aus dem Heizschritt 8 bekannt (Abb. 5-4 c). Beim Verändern der Temperatur dehnt sich der Heiztisch aus und es kommt zu Veränderungen der Probenorientierung. Um Vergleiche in der Orientierung zwischen den Zuständen heiß und kalt zu machen, müssen die Daten korrigiert werden. Dazu werden in den Datensätzen Ferritkörner, die vor und nach dem Abschrecken keine veränderte Form und eine niedrige Versetzungsdichte aufweisen, ausgewählt und die kompletten Datensätze nun so rotiert, dass diese Ferritkörner die gleiche Orientierung aufweisen.

Abb. 5-6 enthält die umgewandelten Regionen 1-3 jeweils in Form einer Orientierungskarte und einem Bild, das mittels Rückstreuелеktronen aufgenommen wurde. In den Gefügebildern erkennt man stark verformte Bereiche anhand des Orientierungskontrasts. Teilweise ist die Morphologie lamellenartig. Die verworrene Form der Bereiche ähnelt der, der Martensitinseln im Fertigband (Abb. 4-3). Im Unterschied zu jenen sind hier bei höherer Auflösung keine

Zwillinge zu erkennen und die Strukturen sind deutlich größer. Die mittels KS/NW-Beziehung umgewandelten Gebiete verfügen im Mittel über eine Versetzungsdichte von $2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Für eine Untersuchung hinsichtlich Variantenausbildung bezüglich der KS/NW-Beziehung werden Grenzen mit einer maximalen Fehlorientierung von 12° zueinander in den umgewandelten Gebieten eingezeichnet. Diese Grenzen sind an den schwarzen Linien in Abb. 5-6 a, c, e zu erkennen. Die innerhalb der Linien liegenden Gebiete werden in der weiteren Arbeit Pakete genannt.

In Region 1 (Abb. 5-6 a, b) reichen die Bereiche starken Orientierungskontrasts deutlich weiter in benachbarte ferritische Gebiete hinein, als dies der markierte Kernbereich anzeigt. In der rechten Bildhälfte ist dies am stärksten ausgeprägt. Hier nimmt die Versetzungsdichte (Abb. 5-4 d) im benachbarten Ferrit zunächst sogar ab, bevor das Maximum mit $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ einige Mikrometer entfernt zu finden ist. An dieser Stelle liegt ein Gefüge vor, das eine beliebige Orientierung zum ursprünglichen Austenit hat und gleich wie der benachbarte Ferrit orientiert ist. In der Bildmitte ist ein hell violett gefärbtes Ferritkorn zu finden, das in KS/NW-Beziehung zum ursprünglichen Austenit steht. Der mit einem Pfeil markierte, umgewandelte Bereich, steht ebenso in KS/NW-Beziehung mit dem im ursprünglichen Austenit stehenden Zwilling (Abb. 5-4 a). Die Region 1 unterteilt sich vierfach in einzelne Pakete, diese sind mit schwarzen Linien voneinander getrennt markiert. Die Region 2 (Abb. 5-6 c, d) ist vor der Umwandlung mit zwei KS/NW-Grenzen von ihren Ferritnachbarn getrennt. Das umgewandelte Gebiet verfügt über eine sehr geringe Fehlorientierung zu den mit „KS“ gekennzeichneten Nachbarn. Analog dazu haben sich die Regionen 4 und 5 bei ihrer Umwandlung verhalten (Abb. 5-4 a). Die Region 3 (Abb. 5-6 e, f) teilt sich erneut in einzelne Pakete auf, die unregelmäßige Formen aufweisen. Im Zentrum des Bildes liegt ein Bereich mit hohen Kontraständerungen im Rückstreubild vor. Diese starken Veränderungen äußern sich nicht in der Orientierungskarte, sind jedoch in der Karte der Versetzungsdichte (Abb. 5-4 d) oft zu

erkennen. Hier liegen Versetzungsdichten mit $1 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ vor. An der linken Seite der Region liegt erneut ein Zwilling des ursprünglichen Austenits (Abb. 5-4 a). Dieser hat sich ebenfalls über KS/NW-Beziehungen umgewandelt (grüne Orientierung in Abb. 5-6 e).

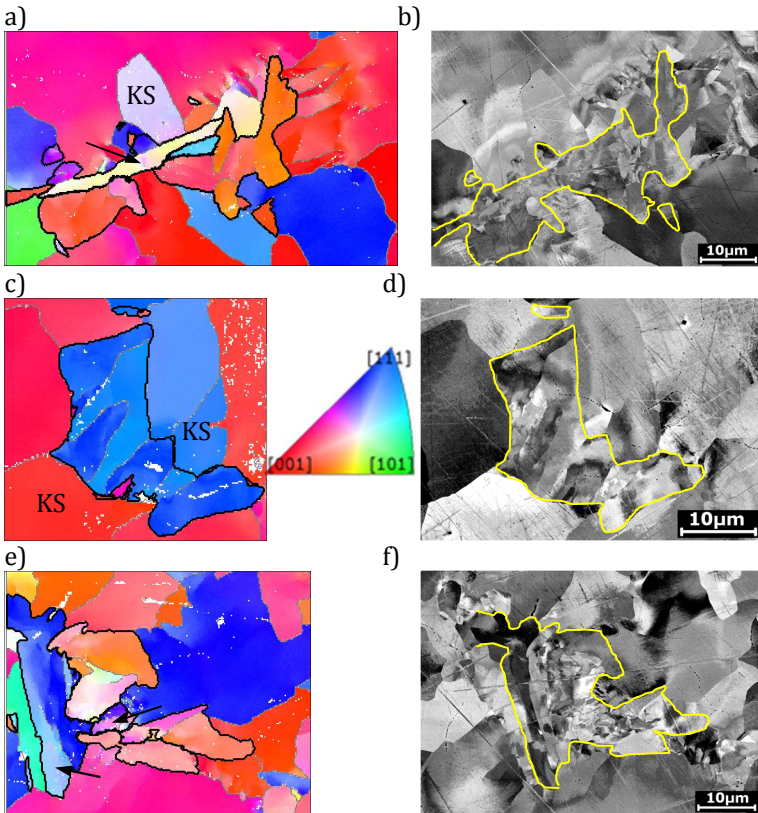


Abb. 5-6: Die Abb. a) c) und e) stellen die Regionen 1, 2 und 3 in Orientierungskarten \parallel zur NR dar. Alle schwarz umrandeten Orientierungen stehen in KS-Beziehung zum ursprünglichen Austenit. Innerhalb eines Pakets sind hier max. 12° Fehlorientierung erlaubt. Um die Daten nicht zu verfälschen, wurden in Region 1 und 2 Körner (KS), die KS-Korngrenzen zum ursprünglichen Austenit haben, für die Berechnung ausgeschnitten. In Region 1 und 3 sind die, in KS-Beziehung zu den Zwillingen (Abb. 5-4 a) des ursprünglichen Austenits stehenden, Regionen mit Pfeilen markiert. Mittels Rückstreuung werden die Regionen in b), d) und f) abgebildet.

Des Weiteren wird die lokale Verteilung von Legierungselementen in den neuen Gefügebestandteilen untersucht (Abb. 5-7). Die Chemische Analyse mittels EDX fand nach der nachträglichen Politur der Oberfläche statt und blendet deshalb die Segregationen an der Oberfläche aus. Es war der Nachweis von Silizium, Mangan, und Chrom möglich. Die Kohlenstoffverteilung konnte nicht aussagekräftig gemessen werden. Die Verteilung der Elemente deutet schemenhaft auf die Phasengrenzen des Gefüges bei hoher Temperatur hin. Silizium sammelte sich bei dieser Temperatur im Ferrit und Mangan wie erwartet im Austenit. Für Chrom ist in Abb. 5-7 c kein klarer Trend zu erkennen.

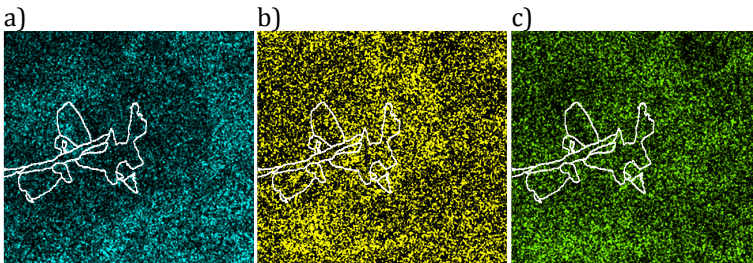


Abb. 5-7: Lokale Konzentrationsverteilung von: a) Si, b) Mn und c) Cr um die Region 1. (Die Werte sind rein qualitativ anzusehen. Hellere Farben stellen größere Konzentration dar.)

Abschließend wurde die Probe zersägt und ein Gefügebild des Querschliffs in der Probenmitte in näherer Umgebung des zuvor analysierten Messbereichs angefertigt. Abb. 5-8 zeigt die Region in drei Varianten. Hier sind die Stellen markiert, an denen der Martensit aus dem Probenkern die Oberfläche durchstößt, die sich durch eine Lage Ferritkörner auszeichnet. An diesen Stellen ändert sich auch die Morphologie des Martensits von einer lamellenartigen Ausprägung in eine eher globulare Form. Das Probeninnere ist bis einschließlich zur anderen Probenseite, mit der der Heizer in Kontakt stand, vollständig martensitisch.

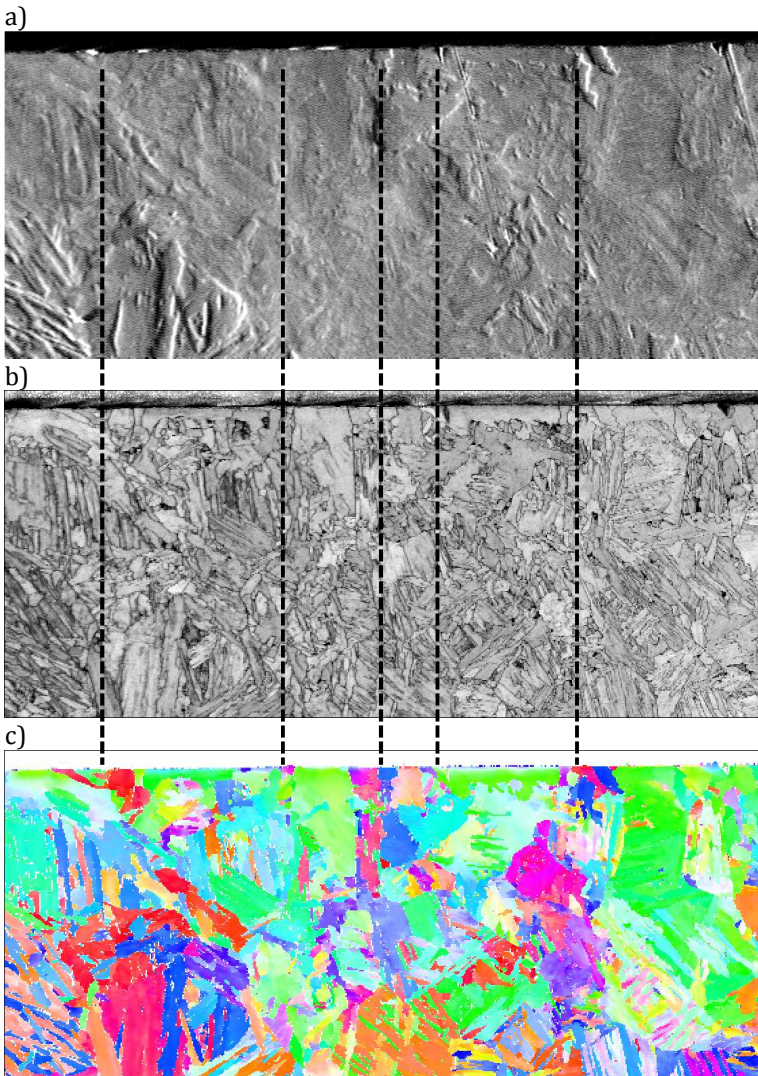


Abb. 5-8: Querschliff der abgeschreckten Probe (die Oberfläche ist oben gezeigt): a) Bild aufgenommen mit den unteren Dioden für Rückstreuelektro- nen am EBSD-Detektor, b) Bandkontrastkarte und c) Orientierungskarte. Die Markierungen zeigen das Durchwandern der Ferritkörner an der Oberfläche durch den Martensit.

5.2 Diskussion

Im Folgenden werden die Ergebnisse aus dem Wärmebehandlungsversuch und dem Abschreckversuch weitergehend analysiert und verglichen. Der Versuch war insofern aufwändig, da sich das vorhandene Material nicht aus dem kaltgewalzten Zustand problemlos wärmebehandeln ließ. Nach langem Halten bei hohen Temperaturen, bildeten sich Segregationen, Karbide und Oxide der Legierungselemente auf der Oberfläche. Dadurch musste die Probe vorab ausgelagert werden, bis sich keine störenden Produkte mehr an der Oberfläche bildeten und diese letztlich mittels Polierens entfernt werden konnten. In Folge war die Probe bereits rekristallisiert und an die Oberfläche gebundene Legierungselemente gingen verloren. Zudem ist bei der langen Wärmebehandlung zu erwarten, dass sich ungewünschte Produkte auch im Material oder an den Phasen- und Korngrenzen bilden. Durch diese Einflüsse laufen die zu beobachtenden Wachstumsprozesse anders als im Stahlwerk ab, da sich Legierungselemente weitestgehend in ihrer präferierten Phase angereichert haben und die aus dem Walzprozess gespeicherte plastische Deformation als Triebkraft fehlt. Dies äußert sich vermutlich durch die lange Zeit bis zur erneuten Stabilisierung des Gefüges. Neben den Legierungseffekten und den thermischen Aspekten sollte auch berücksichtigt werden, dass sich Beobachtungen auf der Probenoberfläche stark von verschiedenen Prozessen im Volumen unterscheiden können. Die dort anliegenden Oberflächenenergien und veränderte Transportpfade durch Oberflächendiffusion sowie der veränderte mechanische Spannungszustand an der Probenoberfläche können sich auf den Prozess der Martensitbildung auswirken. Weitere Probleme technischer Art, die den Versuch beeinflussen, sind die Wärmeverteilung innerhalb der Probe, der Wärmeübertrag von dem Heizer auf die Probe und schließlich die möglichst schnelle Abkühlung der Probe inklusive des Heizers im Vakuum. Es ist daher nicht davon auszugehen, dass die gewonnenen Erkenntnisse direkt auf die Stahlproduktion übertragbar

sind. Trotzdem bietet sich mit dem durchgeführten Versuch die Möglichkeit grundlegende Prozesse der Martensitbildung innerhalb des Gefüges zu untersuchen und zu verstehen. Mit dem hier vorgestellten Versuch ist es zum ersten Mal möglich dieselbe Stelle im Gefüge bei der Umwandlung von Ferrit nach Austenit und weiter in Martensit elektronenmikroskopisch zu beobachten.

5.2.1 Wachstum von Ferrit und Austenit beim Kühlen bzw. Heizen

Mit der Orientierungsmessung wurde das erste Auftreten von Austenit an der Oberfläche detektiert. Durch die Temperaturmessung am Heizer wurde das Ferrit-Austenit-Zweiphasengebiet bei ca. 860°C bis 920°C eingegrenzt. Die Temperaturen des Ferrit-Austenit-Zweiphasengebiets erscheinen für die Kohlenstoffkonzentration des DP600 ungewöhnlich hoch. In einem ähnlichen Versuch von Lischewski [27] zur Austenitbildung auf einem Heiztisch im REM wurden ähnliche Temperaturen beobachtet (880-920°C). Trotz dass dieser Bereich mehrfach im Vakuum gemessen wurde, ist er nicht mit den allgemein bekannten Werten des Zweiphasengebiets vergleichbar (720°C-900°C [124] für 0.065 % C). Auffällig ist der erhöhte Temperaturwert für die Bildung von Austenit. Für eine Erklärung des Zusammenhangs könnte der mittlere Diffusionsweg von Kohlenstoff bei höheren Temperaturen von Bedeutung sein. Für die Berechnung werden in Tab. 5-2 die nötigen Werte dargestellt.

Kohlenstoff in	D_v (800°C)	$x = \sqrt{2 D_v t}$
Ferrit	$\sim 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$	14 μm
Austenit	$\sim 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$	1,4 μm

Tab. 5-2: Diffusionslänge von Kohlenstoff in Stahl für $t=1\text{s}$ [125]

Es zeigt sich, dass Kohlenstoff in Ferrit bei 800°C eine Diffusionslänge von 14 μm hat. Angenommen die Korngröße ist ebenso groß,

so wäre der Kohlenstoff, sofern eine Senke (z.B. ein Austenitkorn) benachbart ist, schnell dorthin diffundiert. Gleichzeitig muss man beachten, dass an Oberflächen zusätzliche Diffusionspfade existieren. Heizt man nun eine Probe des DP600 Kaltbandes in das Zweiphasengebiet, ist allgemein bekannt, dass sich die Kohlenstoffgehalte in den beiden Phasen entlang der Gebietsgrenzen im Phasendiagramm verschieben. Dabei muss Kohlenstoff aus dem ferritisch-perlitischen Volumen in den neuen Austenit diffundieren, um dem Gleichgewicht nachzukommen. Hält man die Temperatur lang genug, so stellt sich ein nach Phasendiagramm üblicher Kohlenstoffgehalt von $<0,022\%$ für den Ferrit ein. Für dieses Experiment kommt ein spezieller Aspekt hinzu: Die Temperatur ist nicht gleichmäßig über die Probe verteilt, denn die Probe wird im Vakuum von unten geheizt (Aufbau in Kap. 3.3 und Simulation in Anhang Kap 9.2). Es stellt sich ein Temperaturgradient ein und je nach Probengeometrie und Ort des Wärmeübertrags kommt es zu Temperaturunterschieden von einigen Kelvin. Dadurch sollte sich zunächst Austenit im Probeninneren bilden und es bleibt Ferrit an der Oberfläche zurück. Diese Schicht hat, wie zuvor beschrieben, zwangsweise einen niedrigen Kohlenstoffgehalt. Betrachtet man den „entkohlten“ Ferrit als lokal unabhängig, muss für diesen eine andere Umwandlungstemperatur gelten. Für das neue Zweiphasengebiet liegt das Temperaturfenster zwischen $\sim 850^\circ\text{C}$ bis $\sim 900^\circ\text{C}$. Addiert man dazu die Strahlungs- und Wärmeleitungsverluste, wären die gemessenen Werte plausibel. Die üblichen Temperaturen, welche man global im Dilatometer misst, haben somit an der Oberfläche im Vakuum keine Gültigkeit. Möchte man dennoch eine gleichmäßige Verteilung von Kohlenstoff in der Probe sowie an der Oberfläche erreichen, müsste die Probe komplett austenitisiert werden, was jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht erwünscht ist.

Bei der Umwandlung des Austenits in Ferrit (Abb. 5-1) handelt es sich um ein Wachstum der Ferritphase in die Austenitphase. Die

existierenden Ferritkörner breiten sich unter den bereits von Lischewski et al. [27] beschriebenen Gesetzmäßigkeiten aus. Diese sagen aus, dass die Mobilität einer Phasengrenze abhängig von ihrer Ausrichtung zur KS-Beziehung steht [27]. Phasengrenzen die eine geringe Fehlorientierung zu dieser haben, verbleiben ortsfest. Der hier und der von Lischewski durchgeführte Versuch unterscheiden sich in dem Punkt, dass hier nicht von einer vollständig austenitisierten Probe ausgegangen wird. Dadurch sind an vielen Orten noch KS- oder NW-Grenzen vorhanden, die sich trotz fallender Temperatur nicht bewegen. Zum Großteil werden sie durch wachsende, benachbarte Ferritkörner, die keine KS- oder NW-Phasengrenze zum Austenit aufweisen, ausgelöscht. Es tritt keine Nukleation von Ferrit auf und kleine Austenitkörner werden durch Wachstum beider Phasen ausgelöscht. Somit findet Kornvergrößerung statt. In weiteren Versuchen und beim Vorabauslagern der Probe wurde dies ebenfalls beobachtet und genutzt, um aus dem Kaltband das gezeigte Gefüge mit größeren Körnern zu erstellen. Durch Lischewski et al. [27] wird der Effekt damit erklärt, dass Ferrit beim Abkühlen eine höhere Wachstumsgeschwindigkeit als Austenit beim Heizen vorweist. Gleichzeitig haben KS-Grenzen eine abschirmende Wirkung, wodurch das Gefüge ungleichmäßig wächst, da es beim Aufeinandertreffen der Orientierungen immer wieder zu Abschirmung durch neu definierte KS-Grenzen kommt.

Das erneute Aufheizen (Abb. 5-2) des Stahls führt zum Kornwachstum sowie zur Nukleation von neuem Austenit. Sofern nicht ein weiteres benachbartes Korn durch Wachstum eine KS/NW-Grenze zwischen zwei Körnern unterschiedlicher Phase auslöscht, sind die existierenden KS/NW-Grenzen erneut stabil in ihrer Lage. Neben dem Phasenwachstum fand Nukleation von Austenit an Phasengrenzen und an Tripelpunkten in der Ferritphase statt. Lischewski et al. [28] wies die Austenitnukleation an Tripelpunkten unter Einhaltung der KS-Beziehung beim Heizen von ferritischem mikrolegierten Stahl nach. Dabei entsteht bevorzugt die Orientierungsvariante, die die KS-Beziehung zu zwei benachbarten Ferritkörnern

näherungsweise einhält. Verwendet wurde bei diesen Messungen eine Abweichung von 15° zur idealen KS-Beziehung [28]. Im Gegensatz dazu weist Furkino et al. [29] auf eine zufällige Orientierung bei der Nukleation von Austenit an Tripelpunkten hin. Die Frage ob der nukleierende Austenit mit dem Ferrit in einer Orientierungsbeziehung steht, ist also nicht vollständig geklärt und wird nun anhand der gemessenen Daten untersucht. Dazu werden die Nukleationsereignisse in den Daten identifiziert und die gewonnenen Daten mit zwei Grenzen für die maximal zulässige Abweichung von der KS/NW-Beziehung analysiert (Tab. 5-3). Es wurden 35 Nukleationen von Austenit in dem in Abb. 5-2 gezeigten Bereich festgestellt. Setzt man die maximale Fehlorientierung über die KS/NW-Grenze auf Werte kleiner 15° , so erfüllen 28 der nukleierten Austenitkörner eine KS/NW Bedingung zu einem oder zwei ferritischen Nachbarn. Verringert man diesen Winkel auf 7° , so erfüllen 13 der 35 Körner diese Beziehung. Mit dem größeren Winkel liegen demnach ein Großteil der Phasengrenzen neuer Körner innerhalb der Bedingung. Das ist zu erwarten, denn mit 15° Fehlorientierung wird bereits ein relativ großer Teil des Orientierungsraums abgedeckt. Es ist daher zu hinterfragen, ob solch großer Winkel für die Identifikation einer bestimmten Orientierungsbeziehung geeignet ist.

	mit beliebig orientierter Phasengrenze	mit Phasengrenze 15° zu KS/NW	mit Phasengrenze 7° zu KS/NW
Nukleation	35	28	13
Nukleation an der Phasengrenze	19	14	5
Nukleation am Tripelpunkt im Ferrit	16	14	8

Tab. 5-3: Anzahl an Austenitnukleationen in Abhängigkeit von der Fehlorientierung der KS/NW-Grenze

Die Statistik erlaubt hier keine eindeutige Korrelation der Nukleationsvorgänge mit der KS/NW-Beziehung. Ein Problem besteht in

diesem Zusammenhang in der nicht vorhandenen Tiefeninformation. Hier kann nicht eindeutig zwischen an der Oberfläche nukleierenden und von unten hervortretenden Körnern unterschieden werden. Die Orientierungen des nukleierten Austenits im vorliegenden Stahl sind jedoch nicht beliebig verteilt, denn sie häufen sich mit einer Abweichung um die KS/NW-Beziehung. Betrachtet man relativ scharfe Winkel $<7^\circ$ so geht aus den Daten hervor, dass die Wahrscheinlichkeit der Nukleation einer KS/NW-Orientierung an Phasengrenzen (5 von 19) geringer ist als an Tripelpunkten im Ferrit (8 von 16).

5.2.2 Martensitbildung

Nach dem Heizen wurde die Probe aus dem Zweiphasengebiet abgeschreckt um die Bildung von Martensit zu untersuchen. Zunächst muss die Frage geklärt werden, ob es sich bei den Beobachtungen um eine martensitische Umwandlung handelt. Die tetragonale Gitterverzerrung von Martensit ist sehr klein und daher ist seine Identifikation über diesen Weg schwierig bis unmöglich. Die Form der Körner, die Rauheit der Oberfläche, die Orientierungsbeziehungen und die Versetzungsdichte geben Anhaltspunkte für Martensit. Weiter helfen die Kenntnis der Zusammensetzung des Stahls und die erreichte Abkühlrate, um auf Martensit zu schließen. Pflichtkriterien sind nach Nishiyama [63] eine diffusionsfreie Umwandlung, Oberflächentopographie und viele Kristalldefekte. Für die Überprüfung der hier verwendeten Abschreckmethode (Kap. 3.3) wurde in einem Vergleichsversuch eine vollständig austenitische Probe abgeschreckt (Abb. 5-3). Es entstand dabei ein lattenförmiges Gefüge an der Oberfläche und die dort vorhandene Rauheit ist groß. Die Versetzungsdichte innerhalb der Latten liegt bei ca. $2 \cdot 10^{14}$ bis $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Damit ist klar, dass es sich um Martensit handelt und der Versuch sich für die Erzeugung von Martensit an der Oberfläche eignet. Beim Abschrecken aus dem Zweiphasengebiet ist also sichergestellt, dass die Abschreckrate (von 880°C auf RT in

10 s) ausreicht, um die Probe martensitisch umzuwandeln. Auch mit zweiphasigen Startgefüge entstanden in den Austenitregionen eine charakteristische Oberflächentopographie (Abb. 5-5 a) und in den Orientierungskarten haben sich viele unterschiedlich orientierte Bereiche gebildet (Abb. 5-4 b, Abb. 5-5 b). Beim Abschrecken von 880°C und im Vergleichsversuch werden ähnlich hohe Werte der Versetzungsdichte in den umgewandelten Regionen erreicht (Abb. 5-4 d). Demnach ist die Größenordnung der Verformungen durch die Umwandlung ähnlich stark ausgeprägt. Zuletzt lässt sich auch die displazive Umwandlung des Austenits nachweisen. In den Regionen 1 bis 3 sind jeweils die KS/NW-Beziehungen zum ursprünglichen Austenit erfüllt (Abb. 5-12). Damit steht mit großer Sicherheit fest, dass es sich bei der gebildeten Phase um Martensit handelt.

Der, in diesem Versuch an der Oberfläche gefundene, Martensit weist eine andere Form auf, als sie sonst in diesem Stahl vorlag. Allgemein entstand im kommerziellen Stahl teilweise verzwillingter Martensit (Abb. 4-3 und Abb. 4-4), während der, im Versuch beobachtete, Martensit keine Zwillinge aufweist (Abb. 5-6, Abb. 5-8). Anstelle der Zwillinge findet sich hier eine hohe Versetzungsdichte. Möglicherweise sind lokale Unterschiede in der Kohlenstoffkonzentration für die zwei verschiedenen Formen verantwortlich (Kap. 5.2.1). Abb. 5-8 zeigt in einem Querschliff, dass sich die Zweiphasenregion innerhalb einer Kornlage an der Oberfläche gebildet hat. Diese Beobachtung bestätigt die Vermutung der zuvor in Kap. 5.2.1 diskutierten Randentkohlung während der Wärmebehandlung. Auch ist die Korngröße des im Versuch erzeugten Martensits im Vergleich zum kommerziellen Stahl deutlich erhöht, diese geht allerdings auf die Wärmebehandlung des Austenits und die damit verbundenen großen Körner zurück.

Eine gängige Methode zur Bestimmung der Orientierung des ursprünglichen Austenits [126], [127] bei abgeschreckten Proben ist

die Berechnung der Fehlorientierungen der benachbarten KS-Varianten innerhalb eines Gebiets. Durch ein Ausschlussverfahren der Varianten kann anschließend die gesuchte Orientierung des ursprünglichen Austenits eingegrenzt werden [126], [127]. An martensitischem Stahl wurden dazu einige Arbeiten über die Einflussfaktoren, wie z.B. der Kohlenstoffgehalt, auf die Variantenwahl beim Abschrecken durchgeführt [65], [69], [71]. In dem hier verwendeten Versuch ist die Orientierung des ursprünglichen Austenits bekannt, wodurch die Analyse der Beziehungen direkt ohne Berechnungen und den schlechten Einfluss von Fehlorientierung in der abgeschreckten Probe durchgeführt werden kann. Obwohl noch zu klären ist (Kap. 5.2.3), welche der beiden Orientierungsbeziehungen für den Umwandlungsprozess relevant ist, wird hier, wie in der Literatur sonst üblich, nur die KS-Orientierungsbeziehung zur Variantenanalyse verwendet. Dieses Verfahren findet in den drei bekannten Regionen (Abb. 5-6) Anwendung. Nach der Analyse findet man Pakete, die sich mit mindestens 12° Fehlorientierung zueinander teilen. In den ermittelten Paketen findet man Blöcke mit den Orientierungen der KS-Varianten. Die Reihenfolge jener Blöcke ist nicht beliebig. Sie sind so angeordnet, dass auch zum benachbarten Block wieder nur eine geringe Fehlorientierung besteht. Diese Anordnung minimiert den Fehlorientierungsgradienten innerhalb eines Pakets. Gemessen wird hier die kleinstmögliche Fehlorientierung, welche zwischen diesen KS-Varianten $10,53^\circ$ beträgt. Theoretisch können so bis zu 8 verschiedene Varianten hintereinander angeordnet sein. Beobachtet wurden hier nur bis zu 5 günstig orientierte Varianten innerhalb eines Pakets. Ein Beispiel für diesen Fall ist die Variantenkombination V1&V4 und V1&V8 mit jeweils $10,53^\circ$ Fehlorientierung zueinander. In einem Paket lagen entweder V1&V4 abwechselnd vor oder es bildet sich z.B. eine Verkettung mit V8, V1, V4 aus. Diese Konstellation wäre eine sog. Einteilung nach den Bain Gruppen [65]. In der Region 1 und 3 (Abb. 5-6) findet man nach diesem Schema vier größere und mehrere kleinere Pakete mit Varianten einer Bain Gruppe. In der

Region 2 wechseln sich dagegen nur zwei Varianten einer Bain Gruppe in einem Paket ab. Die hier beobachtete Auswahl der Martensitvarianten an der Oberfläche des Dualphasenstahls ist vergleichbar mit den bisherigen Beobachtungen an einphasig martensitischen Stahl mit geringem Kohlenstoffgehalt [65], [66], [69], [71].

Vergleicht man die Größe des ursprünglichen Austenits mit der Größe der über KS/NW-Beziehung umgewandelten Regionen, fällt auf, dass die neu gebildeten Regionen kleiner sind. Insbesondere ist dies in Region 1 erkennbar (Abb. 5-4 a, b, c). Dementsprechend hat keine direkte Umwandlung stattgefunden und Ferrit ist zunächst in den Austenit hineingewachsen. Einen starken Hinweis darauf, dass der benachbarte Ferrit in den ursprünglichen Austenit gewachsen ist, liefert die Analyse der Verteilung der Legierungselemente. Abb. 5-7 zeigt, dass sich die Legierungselemente an den alten Phasengrenzen des ursprünglichen Gefüges orientieren. Eine entsprechende Beobachtung zum schnellen Wachstum von umliegendem Ferrit in die Austenitphase beim Abschrecken wurde von Santofirnia et al. [31], [32] veröffentlicht. Der entstandene Ferrit erbt die Konzentrationen der Legierungselemente des Austenits, da deren Diffusion beim Abschrecken nahezu unterbunden ist. Jener Ferrit, welcher nicht über eine Orientierungsbeziehung zum Austenit verfügt, wird „epitaktischer Ferrit“ [31], [32] genannt. Gleichzeitig verschiebt das Wachstum die lokale Kohlenstoffverteilung. Im Austenit bildet sich vor der sich verschiebenden Phasengrenze eine Überhöhung des Kohlenstoffgehalts, wodurch sich die Martensitstarttemperatur an den Grenzen lokal verringert [32] und der Martensit sich primär zentral im Austenit bilden muss [31].

Mittels einer Hochgeschwindigkeitskamera an einem Mikroskop filmten Nambu et al. [72] und ebenso Zhang et al. [73] (*in situ*) die Bildung von Martensit an der Oberfläche während des Abschreckvorgangs. Die Beobachtungen zeigten, dass sich zunächst der ur-

sprüngliche Austenit in einzelne Pakete teilt, bevor sich das Wachstum in den zerteilten Bereichen einzeln fortsetzt. Die schrittweise Zerteilung des ursprünglichen Austenits führt durch Auswahl günstig gelegener Varianten zum internen Dehnungsabbau [72], [73]. In der Teilungsphase entstanden zuerst die KS-Varianten, deren $\{101\}$ Ebene möglichst parallel zur Oberfläche liegen [72]. In diesen Orientierungen ist die Scherkomponente der Gestaltänderung minimal und die Volumenänderung verläuft senkrecht zur Oberfläche [72]. Hierdurch entsteht die übliche Topographie. Im zweiten Schritt nehmen die übrigen Bereiche des zerteilten Restaustenits die KS-Varianten an, die einen Abbau der Scherdehnung in Bezug zu den übrigen Phasengrenzen des Austenits begünstigen [72]. Die gebildeten Varianten zeigen dann weniger Topographie und nehmen eine große Fehlorientierung zwischen $\{101\}$ Ebene und der Oberfläche ein [72]. Abb. 5-9 zeigt die drei umgewandelten Regionen und stellt den Zusammenhang zwischen Topographie und dem Winkel zwischen der Probenoberfläche zur $\{110\}$ Ebene des umgewandelten Gefüges bzw. zur $\{111\}$ Ebene des ursprünglichen Austenits dar. Die stärker topographisch ausgeprägten Bereiche sind qualitativ gesehen Bereiche mit einem kleineren Winkel zwischen den $\{110\}$ Ebenen und der Oberfläche. Betrachtet man die Region 1 (Abb. 5-9 a), so kann der zuvor von Nambu et al. [72] geschilderten Ablauf des im Material ablaufenden Dehnungsausgleichs auf die Region übertragen werden. Zunächst dürfte sich das längliche mittig liegende Martensitpaket der Topographie entsprechend zuerst ausgebildet haben. Im Anschluss bildeten sich die nebenliegenden Bereiche, um dadurch den plastischen Scheranteil parallel zur Oberfläche in den benachbarten Ferrit hinein abzubauen (Abb. 5-9 a). In Region 1 ließe sich so der hohe Versetzungsdichteanteil (Abb. 5-4 d, Abb. 5-6 a) in der direkten Nachbarschaft zum umgewandelten Gebiet und innerhalb des in den ursprünglichen Austenit gewachsenen Ferrits erklären.

In der Region 2 (Abb. 5-9 b) findet man die größte Fehlorientierung der $\{101\}$ zur Oberfläche. Hier lässt sich kaum eine Korrelation der

Rauheit mit den zwei Martensitvarianten erkennen. Es ist zu vermuten, dass direkt der zweite Schritt der Umwandlung eintritt [72], dieser jedoch keine großen Verformungen senkrecht zur Oberfläche mit sich zieht. In Region 3 ist der Orientierungsunterschied bezüglich der $\{101\}$ im gesamten Bereich gleichmäßig stark ausgeprägt (Abb. 5-9 c). Die Verformungen der einzelnen Pakete senkrecht zur Oberfläche sind in fast allen Bereichen sichtbar. Der zweite Schritt der Umwandlung fand hier weniger ausgeprägt statt, da sich die ferritischen Nachbarregionen weniger weit verformten als es vergleichsweise in Region 1 zu erkennen ist.

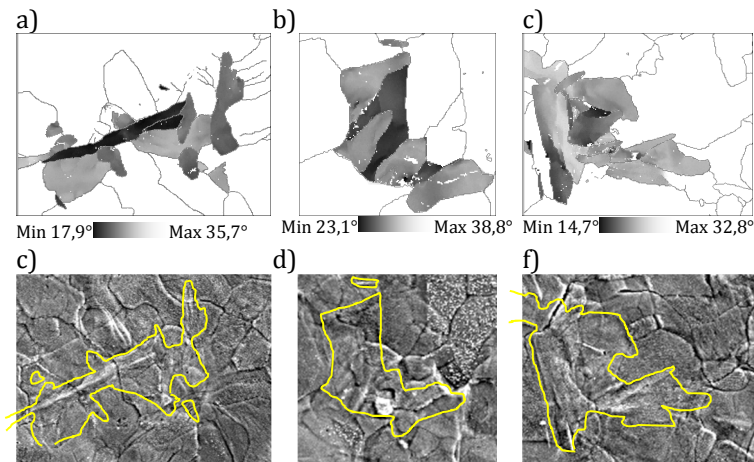


Abb. 5-9: Die Abb. a) b) und c) zeigen die Regionen 1, 2 und 3 in Abhängigkeit der Winkel der Normalen der $\{110\}$ Ebenen relativ zur Probennormalen. In d), e) und f) sind dieselben Regionen mittels SE-Bilder nach dem Abschrecken gezeigt. Dies sind Ausschnitte von Abb. 5-5 a

Einige Aspekte zur Nukleation von Martensit sind bisher nicht geklärt, da diese experimentell schwer zugänglich sind. Eine Herangehensweise, um dennoch Aufschluss über den Ablauf zu bekommen, besteht in der Analyse der Orientierungsbeziehungen im fertigen Material. So nimmt im Dualphasenstahl der Martensit oftmals die Orientierung der Ferritnachbarn an. An diesen Grenzen liegen die dicht gepackten Ebenen des Ferrits parallel zur Habitusebene,

der für die Umwandlung relevanten Ebene des Martensits, vor [128]. Die Habitusebene in Stahl mit geringem Kohlenstoffgehalt liegt nahe der $\{111\}$ vom ursprünglichen Austenit oder der $\{101\}$ vom Martensit [10], [66]. Eine dazu passende Idee für den Ablauf der Nukleation von Martensit ergibt sich in Anlehnung an das von Hutchinson et al. [129] veröffentlichte Modell zur Bildung von Bainit an KS-Phasengrenzen. Laut Cabus et al. [130] findet dieses Modell auch in der Martensitbildung Anwendung. Hierbei bildet sich zuerst beim Abschrecken Ferrit an Austenitkorngrenzen [130]. Dieser Ferrit steht in KS-Beziehung zu einem Austenitnachbarn [130]. Von der KS-Grenze aus bildet sich ab der Martensitstarttemperatur der zum Ferrit gleich orientierte Martensit [130]. In Region 2 liegt jene Orientierungskonstellation vor. Nach dem Abschrecken sind die Orientierung des umgewandelten Gebiets und die des benachbarten Ferrits gleich, wodurch beide in KS-Beziehung zum ursprünglichen Austenit stehen. Innerhalb des umgewandelten Gebiets wird eine hohe Versetzungsdichte erreicht und es besteht eine KS-Variantenpaarung mit $10,53^\circ$ Fehlorientierung zwischen beiden. Dadurch ist sichergestellt, dass es sich nicht um Wachstum des benachbarten Ferrits handelt, sondern das Gefüge als Martensit identifiziert werden kann. Die Besonderheit in Region 2 zeigt sich durch die bereits vor dem Abschrecken existierende KS/NW-Grenze. Diese Grenze könnte der Nukleationsort für Martensit sein, bzw. die gebildete und zum benachbarten Ferrit gleich orientierte Variante bestimmen.

Die Erläuterung der Nukleation in Region 2 kann jedoch nicht auf Region 1 und 3 zutreffen, da hier keine Orientierungsvererbung stattgefunden hat. Experimentell konnte die Nukleation an Kippkorngrenzen oder auch Zwillingsgrenzen nachgewiesen werden [72], [78]. Eine Erklärung dafür liefern Song und De Cooman [75]. Sie identifizierten an kohärenten Grenzen Versetzungen, die dem Modell von Olson und Cohen [74], [76] entsprechend sich aufspalten und einen Keim für Martensit bilden. In den Regionen 1 und 3 findet man Zwillinge im ursprünglichen Austenit (Abb. 5-6 a, e).

Diese Zwillinge stehen ebenfalls in KS/NW-Beziehung zu den direkt benachbarten und durch das Abschrecken entstandenen Martensitpaketen. Sie sind in Abb. 5-6 a, e durch Pfeile markiert. In Kombination mit dem zuvor diskutierten Ablauf der Martensitbildung [72], [73] wäre es durchaus plausibel, wenn in dem hier durchgeführten Versuch die Zwillingsgrenzen als Nukleationsort dienen. An jener Stelle wurde zuvor bereits die erste Martensitbildung vermutet, da hier die Topographie am stärksten ausgeprägt ist.

Vergleicht man einen Zwilling mit einer KS/NW-Grenze, so lassen sich Ähnlichkeiten erkennen. In beiden Fällen wird das Gitter über die Grenze hinweg mit dicht gepackten Ebenen weitergeführt. Im Fall einer Phasengrenze wird das kubisch flächenzentrierte Gitter senkrecht zu $\{111\}$ -Ebenen im kubisch raumzentrierten Gitter mit den nahezu dicht gepackten $\{101\}$ -Ebenen fortgesetzt. Möglicherweise bilden Stapelfehler und/oder Versetzungen an diesen Grenzen die Grundlage für den Nukleationsmechanismus von Martensit [74], [76]. Aufgrund dieser Beobachtung können nicht nur Zwillinge, sondern eben auch KS/NW-Grenzen als Nukleationsort identifiziert werden. Letzteres tritt wegen der Bedeutung der KS/NW-Grenze für die Austenitbildung häufig auf. Bisher war die Orientierung des Austenits im heißen Zustand stets unbekannt, sofern nicht genug KS-Varianten zur Berechnung dieser vorlagen. Insofern bestätigt dieser Versuch zuvor aufgestellte Theorien.

5.2.3 Einfluss des Umwandlungsprozesses auf die KS/NW-Varianten

In dem durchgeführten Versuch wurde ein Gefüge über die Ferrit-Austenit-Umwandlung sowie das korrespondierende Gefüge über die Austenit-Martensit-Umwandlung hinweg verfolgt. Mit den erfassten Daten kann nun untersucht werden welche der beiden Um-

wandlungstheorien für die Umwandlungen relevant ist. Im Folgenden werden die Daten bezüglich KS- und NW-Orientierungsbeziehungen ausgewertet.

Zunächst wird der, in Kap. 5.1.1 beschriebene, Versuch zur Auflösung und Bildung von Austenit untersucht. Der Fokus liegt hierbei nur auf der Auswertung der nahe der KS/NW-Beziehung liegenden Grenzen. Um festzustellen ob die KS- oder eher die NW-Beziehung relevant ist, zeigt Abb. 5-10 die Fehlorientierung über die KS/NW-Grenzen hinweg in einer Polfigur. Abb. 5-10 a stellt alle Phasengrenzen in allen Schritten mit einer maximalen Fehlorientierung von 7° zur idealen KS/NW-Beziehung in einer Häufigkeitsverteilung dar. Analog dazu wird in Abb. 5-10 b eine Abweichung von 15° erlaubt. Es zeigt sich, dass die Häufungspunkte näher zu KS- statt zu NW-Varianten liegen. Mit 15° zeigt sich, dass sich die Orientierungen von beiden Varianten wegorientieren, wodurch die Grenzen stets näher zu KS als zu NW orientiert sind.

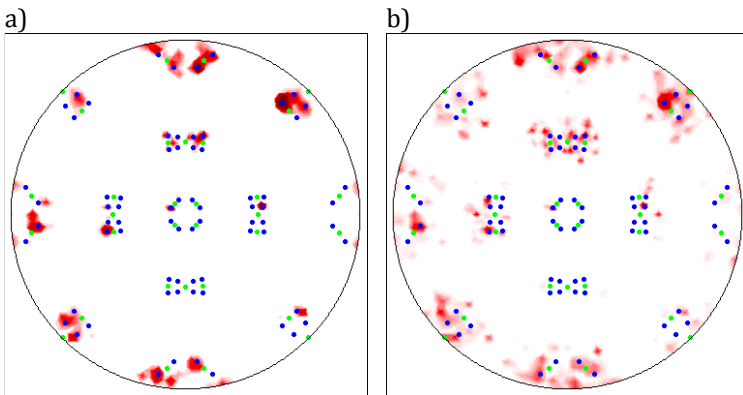


Abb. 5-10: Verteilung der Fehlorientierung über die Phasengrenze aller Schritte mit: Maximal a) 7° und b) 15° Fehlorientierung zur KS/NW-Beziehung. Die Varianten der KS/NW-Beziehungen sind in Blau bzw. in Grün eingezeichnet.

In einem weiteren Schritt werden die beobachteten Grenzen bezüglich ihrer Fehlorientierung zu der idealen Orientierung eingeteilt. Betrachtet werden hier alle beobachteten Grenzen, d.h. sowohl Grenzen von frisch nukleierten, als auch gewachsenen Bereichen. Jede Phasengrenze die unterhalb 7° Fehlorientierung zur KS- oder NW-Orientierung liegt, wird dabei eindeutig einer Gruppe zugeordnet. Abb. 5-11 zeigt die, nach der Gesamtzahl normierte, Einteilung der Grenzen hinsichtlich der KS- und NW-Beziehung für die einzelnen Versuchsschritte. Hierbei werden alle auftretenden KS/NW-Grenzen nach der Fehlorientierung zu der jeweils nächsten idealen KS- und NW-Orientierung sortiert. Hat die Grenze zum Beispiel eine Fehlorientierung von 5° zu KS aber $7,5^\circ$ zu NW, so gehört sie der gelben Gruppe an. Wären beide Winkel größer als 7° , so erfolgt keine Einteilung. Untersucht man die Verteilung der markierten Phasengrenzen in allen Schritten, so fällt auf, dass es sich zu meist um KS-Grenzen mit einer Fehlorientierung zur idealen Orientierung von 3° handelt (blau). In Summe umfassen die KS-Grenzen mit einem Winkel bis 7° (blau und hellblau) sogar zwischen 64 % und 71 % der KS/NW-Grenzen je nach Versuchsschritt. Das bedeutet, dass in allen Schritten zwischen 64% und 71% der Grenzen näher an der KS- als an der NW-Orientierung liegen. Nicht eindeutig zuordnungsbar Grenzen (rot und orange) treten mit 22 % bis 31 %, und NW-Grenzen (grün und hellgrün) mit maximal 14 % auf. Daraus resultiert, dass bei dem vorliegenden Austenit-Ferrit die Fehlorientierung über die Phasengrenze hinweg signifikant näher zu einer KS-Variante ist, als zur benachbarten NW-Variante.

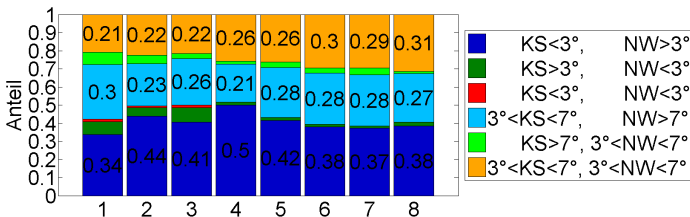


Abb. 5-11: Verteilung von KS- und/oder NW-Korngrenzen in den Versuchsschritten (Einteilung nach der Fehlorientierung der Phasengrenze).

Als nächstes wird das gleiche Verfahren auf die martensitisch umgewandelten Gebiete angewandt. Der jeweils mittige Bereich des Austenits (Abb. 5-4 a) wird näherungsweise mittels der KS/NW-Orientierungsbeziehung in die in Abb. 5-4 b schwarz markierten Bereiche 1, 2 und 3 umgewandelt. Aus diesen Bereichen werden für eine genauere Analyse der Orientierungsbeziehungen Polfiguren erstellt. Diese, dargestellt in Abb. 5-12, zeigen jeweils die gemessene Orientierung des ursprünglichen Austenits bei hoher Temperatur nach Anwendung aller KS-Beziehungen in Blau und die gemessenen Orientierungen des gleichen Bereichs bei RT in Rot. Verglichen werden also die in Abb. 5-4 a dargestellten markierten Bereiche nach Anwendung aller KS-Beziehungen (blau) mit den entsprechenden Bereichen in Abb. 5-4 b (rot). Mit hoher Ortsauflösung findet man diese Bereiche in Abb. 5-6. Die enthaltenen Zwillinge in den Regionen (Abb. 5-4 a) werden von der Auswertung ausgeschlossen.

Auf den ersten Blick liegt die Orientierungsverteilung des Ferrits in den Polfiguren zwischen den möglichen Orientierungen der KS-Beziehung (Abb. 5-12). Was darauf hindeutet, dass die Umwandlung vermehrt über die NW-Beziehung und somit weniger mittels KS-Beziehungen ablief. Eine Statistik der Umwandlung der drei Regionen soll diesen Zusammenhang genauer untersuchen. Diese wird in Abb. 5-13 gezeigt und ist analog zur Abb. 5-11 erstellt. Die Darstellung kann ähnlich betrachtet werden. Mit dem Ergebnis, dass sich die Umwandlung in etwa gleicher Anzahl auf die KS- und NW-Beziehung verteilt. Für eine Fehlorientierung von 3° zur idealen

KS- oder NW-Beziehung werden je nach Region fast die gleiche Anzahl an KS- oder NW-Varianten gebildet (blau, bzw. grün in Abb. 5-13). Die restlichen Phasengrenzen sind mit bis zu 7° Fehlorientierung nicht klar einer Beziehung zuzuordnen (orange).

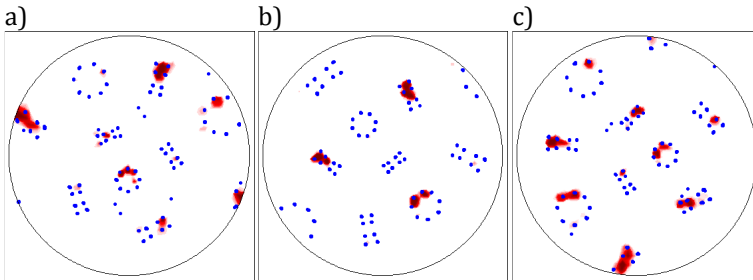


Abb. 5-12: a) b) und c) bilden die $\langle 100 \rangle$ -Polfiguren der Bereiche 1, 2 und 3 in Abb. 5-4 a ab. Hier werden jeweils die möglichen Orientierungen des Austenits, der sich über die KS-Beziehung umgewandelt hat mit den entstandenen Orientierungen des Ferrits verglichen. Die Orientierungen des KS- umgewandelten Austenitkorns sind vollständig dargestellt. Die Ferritorientierungen sind mit ODF Approximation gemittelt. Die Orientierungen, die zur Berechnung genutzt wurden, zeigt Abb. 5-6 a, c und e.

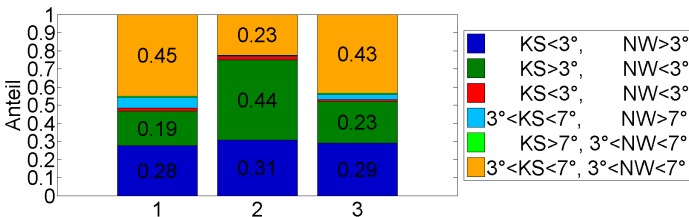


Abb. 5-13: Verteilung von KS- und/oder NW-Umwandlung nach dem Abschrecken (Einteilung nach der Fehlorientierung zum ursprünglichen Austenit).

Die vorausgegangene Analyse dokumentiert, dass bei der Bildung von Austenit eine hohe Streuung der Orientierungen um die KS/NW-Beziehung vorliegt. Die Auswertung zeigt zudem, dass sich Phasengrenzen mit einer Orientierungsbeziehung eher der KS-Beziehung annähern. Das wurde auch schon durch Brückner et al.

[25] für die Austenitbildung nachgewiesen. Im Gegensatz dazu wurde für die Bildung von Martensit ein Auftreten von KS und NW, bzw. eine Streuung zwischen den beiden belegt [62], [66]. Insofern lässt sich die martensitische Umwandlung nicht ausschließlich mit nur einer der bekannten Orientierungsbeziehung beschreiben [70], [131]. In der hier beobachteten Martensitbildung ist keine hohe Streuung der Orientierungen zu erkennen. Vielmehr kann aus den Polfiguren (Abb. 5-12) umso mehr auf eine NW-Beziehung geschlossen werden, die aufgrund hoher Verformung während der Martensitbildung verwaschen wird. Demzufolge definiert sich die Bildung von Martensit, bzw. die displazive Phasenumwandlung im Vergleich zur rekonstruktiven Phasenbildung wesentlich klarer anhand der NW-Beziehung, bzw. entlang der dichtest gepackten Ebenen. In Anlehnung des durch Nishiyama skizzierten Schermodells der KS- und NW-Beziehung [63], bilden in Folge die NW-Beziehung die optimale oder mittlere Konfiguration und KS die äußeren Schranken umgewandelter Orientierungen aus. Die Fehlorientierung zwischen beiden beträgt $5,16^\circ$. Die Austenitbildung scheint dagegen vermehrt wesentlich stärker durch eine Wahl der möglichst nächsten KS-Variante gesteuert zu sein. Durch diese Optimierung ist jedoch eine Streuung wahrscheinlicher und die NW-Beziehung tritt kaum in Erscheinung.

5.3 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wird versucht, die Verständnislücke zwischen den Walzschritten und dem Fertigband zu schließen, um letztlich die Entstehung von Martensit besser zu erfassen. Aus der Literatur wird deutlich, dass es bisher nicht möglich war, die Orientierungsentwicklung während der Wärmebehandlung und dem anschließenden Abschrecken von Stahl im Elektronenmikroskop zu beobachten. Die Schwierigkeit dieses Experiments bestand darin, die

Probe aus dem heißen Zustand im Mikroskop abzuschrecken. Besagter Prozess erfolgte hier unter Einleitung von gasförmigem Helium direkt auf die Probe. Mit dem hierfür entwickelten Experiment gelang es die Orientierungen während der Gefügeumwandlung im heißen und nach dem Abschrecken im kalten Zustand zu korrelieren.

Vor dem Abschrecken der Probe wurde in das Zweiphasengebiet geheizt. In Folge wurde die Probe gekühlt und erneut geheizt, sodass sich Ferrit im Austenit bildete (kühlen), sowie Austenit im Ferrit (heizen). Die Ferritbildung lief dabei stark heterogen ab. Es wuchsen die noch vorhandenen Ferritkörner in Austenitkörner hinein und KS/NW-Grenzen zeigten, wie bereits bekannt, eine nur geringe Mobilität [27]. Der Austenit hingegen breitete sich bei seinem Wachstum über das Kornwachstum und die Nukleation neuer Körner aus. Dabei zeigen die Beobachtungen an der Oberfläche, dass Austenit mit höherer Präferenz an Tripelpunkten von Ferrit als an Phasengrenzen nukleierte und die KS/NW-Beziehung nur in weniger als 50 % der Fälle in Erscheinung tritt.

Nach dieser In-situ-Beobachtung von Austenit und Ferrit wurde die untersuchte Probe abgeschreckt. Anhand der Kriterien, wie starke Oberflächentopographie, hohe Versetzungsdichte und definierte Orientierung zum vorher vorhandenen Austenit, wurde Martensit innerhalb der ferritischen Matrix identifiziert. In den Paketen liegen die Martensitvarianten mit geringer Fehlorientierung zueinander bzw. in Bain-Gruppen [65] vor. Die Gebiete des Martensits erscheinen kleiner als die, des ursprünglichen Austenits, sodass ein vorab beginnendes Wachstum des benachbarten Ferrits wahrscheinlich ist. Die darauffolgende Martensitumwandlung ist, wie aus der Literatur bekannt, abgelaufen. Martensit kann an Korngrenzen des Austenits, an Phasengrenzen und an Zwillingsgrenzen nukleieren [77], [78] und einzelne Varianten zerteilen die ursprünglichen Austenitkörner [43], [72], [73]. Bei der Identifizie-

rung der ersten gebildeten Varianten hilft, dass diese die größte Topographie entwickeln sollen [72]. Ebenso konnte an einzelnen Stellen die Versetzungsdichte, die aufgrund der Anpassungsverformung entstanden ist, gemessen werden. Der entstandene Martensit hat keine Zwillinge, wie es im kommerziellen Stahl teilweise der Fall ist, sondern verfügt nur über eine hohe Versetzungsdichte. Im Querschliff zeigt sich, dass an der Oberfläche der Probe die Form der Pakete ähnlich zum kommerziellen Stahl ist. Im Kern der Probe geht aber das Gefüge in einen Lattenmartensit über, was vermutlich an einem Temperaturabfall und einer geringeren Kohlenstoffkonzentration an der Oberfläche liegt. Diese Effekte entstehen, möglicherweise experimentell bedingt, durch das Heizen im Vakuum.

In dem Versuch wird zudem die Bedeutung von Kudjumov-Sachs (KS) bzw. Nishiyama-Wassermann (NW) Grenzen für die Nukleation von Martensit und die Phasenumwandlung erkennbar. Zum Beispiel liegt eine besondere Konstellation von gebildeten Martensit in einer (von insgesamt drei) untersuchten Region vor. Hier steht der Austenit in einer KS/NW-Orientierungsbeziehung zum benachbarten Ferrit im heißen Zustand. Die gleiche Orientierungsbeziehung gilt nun zwischen diesem Austenit und dem später im kalten Zustand vorliegenden Martensit. Der Martensit sowie der benachbarte Ferrit erhalten dadurch dieselbe Orientierung. Es ist daher zu vermuten, dass spezielle Phasengrenzen eine solche Nukleation von Martensit im Austenit ermöglichen. Die häufig gefundene Gleichheit der Orientierung von nebeneinander liegendem Ferrit und Martensit im kommerziellen Stahl, ließe sich so erklären. Bei Gleichverteilung aller KS/NW-Varianten würde dieses nur in 1/24 der Fälle vorkommen. Ein wichtiger Aspekt in Bezug auf die Gültigkeit von Orientierungsbeziehung bei der Phasenumwandlung lässt sich aus den Messdaten ableiten. Es erscheint, dass keines der Modelle für Orientierungsbeziehungen völlig korrekte Ergebnisse bezüglich der Umwandlungen erzielt. Vielmehr streuen die gemessenen Daten um die idealen Orientierungsbeziehungen.

Je nach Phasenumwandlungsart kann eines der Modelle KS oder NW plausible Ergebnisse vorhersagen. In dem, hier durchgeführten, Experiment sind nun zum ersten Mal alle Orientierungen von Austenit, Ferrit bzw. Martensit bekannt, wodurch die Fehlorientierungen zwischen den gebildeten Phasen gut KS oder NW zugeordnet werden können. Bei der Auswertung der rekonstruktiv ablaufenden Phasenumwandlung von Austenit zu Ferrit und zurück zu Austenit liefen die Prozesse bevorzugt über die KS-Orientierungsbeziehung ab. Wohingegen bei der displaziven martensitischen Umwandlung die NW-Orientierungsbeziehung präferiert wurde.

Im nächsten Kapitel wird die mikromechanische Untersuchung der in diesem Kapitel erzeugten Einzelphasen vorgestellt. Dort werden ferritische und martensitische Mikrosäulen verformt und ihr mechanisches Verhalten untersucht. Neben diesen einphasigen Säulen werden auch zweiphasige Bereiche sowie angelassener Martensit untersucht. Die, aus diesem und dem vorhergehenden Kapitel bekannten, Informationen zu Gefüge und Versetzungsdichten werden im nun folgenden Kapitel für die Interpretation der Daten verwendet.

6 Mechanisches Verhalten

Der Fokus dieses Kapitels liegt auf der Erfassung mechanischer Eigenschaften auf der Mikroskala. Das dazu gewählte experimentelle Verfahren ist der Mikrodruckversuch. Die Fertigung und Belastung der Säulen erfolgte nach dem, in Kap. 3.2.2 und Kap. 3.4 beschriebenen, Verfahren. Fließspannungen werden bei 5 % plastischer Dehnung ermittelt. Neben dem kommerziellen Stahl wurden durch Wärmebehandlung des Kaltbands weitere Gefüge hergestellt, um größere Variationen im Gefüge für die Experimente zur Verfügung zu stellen. In Kapitel 6.1 werden Mikrodruckmessungen an dem im Labor hergestellter Dualphasen- und dem vollständig martensitischer Stahl präsentiert. Danach werden in Kapitel 6.2 vergleichbare mechanische Experimente an den einzelnen Phasen des kommerziellen DP600 vorgestellt.

6.1 Mechanisches Verhalten im Labor hergestellter Stähle

Dieser Abschnitt behandelt die Herstellung von zwei Gefügen durch Wärmebehandlung des Kaltbands (Abb. 4-2) und ihren mechanischen Eigenschaften, welche auf der Mikroskala gemessen werden. Es werden ein Dualphasenstahl und ein einphasig martensitischer Stahl hergestellt. Beide Stähle werden zunächst bei 900°C 10 min lang ausgelagert¹¹. Durch das Auslagern stellen sich bei beiden gleiche Elementkonzentrationen und Korngrößen des ursprünglichen Austenits ein. Die Gefüge der zwei Stähle werden zuerst dargestellt und im Anschluss mechanisch charakterisiert. Zusätzlich wird am martensitischen Stahl die Veränderung der

¹¹ Der dazu verwendete Ofen wurde von Daniel Leisen im Rahmen seiner Doktorarbeit am IAM-WBM am KIT für Hochtemperaturversuche entworfen [132].

Festigkeit und die Entwicklung des Gefüges auf der Mikroskala nach verschiedenen Wärmebehandlungen untersucht. An allen hergestellten Stählen werden die Festigkeiten immer mit dem Mikrodruckversuch von Säulen mit dem Durchmesser von 2 μm bestimmt.

6.1.1 Dualphasenstahl aus dem Labor

Nach dem Auslagern bei 900°C wird durch Abkühlen an der Luft ein Dualphasenstahl hergestellt und im Anschluss mechanisch mittels Mikrodruckversuchen untersucht. Für einen späteren Vergleich mit dem kommerziellen Dualphasenstahl werden hier nur Säulen an die Phasengrenzen zwischen Ferrit und Martensit gesetzt. Durch diese Platzierung wird der Martensitanteil in den Säulen über Positionierung an der Oberfläche grob gesteuert.

Abb. 6-2 a und Abb. 6-3 a zeigen das Gefüge der Probe. Hier liegen Martensitinseln mit einem Durchmesser von ca. 10 μm und größere Körner der ferritischen Matrix vor. Für eine Untersuchung der Martensitinseln und dem darin vorliegenden Gefügetyp wurden Aufnahmen der Inseln mit Rückstreuelektronen angefertigt. In Abb. 6-1 ist eine Martensitinsel dargestellt. In Abb. 6-1 b, c wird diese Insel in zwei unterschiedlichen Vergrößerungen mittels Rückstreuelektronen aufgezeigt. Bei dem abgebildeten Gefüge handelt es sich um eine Mischung von Martensit mit hoher Versetzungsdichte und verzwilligtem Martensit, also einem Zwischenbereich von Latten- und Plattenmartensit. Zusätzlich zu den Aufnahmen wurden Orientierungsmessungen mit EBSD durchgeführt und die Versetzungsdichte aus diesen abgeschätzt (Abb. 6-2 b). In der ferritischen Matrix liegt der Wert zwischen $5 \cdot 10^{13}$ und $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Im Martensit ist die Versetzungsdichte zum Teil größer als $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Eine Analyse der Verteilung von Legierungselementen mittels EDX ergab lediglich Unterschiede für Kohlenstoff zwischen Martensit und Ferrit. Auf die Darstellung wird verzichtet.

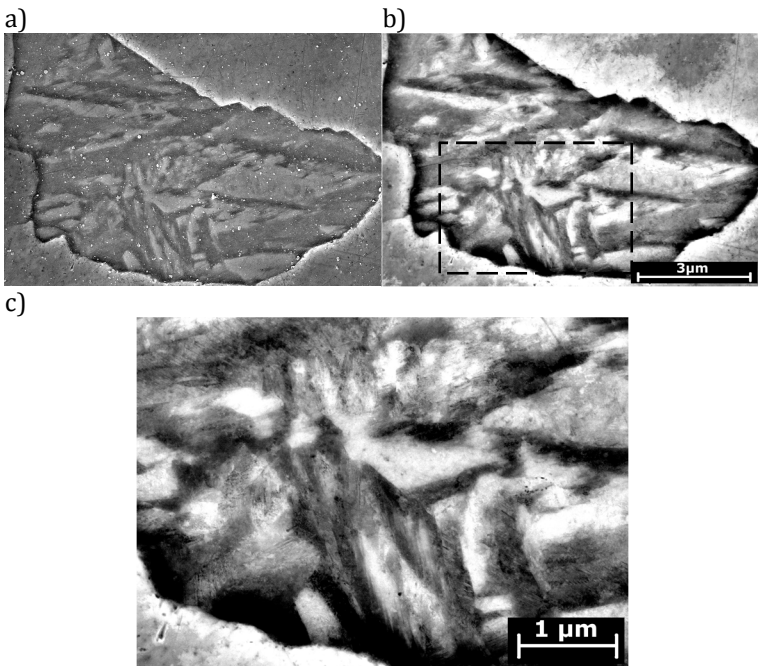


Abb. 6-1: Ferritisch/martensitisches Gefüge des Fertigbandes: Die in a) über SE abgebildete Martensitinsel wird in b) mittels Rückstreuielektronen dargestellt. Hier werden die einzelnen Martensitlamellen/-strukturen durch Orientierungskontrast sichtbar. In c) ist ein Ausschnitt (links unten) von b) gezeigt. Die Martensitlamellen sind stellenweise verzwilligt.

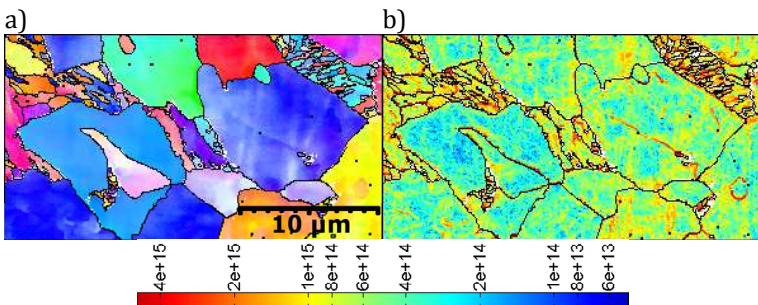


Abb. 6-2: a) Orientierungskarte||NR von, im Labor hergestellten, Dualphasenstahl b) dazugehörige Karte der Versetzungsdichte [m^{-2}] (GND berechnet aus der Fehlorientierung).

Abb. 6-3 b, c zeigt zwei Beispiele von Mikrosäulen vor und nach der Verformung. Die, zur Belastung gehörenden, Spannungs-Dehnungsverläufe befinden sich in Abb. 6-3 d. Die meisten Experimente enden mit einem sog. „Strain-Burst“, weshalb die Gesamtdehnungen meist den erlaubten Wert von 10% Maximaldehnung überschreiten. Der Mittelwert beträgt 952 MPa mit einer Standardabweichung von 446 MPa (Abb. 6-17). Die meisten Spannungs-Dehnungskurven liegen unterhalb des Mittelwerts und nur ein paar Säulen weisen deutlich höhere Fließspannungen auf. Diese beiden Kurventypen werden im Anschluss getrennt untersucht. Der im Labor hergestellte Dualphasenstahl enthält im Vergleich zum kommerziellen Stahl keine partikelartigen Martensiteinschlüsse, sondern lediglich großflächige Martensitinseln (Abb. 6-2). Abb. 6-3 d enthält also nur fast vollständig martensitische und zweiphasige Proben. Aus den REM Aufnahmen lässt sich qualitativ schließen, dass die Säulen mit geringer Festigkeit über mehr Ferrit verfügen. Ihre Festigkeit liegt zwischen 560 MPa und 850 MPa. Die Säulen mit höherer Festigkeit haben einen höheren Anteil an Martensit. Die maximal erreichte Spannung liegt bei 2 GPa. Die Aufteilung in zwei Gruppen ist nicht nur hinsichtlich der Fließspannung sinnvoll. Die vier Säulen mit den höchsten Festigkeiten haben einen ausgeprägten linearen Anstieg bis ca. 1 GPa und verfestigen danach stärker als der Rest. Die Säulen mit niedriger Festigkeit verfestigen von Beginn der Belastung an und erreichen bei 5 % plastischer Dehnung ihre Maximalwerte. Das Abgleiten findet in der Regel etwa mittig innerhalb der Säule statt.

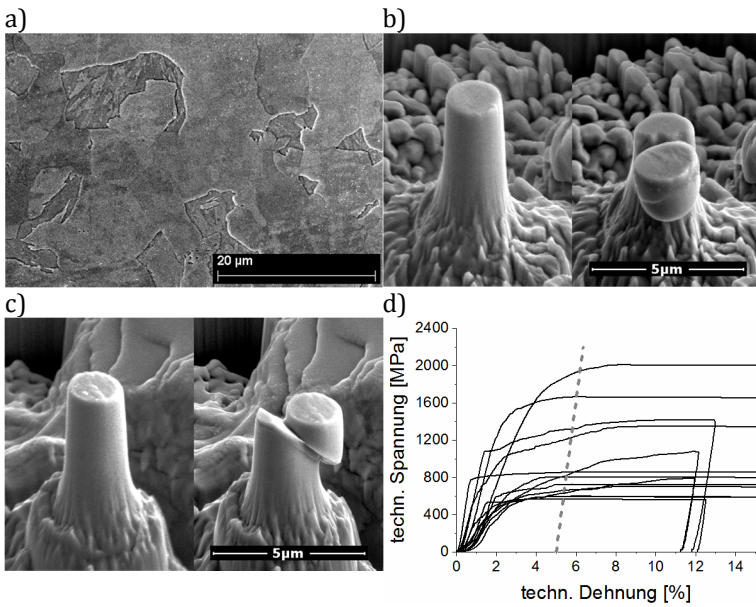


Abb. 6-3: Mikrodruckversuche an, im Labor hergestellten, Dualphasenstahl: a) Gefüge, b), c) Beispielsäulen und d) Belastungskurven von zehn Versuchen an Säulen mit Durchmesser 2 µm

6.1.2 Martensitischer Stahl aus dem Labor

Der martensitische Stahl entstand durch direktes Abschrecken in Wasser nach dem Auslagern bei 900°C. Er enthält keinen Ferrit und ermöglicht die isolierte mechanische Betrachtung des vorliegenden Martensits. Die, für die Festigkeitsbestimmung angefertigten, Säulen wurden an zufälligen Positionen in die Probe geschnitten.

Das Gefüge des Stahls ist in Abb. 6-5 a und Abb. 6-6 a dargestellt. Hier kann man die, untereinander im Winkel stehenden, Martensitlatten einzeln erkennen. Eine detaillierte Aufnahme mit hoher Vergrößerung der Latten zeigt Abb. 6-4. Diese wurde mittels Rückstreuielektronen erstellt und macht über den Orientierungskontrast die Versetzungsstrukturen sichtbar. Innerhalb der Latten sind

keine verzwilligten Bereiche, sondern nur Versetzungsstrukturen erkennbar. Dementsprechend hat dieser Martensit seine Volumenänderung über Scherung abgebaut. Es handelt sich um Lattenmartensit. Mittels EBSD-Messung wurde die Versetzungsdichte innerhalb der Latten abgeschätzt. Die Unterschiede in den Werten liegen zwischen $5 \cdot 10^{14}$ und $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ (Abb. 6-6 a, b). Der Kohlenstoffgehalt sollte sich über den gesamten Martensit angeglichen haben und bei dem gemittelten Wert des Dualphasenstahls liegen (Tab. 4-1).

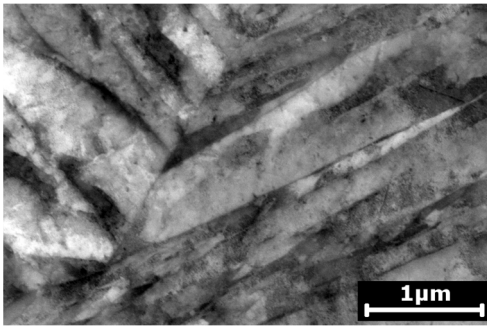


Abb. 6-4: Ausschnitt von Lattenmartensit, der mit einem Rückstreuelektro-nendetektor aufgenommen wurde. Der Orientierungskontrast macht die Versetzungsdichte sichtbar.

Abb. 6-5 b, c enthält Beispiele für die Mikrodruckversuche an Martensit. Die Säulen zeigen Gleitung sowie Verformung an der Basis, Mitte und Spitze. Gleiten die Säulen weniger stark ab, tendieren sie zu einer fassförmigen Morphologie. In Abb. 6-5 b gleitet die Säule auffällig in Abständen auf parallelen Ebenen ab. Die Ergebnisse der Mikrodruckversuche sind in Abb. 6-5 d dargestellt. Die Werte bei 5 % plastischer Dehnung liegen zwischen 1,15 GPa und 2,05 GPa. Der Mittelwert befindet sich bei 1,6 GPa (Abb. 6-8). Der Stahl erreicht sehr hohe Werte, bei nahezu linearem Anstieg und anschließend starker Verfestigung mit geringem Anteil an „Strain Bursts“.

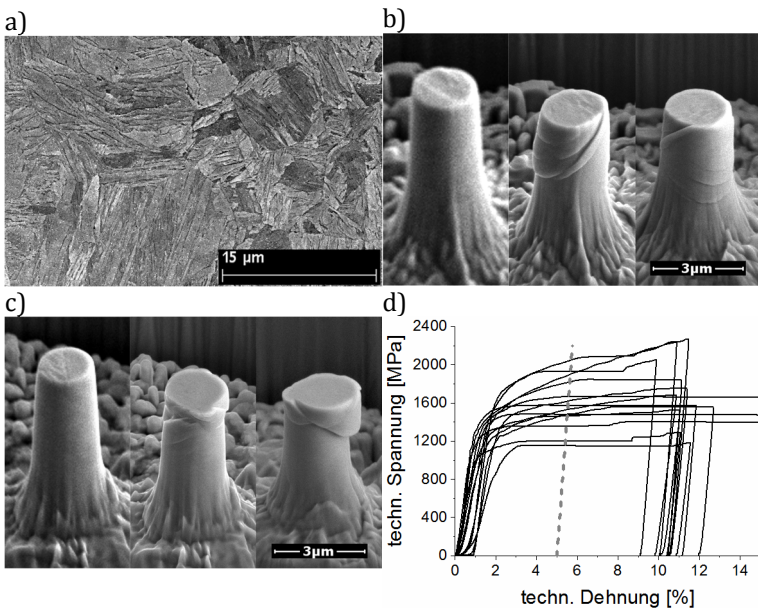


Abb. 6-5: Mikrodruckversuche an, im Labor hergestellten, martensitischen Stahl: a) Gefüge, b), c) Beispielsäulen (vorher, belastet und 90° rotiert) und d) zehn Versuche an Säulen mit Durchmesser 2 µm

6.1.3 Auslagern von Martensit

Der, in Kap. 6.1.2 vorgestellte, martensitische Stahl wird im Folgenden einer Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen unterzogen. Damit die Oberflächen nicht kontaminieren, wird die Wärmebehandlung im REM mit dem, in Kap. 3.3 vorgestellten, Heitzisch durchgeführt. Die Säulenpräparation erfolgte immer im Anschluss an die Auslagerung an zufälligen Positionen. Nach jedem Heizschritt wurden zehn Mikrodruckversuche durchgeführt.

Die Proben werden auf 420°C, 500°C und 600°C erwärmt und bei Erreichen der Temperatur 10 min gehalten, bevor sie langsam im Vakuum abkühlen. Die letzte Probe wird ab 550°C langsam bis 745°C erhitzt und dann ca. 0,5 h bei der Temperatur gehalten, um

den Punkt der Zersetzung des Gefüges zu ermitteln. Doch selbst bei der höheren Temperatur und längeren Haltezeit des letzten Versuchs kann auf der Oberfläche kaum eine Veränderung durch Kornwachstum oder Phasenumwandlung beobachtet werden. Demnach ist eine genauere Untersuchung mittels EBSD notwendig, um mögliche Orientierungsänderungen zu quantifizieren. Dazu wird an jeder Probe eine EBSD-Messung eines gleich großen Ausschnitts angefertigt (Abb. 6-6 a, c, e). Anhand der Fehlorientierungen wurde die Versetzungsdichte bestimmt (Abb. 6-6 b, d, f). Die Gefügebilder in Abb. 6-6 a, c, e zeigen, dass sich die Versetzungsdichte lokal an einigen Stellen bis 600°C abbaut. Dieser Prozess findet nur innerhalb der vorhandenen Grenzen statt. Generell bleibt die Struktur der Lamellen erhalten. Dementsprechend kann man von RT bis 600°C nur von einer gleichmäßigen Erholung sprechen. Bei 745°C beginnt erstmals Kornwachstum und es bilden sich versetzungsfreie Ferritkörner.

Die Verteilung der Versetzungsdichte der einzelnen Karten zeigt Abb. 6-7. Die Maxima der Histogramme nehmen ab 500°C sichtbar mit der Temperatur ab. Die Experimente bei geringerer Temperatur liegen annähernd aufeinander. Ab 600°C zeichnet sich die erste Veränderung im Kurvenverlauf ab, die Kurve verschiebt sich vollständig zu kleineren Werten. Bei 745°C ist in dem Bereich $7 \cdot 10^{13}$ bis $4 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ der Abbau an Versetzungsdichte deutlich erkennbar.

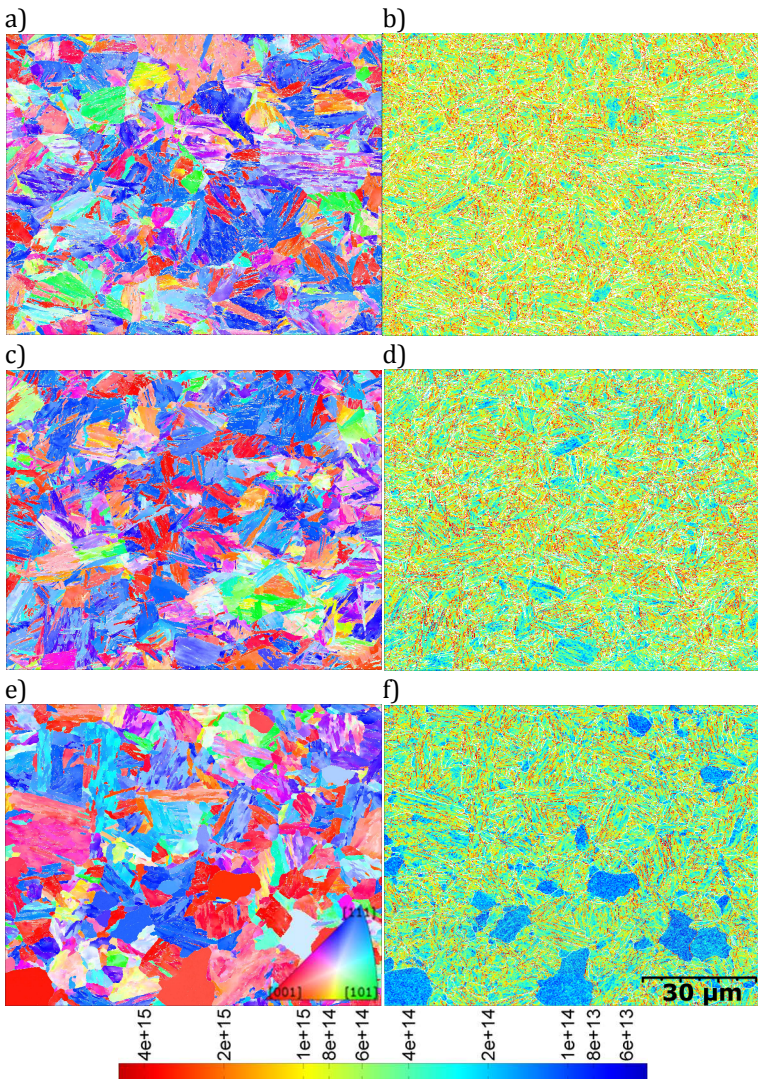


Abb. 6-6: a), c), e) Orientierungen $\|NR$ von ausgelagertem Martensit bei: RT, 600°C und 745°C. b), d), f) Versetzungsdichte [m^{-2}] (GND berechnet aus der Fehlorientierung von a), c), e)).

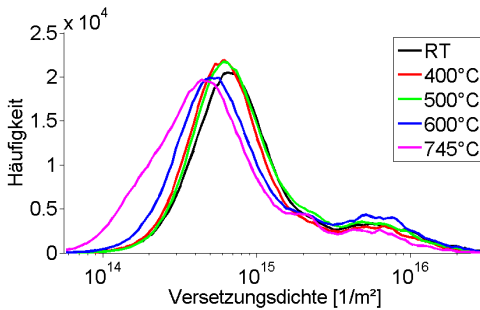


Abb. 6-7: Verteilung der Versetzungsdichte von ausgelagertem Martensit

Im Anschluss an die Wärmebehandlung werden je zehn Säulen mit einem Durchmesser von 2 μm in die Probenoberfläche geschnitten und mechanischen Tests unterzogen. Die Spannungs-Dehnungsverläufe der Versuche befinden sich in Abb. 6-8 a-e. Dabei ist zu erkennen, dass sich die Spannungs-Dehnungsverläufe bis 600°C kaum unterscheiden. Bei allen liegt eine sehr ähnliche, anfänglich lineare Belastungsphase vor, die in unterschiedlich stark ausgeprägte Verfestigung übergeht. Jedoch nimmt der Grad der Verfestigung mit steigender Temperatur ab, d.h. die einzelnen Kurven liegen zunehmend übereinander. Erst bei dem Heizen bis 745°C stellt sich ein anderer Verlauf der Kurve ein. Hier verfestigt das Material kontinuierlich von Anfang an und der erwähnte lineare Bereich verschwindet. Eine statistische Auswertung der Festigkeitswerte bei 5 % plastischer Dehnung zeigt Abb. 6-8 f. Die minimale Festigkeit bleibt über die Proben bis 600°C konstant erhalten. Die maximalen Werte sinken mit der Temperatur ab. Die Standardabweichung ist bis 420°C ähnlich groß und halbiert sich bei höheren Temperaturen. Die Mittelwerte der Festigkeit nehmen bis 745°C stetig ab. Der höhere Mittelwert bei 600°C entspricht nicht dem Trend und ist möglicherweise der geringen Anzahl an Experimenten (10 Stück) bzw. Ungenauigkeiten in der Wärmebehandlung geschuldet.

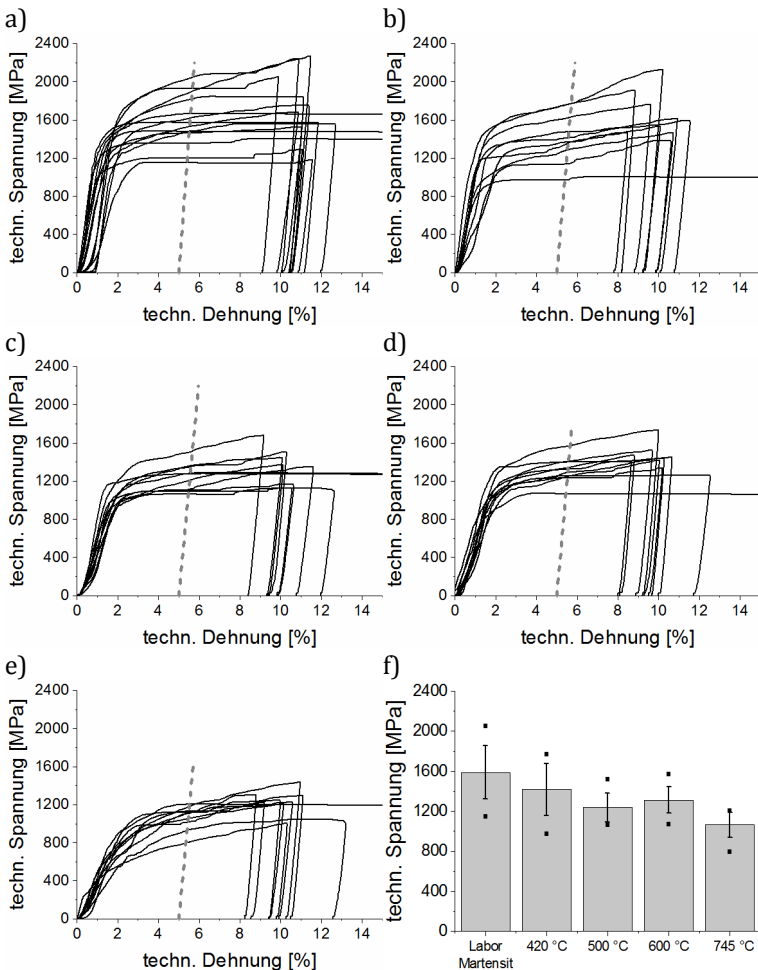


Abb. 6-8: Das Bild zeigt Mikrodruckversuche an, im Labor hergestellten, martensitischen Stahl. a) zeigt Urzustand bei RT. Die Proben wurden im REM mit einer Haltezeit nach dem Hochheizen von 10 min ausgelagert bei: b) 420°C, c) 500°C, d) 600°C und e) bei 745°C. f) Mittelwerte der einzelnen Experimente von Martensit bei 5 % plastischer Dehnung aus a)-e). Die Markierungen zeigen das Minimum, Maximum und die Standardabweichung an.

6.2 Mechanisches Verhalten von DP600

Im Rahmen der Arbeit von S. Schreijäg [8], [45] wurde an niedriglegiertem, ferritischen DC04 Tiefziehstahl die Festigkeit des Ferrits bestimmt. Die Experimente erfolgten an kaltgewalztem und an ausgelagertem Material. Hierbei wurden verschieden große Proben gemessen und die Festigkeitssteigerung in Abhängigkeit von Orientierung und Größe mit Reineisen verglichen. Analog dazu soll in dieser Arbeit die ferritische Matrix des DP600 Fertigbandes untersucht werden und in Bezug zu der vorausgegangenen Arbeit gesetzt werden. Die Experimente am Kaltband werden nicht wiederholt, da keine Unterschiede bezüglich der Ergebnisse aus der Arbeit von S. Schreijäg und den ferritischen Bereichen des DP600 Kaltbandes zu erwarten sind. Im Anschluss werden Säulen präpariert, die Martensit mit verschiedenen großen Anteilen enthalten. Hiermit wird der Dualphasenstahl untersucht, indem der Einfluss von Martensit auf die Festigkeit von zweiphasigen Säulen mit unterschiedlichen Volumenanteilen bestimmt wird.

6.2.1 Ferritische Matrix

Zunächst wird die ferritische Matrix untersucht. In den Abb. 6-9, Abb. 6-10 und Abb. 6-11 finden sich Beispiele von Säulen mit den Durchmessern $2\ \mu\text{m}$, $1\ \mu\text{m}$ und $0,5\ \mu\text{m}$. Die Säulen wurden stets in möglichst große Körner geschnitten, welche zumindest an der Oberfläche keine Ausscheidungen oder Martensitpartikel vorwiesen. Aufgrund des mittleren Korndurchmessers von ca. $7\ \mu\text{m}$ in der Matrix können nur Säulen mit einer Größe von bis zu $2\ \mu\text{m}$ einkristallin gefertigt werden. Anhand von EBSD Messungen wurden große Körner ausgesucht. Die Orientierungen wurden so gewählt, dass später verschiedene Orientierungen entlang der Säulenachse vorlagen. Stellte sich heraus, dass eine Säule im unteren Teil eine Korngrenze oder Zweitphase enthält, so wurde sie verworfen. Weiter wurden Säulen mit zu großen FIB induzierten Ablagerungen

(Redeposition) in näherer Umgebung und falschem Höhe/Durchmesser-Verhältnis aussortiert. Folglich fehlen viele der $\langle 101 \rangle$ orientierten Säulen, da deren Präparation besonders schwierig war.

Die Säulen der ferritischen Matrix mit verschiedenen Größen befinden sich in Abb. 6-9, Abb. 6-10 und Abb. 6-11. Es werden jeweils typische Beispiele mit verschiedenen Orientierungen und Deformationsmorphologien gezeigt. In allen Abbildungen befindet sich jeweils eine durch Einfachgleiten, eine durch zwei parallele oder sich kreuzende Gleitebenen (Zweifachgleiten) sowie eine durch Mehrfachgleiten deformierte Säule der selben Größe. Es fällt auf, dass sich Einfachgleiten und Zweifachgleiten nicht einer speziellen Orientierung zuordnen lassen. Bei $\langle 111 \rangle$ ||NR ausgerichteten Säulen tritt meist Mehrfachgleiten auf.

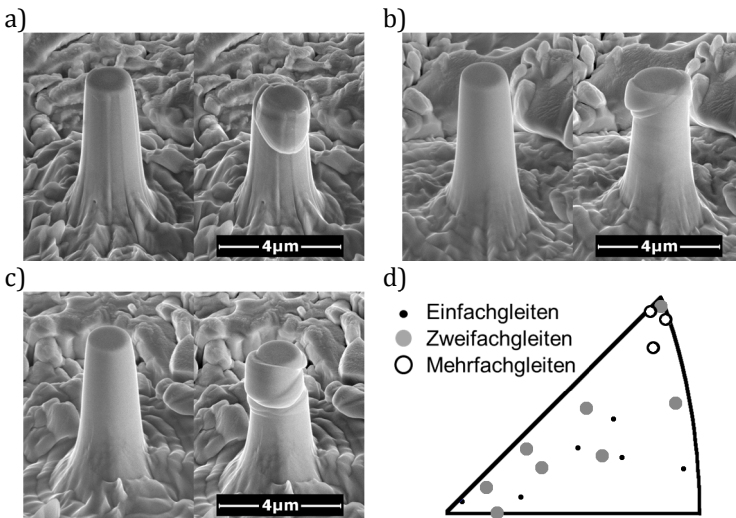


Abb. 6-9: Beispiele für unbelastete und belastete Säulen mit einem Durchmesser von $2 \mu\text{m}$: a) Einfachgleiten \approx ||[123], b) Zweifachgleiten \approx ||[123], c) Mehrfachgleiten \approx ||[111]

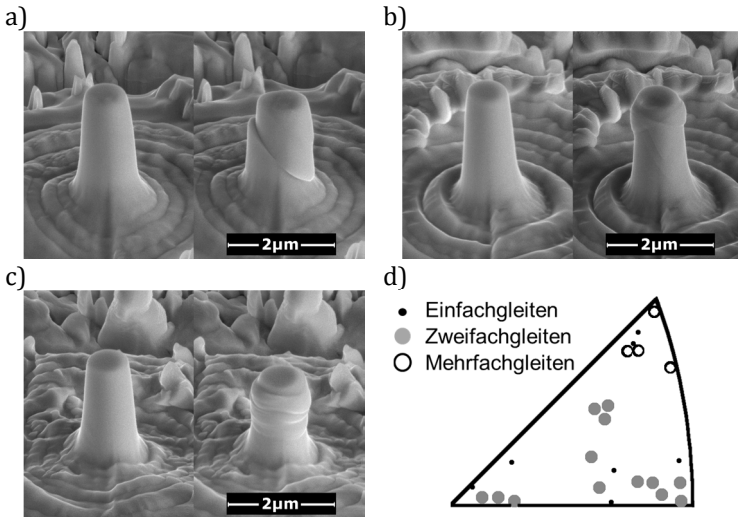


Abb. 6-10: Beispiele für unbelastete und belastete Säulen mit einem Durchmesser von 1 μm: a) Einfachgleiten \approx \parallel [101], b) Zweifachgleiten \approx \parallel [123], c) Mehrfachgleiten \approx \parallel [111]

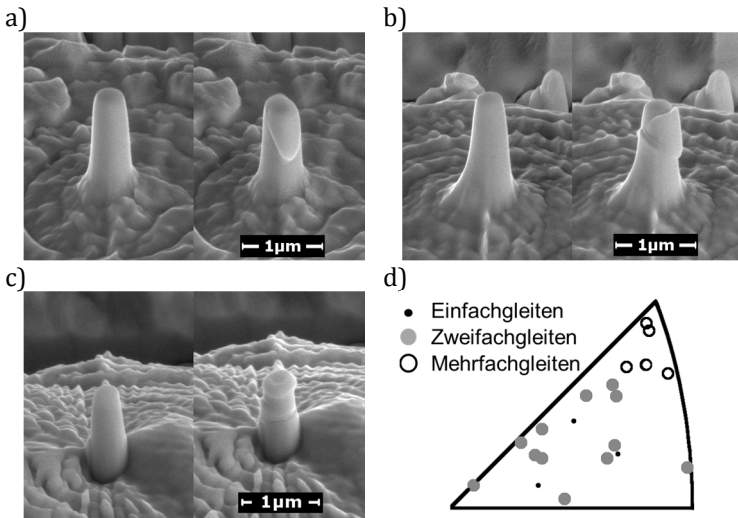


Abb. 6-11: Beispiele für unbelastete und belastete Säulen mit einem Durchmesser von 0,5 μm: a) Einfachgleiten \approx \parallel [123], b) Zweifachgleiten \approx \parallel [001], c) Mehrfachgleiten \approx \parallel [111]

Die meisten Säulen deformieren bevorzugt an der Säulenspitze, wohingegen kleinere Säulen gelegentlich auch mittig in der Säule abgleiten. An der Basis konnte Gleitung nicht beobachtet werden.

Anhand der Kraft-Weg-Messungen des Nanoindenters und den mittels REM vermessenen Säulen wurden die Spannungs-Dehnungsverläufe berechnet. Die Ergebnisse aller Säulen der ferritischen Matrix sind in Abb. 6-12 dargestellt. Die Kurven sind nach den Kristallrichtungen mit der geringsten Fehlorientierung zur Säulenachse bzw. Probennormalen eingefärbt. Demnach sind Winkel von 18° möglich, bevor eine $[001]$ Säule einem $[123]$ orientierten Typ zugeordnet wird.

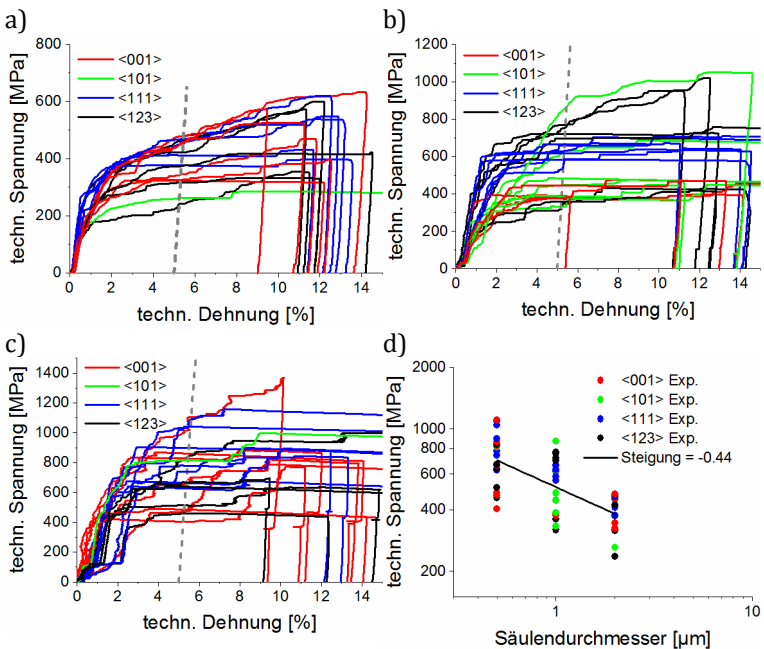


Abb. 6-12: Mikrodruckversuche von a) 2 μm , b) 1 μm und c) 0.5 μm . d) fasst alle Experimente bei 5 % plastischer Dehnung zusammen (dieser Wert wird in a)-c) durch eine zu 5 % plastischer Dehnung verschobenen Entlastungskurve dargestellt)

Die Druckversuche der Säulen mit 2 μm Durchmesser (Abb. 6-12 a) sind gekennzeichnet durch einen anfänglich linearen Verlauf der Kurve, bis plastische Verformung mit anschließender Verfestigung bei ca. 180 bis 260 MPa verstärkt einsetzt. Die Festigkeit liegt bei 5 % plastischer Dehnung zwischen 236 und 479 MPa. Die meisten Säulen verformen mit gleichmäßiger Verfestigung. Es sind kaum „Strain-Bursts“ vorzufinden. Säulen mit 1 μm Durchmesser (Abb. 6-12 b) verfestigen ab 150 bis 600 MPa und erreichen Festigkeiten bei 5% plastischer Dehnung von 319 bis 868 MPa. Die Kurvenverläufe der Proben mit einem Durchmesser von 2 und 1 μm sammeln sich innerhalb zwei verschiedenen hohen Festigkeitsbereichen an, die bis auf den $\langle 111 \rangle$ Typ nicht von der Orientierung abhängen. Die blau markierten $\langle 111 \rangle$ Kurven liegen für alle Größen im oberen Bereich der Schwankungsbreite der Experimente. Eine weitere Steigerung der Festigkeit ist bei Säulen mit 0,5 μm Durchmesser zu erkennen (Abb. 6-12 c). Hier sind die aufgezeichneten Kurven deutlich sprunghafter und rauer im Vergleich zu den größeren Säulen. Viele der Versuche enden mit einem „Strain-Burst“. Die Verfestigung startet direkt von Beginn an und erreicht bei 5% plastischer Dehnung Werte von 403 bis 1106 MPa. In Abb. 6-12 d sind alle Versuche mit doppelt logarithmisch skalierten Achsen aufgetragen. Der Exponent der genäherten Geraden liegt bei -0,44.

Die Abb. 6-13 zeigt Mittelwerte der Festigkeiten. Hier wird ausschließlich der Mittelwert betreffend der verschiedenen Orientierungen berechnet. Jeder Datenpunkt enthält minimal 5 Versuche. Es ist zu beobachten, dass im Mittel die $\langle 111 \rangle$ orientierten Säulen die höchsten Festigkeitswerte erreichen. Die anderen Orientierungen weisen niedrigere Fließspannungen auf. Diese Orientierungen unterliegen Schwankungen und ein Vergleich unter ihnen ist mit Vorsicht zu betrachten. Für Säulen mit 1 μm Durchmesser sind $\langle 123 \rangle$ orientierte Säulen ähnlich fest, wie die $\langle 111 \rangle$ orientierten Varianten. Bei 1 μm Säulen erzielen $\langle 001 \rangle$ Säulen nur die gleiche Fließspannung wie die größeren Varianten mit 2 μm Durchmesser.

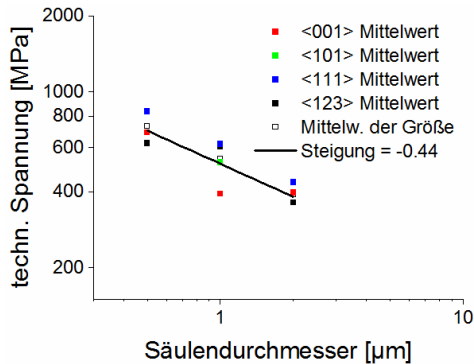


Abb. 6-13: Mittelwerte der einzelnen Experimente sortiert nach den jeweiligen Orientierungen der Säulenachsen aus Abb. 6-12.

6.2.2 Zweiphasige Säulen

Für die Untersuchung des Einflusses der Martensitphase auf das mechanische Verhalten wurden weitere Säulen angefertigt. Diese haben stets einen Durchmesser von 2 µm. Kleinere Säulen wurden nicht angefertigt, um die Festigkeiten nicht durch Größeneffekte oder hohen Streuungen zu beeinflussen [85]. Da in dem kommerziellen DP600 die Martensitgebiete nicht ausreichend groß für eine Säule mit 2 µm Durchmesser und 6 µm Höhe waren, werden hier nur zweiphasigen Säulen behandelt. Die Präparation erfolgte unabhängig von der Orientierung der enthaltenen Phasenanteile, da deren Orientierung schwierig zu messen war (Kap. 4.3, Abb. 4-12). Zudem lässt sich nicht ausschließen, dass weitere Anteile von Karbiden oder Restaustenit sich in den Säulen befinden. Beim Schneiden mit dem Ionenstrahl lässt es sich nicht vermeiden, dass das, durch orientierungsabhängige Präparation entstandene, Relief der Phasengrenzen zu einem sog. „Curtening“ Effekt an der Säulenflanke führt.

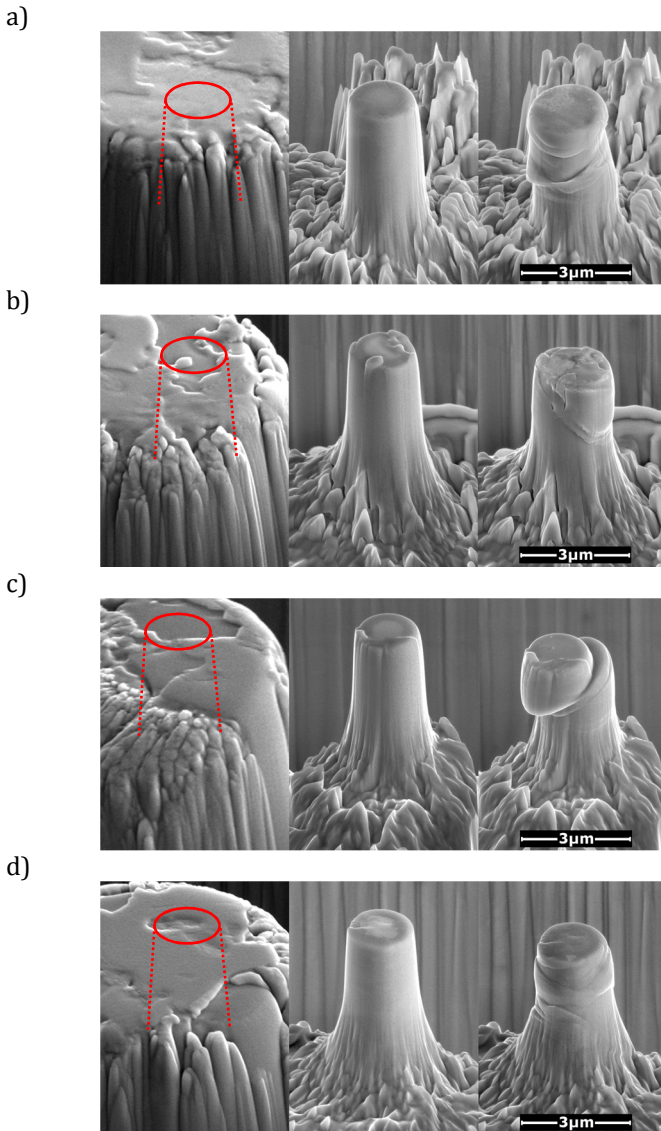


Abb. 6-14: Beispiele für Mikrodruckversuche vor dem Schnitt, vor und nach der Belastung von mehrphasigen Säulen: a) vollständig martensitisches, b), c) teilmartensitisches Oberteil und d) Partikel im oberen Teil der Säule

Der Anteil an Martensit variiert in den Säulen. Eingeteilt wird nach den REM Aufnahmen in drei Gruppen, in Säulen mit martensitischem Oberteil, Säulen mit teilmartensitischem Oberteil sowie Säulen mit eingeschlossenem Martensitpartikel. Teilmartensitische Säulen haben eine erkennbare Phasengrenze an der Oberseite. Beispiele für diese Säulentypen veranschaulicht Abb. 6-14 vor und nach der Deformation. Anhand der Bilder kann keine, von den Phasengrenzen abhängige, Deformationsmorphologie ausgemacht werden. Die Deformation lokalisiert oft nicht in einer Gleitebene, sondern teilt sich in verschiedene Richtungen auf. Dadurch entsteht eine, in alle Richtungen ausgedehnte, zum Teil fassförmig ausgeprägte Geometrie der Säule. Lokalisierte Gleitung (Abb. 6-14 c) tritt an der Basis, in der Mitte und am Oberteil auf.

Die Spannungs-Dehnungsverläufe der Mikrodruckversuche sind in Abb. 6-15 a nach den Phasenanteilen sortiert dargestellt. Um die Festigkeitssteigerung ersichtlich zu machen, zeigt Abb. 6-15 b die Säulen der ferritischen Matrix ($2\ \mu\text{m}$) aus Abb. 6-12 a. Der Zuwachs in der Fließspannung ist deutlich erkennbar. Nur vier, aus 29 zweiphasigen Säulen erreichen bei 5 % plastischer Dehnung, geringere Werte als das gemessene Maximum des ferritischen Pendants. Säulen, in welchen sich nur ein geringer Anteil von Martensit im Oberteil der Säule befindet, erfahren im Vergleich zum Ferrit bereits eine Steigerung der Festigkeit. Es macht dabei keinen Unterschied, ob es sich um eine Säule mit eingeschlossenem Partikel oder mit teilmartensitischem Oberteil handelt. Die höchste Festigkeit einer Säule, die nur einen Partikel enthält, beträgt 840 MPa. Eine genaue Analyse der Anteile innerhalb der Säule wurde jedoch nicht durchgeführt. Daher besteht zwischen vollständig martensitischen und teilmartensitischen Oberteilen vermutlich ein fließender Übergang. Erkennen lässt sich dies an den hohen Festigkeiten, die beide Typen gleichermaßen vorweisen. Die gemessene maximale Festigkeit liegt bei 1866 MPa bei 5 % plastischer Dehnung. Die Verfestigung der Säulen erfolgt stets kontinuierlich mit Beginn des Versuchs. Je höher die erreichte Festigkeit ist, desto steiler verläuft der

anfängliche Teil der Spannungs-Dehnungskurve. Sechs der 29 Kurven zeigen einen „Strain-Burst“, nachdem die Säulen bereits zwischen 4 und 5 % plastische Deformation erfahren haben.

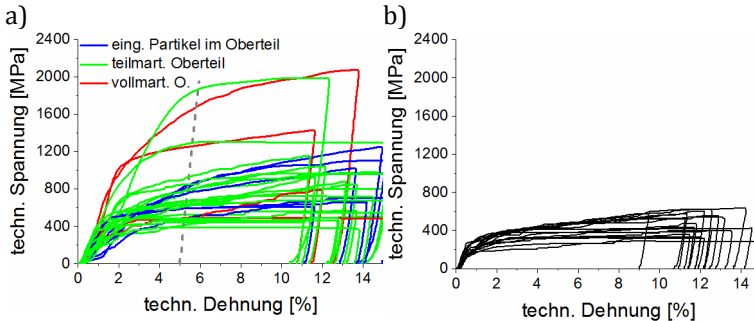


Abb. 6-15: Mikrodruckversuche von Säulen mit dem Durchmesser von $2\ \mu\text{m}$ im Vergleich: a) alle Versuche an mehrphasigen Säulen, b) Ferrit Matrix

6.3 Diskussion

Die Diskussion teilt sich in die Themengebiete der, im Labor produzierten, Stähle, der Wärmebehandlung von Martensit sowie in die Analyse der Einzelphasen und Zweiphasenregionen des kommerziellen Dualphasenstahls DP600 auf.

6.3.1 Martensitischer Stahl aus dem Labor

Martensitischer Stahl wurde in der Literatur in Versuchen auf der Mikroskala bereits untersucht [80], [85] und Streckgrenzen zwischen 1 und 1,2 GPa gemessen. Die Fließgrenze und Verfestigung der Proben hing von der Verteilung der Martensitblöcke in den Proben ab (Kap. 2.3.3). Block und Paketgrenzen stellen Barrieren für Versetzungsgleiten dar [80] und je nach Widerstand kann starke Verfestigung eintreten. Die beobachteten Festigkeiten des, im Labor hergestellten, Lattenmartensits fallen in den Bereich der, in der

Literatur vorliegenden, Festigkeitswerte. Generell unterscheidet sich die Deformationsmorphologie von Martensit aus dem Labor nicht grundlegend von anderen Versuchen dieser Arbeit. Genau, wie im hier untersuchten Dualphasenstahl, wurde plastische Verformung beobachtet, welche vermutlich auf Versetzungsprozessen basiert. In einigen Fällen wurde auch Gleitung auf definierten, parallelen Ebenen beobachtet. Die Abstände ähneln den Abständen der Blöcke. Es könnte sich demnach um Scherung an den Grenzen zwischen einzelnen Martensitvarianten oder Blöcken handeln. Vor kurzem wurde diskutiert, dass zwischen den Martensitlatten möglicherweise sehr dünne, wenige Atomlagen dicke Bereiche von Restaustenit zu finden sind. Es ist denkbar, dass Versetzungsgleiten innerhalb jener Schichten erfolgt [81]–[83].

6.3.2 Auslagern von Martensit

Das Auslagern von Martensit findet in kommerziellen Produkten Anwendung, um das Verhältnis von Zugfestigkeit und Bruchdehnung zu verbessern. In dem hier vorgestellten Versuch wurden die selbst hergestellten Martensitproben (Kap. 6.1.2) bei verschiedenen Temperaturen ausgelagert und die Festigkeit lokal bestimmt. Von Anfang an stellt sich eine geringe Erholung (Abb. 6-7) innerhalb der Martensitlatten und im Versuch bis 745°C Umwandlungen zu Ferrit ein. Die Umwandlung zu Ferrit geschieht in Form eines Wachstumsprozesses in das Martensitgefüge hinein. Bei den Beobachtungen scheint diese Umwandlung von den früheren Austenitkorn Grenzen begrenzt zu sein. Auf die ursprüngliche Form der Austenitkörner kann aufgrund des Martensitgefüges (Paket- und Blockanordnung) geschlossen werden (Abb. 6-6 e). Letztlich wandeln sich demnach nur benachbarte Pakete mit bestimmten Orientierungen um. Möglich wäre hier auch eine Umwandlung in Austenit und zurück in Ferrit, jedoch entspräche dies nicht den gemessenen Temperaturen für Austenit in Kap. 5.1.1. Der Fokus dieser Versuchsreihe liegt auf der Festigkeit, weshalb die Hintergründe

des Umwandlungsprozesses nicht weiter betrachtet werden. Im Rahmen der Experimente wird deutlich, dass die Festigkeit insgesamt mit steigender Auslagerungstemperatur abnimmt. Dieser Abnahme können verschiedene Ursachen zu Grunde liegen. Im Folgenden wird zunächst der Einfluss der Versetzungsdichte auf die Festigkeit bei unterschiedlichen Auslagerungstemperaturen abgeschätzt (Tab. 6-1).

Im Mittel nimmt die Festigkeit bei 5% plastischer Dehnung von RT bis 500°C um 15,8 % und bis 745°C um 32,9 % ab (Tab. 6-1). Die Mittelwerte der Versetzungsdichte reduzieren sich dabei im gleichen Intervall nur sehr gering. Mit Hilfe der Taylorgleichung können die Festigkeitsbeiträge $\Delta\tau$ der Versetzungsdichte abgeschätzt werden. Es ergibt sich ein Gesamtanteil vom Abfall der Festigkeit von 2,8 % bis 500°C bzw. 7,9 % bis 745°C (Tab. 6-1). Ein großer Einfluss der Versetzungsdichte auf die Festigkeit des Martensits erscheint dadurch unwahrscheinlich, da die abgeschätzten Verluste in der Festigkeit zu gering sind. Bis 600°C kann allenfalls eine geringe Erholung stattgefunden haben. Es müssen daher andere Mechanismen für die Abnahme der Festigkeit verantwortlich sein. Auszuschließen ist der festigkeitssteigernde Anteil durch die Korn- bzw. die Paketgrößen, denn die Grenzen verändern sich bis 600°C nicht (Abb. 6-6).

Auslagerungstemperatur	RT	500°C	745°C
Mittelwert der Festigkeit [MPa]	1586	1236	1064
Abfall [MPa]	---	250	522
Abfall [%]	---	15,8	32,9
Versetzungsdichte [m^{-2}]	$6,44 \cdot 10^{14}$	$6,06 \cdot 10^{14}$	$4,4 \cdot 10^{14}$
$\Delta\tau = \alpha Gb\sqrt{\rho}$ (Taylor) (*)	239	232	198
Abfall [MPa]	---	7	41
Anteil am Gesamtabfall [%]	---	2,8	7,9

Tab. 6-1: Anteil des Versetzungsdichteabfalls am gesamten Festigkeitsverlust. (*) Werte für α -Eisen [8]: $\alpha=0,4$, $G=82,4$ GPa, $b=286$ pm

Bisher nicht betrachtet wurde die Mischkristallhärtung, deren Beitrag sich mit der Kohlenstoffdiffusion beim Auslagern verändern sollte. Kohlenstoff ist für die Gitterverzerrung des Martensits verantwortlich und bildet mit dem Eisen einen Einlagerungsmischkristall. In Martensit sind mit steigendem Kohlenstoffanteil signifikante Festigkeitssteigerungen erzielbar. Von Cohen [133], bzw. später von Krauss [79] wurde der Zusammenhang zwischen Festigkeit und Kohlenstoffgehalt für Konzentrationen $<0,2$ Gew. % gezeigt. Die Fließspannung bei 0,2 % Dehnung $\sigma_{0,2}$ lässt sich in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt C wie folgt abschätzen:

$$\sigma_{0,2}[\text{MPa}] = 461 + 1310\sqrt{C[\text{Gew. \%}]}$$

Durch sehr geringe Änderungen des Kohlenstoffanteils im Stahl erzielt man leicht einige hundert MPa Festigkeitssteigerung. Dementsprechend ist mit der Reduktion des Kohlenstoffs im Kristallgitter eine größere Veränderung der Festigkeit zu erwarten. Dieser Effekt wurde bereits in einigen Experimenten analysiert [39], [40], [42], [36], [43]. Detailliert wurden die Veränderungen von Massardier et al. [36] untersucht. Hier wird der Beitrag durch gelösten Kohlenstoff bis 400°C als dominant für die Festigkeit gegenüber anderen Mechanismen wie Teilchenverfestigung, abgeschätzt. Je nach Auslagerungstemperatur bilden sich Karbide, die bis ca. 200°C innerhalb der Pakete [36], [43] und bei höheren Temperaturen an den Paketgrenzen [36], [42] vorzufinden sind. Oberhalb 400°C nimmt die Festigkeit nicht vollständig ab, stattdessen wirkt nun Teilchenverfestigung aufgrund der sich bildenden Karbide [36]. Diese hängt sehr stark von der Auslagerungstemperatur und den Abständen der Teilchen ab. Es wurde beobachtet dass diese nicht so effektiv ist wie die Mischkristallverfestigung durch Kohlenstoff, da die Fließ- und die Streckgrenze mit höherer Auslagerungstemperatur stetig abnehmen [36].

Die, im Laborstahl beobachtete langsam ablaufende, Erholung, bzw. die starke Verzögerung der Rekristallisation ist vermutlich auf

die sich bildenden Ausscheidungen an den Grenzen zurückzuführen [36]. Der an den Versetzungen angelagerte Kohlenstoff und die neuen Karbidteilchen bewirken, dass sich die Versetzungen kaum bewegen können, bzw. es erst spät oder gar nicht zur Annihilation kommen kann. Insofern ist es nicht verwunderlich, dass die Festigkeit nur sehr gering mit steigender Temperatur abfällt. Genau genommen äußert sich der stetige Abfall nur in den, aus vielen Säulen gemittelten, Festigkeiten. Bei Betrachtung der Streuung der Festigkeiten der Säulen wird deutlich, dass nur die höchsten Festigkeiten mit zunehmender Temperatur abnehmen jedoch nicht die niedrigsten Festigkeiten (Abb. 6-8 f). Aus ähnlichen mikromechanischen Messungen kann geschlossen werden, dass die beobachtete Streuung nicht auf das Messverfahren zurückgeht [134] sondern es sich um eine Variation der Festigkeit der Säulen handelt. Für die unterschiedlichen Festigkeiten erscheinen zunächst drei Mechanismen als relevant: die Anordnung der Paketgrenzen [80], [85], die Versetzungsdichte [45] sowie der gelöste Kohlenstoff [79], [133]. Aus Abb. 6-8 f erkennt man dass sich bei der Wärmebehandlung nur die Streuung der Fließspannungen ändert. Die Parameter Gefüge und Versetzungsdichte bleiben nahezu gleich, was nahelegt, dass diese Parameter die Unterschiede in den Streuungen nicht erklären. Zu vermuten ist, dass bedingt durch das Abschrecken, Unterschiede in der Kohlenstoffkonzentration [43] zwischen den einzelnen Gefügeteilen vorliegen. Jene führen zu verschiedenen hohen Mischkristallverfestigung und somit zu einer Streuung der Festigkeit zwischen den einzelnen Säulen. Insbesondere Säulen mit Blöcken mit hohem Kohlenstoffanteil können hohe Festigkeiten erreichen. Wird nicht ausgelagert, so sind die Streuungen zwischen den Säulen am höchsten. Durch eine Auslagerung und die mit ihr verbundene Diffusion des Kohlenstoffs wird der Kohlenstoff vermutlich über die Gefügeanteile gleichmäßiger verteilt, wodurch sich auch die lokalen Unterschiede der Festigkeit verringern. Bei der beschriebenen Umverteilung des Kohlenstoffs könnte es sich um einen Transport von Kohlenstoff von Blöcken mit hohem Gehalt [43]

zu Blöcken mit niedrigerem Gehalt [43] handeln. Gleichzeitig könnten aber auch Ausscheidungen in den Blöcken oder an Blockgrenzen eine Rolle spielen. Insbesondere dort wo hohe Kohlenstoffkonzentrationen beim Auslagern abgebaut werden, ist mit einer Reduktion der beobachteten hohen Fließspannungen zu rechnen. Die erwähnte Reduktion in den höchsten Festigkeitswerten ist daher vermutlich mit einer homogenen Verteilung des Kohlenstoffs beim Auslagerungsprozess zu erklären.

Ab Temperaturen von 600°C bis 745°C bilden sich neue Körner und dadurch ein zweiphasiges Material (Dualphasenstahl). Die bezüglich dieses Temperaturschritts beobachteten Verläufe der Spannungs-Dehnungs-Kurve (Abb. 6-8 e) zeigen Ähnlichkeit zu den zweiphasigen Säulen des, im Labor hergestellten, Dualphasenstahl (Abb. 6-3 d). Dieser zeigte ebenfalls einen wenig ausgeprägten linearen Anstieg der Spannung, kaum Neigung zu „Strain-Bursts“ und stattdessen Verfestigung bis hin zu hohen Dehnungen.

6.3.3 Ferritische Matrix

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der ferritischen Matrix bezüglich ihrer festigkeitsbestimmenden Einflüsse diskutiert. Dazu werden die Ergebnisse mit der Literatur und speziell mit zuvor von Schreijäg et al. [45] durchgeführten Experimenten an ferritischem DC04 Stahl verglichen. Behandelt werden die Themenbereiche Festigkeitsmechanismen, Größen- und Orientierungsabhängigkeit des Materials.

Die Festigkeit von ferritischem DC04 Stahl wurde von Schreijäg et al. [45] untersucht. Für den DC04 wurden bei Säulen, mit Durchmesser von 4 µm oder größer, Festigkeiten in der Nähe der Makrofestigkeit von ca. 300 MPa erreicht (Abb. 6-16). Der makroskopisch gemessene Festigkeitsunterschied des DC04 zu α -Fe wurde mit gelöstem Kohlenstoff und MnS Teilchen erklärt. Im Fall des kaltgewalzten DC04 lag eine Versetzungsdichte von 10^{14} bis

10^{15} m^{-2} vor. Säulen aus kaltgewalztem Material zeigen keinen ausgeprägten Größeneffekt, sodass alle Säulen unterschiedlicher Größe ähnliche Fließspannungen erreichten (Abb. 6-16) [8], [45].

Die Gegenüberstellung von DC04 Stahl [45] mit der ferritischen Matrix des kommerziellen Dualphasenstahls erfolgt in Abb. 6-16. Säulen der ferritischen Matrix des DP600 haben einen maximalen Durchmesser von $2 \mu\text{m}$. Diese Säulen erreichen im Mittel eine Festigkeit von 391 MPa. Damit erlangen sie im Vergleich zum ferritischen DC04 Stahl und $\alpha\text{-Fe}$ einen ähnlichen Wert. Die Säulen mit $2 \mu\text{m}$ Durchmesser liegen somit knapp oberhalb der makroskopischen Fließgrenze des DC04. Da dieser Wert für die Matrix des DP600 unbekannt ist, kann nur die Fließspannung des DC04 als Anhaltspunkt genutzt werden. Die mittlere maximale Festigkeit der Säulen mit $0,5 \mu\text{m}$ Durchmesser wird bei Werten erreicht, die im Mittel in der Größenordnung des kaltgewalzten DC04 Stahls liegen. Die Streuung der Ergebnisse der einzelnen Experimente an DP600 (400 bis 1100 MPa) ist deutlich höher verglichen mit DC04 oder $\alpha\text{-Fe}$. Einige Säulen aus der ferritischen Matrix erreichen sogar die Fließspannungen des ausgelagerten DC04.

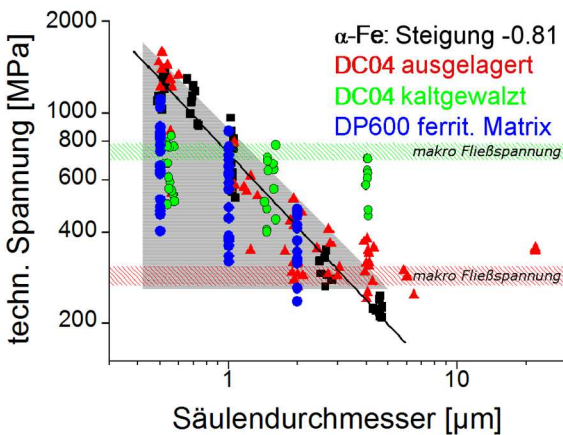


Abb. 6-16: Vergleich der Fließspannung von $\alpha\text{-Fe}$ [47], DC04 [45] und DP600. Der DC04 liegt im ausgelagerten und kaltgewalzten Zustand vor.

Die Matrix des DP600 verfügt im Vergleich zum DC04 über andere Festigkeitsmechanismen. Die Teilchenverfestigung ist größtenteils auszuschließen, denn es liegen wenige und gleichzeitig große Karbidausscheidungen vor (Abb. 4-4 b), die keinen großen Einfluss auf die Festigkeit nehmen. Einen größeren Beitrag zur Fließspannung des Ferrits sollte durch Mischkristallhärtung mit Si, Mn, Cr und Cu entstehen [44], [10], [135]. Da starke Konzentrationsschwankungen der Legierungselemente in der Matrix möglich sind, können auch lokal unterschiedliche hohe Ausprägungen der Mischkristallverfestigung entstehen. Normalerweise befindet sich Mangan zu großen Anteilen hauptsächlich im Austenit, bzw. Martensit. Beim Abschrecken bildet sich statt Martensit auch Ferrit. Wenn dabei das Wachstum benachbarter Ferritkörner in den Austenit hinein beim Abschrecken schneller ist als die Mangandiffusion [31], [32], können auch hohe Mangananteile im Ferrit vorkommen (Kap. 5.1.3). Dadurch bilden sich lokale Unterschiede in der Mangankonzentration und damit auch Variationen der Fließspannung in der Matrix. Auch die Versetzungsdichte bildet möglicherweise einen großen Teil der Festigkeitssteigerung. Diese liegt sehr inhomogen verteilt in der Matrix vor. In Abb. 4-13 werden die Unterschiede der Verteilung deutlich. Besonders im Bereich des Martensits besteht durch die Anpassungsverformung eine erhöhte Versetzungsdichte. Aber auch fernab von Martensit sind deutliche Unterschiede sichtbar. Insgesamt liegen die Werte zwischen $2 \cdot 10^{13}$ bis $2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ in der Matrix (Abb. 4-13). Von Schemmann [6] wurde jener Zusammenhang der Versetzungsdichte innerhalb des Ferrits in nicht unmittelbarer Nachbarschaft von Martensit durch die Bedingungen in der Prozesskette erläutert: Beim Abschrecken kann entweder der beim Hochheizen nicht vollständig umgewandelte Ferrit wachsen oder ein Teil des Austenits wandelt sich vor der Martensitbildung bei niedrigeren Temperaturen displaziv in Ferrit um. Je nach rekonstruktivem oder displazivem Wachstum entstehen unterschiedlich hohe Versetzungsdichten innerhalb des Ferrits [6]. Ein solcher Effekt könnte für die Schwankungen im hier behandelten

DP600 verantwortlich sein. Auch fand Schemmann [6] nicht vollständig aufgelösten Perlit im Dualphasenstahl, der ebenfalls eine hohe Versetzungsdichte enthält. Diese lamellenartig erscheinenden Regionen, in denen kein Zementit mehr vorhanden ist, kann man im hier behandelten kommerziellen DP600 ebenfalls finden (Abb. 4-12, Abb. 4-13). Die Gesamtheit der Festigkeitsverändernden Effekte sprechen dafür, dass bei den Messungen eine hohe Variation der Fließspannungen von Säule zu Säule zu erwarten ist. Ähnliche Schwankungen [45] treten im kaltgewalzten DC04 (Abb. 6-16) mit einer deutlicheren Ausprägung auf.

In diesem Zusammenhang steht zudem, dass sich der Exponent ($n=-0,44$) des größenabhängigen Verhaltens der Matrix im Vergleich zum DC04 ($n=-0,81$) halbiert (Abb. 6-16). Aufgrund der hohen Streuung der Fließspannungen und der fehlenden Gleichheit der Proben ist die Beschreibung durch einen Exponenten wie im Fall des kaltgewalzten DC04 fragwürdig [45]. Sinnvoll ist eine Berechnung nur wenn die Verformungsprozesse auf den gleichen Mechanismen basieren. Dies setzt für die Experimente die gleiche Zusammensetzung, Orientierung und eine ähnliche Defektanzahl innerhalb der Probe voraus. Selbst dann sind Streuungen schwer zu vermeiden. Ein Beispiel für eine geringe Streuung der Fließspannungen ist α -Fe [45]. Versuche an einkristallinen Säulen aus α -Fe ergaben Exponenten zwischen $n=-0,6$ und $n=-0,81$ bei 5 % plastischer Dehnung [47]–[49]. Bei versetzungsfreien Proben ist der bekannte Effekt der „Dislocation Starvation“ dominant. Hier müssen die nötigen Versetzungen für die Verformung zunächst an der Oberfläche unter hohen Spannungen erzeugt werden, da Versetzungen aus dem Material laufen und es keine Quellen in der Probe mehr gibt. Im Gegensatz dazu, ist im kaltgewalzten Ferrit (DC04) die Defektdichte so hoch, dass Säulen unterschiedlicher Größe gleiche Fließspannungen erreichen (Abb. 6-16) [45]. In kleinen Säulen des kaltgewalzten Materials senkt sich die Festigkeit im Vergleich zu ähnlich großen ausgelagerten Proben, da genügend Quellen und Versetzungen für Gleitung bereits in der Probe vorliegen. Im Fall

von großen Säulen ist die Festigkeit gesteigert, da Waldversetzungen die Bewegung von Versetzungen behindern. Dieses Verhalten konnte beim Studium verschiedenster Materialien mit hoher Vordeformation bereits beobachtet werden [136]–[140]. In der hier behandelten, ferritischen Matrix liegt allerdings keine sehr hohe Verformung (Versetzungsdichte) im Gefüge vor. Hierzu zeigen Schneider et al. [138] an unterschiedlich vorbelasteten Säulen aus Nickel, dass sich mit wenig Vordeformation kaum eine Veränderung der Festigkeiten einstellt. Erst bei höheren Vordeformationen erhöhten sich die Fließspannungen der Säulen mit Durchmesser größer 1 μm . Noch detaillierter wird die Vordeformation in der Arbeit von El-Awady et al. [140] mittels Simulation diskreter Versetzungsdynamik (DDD) untersucht. Hier wird der Abfall des Exponenten des Größeneffektes von Ni in Abhängigkeit von der Versetzungsdichte in kleinen Schritten simuliert [140]. Mit dem Ergebnis, dass bei geringem Anstieg der Defekte zunächst nur der Exponent abfällt und die Festigkeit von Säulen mit einem Durchmesser von mehr als 5 μm gleich bleibt [140]. Dies lässt sich dadurch erklären, dass innerhalb der größeren Säulen stets Bereiche mit wenig Defekten vorliegen [140]. In diesen lokalisiert die Deformation, da hier Gleitung wenig behindert wird [140]. Bei kleineren Säulen hingegen gibt es diese Bereiche zunehmend nicht und es müssen stets Waldversetzungen überwunden werden, wodurch die Fließspannung im Vergleich zu den größeren Säulen steigt [140]. Die Fließspannungen sind aber aufgrund der Defektdichte geringer als bei gleich großen defektfreien Säulen [140]. Wird die Dichte weiter erhöht, liegen keine schwachen Regionen mehr vor und die Fließgrenze großer Säulen steigt ebenfalls [140], wie es im Fall von kaltgewalzten DC04 gemessen wurde [45]. Eine solche Zwischenlage der Säulen mit Vordeformation liegt auch im Fall der DP600 Matrix vor. In der Matrix ist eine Versetzungsdichte zu finden, die zwischen Werten ausgelagerter und kaltgewalzter Proben liegt. Die Werte der Versetzungsdichte innerhalb der Säulen variieren lokal

in dem oben genannten Bereich von $2 \cdot 10^{13}$ bis $2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Die Messergebnisse spannen einen Bereich (graues Dreieck in Abb. 6-16) zwischen der Fließgrenze von makroskopischem DC04 und der Fließgrenze von ausgelagerten DC04 auf. Gleichzeitig spricht für das, zuvor beschriebene, Verhalten, dass größere Säulen der ferritischen Matrix nicht die Werte ausgelagerter DC04 Proben überschreiten. Dies ist, wie beschrieben, im Fall des kaltgewalzten DC04 gegeben, da dieser im Vergleich über eine deutlich höhere, homogen verteilte Versetzungsdichte verfügt [45]. Unklar ist, ob der Übergang zum Potenzgesetz für die Festigkeit bei $2 \mu\text{m}$ Säulendurchmesser liegt. Anzunehmen ist, dass sich dieser zwischen $2 \mu\text{m}$ und $4 \mu\text{m}$ befindet, da für den DC04 hier ebenfalls der Übergang von größenunabhängigem zu größenabhängigem Verhalten [45] beobachtet wurde (Abb. 6-16).

Neben dem größenabhängigen Verhalten findet man in der Literatur zusätzlich das von der Orientierung abhängige Verformungsverhalten von Mikrosäulen aus Ferrit [45], [46] und $\alpha\text{-Fe}$ [48]. Im Rahmen der Versuche zur Festigkeit der ferritischen Matrix ist dies nicht erkennbar (Abb. 6-13). Lediglich die Säulen der $\langle 111 \rangle || \text{NR}$ sind auffällig, da jene Proben trotz der hohen Abweichungen im Mittel die höchsten Festigkeitswerte aufweisen. Für die übrigen Orientierungen konnte kein Trend nachgewiesen werden. Je nach Säulengröße ändert sich die Reihenfolge der festesten Orientierung (ohne $\langle 111 \rangle || \text{NR}$). Ein Grund könnte sein, dass die Proben zu große Unterschiede in der Fehlorientierung zueinander haben (zu weites Binning in der Analyse) und in Verbindung mit der Defektdichte die Fließspannungen stark streuen. Eine Mittelung der Ergebnisse ist demnach nicht zielführend. Des Weiteren ist im Vergleich zum ausgelagerten DC04 Stahl unter Berücksichtigung der leichten Vorverformung in der ferritischen Matrix eine durch „Dislocation Starvation“, bzw. durch Nukleation von Versetzungen an der Oberfläche, ablaufende Verformung unwahrscheinlich. Bedingt durch die höhere Anzahl bereits vorliegender Versetzungen und Quellen im Material kann die Verformung bei niedrigeren

Spannungen starten. Diese Säulen weisen dadurch ähnliche Festigkeiten auf, bzw. streuen in ihren Ergebnissen stark. Für den Sonderfall der $\langle 111 \rangle$ -orientierte Säulen gilt dies nicht. Die spezielle Deformationsmorphologie weist darauf hin, dass bereits eine Vielzahl an Gleitebenen aktiv ist. Diese Säulen verformen vorzugsweise in fast symmetrischen horizontalen Ebenen ohne große Scherungen in eine Richtung. Die Verformung erscheint von vornherein erschwert und die Festigkeit dieser Orientierung ist automatisch hoch.

Betrachtet man die Spannungs-Dehnungs Kurven der ferritischen Matrix, ist der raue Verlauf der Kurven von kleineren Säulen auffällig. Dies wurde bereits mehrfach beobachtet wie z.B. in [49], [50], [107], [114], [141]. Im Folgenden werden einige bekannte Aspekte dieser Beobachtung aufgezeigt. Von technischer Seite her beeinflusst das Auflösungsvermögen des Indenters die Rauheit der Kurven, da diese über der Dehnung und nicht Eindringtiefe aufgetragen werden. Somit ergibt sich für kleinere Säulen automatisch eine höhere Streuung. Auch der Verformungsprozess selbst scheint sich auf die Streuung der Kurven auszuwirken. So ist die Verformung der Säulen mit einem Durchmesser kleiner $1 \mu\text{m}$ [142], wie bereits erwähnt, von der sog. „Dislocation Starvation“ [50] geprägt. Sind dabei, nach der ersten Deformation, viele der enthaltenen Versetzungen aus der Säule gewandert [143] können weitere Versetzungen nur unter deutlich höheren Spannung nukleieren. Diese neuen Versetzungen passieren in Folge ungehindert den Kristall, da notwendige Spannungen bereits anliegen. Hierbei wirkt sich ein „Strain-Burst“, bzw. das Durchlaufen des Kristalls von Versetzungen wesentlich stärker auf die Dehnung einer kleinen Säule aus. Umgekehrt werden jedoch weniger Versetzungen an der Oberfläche oder im Innern der kleinen Säule erzeugt, sodass jedes dieser Ereignisse einzeln die Säule ein Stück abgleiten lässt und die Kurven dadurch rauer erscheinen. Fehlende Versetzungsmultiplikation innerhalb kleiner Säulen verhindert zudem mit steigender Last

die Verfestigung der Proben [142]. Sodass am Schluss vermehrt katastrophales Versagen durch Abgleiten auftritt.

6.3.4 Experimente an mehrphasigen Säulen

Von dem kommerziell erworbenen Dualphasenstahl sind keine Parameter des Wärmebehandlungsprozesses bekannt. Die inhomogene Legierungsverteilung (Kap. 4) dieses Materials weist darauf hin, dass dieser Stahl durch Abschrecken aus dem Zweiphasengebiet hergestellt wurde. Die Proben des Dualphasenstahls aus dem Labor (Kap. 6.1.1) hingegen wurden im Voraus vollständig austenitisiert, wodurch sich nach dem Abschrecken eine homogene Verteilung der Legierungselemente (ausgenommen Kohlenstoff) eingestellt hat. Ein weiterer Unterschied beider Dualphasenstähle besteht darin, dass der kommerzielle Stahl nach dem Abschrecken eine abschließende Wärmebehandlung erfahren hat. Die mechanischen Eigenschaften werden von Gefüge, Vorverformung und von Legierungselementen beeinflusst. Es ist zu erwarten, dass die Verteilung der Legierungselemente, sowie Korngrößen und Phasenteile beider Stähle sich unterscheiden, sodass ein Vergleich der mechanischen Eigenschaften schwierig ist. Eine Gemeinsamkeit ist, dass beide Stähle im Endzustand über teilweise verzwilligte Martensitinseln verfügen. Dieser Übergangsbereich wird mit einem Kohlenstoffgehalt im Martensit zwischen 0,6 und 1 % in Verbindung gebracht [79]. Damit kann der Kohlenstoffgehalt zwischen beiden Stählen immer noch in einem Bereich von 0,4 % variieren. Trotz dieser Tatsache und der unterschiedlichen Verteilung von Legierungselementen soll ein Vergleich der Festigkeiten erfolgen. Um die Experimente vergleichbarer zu machen, wurden die Säulen im Dualphasenstahl aus dem Labor an die Phasengrenzen gesetzt und so der Martensitanteil auf kleine Werte beschränkt. Dadurch soll der geringen Größe der Martensitinseln (maximaler Durchmesser 2 μm) im kommerziellen Dualphasenstahl Rechnung getragen werden.

Der Vergleich erfolgt anhand der Mittelwerte und Standardabweichungen der Festigkeiten bei 5 % plastischer Dehnung (Abb. 6-17). Die Festigkeit der Matrix des kommerziellen Dualphasenstahls wird in den zweiphasigen Säulen grob verdoppelt. Die Mittelwerte der Matrix-, und der Zweiphasensäulen betragen 391, bzw. 752 MPa. Die Streuung der Festigkeitswerte nimmt durch die Martensitanteile stark zu. Besteht die Säule aus einer großen Martensitinsel, so steigt die Festigkeit bis um das 4,8 fache auf 1866 MPa. Der Dualphasenstahl aus dem Labor hat im Vergleich eine etwas erhöhte Festigkeit mit Maximalwerten von 1940 MPa. Auch der Mittelwert ist im Vergleich mit 952 MPa höher. Diese Unterschiede können aufgrund verschieden großer Martensitbereiche der verwendeten Stähle entstehen. Dadurch ist auch nach der Säulenherstellung die Anzahl der teil- und vollständig martensitischen Oberteile der Säulen für beide Stähle anders verteilt. Zum Vergleich zeigt die Abbildung auch den martensitischen Stahl. Dieser hat einen Mittelwert von 1586 MPa und kann Maximalwerte um 2048 MPa erreichen. Die Streuung des Martensits ist wesentlich kleiner als in den zweiphasigen Säulen. Zu beachten ist aber, dass hier eine andere Martensitart vorliegt, in welcher der Kohlenstoffgehalt anders ist, wodurch wiederum andere Festigkeiten zu erwarten sind. Die am höchsten gemessenen Festigkeiten liegen bei ca. 2 GPa. In einer neueren Veröffentlichung werden ähnliche Werte genannt [51], [85]. Dies veranschaulicht die Größenordnung der Fließspannung die Martensit erreichen kann. Wie man hier anhand der gemessenen maximalen Festigkeiten in den verschiedenen Versuchen erkennen kann, werden ähnlich hohe Spannungen sowohl in Lattenmartensit als auch Plattenmartensit erreicht.

Vor dem Erstellen von Laborstählen wurden Säulen mit unterschiedlichen Anteilen an Martensit im DP600 getestet (zweiter Balken in Abb. 6-17). Es wurden lediglich Säulen mit der Größe $2 \mu\text{m}$ untersucht, um mögliche Größeneffekte oder zusätzliche Streuungen der Messungen [85] auszuschließen. Im Laufe der Experimente wurden schon mit kleinen Anteilen der martensitischen Phase in

den Säulen große Festigkeitssteigerungen erreicht. Ghassemi-Armaki et al. [51] testeten bereits einen Dualphasenstahl mit geringem Kohlstoffgehalt und 0,4 % Martensitanteil. Während der Experimente wurden Werte bis zu 2 GPa bei 5 % plastischer Dehnung ermittelt, die vom Martensitanteil abhängen [51]. Ist Ferrit enthalten, dann lokalisiert dort die Deformation und die Säule ist weniger fest [51]. In den Experimenten des hier untersuchten DP600 wurde der Anteil an Martensit rein qualitativ anhand der Inselgröße am Oberteil der Säule bestimmt. Einige Säulen deformierten fassförmig. Diese Deformationsmorphologie deutet auf Gleitung in vielen Ebenen und große Versetzungsbehinderung hin. Sind die Säulen jedoch an unterschiedlichen Stellen (an Basis, Mitte, Oberteil) abgeglitten, ist zu vermuten dass dort ähnlich, wie in den Versuchen von Ghassemi-Armaki et al. [51] weniger feste Ferritanteile vorliegen. Aber nicht nur Säulen mit hohem Martensitanteil erreichen hohe Spannungen. Auch Säulen mit teilmartensitischem Oberteil oder nur einem Partikel im Oberteil der Säule zeigten hohe Festigkeiten und eine starke Verfestigung. Eine lineare Interpolation der Festigkeiten entsprechend der Volumenanteile von Martensit und Ferrit scheint die hohen Spannungen nicht erklären zu können. Dementsprechend müssen auch die, den Martensit umgebenden, Volumenanteile zur Steigerung der Festigkeit beitragen. Im Folgenden werden mögliche Ursachen für die erhöhte Festigkeit dieser nicht martensitischen Bereiche erläutert.

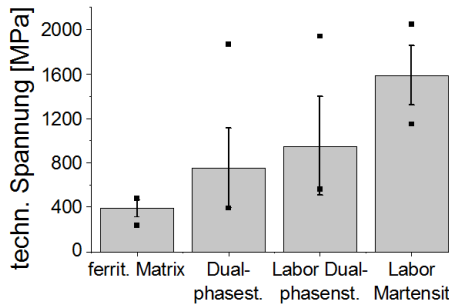


Abb. 6-17: Vergleich der Festigkeitssteigerung der Mikrodruckversuche untereinander. Die Balken stellen die Mittelwerte dar. Zudem werden maximaler, minimaler Wert und die Standardabweichung markiert. (Dualphasenstahl und martensitischer Stahl aus dem Labor, siehe Kap. 5)

Durch Anpassungsverformung erhöht sich die Versetzungsdichte im Ferrit in direkter Umgebung zum Martensit (Abb. 4-13) auf Werte von bis zu $1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Damit ist sie vergleichbar mit dem kaltgewalzten Zustand von DC04 [45]. In DC04 wurden im kaltverformten Zustand Fließspannungen im Bereich von 400-900 MPa erreicht [45] (Abb. 6-16). Die Versetzungsdichte würde vermutlich schon alleine, ohne Einfluss des Martensits, ausreichen, um die erhöhten Werte der Säulen mit Partikel im Oberteil zu erklären. Dies erscheint plausibel, da ein Vergleich der gemessenen Fließspannungen zwischen zweiphasigen Gefüge mit wenig Martensitanteil und kaltgewalztem Ferrit (DC04) ähnliche Werte ergibt (Abb. 6-15, Abb. 6-16, [45]). Im Fall des kaltgewalzten Ferrits wurde mittels der Taylorgleichung ein Anstieg der Fließspannung von 245 MPa bei einer Versetzungsdichte von $9 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ abgeschätzt [45]. Wie zuvor beschrieben, finden sich ähnliche Bedingungen in der DP600 Matrix nahe den Phasengrenzen vor und erklären so einen großen Anteil der Versetzungsdichte an der Festigkeit dieser Regionen. Neben den Versetzungen können auch hier Legierungselemente eine Rolle spielen. Es ist gut möglich, dass eine Erhöhung der Mangan-, Chrom- und/oder Siliziumkonzentration im Ferrit einen Einfluss hat (Kap. 4.2). Je nach Konzentration der Legierungselemente

steigt der Beitrag der Mischkristallverfestigung an. Unter der Annahme, dass sich die Effekte auf Basis einzelner Elemente addieren lassen, kann mit 1,5 at-% Si oder Mangan eine Steigerung von je 50 MPa erreicht werden [44]. Zudem können andere Phasen in Form von Ausscheidungen, nicht rekristallisierten Gebieten oder Inseln von Restaustenit einen größeren Volumenanteil der Säule ausmachen. Hier treten bei der Deformation Effekte wie der TRIP-Effekt auf und erhöhen die lokale, und damit die makroskopische Fließspannung [144].

Im Vergleich zum kommerziellen Stahl erscheint der, im Labor hergestellte, Dualphasenstahl homogener in seinem Gefüge. Er wurde komplett in Austenit umgewandelt, ausgelagert und dann abgeschreckt, im Anschluss aber nicht wärmebehandelt. Damit zeichnet er sich durch weniger Ausscheidungen und Restaustenit aus. Eine sehr ungleichmäßige Verteilung von Legierungselementen ist ebenfalls nicht vorhanden, lediglich mehr Kohlenstoff befindet sich im Martensit. In den Martensitinseln und den direkt benachbarten Bereichen wurde eine höhere Versetzungsdichte gemessen. Die Dichte in der ferritischen Matrix ist im Mittel höher als in der Matrix des kommerziellen Dualphasenstahls (Abb. 6-2). Dennoch verhalten sich die Säulen allgemein ähnlich zu dem kommerziellen Dualphasenstahl. Die Spannung-Dehnungs-Kurven aus beiden Stählen sammeln sich in etwa auf zwei unterschiedlich hohen Festigkeitsniveaus an. Säulen mit qualitativ hohem Martensitanteil zeigen Fließkurven, die bis auf 2 GPa ansteigen können. Der Festigkeitsunterschied der beiden Niveaus beim Laborstahl gegenüber den Ergebnissen am kommerziellen Dualphasenstahl ist vermutlich der Wärmebehandlung und den verschiedenen Kohlenstoffkonzentrationen im Martensit geschuldet. Gleichzeitig ist die Verteilung der Anzahl an Säulentypen (Ferrit-Martensit-Verhältnis) in den Versuchsreihen eine andere, wodurch die Mittelwerte verzerrt werden. Schiebt man den Ursprung der Festigkeitsunterschiede nur auf die Verteilungsstatistik und die Wärmebehandlung, so könnte man argumentieren, dass sich in den Zweiphasengebieten beider Stähle

mechanisch kaum Unterschiede in den Mikrodruckversuchen zeigen. Die komplexe Aufteilung des Gefüges in der Umgebung von Martensit, wie sie im kommerziellen Stahl vorliegt, erscheint somit weniger relevant und die Versetzungsdichte verbleibt als dominanter Faktor für die mechanischen Eigenschaften der Regionen nahe den Phasengrenzen.

6.4 Zusammenfassung

In der industriellen Herstellung ist nach dem Abschrecken ein Auslagern des Stahls üblich. Dabei wird das Verhältnis aus Fließspannung und Bruchdehnung durch Umlagern des Kohlenstoffs in Karbide optimiert. Die Veränderung der Festigkeit von Martensit aufgrund der Auslagerung wurde hier untersucht. Bedingt durch die geringe Größe der Martensitinseln im Dualphasenstahl und der einhergehenden schlechten Untersuchbarkeit wurde zu Vergleichszwecken aus dem vorliegenden Kaltband ein martensitisches Gefüge durch Abschrecken aus der Austenitphase erstellt. In den neuen Proben lag Lattenmartensit mit hoher Versetzungsdichte vor, der aber über einen anderen Kohlenstoffgehalt verfügt als der Martensit im Dualphasenstahl. Die Fließspannung von Mikrosäulen mit einem Durchmesser von $2\ \mu\text{m}$ aus dem Lattenmartensit streuten und lagen zwischen $1,15\ \text{GPa}$ und $2,05\ \text{GPa}$ (Mittelwert $1,6\ \text{GPa}$) bei $5\ \%$ plastischer Dehnung. Um die Entwicklung der Festigkeiten zu erfassen, wurden Proben jeweils bei verschiedenen Temperaturen von 400°C bis 600°C ausgelagert. Erst bei einer Probe, die über einen längeren Zeitraum bis zu 745°C geheizt wurde, fand eine Phasenumwandlung hin zu Ferrit statt. Das Gefüge von Martensit ist trotz der hohen Temperaturen bis 600°C äußerst beständig. Um Veränderungen im Gefüge vor der Umwandlung zu detektieren wurden bei jeder Probe Orientierungen gemessen und Mikrodruckversuche durchgeführt. Anhand der Ergebnisse zeigte sich, dass die Wärmebehandlung kaum Einfluss

auf die Versetzungsdichte nimmt und der Verlust an Festigkeit mit dieser nicht zu erklären ist. Es ist bekannt, dass sich die Abnahme der Festigkeit durch die Umschichtung der Kohlenstoffanteile in Karbide an Grenzen der Blöcke und Pakete erklären lässt [37], [36]. Dies erklärt jedoch noch nicht, dass bei genauerer Betrachtung der Fließkurven, eine Abnahme der Festigkeit ausschließlich in Kurven mit hoher Fließspannung auftritt. Die Proben mit mittlerer oder niedriger Festigkeit waren nicht betroffen und zeigten keine, bzw. kaum Änderung ihrer Festigkeit mit der Temperatur. Es ist daher zu vermuten, dass es sich bei der Festigkeitsabnahme eher um ein Angleichen der Kohlenstoffanteile in Martensitvarianten [43] von Paketen mit hohem Kohlenstoffgehalt zu Paketen mit niedrigem Gehalt handelt, wodurch die Streuung der Daten geringer wird indem die festesten Proben an Festigkeit verlieren. Zugleich ist natürlich weiterhin von einer Teilchenverfestigung aufgrund der sich bildenden Karbidteilchen auszugehen [36], [37].

Die mikromechanische Untersuchung der ferritischen Matrix des kommerziellen Dualphasenstahls erfolgte ebenso mit dem Mikrodruckversuch. Für Säulen mit einem Durchmesser von 0,5, 1 und 2 μm konnten Fließspannungen zwischen 391 und 1106 MPa gemessen werden. Die höchsten Fließspannungen erreichten Säulen mit einer $\langle 111 \rangle$ Kristallrichtung längs der Säulenachse. Diese Orientierung verformte sich unter Aktivierung vieler Gleitsysteme, deren Gleitebene nahezu senkrecht zur Säulenachse liegen. Aufgrund der hohen Streuung der Kurven ist eine Abhängigkeit von der Orientierung nicht wahrscheinlich. Im Mittel über alle Experimente ergab sich ein größenabhängiges Verhalten mit einem Exponenten von $n = -0.44$. Der gemessene Exponent ist gegenüber Messungen an ferritischen DC04 Stahl [45] und $\alpha\text{-Fe}$ [47] halbiert. Dieses Verhalten begründet sich in der inhomogen verteilten mittleren Versetzungsdichte innerhalb der Matrix, die zu einer Herabsetzung der Fließspannung im Vergleich zu ausgelagerten Säulen [45] führt. Die erhöhte Zahl an Versetzungen ermöglicht von Beginn der Verformung Gleitung in den Säulen innerhalb eines lokalisierten Bereichs.

Neben einphasigen Säulen wurden Säulen mit einem Durchmesser von $2\ \mu\text{m}$ in mehrphasigen Bereichen hergestellt und verformt. Hierbei hatten manche Säulen Fließspannungen von bis zu 2 GPa bei 5 % plastischer Dehnung. Diese Säulen bildeten jedoch die Ausnahme. Zumeist erreichte man mit bereits geringem Martensitanteil ungefähr eine Verdopplung der Festigkeiten relativ zur ferritischen Matrix. Die Tatsache, dass die Festigkeit nicht mit den Volumenanteilen von Ferrit und Martensit korreliert, führt zu dem Schluss, dass vermutlich die den Martensit umgebenden Gefügeanteile zur Steigerung der Fließspannung dieser Säulen maßgeblich beitragen. Aus der Gefügeanalyse (Kap. 4) und der Wärmebehandlung (Kap. 5) ist bekannt, dass diese Volumina starken Schwankungen hinsichtlich Versetzungsdichte und Legierungselementen aufweisen. Zum Vergleich wurde ein weiterer Dualphasenstahl im Labor angefertigt. Dieser wurde durch Heizen des Kaltbandes in den austenitischen Zustand und anschließendem Abschrecken erzeugt, wodurch ein homogeneres Gefüge mit gleichmäßig hoher Versetzungsdichte innerhalb der Matrix entstand. Insbesondere Konzentrationsvariationen der Legierungselemente und Fremdphasen (nicht aufgelöster Perlit, Restaustenit und Zementitausscheidungen) existieren nicht in diesem Stahl. Die Messergebnisse zeigten hierbei einen ähnlichen Verlauf zum Fertigband und skalierten wieder nichtlinear mit den Anteilen der Phasen in den Säulen. Aus diesen Ergebnissen lässt sich vermuten, dass von Mischkristallverfestigung und weiteren Fremdphasen ein geringer Einfluss auf die Festigkeit der zweiphasigen Säulen ausgeht. Vielmehr ist sehr wahrscheinlich nur die hohe Versetzungsdichte in der Nähe der Phasengrenzen für die beobachteten hohen Festigkeiten verantwortlich.

Die makroskopisch gemessene Fließspannung des DP600 Stahls verhält sich wie in Abb. 7-1 gezeigt. Die Streckgrenze liegt bei 320-350 MPa und die Zugfestigkeit bei 580-600 MPa. Im Vergleich dazu haben die Säulen der Matrix mit $2\ \mu\text{m}$ Durchmesser im Mittel eine Festigkeit unter Druck von 390 MPa. Diese Säulen entstammen

Körnern, welche über keinen Martensit verfügen. Bei der Festigkeit im makroskopischen Stahl handelt es sich demnach um ein Zusammenspiel verschiedener Gefügebestandteile. Das genaue Verhalten des Gefüges bei der Verformung wird im nächsten Kapitel in einem makroskopischen Zugversuch unter mikroskopischer Beobachtung untersucht.

7 Zugversuch

In diesem Kapitel wird ein Zugversuch an dem Dualphasenstahl DP600 vorgestellt. Es handelt sich hierbei nicht um einen konventionellen Zugversuch, stattdessen wurde die Probe gezielt in zehn Schritten zu festgelegten Werten elastischer und plastischer Dehnung belastet. Die Durchführung des Versuchs fand innerhalb einer Kooperation mit Simone Schuster und Jens Gibmeier¹² statt. Simone Schuster führte die Belastungsschritte und die zugehörigen röntgenographischen Textur- und Spannungsmessungen durch. Nach jedem Schritt wurde im Rahmen dieser Doktorarbeit eine EBSD-Messung durchgeführt, deren Auswertung in Folge die mikroskopische Entwicklung des Gefüges erfasst. Informationen zum experimentelle Aufbau und der Methode der Analyse der Daten werden in Kap. 3.5 dargelegt. Zunächst wird der Versuch mit den Beobachtungen an der Oberfläche vorgestellt. Im Anschluss werden die Entwicklungen der Textur bezüglich einer größeren Messregion und die Orientierungs- bzw. Versetzungsdichteverteilungen innerhalb einer kleineren Messregion ausgewertet. Im dritten Teil werden die lokal ablaufenden Verformungsvorgänge genauer anhand von fünf ausgewählten Körnern und ihrer Umgebung untersucht.

7.1 Makroskopisches Verhalten und Probenoberfläche

Abb. 7-1 zeigt die einzelnen Spannung-Dehnungskurven der Versuchsschritte. Durch den wiederkehrenden Ein- und Ausbau aus der Prüfeinheit entsteht ein leichter Versatz zwischen den einzelnen Kurven. Der Dualphasenstahl fängt bei ca. 320-350 MPa an

¹² IAM-WK am KIT, bzw. DFG Graduiertenkolleg 1483. S. Schuster (Projekt A13)

plastisch zu werden und zu verfestigen. Er erreicht eine Zugfestigkeit von fast 600 MPa. Nicht gezeigt werden die beiden elastischen Versuchsschritte auf bis zu 50 % der Streckgrenze und <1 % plastische Dehnung.

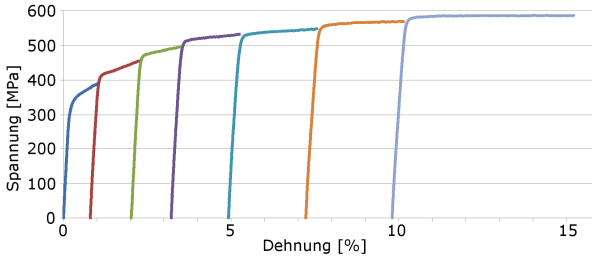


Abb. 7-1: Spannungs-Dehnungs-Kurve mit einzelnen Entlastungsschritten für XRD- und EBSD-Messungen (1.&2. Belastung auf bis zu 50 % der Streckgrenze und <1% plast. Dehnung). Bild von S. Schuster (IAM-WK am KIT)

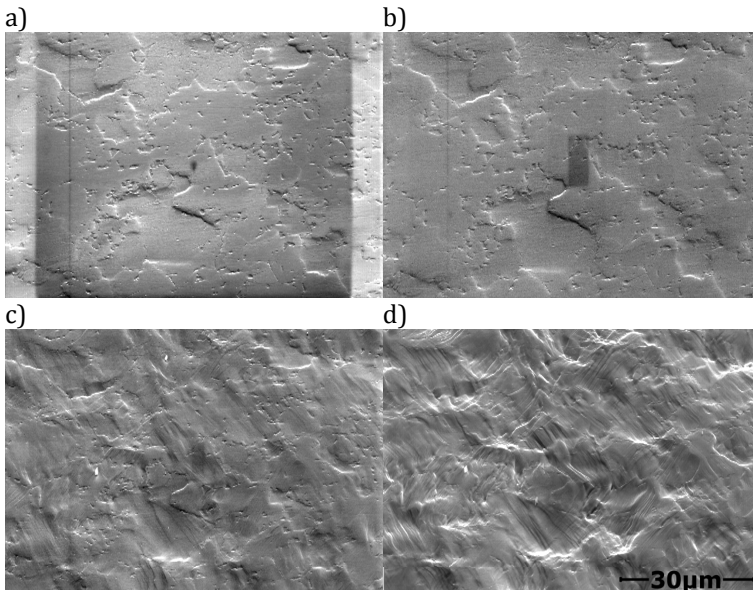


Abb. 7-2: Entwicklung der Probenoberfläche der kleinen Messregion: von a) vor der Belastung, b) <1 % plastisch, c) 5 %plastischer und d) 15 % plastischer Dehnung (Belastung verläuft entlang der Horizontalen) (Der vollständige Datensatz befindet sich in Abb. 9-13 und Abb. 9-14)

In der Abb. 7-2 sind die wesentlichen Schritte der Deformation in der kleinen Messregion an der Oberfläche gezeigt. In dieser Region ist wie sonst auf der Probe nur wenig Martensit enthalten (Abb. 4-4). Es gibt wenige Inseln und typische Inselgrößen betragen nur einige Mikrometer. Meistens handelt es sich um partikelförmige Inseln, die anhand ihrer rauen Oberfläche erkennbar sind. Der komplette Ablauf mit REM Bildern aller 10 Teilschritte befindet sich im Anhang (Kap. 9.5). Zwischen Abb. 7-2 a und b liegen lediglich die Belastungsschritte auf bis zu 50 % der Streckgrenze und <1 % plastischer Dehnung. In diesen Schritten sind keine Veränderungen an der Oberfläche erkennbar. Ab 2 % plastischer Dehnung beginnen sich erste Gleitbänder an der Oberfläche hervorzuheben. Diese bauen sich im Verlauf des Versuchs immer weiter auf und richten sich ca. 45° zur Zugrichtung aus. Dadurch wird die Oberfläche bewegt und die Körner verlängern sich in Zugrichtung. Anhand der Partikel und Grenzen kann man die Bewegungen einzelner Oberflächenanteile verfolgen. Diese ist nicht in allen Bereichen gleichgerichtet. Um den Ablauf zwischen 5 und 10 % zu verdeutlichen, werden in Abb. 7-3 die Bewegungen der Oberfläche mit Pfeilen dargestellt. Mit der steigenden Belastung bilden sich zwei V-förmige Bereiche (rot) aus, an denen sich Gleitbänder schneiden. An dieser Stelle entsteht der Eindruck als würden die betroffenen Körner in die Probe versinken und sich nebenan (unterhalb) auf der Probenoberfläche Material hervorheben. Entlang der gelb markierten Linien gibt es eine Scherverformung. Diese gelben Grenzen heben die globalen Scherbänder hervor, die entlang der Grenzen mehrerer Körner verlaufen. Die umliegenden Bereiche verformen sich in Belastungsrichtung, bzw. leicht schräg dazu. Dies ist durch die Pfeile, die blaue Linien schneiden, gekennzeichnet. Hierbei markieren blaue Linien die Gleitstufen. An der unteren Kante des Messbereichs befinden sich Körner, die nur in Zugrichtung verlängert werden. An Stellen, an denen die Gleitstufen die Richtung wechseln, hebt sich Material hervor. In Verbindung dazu sinkt in direkter Nachbarschaft ein Teil eines Kornes in die Oberfläche ein.

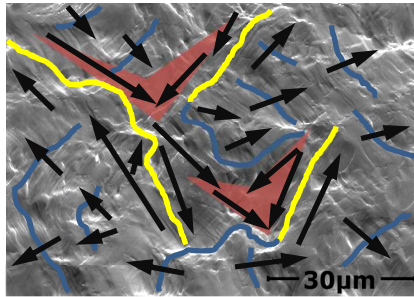


Abb. 7-3: Bewegung der Oberfläche in der kleinen Messregion: Entgegengesetzte Pfeile bedeuten Scherung entlang der gelben Linie (Scherband). Pfeile die eine Linie kreuzen deuten Bewegung der Oberfläche quer zur Linie an. Die roten Bereiche zeigen sehr starke Verformung auch senkrecht zur Probenebene. (Belastung verläuft entlang der Horizontalen)

7.2 Textur

Dieser Abschnitt befasst sich mit der Orientierungsentwicklung während des Zugversuchs. Zunächst werden die Polfiguren parallel zur Zugrichtung und danach die Orientierungsverteilungsfunktion im Eulerraum entlang der α - und γ -Faser ausgewertet. Die Texturentwicklung wurde über den großen Messbereich berechnet. Im Fall der Polfiguren werden die Rohdaten verarbeitet und im Eulerraum eine orthorhombische Probensymmetrie angenommen.

Die Entwicklung der Polfiguren entlang der Zugrichtung ist in Abb. 7-4 dargestellt. Polfiguren parallel zur Probennormalen befinden sich im Anhang in Kap. 9.5. Es zeigt sich, dass die $[001]$ Kristallrichtungen keine Veränderung ihrer Verteilung erfahren. Die $[101]$ -Kristallrichtungen durchstoßen in der Mitte der Polfigur sowie im $[201]$ -Punkt. Während des Zugexperiments nimmt die Intensität in der Mitte auf Kosten der anderen beiden Maxima zu. In der $[111]$ -Polfigur bildet sich ein konzentrischer Ring mit Lücken in der Querrichtung aus. Dieser Ring schneidet die NR in der Nähe des $[102]$ -

Punkts der Polfigur. In dieser Polfigur nimmt die Intensität der ursprünglichen Maxima ab und verteilt sich relativ gleichmäßig auf die neuen und alten Maxima.

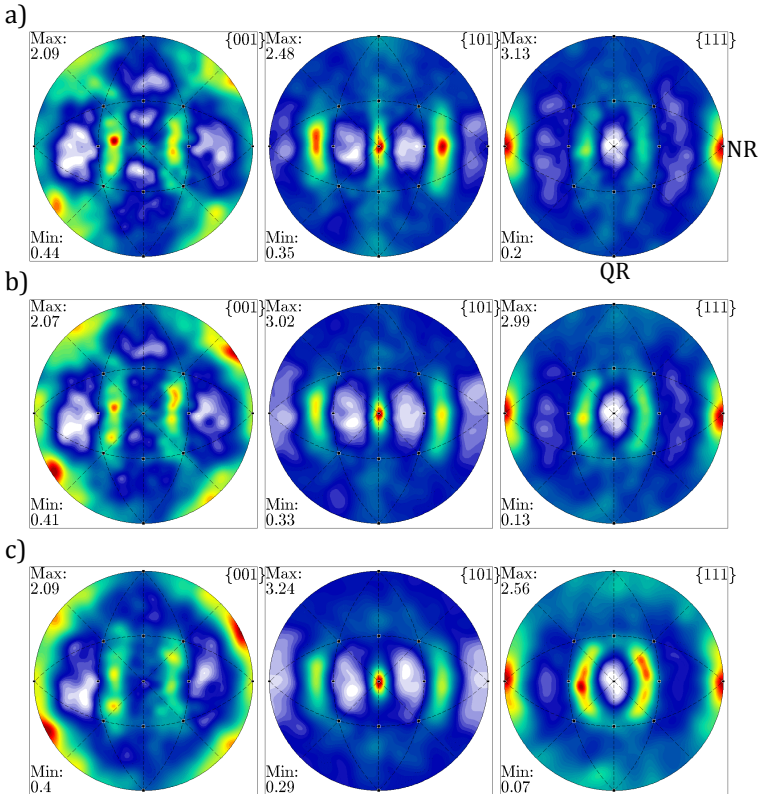


Abb. 7-4: Entwicklung der Textur (Polfiguren entlang der Zugrichtung) von oben nach unten: a) vor der Belastung, b) 5 % plast. Dehnung und c) 15 % plast. Dehnung

Ebenso lässt sich die Orientierungsentwicklung im Orientierungsraum darstellen (Abb. 7-5). Mit der Belastung nehmen entlang der α -Faser die Intensitäten stetig über die gesamte Länge zu. Im Bereich der γ -Faser verdoppelt sich die $\{111\}[011]$ Komponente und die $\{111\}[121]$ und $\{111\}[112]$ Komponenten halbieren sich in

ihrem Wert. Gleichzeitig kann man eine Abnahme der, die Faser umgebenden, Gebiete schwacher Intensität erkennen.

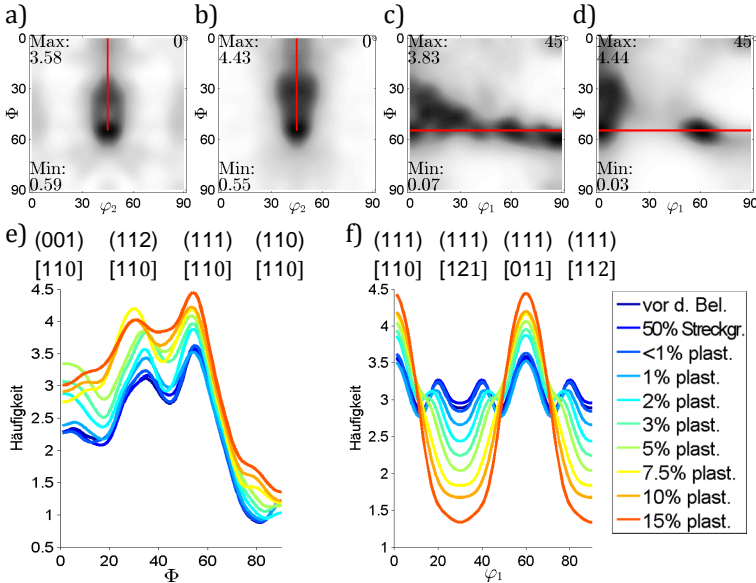


Abb. 7-5: Entwicklung der Texturkomponenten: a), b) α -Faser und c), d) γ -Faser vor und nach der Belastung. e) zeigt α -Faser und f) zeigt γ -Faser über die einzelnen Belastungsschritte

7.3 Gefüge

Nach der, im letzten Abschnitt gezeigten, Änderung der Textur werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse zur Entwicklung auf der Mikroskala präsentiert. Dazu werden die Orientierungsmessungen des kleinen Messbereichs ausgewertet. Gezeigt wird die Entwicklung der Orientierungen und der Versetzungsdichte, die nach dem, in den Kapiteln 3.5.2 und 3.5.3 beschriebenen, Verfahren ausgewertet wurden.

Abb. 7-6 enthält die Orientierungskarten vor und nach der Belastung. Die Karten sind bezüglich der Probenormalen und der Zugrichtung ausgewertet. In den Datensätzen werden Korngrenzen durch eine größere Fehlorientierung als 7° zwischen zwei Messpunkten identifiziert und schwarz markiert. Der Martensit sammelt sich in diesem Datensatz in kleinen, oft in einer Region angehäuften, partikelförmigen Inseln an. Anders als bei den in Kap. 4 erwähnten Proben und EBSD-Messungen konnten deutlich mehr Orientierungen des Martensits indiziert werden. Dies ist der gesonderten und aufwändigen Analyse der Beugungsbilder zuzuschreiben (Kap. 3.5.2). Jedoch nimmt in den Martensitregionen die Genauigkeit der Orientierungsmessung ab, weshalb auch weiterhin Martensit über seinen im Vergleich zur Umgebung erniedrigten Bandkontrast identifiziert wurde. Aus den Orientierungskarten wird deutlich, dass es starke Variationen in der Fehlorientierung gibt und sich Körner kaum oder sehr stark drehen. Betrachtet man die Rotation einzelner Bereiche genauer, so fällt auf, dass Korngrenzen in den höheren Belastungsschritten an einigen Stellen kein Hindernis mehr für Gleitung darstellen. Denn in einzelnen Bereichen setzt sich die Rotation ungehindert über die Korngrenzen fort. Durch dieses Verhalten beobachtet man mit steigender Deformation an manchen Stellen eine zueinander gerichtete Kornrotation mit anschließender Vereinigung der Körner. Dabei handelt es sich nur um die Orte an denen die Rotation oder Farbe in beiden in Abb. 7-6 gezeigten Typen im Endzustand ähnlich ist. Diese Rotationen betreffen in aller Regel kleinere Winkelbereiche und Körner, die sich zueinander orientieren. Sie haben im Ausgangszustand bereits sehr ähnliche Orientierungen. Aus der zuvor gezeigten Textentwicklung (Abb. 7-5) wird deutlich, dass sich entlang der NR (Abb. 7-6 a, b) die [001], [112] und [111]-Komponenten (rot, lila und blau) verstärken. Entlang der Zugrichtung zeichnet sich eine Zunahme der [110] (grün) und eine Abnahme der [112]-Komponenten (lila) ab. Jedoch sind die hohen Intensitäten dieser Richtungen bereits vorab gegeben, sodass diese Entwicklung sich nur leicht in

den Karten abzeichnet. Es verfärbten sich von Abb. 7-5 a zu b die gelben Messpunkte in rot und von Abb. 7-5 c zu d viele Messpunkte von hellblau oder weiß in grün um.

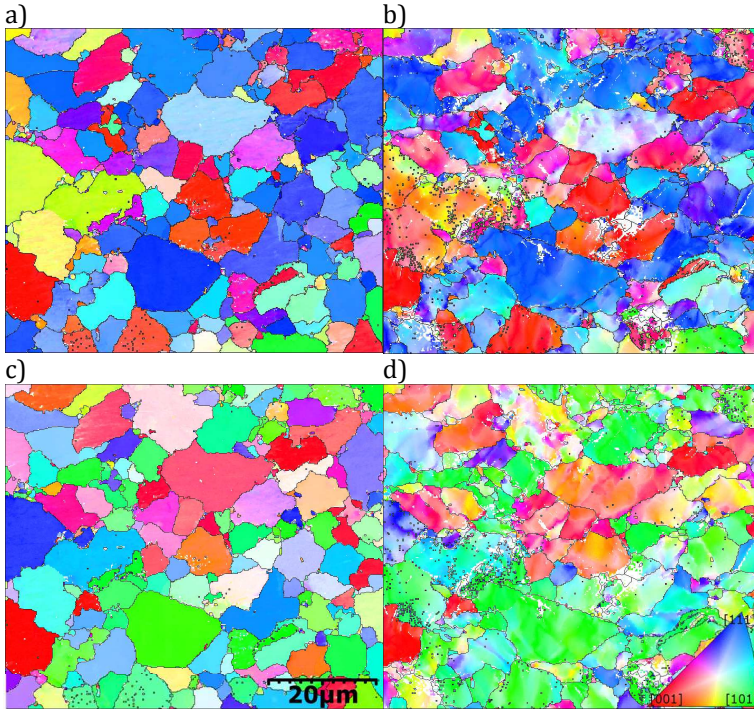


Abb. 7-6: Entwicklung der Orientierungskarten: a), c) vor der Belastung und b), d) nach 15 % plastischer Dehnung. a), b) zeigen Orientierungen \parallel NR und c), d) Orientierungen \parallel Zugrichtung. Die Zugrichtung liegt immer entlang der Horizontalen. (Vollst. Datensatz von c), d) in Abb. 9-15 und Abb. 9-16)

Abb. 7-7 zeigt die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen im kleinen Messbereich. Diese wurde nach dem, in Kap. 3.5.3 beschriebenen, Verfahren aus den Beugungsbildern der EBSD-Messung berechnet. Dazu wurde das kommerzielle Programm „Cross Court“ angewandt. Dieses Programm bezieht sich in der Berechnung auf eine Referenz im Korninnern, wodurch nur Werte innerhalb eines Kornes zum Ergebnis beitragen. Aus diesem Grund sind

hier an den Korngrenzen nicht, wie sonst üblich, höhere Werte angezeigt. Abb. 7-7 stellt nur ausgewählte Versuchsschritte dar. Der komplette Umfang aller Belastungsschritte ist im Anhang Kap. 9.5 zu finden. Vor der Belastung der Zugprobe (Abb. 7-7 a) erkennt man die aus Kap. 4.3 bekannte Verteilung der Versetzungsdichte. Es bestehen deutliche Unterschiede in der Versetzungsdichte innerhalb der ferritischen Matrix. Insbesondere in dem Bereich mit höherem Martensitanteil, der sich von unten links bis in die Mitte der oberen Bildkante erstreckt, ist die Versetzungsdichte von Anfang an erhöht. Der Ursprung der lokalen Variationen wurde zuvor bereits in Kap. 4.3 erläutert. Der Zustand nach der Zugbelastung auf geringe plastische Dehnung ($<1\%$) wird in Abb. 7-7 b gezeigt. Selbst bei diesem makroskopisch nahezu elastischen Versuchsschritt sind Änderungen in einigen Messpunkten zu erkennen. Mit der im Anschluss steigenden plastischen Dehnung werden Gleitbänder sichtbar. Es bilden sich Bänder in einem Netzwerk aus, in denen die Dichte bis auf Werte größer 10^{15} m^{-2} anwächst. Zwischen diesen Bändern liegen stets Bereiche niedrigerer Dichte, die bis 15% plastischer Dehnung nicht über $5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ anwachsen. Ab 10% plastischer Dehnung durchschreiten die Gleitbänder schließlich auch Großwinkelkorngrenzen. Im Vergleich zum Ferrit erreicht die Versetzungsdichte in den Martensitregionen höhere Werte mit bis zu $5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Dieser Bereich erstreckt sich in der kleinen Messregion hauptsächlich diagonal von der linken unteren Ecke bis in die obere Bildhälfte und zur Ecke oben rechts (Abb. 7-7 d). Die Verformung ist teilweise so stark, dass hier die Indizierung der Orientierung versagt hat. Ebenso versagt sie entlang des in Abb. 7-3 angesprochenen Scherbandes und in den dreieckigen Flächen in welchen sich die Oberfläche absenkt, bzw. daneben, wo sich das Material aus der Oberfläche hervorschiebt.

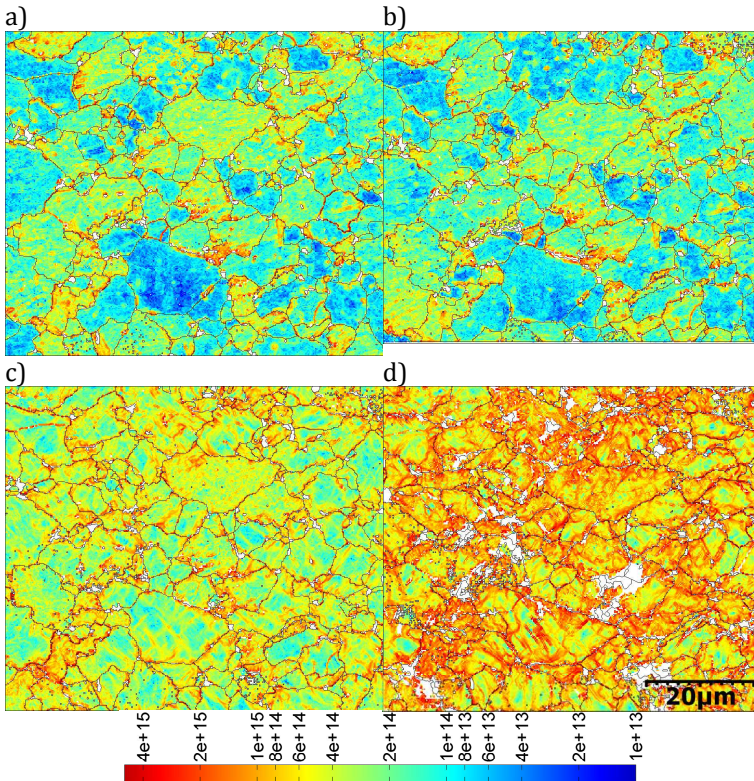


Abb. 7-7: Entwicklung der Versetzungsdichte $[m^{-2}]$ (GND berechnet aus der Fehlorientierung von Cross Court Datensätzen): von a) vor der Belastung, b) nach $<1\%</math> plastischer, c) 5 % plastischer, d) 15 % plastischer Dehnung (Vollständiger Datensatz in Abb. 9-17 und Abb. 9-18)$

Im Folgenden werden die Versetzungsdichten statistisch anhand ihrer Häufigkeit ausgewertet. In Abb. 7-8 ist die Gesamtverteilung dargestellt. Es wird deutlich, dass im elastischen Versuchsteil zunächst keine Veränderung erfolgt. Hier ist die Funktion breit zwischen Werten hoher und niedrigerer Dichte aufgeteilt und der Schwerpunkt liegt links der Mitte. Mit einsetzender plastischer Dehnung bis 2 % verschiebt sich nur die linke Flanke der Funktion und entwickelt sich zu einer symmetrischeren Verteilung, die Ähn-

lichkeit zu einer Lognormalverteilung aufweist. Ab diesem Versuchsschritt verschiebt sich die Verteilungsfunktion mit ihrem Schwerpunkt bei in etwa gleichbleibender Breite in gleichmäßigen Schritten hin zu höheren Versetzungsdichten.

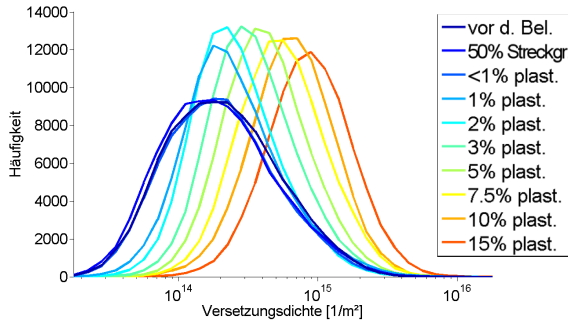


Abb. 7-8: Verteilung der Versetzungsdichte aller Messpunkte aus Abb. 7-7

Für ein besseres Verständnis, wie einzelne Orientierungen das Verformungsverhalten beeinflussen, werden die Daten nach verschiedenen Orientierungen sortiert und die Häufigkeiten der Versetzungsdichten bezüglich der verschiedenen Orientierungen (Orientierung||Zugrichtung) aufgetragen (Abb. 7-9). Gefiltert wird nach den Richtungen [001], [101], [111] mit einer Abweichung von 18° und [214] mit einer Abweichung von 15° zur Zugrichtung. Die, innerhalb der Filtergrenze liegenden, Orientierungen vor der Belastung werden zusätzlich in einer Karte dargestellt. Anhand der Fläche der Verteilungsfunktion zeigt sich die Anzahl der verbleibenden Messpunkte bezüglich eines Versuchsschritts. Diese wird zwangsweise durch die Veränderung der Texturkomponenten dementsprechend zu- oder abnehmen (Kap. 7.2). So nimmt die Anzahl der [001] und [111]-Richtungen ab, wohingegen die anderen Richtungen die Anzahl ihrer Messpunkte erhöhen.

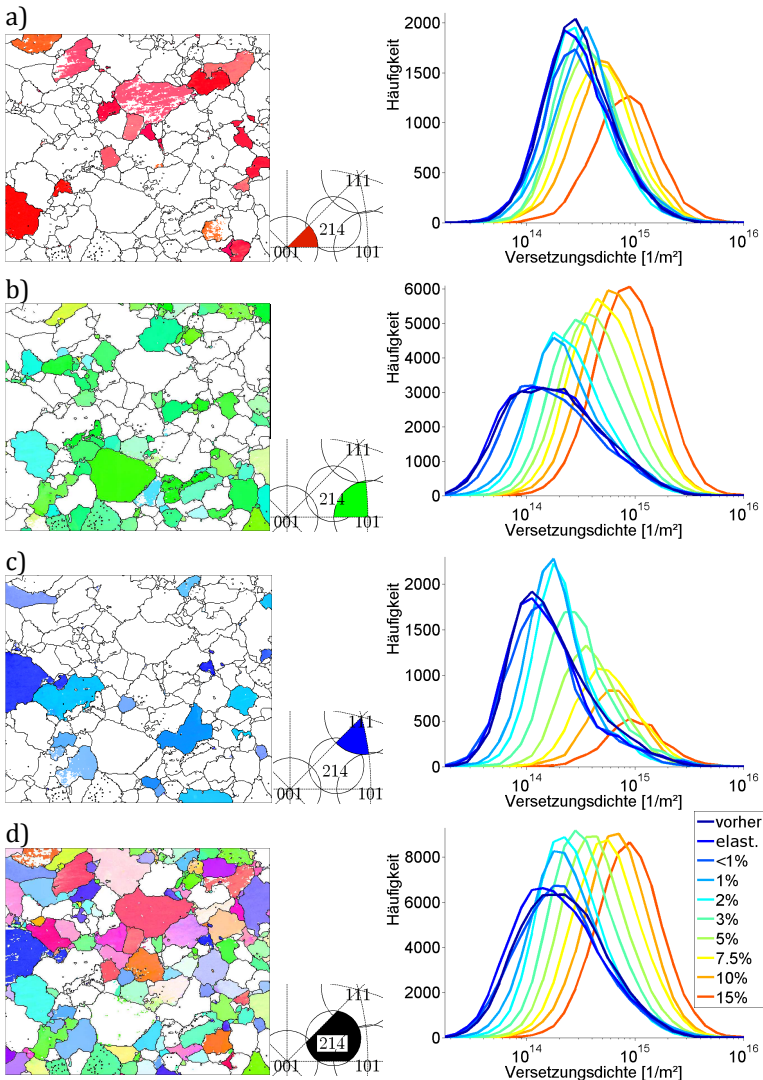


Abb. 7-9: Verteilungsfunktion der Versetzungsdichte (GND berechnet aus der Fehlorientierung von Cross Court Datensätzen), gefiltert mit 18° Abweichung von: a) nach $\langle 001 \rangle // [100]$, b) nach $\langle 101 \rangle // [100]$, c) nach $\langle 111 \rangle // [100]$ und d) gefiltert mit 15° Abweichung nach $\langle 214 \rangle // [100]$. Dazu werden Orientierungen vor der Belastung in einer Karte dargestellt.

Neben der Anzahl der Datenpunkte ist die Verfestigung der Orientierungen von Bedeutung. Zur Analyse ist es nötig sowohl Abb. 7-9 wie auch Abb. 7-10 zu betrachten. In Abb. 7-10 werden die Verläufe der Schwerpunkte der Verteilungsfunktionen dargestellt. Es fällt auf, dass in [001]-Zugrichtung orientierte Körner bereits eine hohe Versetzungsdichte besitzen, dann relativ wenig weiter verfestigen und im Schnitt die geringste Versetzungsdichte bei 15 % plastischer Dehnung besitzen. Das Verhalten von [101] und [214]-Körnern ist mit dem Gesamtverhalten aller Messpunkte vergleichbar, denn die Kurven in Abb. 7-9 b, d liegen fast übereinander. Interessant ist zudem die Entwicklung der in [214] und [111]-Zugrichtung orientierten Körner im elastischen Bereich bevor makroskopische Plastizität einsetzt. Hier nimmt die Versetzungsdichte zunächst im Mittel ab, bevor sie bei plastischer Dehnung des Materials zunimmt. Dieses Phänomen lässt sich auch aus den Verteilungsfunktionen in Abb. 7-9 c, d ablesen. Im Fall der [111]-Kurven nehmen die rechten Flanken der Kurven in Abb. 7-9 c bzw. die höheren Dichten zunächst ab, wohingegen sich die [214]-Kurven in Abb. 7-9 d vollständig nach links verschieben. Die [111]-Körner haben gleichzeitig die niedrigsten mittleren Versetzungsdichten vor der Belastung und erreichen nach dem Versuch die höchsten Werte im Vergleich zu allen anderen Orientierungen.

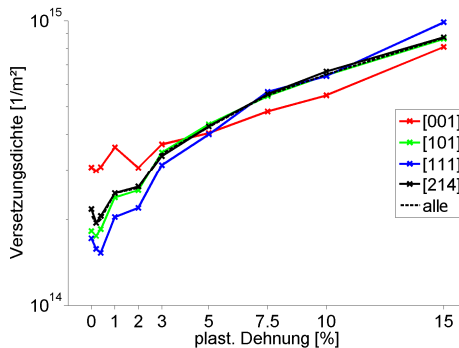


Abb. 7-10: Entwicklung der mittleren Versetzungsdichte der einzelnen Orientierungen aus Abb. 7-9. (Kurven [214] und „alle“ liegen übereinander)

7.4 Entwicklung ausgewählter Bereiche

Dieser Teil der Arbeit betrachtet nun das Verformungsverhalten noch lokaler und untersucht fünf einzelne Körner und deren Umgebung. In Abb. 7-11 a ist die Lage und die Nummerierung der Körner festgehalten. Dazu zeigt Abb. 7-11 b die Oberfläche vor der Deformation mit den vorhandenen Korngrenzen. Anhand dieser Karten kann der Martensitanteil lokalisiert werden. Korn 4 enthält in naher Umgebung den größten Anteil. Die Körner wurden anhand ihres unterschiedlichen Verhaltens bezüglich der Entwicklung der geometrisch notwendigen Versetzungsdichte ausgewählt. Die Einteilung der Körner in den einzelnen Bereichen erfolgt wieder über eine Fehlorientierung größer 7° . In einigen Fällen ist die Deformation ausreichend, dass diese Grenze mehrfach unterschritten oder auch überschritten wird, sodass in der Analyse die Korngrenzen verschwinden oder entstehen. Aus diesem Grund sind in Korn 1 und 4 zunächst zwei Körner markiert, die sich im Verlauf des Versuchs mehrfach trennen und wieder vereinen. Abb. 7-11 c, d stellen die Position der Messpunkte der Körner vor und nach der Deformation in der inversen Polfigur bezüglich der Zugrichtung (ZR) und der Normalenrichtung (NR) dar. Nach der Deformation verwachsen die zuvor scharf ausgeprägten Anhäufungen. Ebenso lässt sich abschätzen wie groß die Rotation des Kristallgitters ist, bzw. ob sich das Korn geschlossen oder partiell dem Pol $\langle 101 \rangle$ || Zugachse genähert hat. Aus den Orientierungskarten (a und b) der Abb. 7-12 bis Abb. 7-16 wird dies im Detail deutlich. Die Körner 1 und 3 rotieren vergleichsweise homogen, wohingegen die Körner 2, 4 und 5 sich inhomogen verformen und im Anschluss über viele Subkorngrenzen verfügen. Die untersuchten Körner zeichnen sich durch folgende Merkmale aus:

1. $[101]$ -Korn mit wenig Versetzungsdichte und dem zuvor beobachteten großen Scherband (von oben links nach unten),
2. $[214]$ -Korn mit Partikeln und Erholung bei elast. Dehnung,

3. [214]-Korn mit einem Partikel in der Mitte, an dem die Versetzungen in der Bewegung gehindert werden,
4. [212]-Korn mit benachbarten/enhaltenen Martensit und großem Scherband (oberer Teil),
5. [001]- oder [214]-Korn mit vielen Partikeln und hoher Versetzungsdichte zu Beginn.

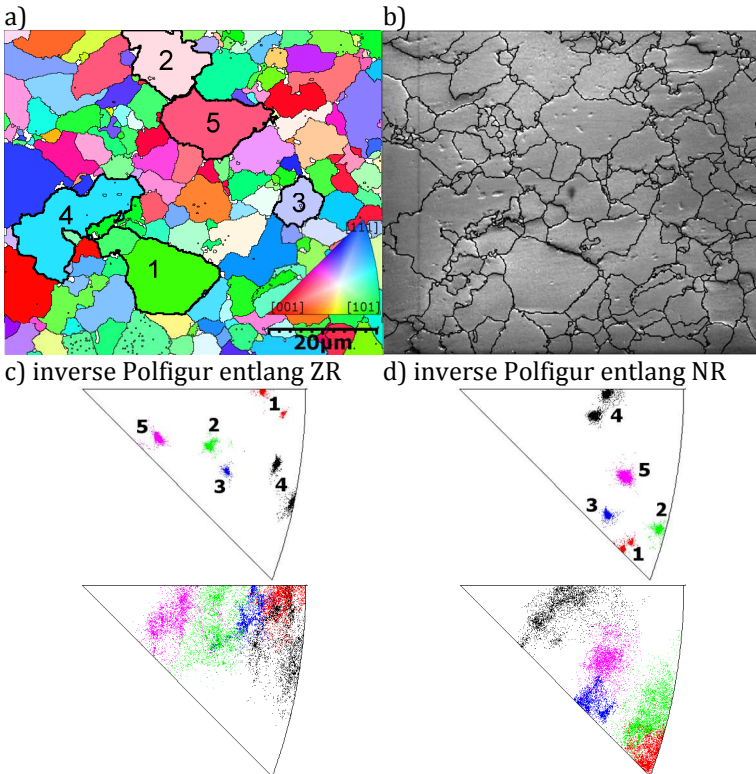


Abb. 7-11: a) zeigt den Ort der einzeln analysierten Körner im kleinen Messbereich. b) zeigt die Körner auf der Oberfläche der Probe vor dem Versuch. c) und d) zeigen Orientierungen der Körner in der inversen Polfigur bezüglich der ZR, bzw. der NR (vor und nach der Deformation).

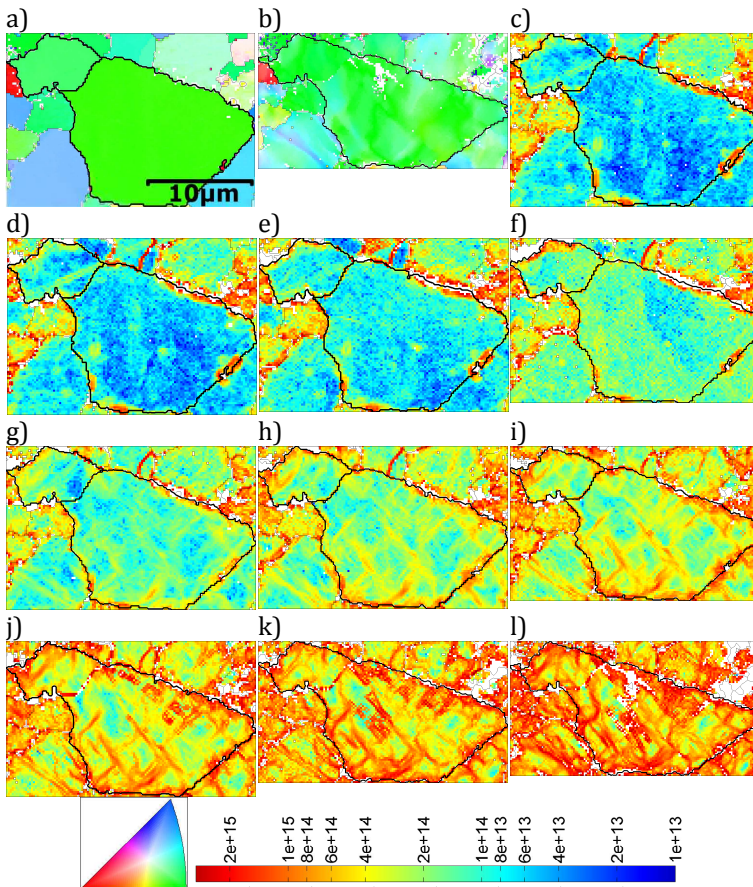


Abb. 7-12: Gefügeentwicklung von Korn 1. a), b) zeigen die Orientierungen \parallel ZR vor und nach der Deformation. c) bis l) zeigen den Verlauf der Versetzungsdichte über die einzelnen Deformationschritte

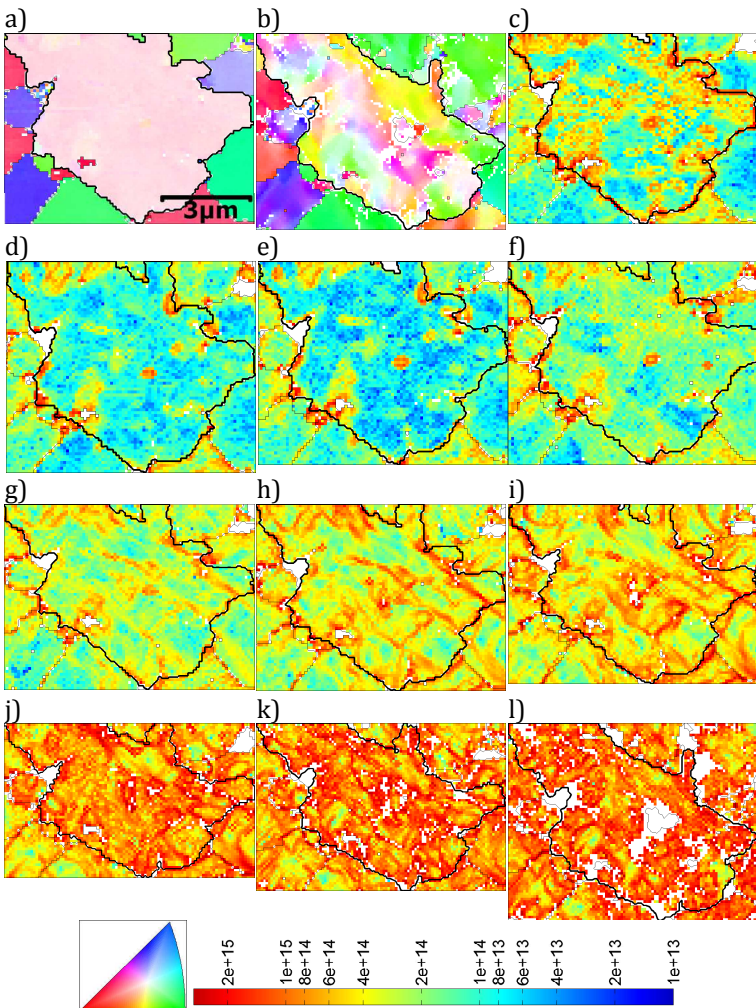


Abb. 7-13: Gefügeentwicklung von Korn 2. a), b) zeigen die Orientierung $\|ZR$ vor und nach der Deformation. c) bis l) zeigen den Verlauf der Versetzungsdichte über die einzelnen Deformationsschritte

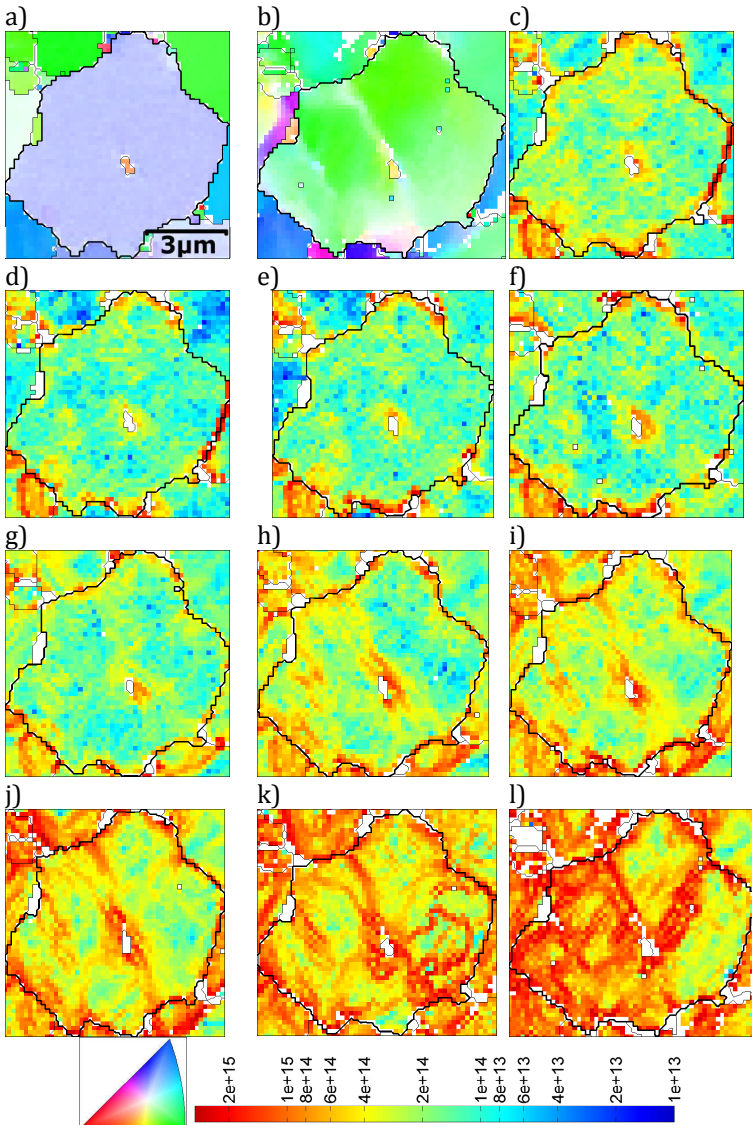


Abb. 7-14: Gefügeentwicklung von Korn 3. a), b) zeigen die Orientierungen||ZR vor und nach der Deformation. c) bis l) zeigen den Verlauf der Versetzungsdichte über die einzelnen Deformationssschritte

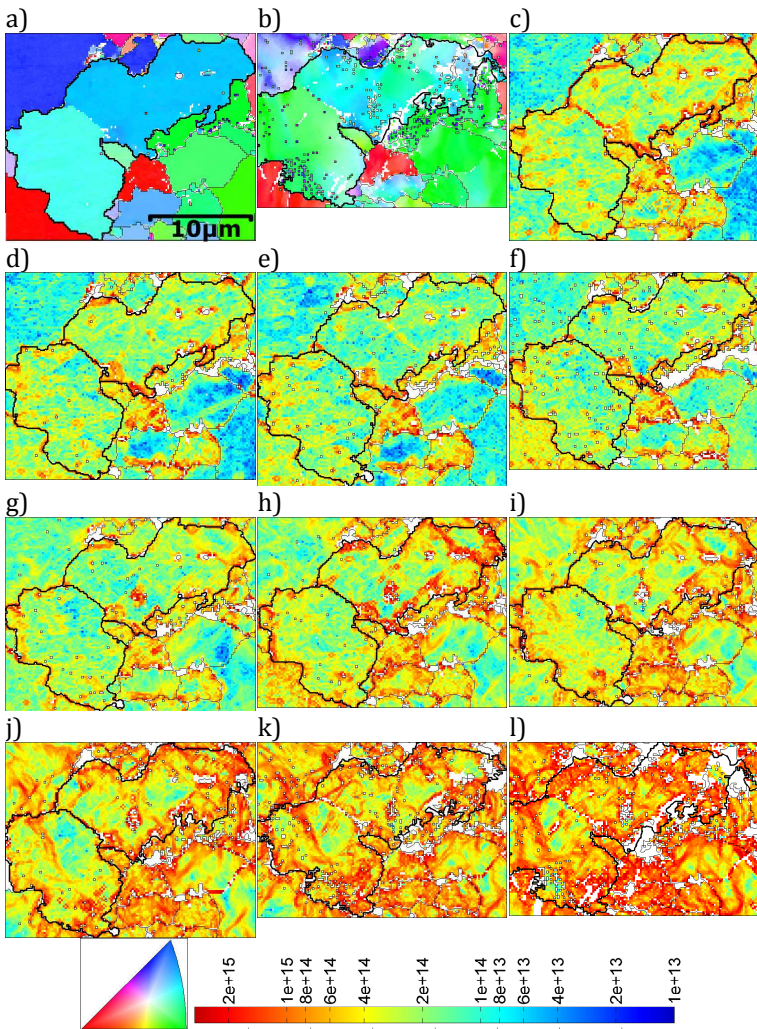


Abb. 7-15: Gefügeentwicklung von Korn 4. a), b) zeigen die Orientierungen $\|Z\bar{R}$ vor und nach der Deformation. c) bis l) zeigen den Verlauf der Versetzungsdichte über die einzelnen Deformationsschritte

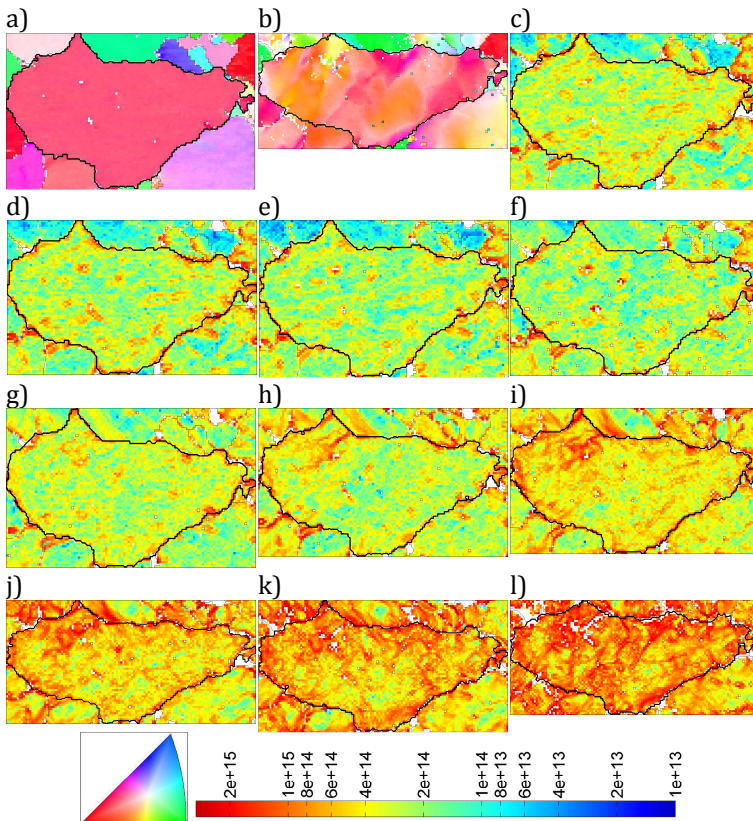


Abb. 7-16: Gefügeentwicklung von Korn 5. a), b) zeigen die Orientierungen \parallel ZR vor und nach der Deformation. c) bis l) zeigen den Verlauf der Versetzungsdichte über die einzelnen Deformationsschritte

In Abb. 7-11 wurden die Körner vorgestellt, die einzeln in Abb. 7-12 bis Abb. 7-16 präsentiert werden. Für jedes Korn liegt die Entwicklung der Orientierungen und Schritt für Schritt die Entwicklung der Versetzungsdichte vor. Ist allerdings die Orientierungsmessung durch zu große Deformationen fehlgeschlagen, so fehlt auch der zugehörige Datenpunkt für die Versetzungsdichte. Der folgende Text fasst die Ergebnisse aus Korn 1 bis 5 zusammen.

In Korn 1 - [101]||ZR (Abb. 7-12), das keine Partikel einer zweiten Phase enthält, liegt zunächst eine niedrige Versetzungsdichte vor. Mit steigender Belastung erhöht sich diese stetig in jedem Schritt. Ab 2 % plastischer Dehnung bilden sich Scherbänder aus. Die sich kreuzenden Bänder verlaufen geradlinig und diagonal in 45° zur Zugachse durch das Korn. Zwischen den Scherbändern verbleibt die Dichte niedrig bis maximal $4 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Hingegen an den Grenzen des Kornes stauen sich Versetzungen stetig auf. Im Verlauf des Versuchs rotieren die benachbarten Körner in Richtung der Orientierung von Korn 1, sodass im letzten Versuchsschritt sich die Linien erhöhter Versetzungsdichte über die Korngrenzen fortsetzen.

Das Korn 2 - [214]||ZR (Abb. 7-13) hat im Vergleich anfänglich eine höhere Versetzungsdichte. Sie ist insbesondere an den, im Korn enthaltenen, Partikeln erhöht. Mit der elastischen und geringen plastischen Dehnung im ersten und zweiten Versuchsschritt verringert sich die Versetzungsdichte zwischen den Partikeln. Der, zunächst stattfindende, Verlust an Versetzungsdichte kann auch in den Körnern 3 bis 5 beobachtet werden. Jedoch ist dieses Verhalten weniger stark ausgeprägt. In den folgenden Schritten wächst die Versetzungsdichte wieder bis sie ab 7,5 % plastischer Dehnung konstant bleibt und einige Messpunkte in den Bereichen hoher Versetzungsdichte aus der gewählten Skala laufen und verschwinden. Über die gesamte Versuchsdauer zerteilt sich das Korn mehr und mehr in viele kleine Subkörner.

In Korn 3 - [214]||ZR (Abb. 7-14) bildet sich ab 3 % plastischer Dehnung ein Scherband von links oben bis rechts unten. Mit weiter steigender Belastung entstehen mehr Versetzungen, die in mehreren Linien hoher Versetzungsdichte gesammelt von dem, mittig liegenden, Partikel bis an die Korngrenze reichen. Im vorletzten Versuchsteil bildet sich dann ein ringförmiges Versetzungsband aus, der im letzten Schritt ein weites Gebiet überschreitet, das danach eine geringe Versetzungsdichte vorweist. Durch diesen Prozess zerteilt sich das Korn anfangs in zwei und letztlich in drei Subkörner. Durch das Durchlaufen der Subkorngrenzen rotieren die einzelnen Unterteilungen des Kornes nach, sodass am Schluss fast überall wieder eine neue und gleiche Orientierung vorliegt.

Das Korn 4 - [212]||ZR (Abb. 7-15) besteht zunächst aus zwei Teilkörnern, deren Korngrenze eine nur geringe Fehlorientierung besitzt. Der obere Teil des Kornes verfügt sowohl innerhalb, als auch entlang der rechten Seite über Martensitanteile. An diesen stauen sich Versetzungen über den Versuch hinweg auf. Zum Ende hin verschwinden hier erneut Messpunkte aufgrund zu hoher Deformationen. Für die hohe Versetzungsdichte ist außerdem das globale Scherband mitverantwortlich. Dies verläuft entlang der oberen rechten Korngrenze und hat seinen Ursprung in Korn 1. In der Mitte des oberen Kornes ist ab dem Bildausschnitt (g) ein Staubpartikel auf der Oberfläche liegen geblieben, das lokal die gemessene Versetzungsdichte verfälscht. Der linke untere Teil des oberen Kornes und der obere Teil des unteren Kornes verbleiben bis zu 5 % plastischer Dehnung bei niedriger Versetzungsdichte und erfahren erst danach eine Verfestigung.

Korn 5 - [001]||ZR (Abb. 7-16) verfügt von Beginn an über eine erhöhte Versetzungsdichte ($>1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$). Im Unterschied zu den vorherigen Körnern treten erst ab 3 % plastischer Dehnung die ersten signifikanten Änderungen in der Struktur der Versetzungsnetzwerke auf. Die folgende Erhöhung der Versetzungsdichte fällt

ebenso geringer aus, als es in den Körnern 1 und 2 beobachtet werden konnte.

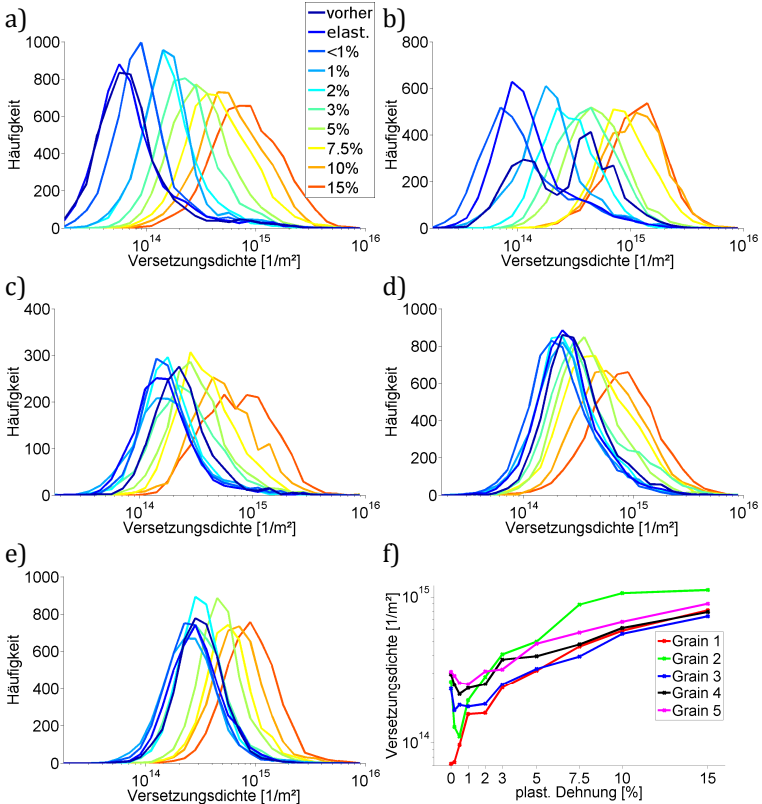


Abb. 7-17: Verteilung der Versetzungsdichte in: a) bis e) Korn 1 bis 5. f) Entwicklung der mittleren Versetzungsdichte der Körner 1-5.

Betreffend aller Belastungsschritte lässt sich in Abb. 7-17 a-e die Verteilung der Versetzungsdichten ablesen. In Korn 1 zeigen sich die niedrige Dichte zu Anfang und die schrittweise Erhöhung. Das Korn 2 verfügt vor der Belastung über eine bimodale Verteilung, die sich nach geringer plastischer Dehnung (<1 %) auf den niedrigsten Wert in einer Lognormalverteilung einstellt. In den Körnern

3 bis 5 sind stets leichte Erholungen zu beobachten, bevor sich zwischen 2 und 3 % plastischer Dehnung die erste signifikante Verschiebung der Kurve andeutet. Das anschließende Verhalten der Kurven ist bei noch höheren Belastungen ähnlich. Zusammenfassend veranschaulicht Abb. 7-17 f die Entwicklung der Schwerpunkte der Kurven.

7.5 Diskussion

In Rahmen eines Zugversuchs wurde eine Probe aus Dualphasenstahl in zehn Schritten zu festgelegten Dehnungswerten belastet. In jedem einzelnen Belastungsschritt wurde die Orientierungsentwicklung mittels EBSD-Messungen verfolgt. Nachfolgend werden die zuvor erläuterten Ergebnisse diskutiert. Die Diskussion der Ergebnisse erfolgt in zwei Abschnitten: der globalen Orientierungsentwicklung und der lokalen Analyse des Zugversuchs.

Versuchsbedingt können die Daten nur an der Oberfläche gemessen werden. Dabei wäre es möglich, dass aufgrund von an der Oberfläche geltenden Randbedingung und ablaufenden Prozessen Unterschiede zum Verhalten im Innern der Probe existieren. Direkt an der Oberfläche gibt es keine Normalspannungen und für plastische Prozesse, wie z.B. Kornrotation oder Scherungen stellt die Oberfläche kein Widerstand dar. So können die an der Oberfläche liegenden Körner aus der Probe herausrotieren, bzw. im Fall von Scherungen bilden sich In- und Extrusionen. Direkt unterhalb der Oberfläche kann es daher nicht zum Aufstau von Versetzungen kommen, wie es normalerweise für Korn- oder Phasengrenzen innerhalb der Probe der Fall wäre. An der Oberfläche wirken Bildkräfte und führen dazu, dass Versetzungen aus dem Material wandern und damit ausgelöscht werden. Die in Polykristallen vorliegenden geometrisch notwendigen Versetzungen werden ebenfalls von der Oberfläche beeinflusst. So beschreibt z.B. Ashby [145], wie sich im Polykristall Körner zueinander verformen und über die Grenzen

wechselwirken. Die entstehenden Spannungen werden unter Ausbildung von geometrisch notwendigen Versetzungen abgebaut. An der freien Oberfläche tritt dies nicht ein und daher verfügen Körner im Probeninnern stets über eine höhere Anzahl an Versetzungen. Für die nähere Umgebung einer Korngrenze zu der Oberfläche wurde das Verhalten bereits mittels Zugversuchen und EBSD untersucht. Hierbei folgte die Entwicklung der geometrisch notwendigen Versetzungen an den Grenzen der Körner mit 100 μm Durchmesser der Theorie von Ashby [146], [147], ein entscheidender Einfluss der Oberfläche war in diesem Bereich also nicht erkennbar. Es ist daher wahrscheinlich, dass die an der Oberfläche beobachteten Prozesse ähnlich zu den im Massivmaterial ablaufenden Prozessen sind. Insgesamt ist durch die Bildkräfte und die Verformbarkeit der Oberfläche ein gegenüber dem Massivmaterial verändertes Verhalten zu erwarten was sich in erniedrigter Versetzungsdichte und verstärkter Neigung zu Extrusionen äußern dürfte. Das Verhalten der Oberfläche kann daher nur als Anhaltspunkt für das Verhalten des Massivmaterials benutzt werden. Es ist jedoch plausibel, dass die in dieser Arbeit an der Oberfläche beobachteten komplexen Prozesse und ähnliche Prozesse auch im Innern des Materials unter veränderten Randbedingungen auftreten können.

7.5.1 Globale Orientierungsentwicklung

Zunächst werden die Entwicklungen in den Polfiguren bezüglich der Zugrichtung (Abb. 7-4) untersucht. Im Anfangszustand (Abb. 7-4 a) vor dem Zugversuch ist eine Textur zu erkennen, die sich aufgrund der von zwei Seiten durch das Walzen symmetrisch erfolgten Belastung spiegelsymmetrisch ausgebildet hat. Die Spielebene liegt senkrecht zur NR. Die Korrelation der Symmetrie von Belastungszustand und Textur ist bei großer plastischer Deformation zu erwarten. Plastizität erfolgt durch Versetzungsgleitung auf ausgewählten Gleitebenen, die aktiviert werden, wenn hinreichend

große Schubspannungen vorhanden sind. Gleichzeitig führt Versetzungsgleiten aber auch zu einer lokalen Rotation des Kristalls. Wenn nun Gleitung in einzelnen Körnern stattfindet, werden sie solange rotieren bis die aufgelösten Schubspannungen, die aus dem gegebenen Belastungszustand und der Kornorientierung resultieren, klein werden oder ein zweites Gleitsystem aktiviert wird und die entsprechenden Körner sich nicht mehr drehen. Die Gleitung wird dann in anderen Bereichen fortgesetzt, in denen noch ausreichende Schubspannungen vorhanden sind. Durch das Zusammenspiel von elastischer und plastischer Anisotropie des Materials werden so bei größeren Verformungen definierte Kristallrichtungen in bestimmten Belastungsrichtungen bevorzugt und als Folge spiegelt sich der Belastungszustand mit seiner Symmetrie (einachsig, mehrachsig, spiegel- oder rotationssymmetrisch, etc.) auch in der Textur wider. Diese Textur ist je nach Kristallsystem unterschiedlich ausgeprägt. Dennoch sollte sie unabhängig von den vorhandenen Gleitsystemen eines Materials bei einer hinreichend stark verformten Probe die Symmetrie der Belastung annehmen. Dieses verallgemeinernde Gedankenspiel trifft auf die hier untersuchten Walz- und Zugtexturen zu, jedoch gibt es weit mehr Einflüsse auf die Bildung einer Textur, die diesen beschriebenen Effekt abschwächen oder verhindern. Beispiele für die Einflüsse der Belastungsart auf die Textur wurden bereits zuvor beschrieben [148]–[152]. Mit der schrittweise erfolgten Belastung des vorgestellten Experiments wird nun zunehmend in den Polfiguren erkennbar, dass sich die Textur von der Spiegelsymmetrie (Walztextur) in eine eher rotationssymmetrische Ausrichtung um die Zugachse entwickelt (Abb. 7-4 c). Dies äußert sich in den Anhäufungen, die sich nun zunehmend in Kreisen um die Mitte der Polfigur, statt in Längskreisen (Linien) parallel zur QR, bilden. Deutlich wird dies in den $\{101\}$ und $\{111\}$ Polfiguren. Hier krümmt sich die Verteilung zunehmend mit Ablauf der Belastung um den Mittelpunkt. In der $\{100\}$ und $\{111\}$ Polfigur wird auch am Außenrand der Polfigur ein Kreis erkennbar. Somit bewirkt die Bildung der

$\{111\}\langle 110\rangle$ Textur unter einachsiger Zugbelastung eine symmetrische Anordnung der übrigen Kristallrichtungen um die Zugachse. Die beschriebene Entwicklung ist in der Probe jedoch nicht vollständig, die angesprochenen Kreise schließen sich in den einzelnen Fällen nicht. Die unvollständige Umwandlung ist möglicherweise dadurch bedingt, dass noch nicht ausreichend verformt wurde oder die Nähe der Messung zur Oberfläche die vollständige Ausbildung von Kreisen verhindert. Durch die bereits vorhandene Walztextur sind die erfolgten Änderungen zum Teil nur schwer nachweisbar, da sich viele Orientierungen bereits in optimaler Position befinden und keine Rotation mehr erfahren. Insgesamt zeigen die Texturdaten jedoch deutlich, dass die Textur der Probe der Symmetrie der äußeren Belastung folgt und daher die durch Walzen erzeugte Spiegelsymmetrie abnimmt und sich zunehmend eine Rotationssymmetrie entlang der ZR einstellt.

An dieser Stelle wurde versucht die Texturmessungen aus EBSD und röntgenographischen Messungen [153] zu vergleichen. Diese zeigten jedoch ein generelles Problem beim Vergleich beider Methoden auf. Selbst die große Region der EBSD Messung reicht von der Menge an enthaltenen Datenpunkten nicht aus, die Statistik der Röntgentexturen zu erreichen. Allgemein zeigten die Texturen beider Messungen die gleiche Tendenz auf.

Aus dem Walz- und Wärmebehandlungsprozess des DP600 liegt eine Textur mit einer gleichmäßig belegten α - und γ -Faser mit Maximum in $\{111\}\langle 110\rangle$ vor (Abb. 7-5 a, c). Über die einzelnen Belastungsschritte nimmt die α -Faser stetig zu, wohingegen auf Kosten der anderen Orientierungen in der γ -Faser sich nur die $\{111\}\langle 110\rangle$ Komponente erhöht (Abb. 7-5 b, d). Dieses Verhalten wurde auch schon beim Zugversuch von ferritischem DC04 beobachtet [8]. Damit zeigen beide Stähle eine in etwa gleiche Rotation der Orientierungsverteilung unter Zugbelastung. Unterschiede stellen sich bei genauer Analyse der Anfangstexturen heraus. Im Fall des DC04 lagen vorab keine Orientierungen in $\{001\}\langle 110\rangle$ in der α -Faser vor

und innerhalb der γ -Faser befand sich das Maximum statt bei 60° in etwa bei 75° . Die, im DP600 beobachtete komplette, Anhebung der α -Faser tritt im DC04 ebenfalls nicht in Erscheinung. Da es sich in beiden Fällen um Ferrit handelt, liegt nahe, dass die Entwicklungsunterschiede in der Textur auf die verschiedenen Gefüge zurückzuführen sind. Dabei entwickelten sich in der Ferritphase von Dualphasenstählen wesentlich größere Fehlorientierungen im Vergleich zu ferritischen Stahl [93]. Hierbei ist auch die Orientierung von der ferritischen Matrix von geringer Bedeutung, denn Dehnungslokalisierung tritt vermehrt in Abhängigkeit von der Verteilung der Phasen in den benachbarten Gefüge auf [88], [94]. Aufgrund der wesentlich festeren Martensitphase, der Größe und der Verteilung wird die Lage der Scherbänder beeinflusst und je nach Auftreten der Phasen bilden sich unterschiedlich ausgeprägte Dehnungsnetzwerke aus [88]. Dabei kann es passieren, dass Gefügeanteile auch umgangen werden und nicht zur Deformation beitragen. Dadurch kann es insbesondere in Gefügen mit großen Ferritkörnern und unregelmäßig verteiltem Martensit zu stark und weniger stark belasteten Bereichen kommen [86], [88]. Die Texturentwicklung stellt alle Orientierungen im Mittel ohne Bezug auf den Ort dar, wodurch sich die zuvor erläuterten lokalen Effekte nicht in der Orientierungsverteilung niederschlagen sollten. Dennoch entwickeln sich unter Belastung in dem hier untersuchten Dualphasenstahl im Vergleich zum DC04 [8] geringe Unterschiede in dem Nebenkomponten der Textur. Es ist zu vermuten, dass die unterschiedlich auftretenden Vordeformationen der Matrixkörner des Dualphasenstahls und andere Konzentrationen von Legierungselementen, aber auch die Verteilung der Phasen im Gefüge, die Texturentwicklung beeinflussen.

Aus den gemessenen Orientierungen wurden im Anschluss die Fehlorientierungen berechnet und Form von geometrisch notwendigen Versetzungen untersucht. Abb. 7-7 zeigt die Entwicklung der Versetzungsdichte über ausgewählte Verformungsschritte hinweg. Der Anstieg der Versetzungsdichte ist im Gefügebild sowie in der

Häufigkeitsverteilung (Abb. 7-8) erkennbar. In diesem Experiment verdeutlicht sich, dass die Verformung in den Bereichen der Matrix mit niedriger Versetzungsdichte beginnt. In der Literatur [88] hingegen wird lediglich auf einen Start der Verformung in großen Körnern hingewiesen. Mit fortschreitender Belastung bei etwa 2 % plastischer Dehnung beginnt ein Aufstau von Versetzungen an den Martensitinseln. Jenes ist in diesem Schritt noch schwer zu erkennen. Deutlich wird dies aber in einem späteren Zeitpunkt in der linken unteren Hälfte der Abb. 7-7 c bei 5 % plastischer Dehnung. Hier ist anzunehmen, dass ab diesen Werten ebenfalls der Martensit beginnt plastisch zu verformen. In der Literatur wurden sogar Werte um 0,5 % plastischer Dehnung ermittelt [51], bei denen Martensit im Dualphasenstahl eine erste Verfestigung erfuhr. Zwischen 3 und 5 % plastischer Dehnung ist das Anheben der Versetzungsdichte auf eine Größenordnung, die im Mittel in allen Körnern der Matrix vorliegt, abgeschlossen.

Im letzten Belastungsschritt zeigt sich, dass es im Bereich des Martensits und in Umgebung zu den Scherbändern zu sehr hohen Verformungen kommt. Besonders in den Spitzen der rot markierten Bereiche (Abb. 7-3), in denen die Scherbänder aufeinander treffen und sich Bereiche aus der Oberfläche hervorheben oder absenken, sind die Verformungen sehr hoch. In den stark verformten Bereichen sind die Fehlorientierungen bzw. Versetzungsdichten sogar so hoch, dass eine EBSD-Messung nicht möglich ist (Abb. 7-7 d). Zwischen diesen Bereichen befinden sich trotz der hohen Deformation immer noch Körner oder Subkörner, die zum Ende des Versuchs kaum verfestigt sind. Vergleicht man die Lage der Körner mit geringer Versetzungsdichte zu Beginn mit der Lage der gelb markierten Scherbänder in Abb. 7-3, so fällt auf, dass die Scherbänder sich in etwa entlang der Bereiche mit der ursprünglich niedrigen Versetzungsdichte entwickeln. Dadurch weichen die Bänder den Matrixkörnern mit hoher Versetzungsdichte und den Martensitbereichen aus. Insbesondere das linke Band schlängelt sich um den Martensit herum und erhält damit einen S-förmigen Knick.

Die Verfestigung einzelner Orientierungen wird nun anhand einzelner Kristallrichtungen bezüglich der Zugachse eingeordnet (Abb. 7-9). In diesen Daten äußert sich die Texturentwicklung in der Häufigkeit einzelner Orientierungen in den jeweiligen Belastungsschritten. Dabei rotieren die Kristallrichtungen [001] und [111] hin zur [101] Kristallrichtung der inversen Polfigur, parallel zur Zugrichtung. Eine Analyse der Daten kann durch Betrachtung der Schwerpunkte der Verteilungskurven der Versetzungsdichte in Abb. 7-10 geschehen. So betrachtet haben [111] Körner zunächst die geringste Versetzungsdichte, aber verformen unter Bildung der meisten Versetzungen. [001] Körner hingegen weisen von vornherein die höchste Versetzungsdichte auf und bilden die wenigsten Versetzungen aus. Vergleicht man dieses Verhalten mit dem der Säulen (Kap. 6.2.1), so weisen beide Datensätze eine gewisse Ähnlichkeit auf. Die Säulen mit [111] Kristallrichtungen parallel zur Längsachse, zeigten tendenziell höhere Fließspannungen im Vergleich zu [001] orientierten Säulen. Deutlicher wird der Zusammenhang, wenn man einen Vergleich mit den Ergebnissen der Experimente an ferritischen DC04 Stahl [8] durchführt. Dort ist die Reihenfolge der Festigkeiten mit der hier gezeigten Höhe an Versetzungen in den Körnern ähnlich. [001] parallel zur Druckachse orientierte Säulen zeigen die geringste und [111] parallel zur Druckachse orientierte Säulen die höchsten Fließspannungen. Der Vergleich von Festigkeit und Dichte von geometrisch notwendigen Versetzungen liefert also für Säulen und für die Körner die gleiche Orientierungsabhängigkeit. Es ist jedoch zu beachten, dass die festigkeitsbestimmenden Mechanismen von Säulen nicht denen von Körnern im Vollmaterial gleichen müssen. Für die verglichenen Säulen mit einem Durchmesser von 2 μm besteht jedoch die Möglichkeit, dass die Festigkeit von sich hindernden Versetzungen bestimmt wird [142].

Eine Beobachtung, die sich bei großer Mittelung der Daten äußert, zeichnet sich in den Körnern mit [111] und [214] Orientierung pa-

parallel zur Zugachse ab. Hier sinkt in den ersten zwei Belastungsschritten die Versetzungsdichte, obwohl der erste Belastungsschritt makroskopisch nur elastische Dehnung erzeugt und auch im zweiten Schritt nur minimal plastisch verformt wurde. Ähnliche Prozesse, bei denen Versetzungen bei Belastung verschwinden, wurden als „Mechanical Annealing“ bezeichnet. Dabei kommt es unter statischer Belastung von Mikrosäulen [143] und zyklischer Verformung von Nanodrähten [154] zum Verlust von Versetzungen, sodass nach Belastung versetzungsfreie Proben oder Körner in den Proben vorlagen. In der Literatur ließen die Größen der Proben zu, dass Versetzungen leicht an die Oberflächen und dadurch aus dem Material treten konnten. Einige der Körner, die in dieser Arbeit Versetzungsdichte abbauen, haben eine blaue Farbe in der inversen Polfigur bezüglich der NR, d.h. die Gleitrichtung bzw. der Burgersvektor [111] liegen senkrecht zur Probenoberfläche. Insofern wäre es möglich, dass hier die Versetzungen ebenso zur Oberfläche wandern. Für diese Bewegung reicht offensichtlich eine makroskopisch gemessene elastische, bzw. minimale plastische Deformation aus. Dieser Effekt soll in der lokalen Analyse in Kap. 7.5.2 detailliert anhand von Beispielen einzelner Körner beleuchtet werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Fähigkeit eines Korns zu deformieren im DP600 an mehrere Parameter gebunden ist. Erstens spielt die Kornorientierung der Kristallrichtungen bezüglich der Zugachse eine Rolle, denn auch aus anderen Arbeiten [8], [45] ist bekannt, dass im ausgelagerten Ferrit eine Orientierungsabhängige Verformung stattfindet. Diese Betrachtung ist jedoch stark vereinfacht, da der reale Spannungszustand im Gefüge entscheidend ist und nicht die, bei dieser Argumentation angenommene, uniaxiale Belastung. Zweitens, ist die vorliegende Versetzungsdichte wichtig, da sie die Fließspannung von Anfang an erhöht und dadurch den Beginn der Verformung lokal bestimmt. In einigen Fällen nimmt die Versetzungsdichte zu Beginn der Belas-

tung sogar ab bevor sie wieder ansteigt. Drittens muss der Martensit erwähnt werden. Ein, in der Nachbarschaft des Ferrits liegender, Martensitbereich kann für Inhomogenitäten in der Verformung verantwortlich sein und dazu führen, dass sich ein Korn nur sehr wenig oder mehr als erwartet verformt.

7.5.2 Lokale Analyse

Der, im letzten Abschnitt beschriebene, Einfluss der Versetzungsdichte und der kleinen Martensitbereiche weist darauf hin, dass die Verformung räumlich sehr inhomogen abläuft. Im vorliegenden Abschnitt werden dazu auffällige lokale Prozesse näher betrachtet. Die fünf, im Detail dargestellten, Körner wurden ausgewählt, da sich in jedem Einzelnen ein gesondertes Verhalten mit steigender Deformation einstellt. Abb. 7-18 zeigt die einzelnen Körner in einer Skizze, um auf die, im Text angesprochenen, Bereiche deutlicher zu visualisieren.

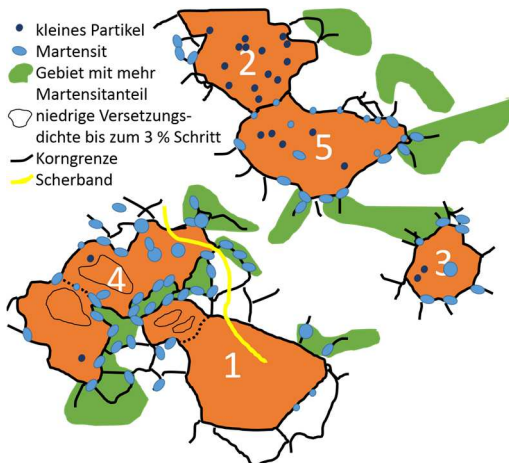


Abb. 7-18: Skizze des kleinen Messbereichs mit Hervorhebung der Körner 1 bis 5 mit Kennzeichnung der wichtigen Merkmale in nächster Umgebung

Korn 1 ist eines der größten Körner in dem kleinen Messbereich und verfügt über keine zweite Phase an der Oberfläche. In den Körnern 2, 3 und 5 spielen Partikel, die nicht näher analysiert wurden und daher nicht zwangsläufig martensitischer Natur sein müssen, eine entscheidende Rolle. In Korn 4 und an den Grenzen befinden sich Martensitinseln, die Einfluss auf die Versetzungsbewegung nehmen. Die folgenden Zusammenhänge werden anhand der gemessenen geometrisch notwendigen Versetzungsdichte betrachtet. Der Verlauf wird dazu in jedem einzelnen Belastungsschritt für jedes Korn aus der Fehlorientierung berechnet. Die hierfür genutzte Skala reicht von $1 \cdot 10^{13}$ bis $3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Mit der verwendeten Schrittweite von $0,2 \text{ }\mu\text{m}$ ergibt sich daher eine Anzahl zwischen 0,4 und 120 Versetzungen (GNDs) pro Messpunktfläche.

Korn 1 (Abb. 7-12) liegt bereits in der für Zug optimalen Texturlage $\{111\}\langle 101\rangle$ ($\langle 111\rangle$ entlang NR und $\langle 101\rangle$ entlang ZR), weswegen bei der Deformation wenig Fehlorientierung im Korn entsteht. Innerhalb des Korns werden vermutlich mehrere Gleitsysteme aktiviert und es bilden sich die typischen, sich kreuzenden Scherbänder in der 45° Lage zur Zugachse aus. Hierdurch wird das Korn in diagonaler Richtung geschert, um die Verlängerung in Zugachse zu realisieren. Da dieses Korn seine Orientierung nicht mehr verändert, rotieren die umliegenden Körner relativ zur Orientierung des Korn 1 und ermöglichen damit Gleitung von Versetzungen über die Grenzen hinweg. Hierbei ist es von Vorteil, dass bereits einige der benachbarten Körner über eine ähnliche Orientierung verfügen. Das, aus Abb. 7-3 bekannte linke, globale Scherband durchläuft von unten rechts her dieses Korn (gelbe Linie in Abb. 7-18). Es verlässt das Korn in der Nähe des Tripelpunktes an der oberen Grenze zwischen den zwei Kornanteilen und umgeht damit den Martensit an der linken Kornseite. Dieser zeichnet sich hier durch seine hohe Versetzungsdichte aus. Nimmt aber kein Einfluss auf die benachbarten Teile von Korn 1. Das Korn zeigt ein für $[101]$ Kristallrichtungen parallel zur ZR typisches Verhalten (Abb. 7-9 und Abb. 7-10), indem

sich kontinuierlich Versetzungsdichte bis zum Versuchsende aufbaut.

Korn 2 (Abb. 7-13) macht deutlich, welchen Einfluss Partikel auf den Verlauf von Scherbändern nehmen. Das Korn hat von Anfang an eine bimodale Verteilung der Versetzungsdichte (Abb. 7-17 b), die sich mit der ersten Deformation abbaut. Dies geschieht insbesondere zwischen den Partikeln (Abb. 7-18). In Folge bilden sich gerade in jenen Bereichen niedriger Dichte größere Scherbänder aus, die vermutlich durch die Lage der Partikel in bestimmte Richtungen laufen. Da sich um die Partikel sowie dazwischen über das Experiment hinweg viele Versetzungen bilden, liegt am Versuchsende überall eine ähnliche Dichte vor. Zwischen den vordefinierten Scherbändern haben sich am Ende des Versuchs einzelne Subkörner ausgebildet (Abb. 7-13 b).

Korn 3 (Abb. 7-14) verfügt über ein mittig liegendes Partikel (Abb. 7-18), an dem sich Versetzungen bilden oder anlagern. Mit der steigenden Belastung verschieben sich die Versetzungen auf die linke Kornseite. Hier kommt es zu einer Anhäufung von Versetzungen vermutlich durch einen Aufstau an der Korngrenze. Das Partikel in der Kornmitte scheint als Ankerpunkt für die Versetzungen zu dienen. Dies wird im letzten Versuchsschritt deutlich, denn eine Linie krümmt sich zu einem Bogen und wandert um das mittige Partikel. Es handelt sich um mehrere hundert Versetzungen, die sich gleichzeitig über eine größere Fläche bewegen. Der Vorgang ist daher teilweise vergleichbar mit dem Wandern einer Korngrenze, ähnlich einer „Rekristallisation“ der rechten Kornhälfte. Es ist nicht unwahrscheinlich, dass es sich nicht um eine Anhäufung wahlloser Versetzungen, sondern um ein Versetzungsnetzwerk mit Ähnlichkeit zu einer Kleinwinkelkorngrenze handelt. Über die anscheinend stetig ablaufende Bewegung von Versetzungen bzw. Versetzungsnetzwerken hat am Versuchsende das Korn eine andere Orientierung angenommen.

Korn 4 (Abb. 7-15) befindet sich am Rand einer größeren Martensitregion, die entlang der rechten Kornseite verläuft (Abb. 7-18). Innerhalb des Martensits ist mit der Zeit eine Erhöhung der Versetzungsdichte zu erkennen. Diese setzt sich ebenfalls im Korn 4 fort. Es handelt sich bei Korn 4 um zwei getrennte Körner, die über eine Korngrenze mit weniger als 7° Fehlorientierung verbunden sind. An dieser Grenze befinden sich einige kleine Partikel (vermutlich Martensit) an welchen innerhalb der ersten beiden Schritte die erwähnte Korngrenze sichtbar wird. Vermutlich werden an der Grenze Versetzungen aufgestaut. Es bildet sich eine höhere Fehlorientierung, sodass 7° überschritten werden. Bis zu 7,5 % plastischer Dehnung (Abb. 7-15 j und Abb. 7-18) existiert ein Gebiet geringer Versetzungsdichte (blau, bzw. grün) im Bild links, unterhalb dieser Grenze. Diese bemerkenswert niedrige Versetzungsdichte über einige Versuchsschritte könnte darin begründen, dass der benachbarte Martensit und die Korngrenze jenen Bereich von der Verformung abschirmen. Mit höherer Belastung wird auch dieser Bereich von einem Scherband durchlaufen, das die Korngrenze überschreitet. Im oberen Kornteil liegen zwei Martensitinseln, die vermutlich auch einen Teil des Korns von der Verformung abschirmen, indem sich Versetzungen aufstauen und weitere Versetzungen am Passieren dieses Bereichs hindern. Diese Abschirmung ist vermutlich so stark, dass sogar die Versetzungsdichte, die durch das linke globale Scherband (Abb. 7-3) hervorgerufen wird, im oberen Teil des Korns verbleibt.

Korn 5 (Abb. 7-16) besitzt von Anfang an eine hohe Versetzungsdichte. Im Unterschied zu Korn 1 zeigt sich, dass dieses Korn erst sehr spät an der Verformung teilnimmt. Ab 3 % plastischer Dehnung werden erste Veränderungen sichtbar. Auch bilden sich nur wenige Scherbänder aus. Die wolkenartige Verteilung der Versetzungsdichte bleibt über den gesamten Versuchsschritt erhalten. Anhand der Orientierungsentwicklung in den inversen Polfiguren (Abb. 7-11 c, d) ist kein klarer Trend erkennbar. Die Orientierungen entwickeln sich in alle Richtungen der Polfiguren bezüglich der

ZR und NR. Verglichen mit ähnlich orientierten Körnern ($[001]||\text{ZR}$) scheint dies generell der Fall zu sein (Abb. 7-10).

In Anlehnung an die Einteilung nach Orientierungen (Abb. 7-10) kann man die Verläufe der Schwerpunkte der Versetzungsdichteverteilung aus den Körnern analysieren (Abb. 7-17 f). Hier lassen sich, beschränkt auf den kleinen Messbereich, drei unterschiedliche Verhalten im Kurvenverlauf beobachten. Im ersten Fall liegt von Beginn an wenig Versetzungsdichte vor (Korn 1 - Abb. 7-17 a) und es folgt ein starker Anstieg der Versetzungsdichte ($\langle 101 \rangle || \text{ZR}$). Der Fall 2 beschreibt starke Erholung zu Beginn (Korn 2 - Abb. 7-17 b) und einen darauf folgenden Anstieg. Im dritten Fall folgt auf eine leichte Erholung gleichmäßig ansteigende Verfestigung (Körner 3 bis 5 - Abb. 7-17 c, d, e). Diese Körner sind hier zu Beginn von der Verformung ausgeschlossen.

Im Unterschied zum Zugversuch an ferritischen DC04 Stahl [8] gab es im Fall des hier untersuchten Dualphasenstahls Auffälligkeiten, die vermutlich aufgrund der martensitischen Phase aufgetreten sind. Durch Partikel wurden in Korn 2 Scherbänder auf bestimmte Bahnen geleitet. Dies geschieht ebenso global, da Scherbänder sich ihren Weg über Körner mit niedriger Versetzungsdichte durch das Gefüge bahnen [38], [88]. Körner (Korn 5) mit hoher Versetzungsdichte zu Beginn nehmen erst gar nicht an der Verformung teil [88]. In Korn 3 führten besondere Umstände dazu, dass Versetzungsbe-
wegung im Kollektiv ermöglicht wurde, wodurch Kornanteile über die Bewegung des Versetzungsnetzwerkes (Subkorn-
grenze) rekristallisieren konnten. Zuletzt schirmt der Martensit vermutlich Bereiche (Korn 4) von der Verformung ab und lässt erst von hohen Dehnungen an eine Deformation dieser Bereiche zu. In manchen Bereichen senkte oder hob sich die Oberfläche (rote Kennzeichnung in Abb. 7-3) und deutet auf besonders starke lokale Deformationen hin. An diesen Stellen häufen sich besonders viele Gleitstufen. Sie realisieren so die Höhenunterschiede auf der Probe. Verstärkte Oberflächentopographie unter Belastung konnte bereits für

Dualphasenstähle im Vergleich zu ferritischen Stählen beobachtet werden [93]. Nicht zuletzt trat in fast allen Körnern eine Erholung nach den ersten zwei in Summe gerade eben plastischen Versuchsschritten ein. Am stärksten äußert sich dieser Effekt des „Mechanical Annealing“ [143], [154] in Korn 2. Prinzipiell lässt sich dieser aber nicht durch die Anwesenheit der Martensitphase begründen. Zu vermuten ist, dass das heterogene Gefüge und die Oberflächennähe diesen Effekt begünstigt. Hier sind Spannungsüberhöhungen eher anzutreffen, als auch ein kurzer Weg für Versetzungsabbau über die Oberfläche vorgegeben. Eine Probe kann man im Kern mit EBSD nicht untersuchen, weshalb ein solcher Versuch für Vollmaterial nicht möglich ist. Jedoch fand Ghassemi-Armaki [51] heraus, dass es in einem gering vorbelasteten Dualphasenstahl zu einem Verlust von Härte, bzw. zu einer Entfestigung nahe den Phasengrenzen kam. Anzumerken wäre hier, dass es sich vielleicht um einen der, zuvor beschriebenen, Prozesse handelt, über den Gebiete mit niedriger Versetzungsdichte entstehen können.

7.6 Zusammenfassung

Der Einfluss des Gefüges auf den Ablauf der Verformung wurde an der Oberfläche einer polierten Zugprobe studiert. Dabei erfolgte die Be- und Entlastung schrittweise und nach jedem Versuchsschritt hielt man die Orientierungen innerhalb derselben Region fest. Auf Basis der Daten war es möglich die Entwicklung der Textur, der Versetzungsdichte (GND) und der Oberflächenmorphologie mit steigender plastischer Dehnung zu verfolgen. An der Oberfläche wird die Verformung anhand der Gleitstufen sichtbar. Hier senkt und hebt sich die Oberfläche in Abhängigkeit der möglichen Gleitsysteme, um die Dehnung der Probe zu realisieren. Je nach Lage der einzelnen Körner zur $\{111\}\langle 110 \rangle$ Zugtextur sind diese unterschiedlich stark von den Rotationen betroffen. Drehten sich

hierbei Körner aufeinander zu, so können Korngrenzen von Versetzungen passiert werden oder es sogar zu einer Vereinigung von Körnern kommen. Da es sich bei diesem Zugexperiment um einen rotationssymmetrischen Belastungszustand handelt, bilden sich relativ zur Zugachse auch rotationssymmetrische Maxima in den Polfiguren aus. Ein Vergleich von Texturdaten röntgenographischer [153] und EBSD-Messungen zeigen gleiche Tendenzen in der Entwicklung über die Versuchsschritte hinweg.

Das Verformungsverhalten auf der Mikroskala wird stark durch die verschiedenen Phasen, deren Vorverformungszustand und den enthaltenen Partikeln ggf. auch nicht martensitischer Natur beeinflusst. Die Verformung beginnt in der ferritischen Matrix in Regionen mit niedriger Versetzungsdichte. Die hier entstandenen Scherbänder umgehen dabei die Martensitgebiete, anstatt sie zu passieren. Innerhalb des Martensits war erst ab 2 % plastischer Dehnung Verformung erkennbar. Ab ca. 5 % plastischer Dehnung hat sich die Versetzungsdichte in etwa über alle Körner der Matrix angeglichen. Durch die lokale Analyse der Versetzungsdichteverteilung in einzelnen Körnern werden mikroskopische Vorgänge sichtbar: So kann wurde z.B. beobachtet, dass das Wandern von Kleinwinkelkorngrenzen versetzungsfreie Gebiete hinterlässt. Weiter war zu erkennen, wie Martensitgebiete oder Kleinwinkelkorngrenzen, die sich an Partikeln verankern, Gebiete von der makroskopischen Verformung abschirmen können. Einige Körner mit hoher Versetzungsdichte waren zunächst inaktiv und wurden erst bei hohen Gesamtdehnungen plastisch verformt. Betrachtet man die ersten Versuchsschritte nur unter makroskopisch rein elastischer Dehnung, so fällt bereits auf, dass sich die Versetzungsdichte in manchen Körnern herabsetzt. Dieser als „Mechanical Annealing“ bezeichnete Effekt, wurde bisher nur im Rahmen der Belastung von mikroskopischen Proben beobachtet [143], [154]. Hierbei konnten Versetzungen zu Beginn der Belastung an der nahe liegenden Oberfläche aus dem Material treten. In dieser Arbeit tritt der Effekt in

fast allen Orientierungen sowie verstärkt in Körnern mit den Kristallrichtungen $[111]||Z$ R und $[214]||Z$ R auf. Betrachtet man bei weiterer Verformung die Versetzungsdichteverteilung, so zeigt sich das Orientierungen mit $[111]||Z$ R zunächst die geringste Versetzungsdichte enthalten, aber im Verlauf des Experiments die meisten Versetzungen ausbilden. Im Gegensatz dazu enthalten Körner mit $[001]||Z$ R von Beginn an die meisten Versetzungen und entwickeln über den Versuch hinweg nur die geringste Anzahl an zusätzlichen Versetzungen. Damit zeigt die Entwicklung der Versetzungsdichte eine ähnliche Orientierungsabhängigkeit, wie sie in geringem Maß in Mikrodruckversuchen an Dualphasenstahl sowie in ferritischen DC04 Stahl [45] beobachtet wurde. Wenngleich zu beachten ist, dass sich die Verformungsmechanismen in Mikrosäulen von denen von Polykristallen drastisch (Korngrenzen, Spannungszustand) unterscheiden.

Im Vergleich zu bisherigen Experimenten welche makroskopischer Natur sind oder nur einzelne Gefügebestandteile betrachteten, zeigt der, hier verwendete, Zugversuch unter genauer Beobachtung einiger weniger Körner sehr deutlich, wie inhomogen die Verformung in dem Gefüge des Dualphasenstahls abläuft. Die Beobachtungen skizzieren, dass verschiedene Grenzflächen inklusive Korngrenzen höchst unterschiedlich agieren und entweder durchdringbar sind oder Versetzungen stark blockieren können. Die Ergebnisse weisen darauf hin, dass in der Probe vermutlich große Variationen in der Spannung vorliegen, wodurch die Versetzungsdichte je nach Stelle sowohl zu- wie auch abnehmen kann. Insgesamt bahnt sich die Verformung ihren Weg durch Bereiche in welchen sie nicht von Ausscheidungen, Martensit oder hohen Versetzungsdichten behindert wird. Dies führt zu der Bildung und Ausbreitung von gebogenen Scherbändern und einer komplexen Verformungsmorphologie auf der Probenoberfläche.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Gefüge eines Dualphasenstahls untersucht und mikro- sowie makromechanische Experimente durchgeführt, um den Einfluss des Gefüges auf die mechanischen Eigenschaften besser zu verstehen. Zunächst wurden Experimente ausgeführt, um die Phasenbildung bei der Herstellung des Stahls nachzubilden und die Entstehung einzelner Gefügekomponenten zu untersuchen. Basierend auf den gewonnenen Erkenntnissen und Gefügen wurde danach das Verformungsverhalten der Stähle untersucht, welches stark abhängig vom Gefüge ist. Dies erfolgte zunächst auf der Mikroskala, um einzelne Gefügebestandteile mehr oder weniger isoliert zu betrachten, danach in makroskopischen Experimenten unter Beobachtung des Gefüges sowie in Aufzeichnung von Veränderungen bei der Verformung. Neben dem Einfluss einzelner Gefügebestandteile zeichnete sich in dieser Arbeit ab, dass auch die aus dem Herstellungsprozess resultierende Versetzungsdichte einen signifikanten Einfluss auf das Verformungsverhalten haben kann.

Mit dem in dieser Arbeit verwendeten Heizversuch ist es zum ersten Mal möglich, die Orientierungsentwicklung von der Wärmebehandlung bis nach dem Abschrecken ohne weitere Unterbrechungen zu beobachten. Durch die Beobachtung derselben Gefügestelle konnten dabei der detaillierte Ablauf der Gefügeumwandlung untersucht werden. Dabei zeigt sich, dass die Versetzungsdichte über die Anpassungsverformung des gebildeten Martensits in der umliegenden Matrix entsteht. Die martensitische Umwandlung selbst erfolgte über das Abschrecken eines Ferrit-Austenit Gefüges. Es bestätigte sich, dass die bekannten Orientierungsbeziehungen Kudjumov-Sachs (KS) und Nishiyama Wassermann (NW) in allen Fällen nicht korrekt erfüllt werden und zumeist Orientierungen in deren Nähe angenommen werden. Für die verschiedenen Prozesse

liegen die Orientierungen jedoch unterschiedlich nahe an KS- oder NW-Orientierungen. Vor dem Abschrecken bildet sich der Austenit im Ferrit sowohl mit zufälliger Orientierung als auch nahe der KS-Beziehung. Beim Abschrecken kann Martensit an KS- oder NW-Phasengrenzen nukleieren und dadurch die benachbarte Ferritorientierung erben. Die Orientierungsbeziehung zwischen heißem Austenit und entstehendem Martensit liegt insgesamt sehr nahe an der NW-Beziehung.

Die Versetzungsdichte aus dem Abschreckprozess beeinflusst offensichtlich die mechanischen Eigenschaften des Stahls. Dies wurde im Rahmen der mechanischen Analyse der Einzelphasen mittels Mikrodruckversuch deutlich. Martensit allein erreicht Festigkeiten von ca. 2 GPa. Mikrodruckexperimente an verschiedenen ausgelagerten rein martensitischen Proben zeigen, dass Wärmebehandlungen bis zu 600°C die Festigkeit des Martensits nur relativ schwach reduzieren. Die Festigkeit der ferritischen Matrix hängt von der gespeicherten Verformung aus dem Herstellungsprozess des Stahls ab. So führt die geringe aber vorhandene Versetzungsdichte dazu, dass Säulen der Matrix eine geringere Größenabhängigkeit der Fließspannung zeigen als vergleichbare ausgelagerte Proben. Die hohen Festigkeiten von Mikrosäulen bestehend aus beiden Phasen, also mit Anteilen sowohl von Martensit als auch Ferrit, können mit einem starken mechanischen Einfluss der Gebiete der Matrix nahe der Phasengrenze erklärt werden. Gebiete um die Phasengrenzen weisen resultierend aus dem Herstellungsprozess zumeist eine starke Vorverformung und damit eine hohe Versetzungsdichte auf.

In dieser Arbeit wird deutlich, dass die makroskopische Verformung von Dualphasenstählen eine komplexe mikromechanische Antwort erzeugt, die stark von der lokalen Morphologie des Gefüges und der bereits vorliegenden Versetzungsdichte abhängt. So beginnt eine makroskopisch aufgebrachte Verformung auf der Mikroskala in den Körnern mit der geringsten Vorverformung. Die dort

entstehenden Scherbänder umgehen Martensit und Gebiete der Matrix, die eine hohe Versetzungsdichte oder Partikel enthalten, und setzen sich in nicht verformten Bereichen fort. Gleichzeitig gibt es Gebiete, die durch Martensit oder Korngrenzen abgeschirmt werden, in denen die anfängliche Dehnung keine Auswirkung auf die lokale Versetzungsdichte hat. Ebenso gibt es Körner der Matrix in welchen sich zu Beginn der Belastung und später aufgrund von Bewegung von Kleinwinkelkorngrenzen die Versetzungsdichte zunächst verringert. Diese beschriebenen Prozesse können alle gleichzeitig ablaufen und es wird deutlich, dass im Gegensatz zu einem einphasigen Material, die Entwicklung der Versetzungsdichte bei der Verformung von Dualphasenstahl stark durch das inhomogene Gefüge beeinflusst wird. Eine Repräsentation des Gefüges ist deswegen mittels einfacher Mischungsregeln zweier Phasen nicht durchführbar. Für die Berechnung einer makroskopischen Fließspannung müsste in Simulationen die Vielzahl und Komplexität der oben genannten Aspekte berücksichtigt werden. Ein Schritt in dieser Richtung ist der kontinuumsmechanische Ansatz der Gradientenplastizitätstheorie [155] in Verbindung mit Kristallplastizität. Zusätzlich kann die Verwendung einer erweiterten Kontinuumsmechanik [156], [155], die den Nye Tensor mit einbezieht, umso detaillierter die Versetzungsdynamik im Einkristall und bei der Verfestigung berücksichtigen. Ein Problem für die Modelle dürfte jedoch die beobachtete Komplexität der Versetzungsreaktionen an den verschiedenen Korngrenzen sein. Weiter ist zu berücksichtigen das dies Experiment nur Beobachtungen an der Oberfläche darstellt und ein Vergleich zur Simulation wegen der fehlenden Tiefeninformation [157] schwierig sein dürfte.

Mittels der mikromechanischen Experimente ist es gelungen, basierend auf den Daten der ersten Generation des DFG Graduiertenkollegs 1483, die mechanischen Eigenschaften der Phasen eines Dualphasenstahls im Einzelnen und unter gemeinsamer Belastung zu studieren. Die Ergebnisse beschreiben das Verformungsverhalten der ferritischen Matrix unter geringer Vorverformung und das

des inselförmigen Martensits in Bezug zur Fertigungshistorie. Neu für Dualphasenstahl ist die verwendete Kombination aus Mikrodruckversuch und Beobachtung der Entwicklung von geometrisch notwendigen Versetzungen im Gefüge. Die gewonnenen Erkenntnisse über das Materialverhalten konnten innerhalb der Forschungsgruppe weiterverarbeitet werden. Sie finden Verwendung in den Arbeiten von Jan Pagenkopf (A7) und Florian Rieger (A12). In Projekt A7 wird auf der Mikroskala mittels kristallplastischer Modelle das Walzen und Tiefziehen von repräsentativen Volumen simuliert [158], wofür hauptsächlich die Ergebnisse der Charakterisierung Anwendung fanden (Kap. 4). Auf der Makroskala (A12) nutzt man die mechanischen Eigenschaften der Einzelphasen (Kap. 6&7), den Einfluss von Korngröße, Versetzungsdichte und Martensitverteilung, sowie Texturinformationen (Kap. 4) zur Bildung eines Materialmodells, basierend auf einem Homogenisierungsverfahren von Hashin-Shtrikman [159]–[161]. Weitere Kooperationen bestehen zu dem Projekt A8 im Themengebiet der Phasenfeldsimulation einer Wärmebehandlung (Kap. 5) und zum Projekt A13 (siehe Kap. 7), um über die Kombination von röntgenographischen Methoden und Orientierungsmessungen im Rasterelektronenmikroskop das Material analysieren.

In Hinblick auf eine weitere Verwendbarkeit der Ergebnisse in der Forschergruppe, wurde versucht repräsentative Bereiche zu untersuchen und bewusst vermieden, sehr detailliert ausgewählte Regionen und Einzeleffekte zu erforschen. Trotzdem wurden mikroskopische Methoden an ganzen Probensätzen verwendet, um statistisch signifikante Beobachtungen zu realisieren. Zum Einsatz kamen im Wesentlichen der Mikrodruckversuch, die Gefügeanalyse und Wärmebehandlung im Rasterelektronenmikroskop sowie selbst entwickelte Methoden der Datenverarbeitung von Orientierungsdatensätzen. Insgesamt wurde ein Überblick der mechanischen Eigenschaften von Dualphasenstählen auf mehreren Skalen geschaffen und der Grundstein für Wärmebehandlungsversuche

zur Untersuchung der Bildung von Martensit gelegt. In der nun folgenden dritten Generation des Graduiertenkollegs wird angestrebt basierend auf diesem Thema weitere ausgewählte Experimente durchzuführen.

9 Anhang

9.1 Wärmebehandlung im Reagenzglasofen

Aufbau

Der Reagenzglasofen wurde genutzt, um Proben außerhalb des REMs Wärmebehandeln zu können (Abb. 9-1). Der Ofen besteht aus einem Gasbetonstein mit einer Heizung aus Kanthaldraht. In diesem Ofen kann ein Reagenzglas aus Quarzglas mit einem Aufsatz mit Innenrohr eingesetzt werden. Wie in Abb. 9-1 b gezeigt, befindet sich die Probe innerhalb des Glases stets unter Argon Schutzgasatmosphäre. Die Versorgung geschieht über Teflonschläuche. Gleichzeitig ist es möglich die Temperatur über ein Thermoelement zu kontrollieren. Die Probe wird in einem Edelstahlgitter, das am Innenrohr befestigt ist, gehalten. Durch den fehlenden Kontakt der Probe zum Außenrohr wird diese nur durch den konstanten heißen Gasstrom und durch Wärmestrahlung aufgeheizt. Zur Vermeidung von Oxidbildung ist ein vorab mit Formiergas behandeltes Kupferblech an dem Aufsatz befestigt. Somit sollte ein Teil des Restsauerstoffes im Schutzgas an dem Kupfer gebunden werden. Die Temperatur des Ofens lässt sich über den Gasstrom steuern oder über die Erhöhung der Heizleistung des Ofens. Aufgrund der Temperaturmessung mit Inconel 600 Thermoelementen betrug die maximale Temperatur 1100°C. Im Anschluss an jede Wärmebehandlung kann die Probe über eine abrupte Verstärkung des Gasstroms und gleichzeitigem Herausziehen der Quarzglasteile abgeschreckt werden. Dabei waren Abkühlraten von über 200°C/s realisierbar. Lediglich die Restwärme im Glas verhinderte ein schnelles Abkühlen unter 200°C. Ein großer Nachteil dieser Apparatur lag in der Einhaltung langer Spülzeiten mit Argon, um die Bildung von Oxiden zu

vermeiden. Eine Verbesserung wäre, den Ofen vorab mittels mehrfachen Abpumpens und Belüftens mit Argon besser zu reinigen.

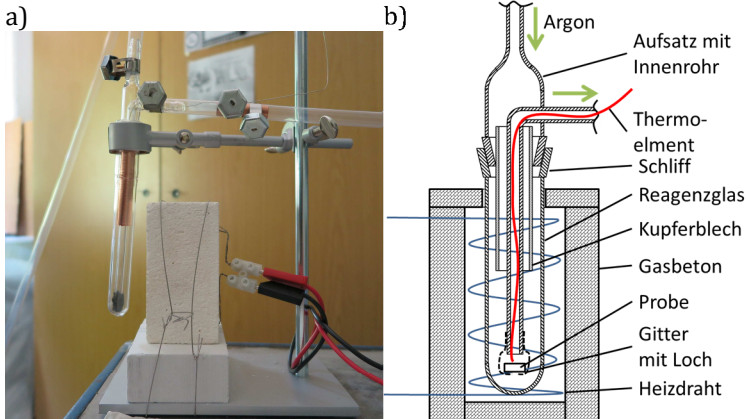


Abb. 9-1: Reagenzglasofen: Ein Reagenzglas aus Quarzglas wird in einem Ofen aus Gasbeton mit Glühdraht aus Kanthal erhitzt. Der Ofen wird mit Argon über Schläuche aus Teflon gespült. Zum Messen der Temperatur wird ein Thermoelment über das Innenrohr an die Probe geführt. Die Temperatursteuerung erfolgt entweder über den Gasfluss oder über eine Leistungserhöhung an der externen Spannungsquelle. Zum Abschrecken wird der Gasfluss maximiert und das Reagenzglas aus dem Ofen entfernt. Zur Verringerung von Oxidation ist ein Opferblech aus Kupfer eingebaut. a) Reagenzglas zum Abkühlen/Abschrecken außerhalb des Ofens und b) Skizze des Innenaufbaus

Experimentelles

Ein Teil der Abschreckversuche fanden im Reagenzglasofen (Kap. 3.3) statt. Der Zweck der Versuche bestand darin, eine Alternative zu bereits im REM stattgefundenen Versuchen der Wärmebehandlung zu schaffen, die sehr zeitintensiv waren. Daraufhin wurde der Reagenzglasofen entworfen, in welchem die Wärmebehandlung von zuvor polierten Proben stattfinden soll, ohne dass die zu beobachtende Region durch Oxidation verloren geht. Der Ofen ist analog zu einem Ofen aus Gasbeton mit Heizdraht entstanden, den Daniel Leissen (ehemals IAM-WBM am KIT) im Rahmen seiner Doktorarbeit für Hochtemperaturrexperimente entwarf. Im Vergleich

wurde der Ofen mit dem Reagenzglas aus Quarzglas erweitert. In dem Glas soll die Schutzgasatmosphäre aus Argon gehalten werden. Es wurden mehrere Versuche zwischen 750°C bis 1000°C durchgeführt. Die Proben waren aus Kaltband mit einer polierten Seite von ca. 0,25x4x5 mm. Sie waren ausreichend groß, um nicht durch den Gasabfluss zu passen und sich nicht beim Abschrecken zu verbiegen.

Zunächst bestanden Probleme mit der Reinheit in Verbindung mit anderen Gasen und Elementen innerhalb des Ofens. Beispiele für die Oberflächen, die sich aufgrund von Diffusions- und Oxidationsprozessen gebildet haben, zeigt Abb. 9-2 a, b. Diese Ergebnisse waren nicht erwünscht, da der Belag auf den Oberflächen ein Studieren der gleichen Stelle vor und nach dem Wärmebehandeln mit EBSD unmöglich machte. In beiden Fällen waren es hauptsächlich oxidierte Legierungselemente, die an die Oberfläche diffundierten und Strukturen ähnlich einer festen Entnetzung oder terrassenförmiger Oberflächendiffusion bildeten. Nach dem Wechsel auf Teflonschläuche, dem Einbau eines Kupferopferblechs und dem längeren Spülen der Apparatur wurden letztlich saubere Oberflächen erzeugt. Zudem müssen die Proben innerhalb weniger Minuten aufgeheizt und nach kurzer Haltezeit von max. drei Minuten abgeschreckt werden, um der Diffusion von Legierungselementen möglichst wenig Zeit zu geben.

Ergebnisse

In Abb. 9-2 c ist eine intakte Oberfläche dargestellt. Man erkennt die „alten“ Korngrenzen des Ferrits anhand der Vertiefungen, die sich noch vor der Phasenumwandlung durch Kornwachstum gebildet haben. Die Vertiefungen füllen sich mit Aluminiumoxid auf. Das, häufig in Stahl als Legierungselement zu findende, Aluminium diffundiert am schnellsten direkt an die Korngrenzen und oxidiert an der Oberfläche. Durch den Orientierungskontrast werden auch die neuen Korngrenzen der, sich nach der Phasenumwandlung und

dem darauf folgenden Abschrecken gebildeten, Ferritkörner sichtbar. Es fällt an einigen Stellen ein Topographieunterschied auf. Durch das Abschrecken aus dem Zweiphasengebiet ist zu erwarten, dass sich Martensit an der Oberfläche bildet. Durch EBSD-Messungen wird aber deutlich, dass es sich um verformte Bereiche handelt, nicht aber um Martensit. Ein daraufhin erzeugter Querschliff (Abb. 9-2 d) zeigt, dass sich Martensit erst nach einigen μm Tiefe gebildet hat.

Das Ziel der Wärmebehandlung und dem Abschrecken von Proben ohne Kontamination der bereits polierten Oberflächen wurde in Schutzgas nicht erreicht. Zur Abhilfe wurde Formiergas mit Wasserstoff und Argon (5/95 H_2/Ar) verwendet. Aufgrund von Randentkohlung durch H_2 an der heißen Probe bildete sich, selbst bei kleinsten Mengen des Gases, kein Martensit beim Abschrecken an der Oberfläche. Die Probe blieb allerdings sauber von Kontaminationen.

Ein ähnliches Experiment wurde auch im REM versucht (Abb. 9-2 e). Hier ließ man die Probe während dem Wärmebehandeln innerhalb des Mikroskops bei 1000°C durch Kippen des Probentisches von der Heizplatte (Kap. 3.3) in eine Wanne fallen. Die Topographie lässt hier ebenfalls auf vermeintlich vereinzelt gebildete Martensitlamellen schließen. Eine EBSD-Messung zeigt aber auch, dass es sich um ausgelagerten Ferrit handelt, der nicht in Zusammenhang mit der Topographie steht. Eine Martensitlamelle wäre durch eine scharfe Orientierungsänderung und eine erhöhte Versetzungsdichte in näherer Umgebung zu erkennen. Letztlich wurde die Abschreckrate über den, in Kap. 3.3 vorgestellten, He-Gas Abschreckversuch noch weiter erhöht und Erfolge in den Punkten Sauberkeit und plausible Ergebnisse (Kap. 5) erzielt.

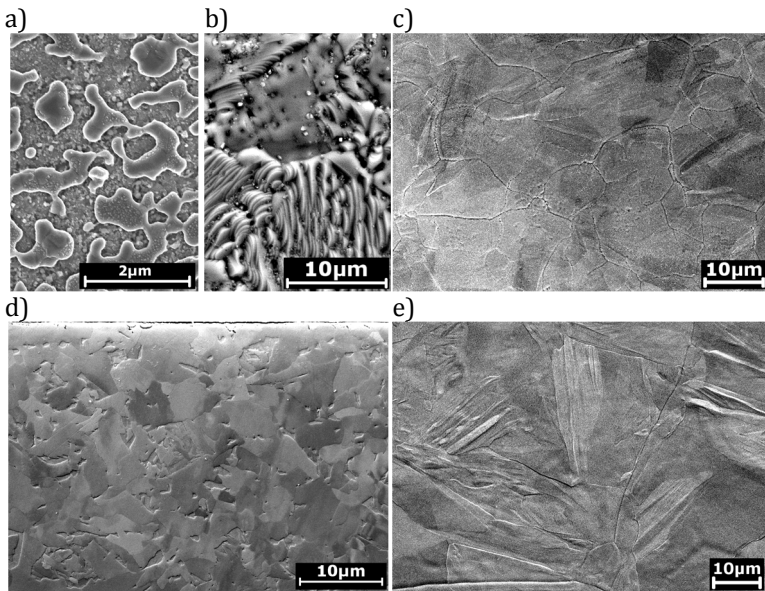


Abb. 9-2: Wärmebehandlung bei 950-1000°C: a), b) Oberflächen von Wärmebehandlungen im nicht ausreichend gespülten Reagenzglasofen, c) intakte Oberfläche aus dem Reagenzglasofen, d) Querschliff von Proben nach Wärmebehandlung im Reagenzglasofen (Martensit ist erst in einigen μm Tiefe zu finden), e) Oberfläche einer Probe, die im REM vom Heizer in eine Schale gekippt wurde. Die Rauheit entsteht durch frühere Positionen von Korngrenzen während des Kornwachstums.

9.2 Simulierter Temperaturgradient in Proben beim Heizen im REM

Um die Temperaturverteilung abzuschätzen und die Unterschiede zur Temperaturmessung innerhalb des Heizers zu erkennen, wurde die Probe im heißen Zustand mittels eines einfachen Modells in Abaqus simuliert. Dazu wurden Probendicken von 0,2 mm und 1 mm getestet. Die Probe gibt in der Simulation rundherum Strahlung mit der Emissivität von $\epsilon=1$ ab. An der polierten Oberfläche

che wird zudem $\epsilon=0.25$ untersucht. Die Probenunterseite hat in einem kleineren Bereich an einer Seite die Randbedingung $T=880^{\circ}\text{C}$. Durch diese Fläche wird der Klemmbereich an einer Seite simuliert. Der restliche flächenmäßig größere Teil wird über Strahlung mit der Umgebungstemperatur von $T=880^{\circ}\text{C}$ simuliert. Das Material hat eine Leitfähigkeit von $\lambda=40$ und eine Wärmekapazität von $452 \text{ J}/(\text{kg K})$. Die Anfangstemperatur der Probe ist wie die Umgebungstemperatur auf 20°C gesetzt. Die Ergebnisse sind in Abb. 9-3 dargestellt. Nimmt man an, dass die Emissivität der polierten Probeoberfläche Werte kleiner als 1 annimmt, so wird deutlich, dass eine dickere Probe Vorteile hat (Abb. 9-3 d); wenn es zur einseitigen Wärmeübertragung auf die Probe kommt. So beträgt die Abnahme über die Oberfläche nur 23°C . Der Verlust auf Basis der Proben Dicke ist bei dünneren Proben geringer, aber mit max. 5°C bei dickeren Proben zu vernachlässigen.

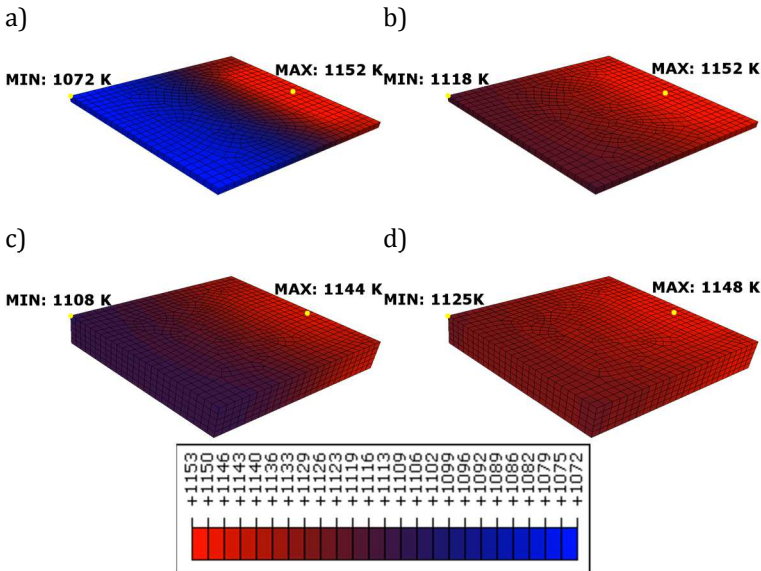


Abb. 9-3: Simulation der Temperaturverteilung [K] innerhalb der Probe: a) Probe $0,2 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$, $\epsilon=1$, b) Probe $0,2 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$, $\epsilon=0,25$, c) Probe $1 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$, $\epsilon=1$, d) Probe $1 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$, $\epsilon=0,25$

9.3 Anhang zu Kapitel 4

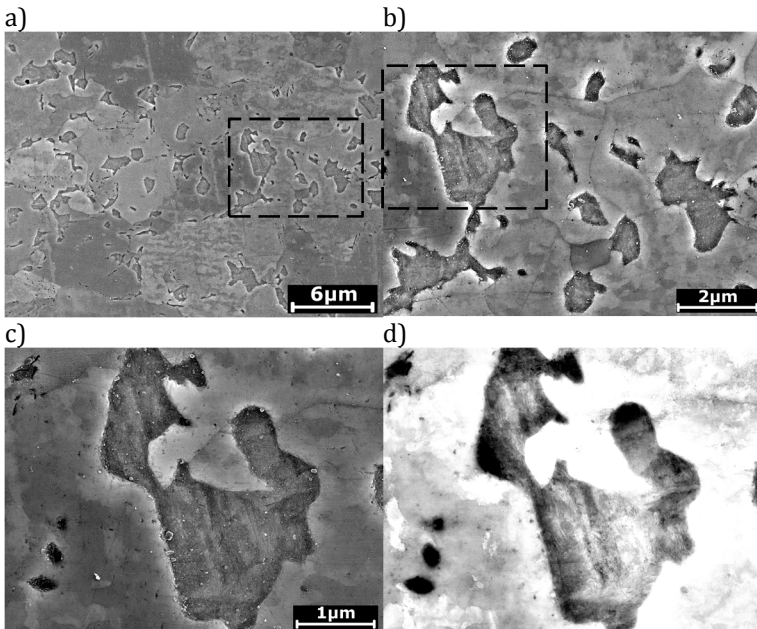


Abb. 9-4: Ferritisch/martensitisches Gefüge des Fertigbandes: In a), b) werden Übersichtsbilder des Gefüges gezeigt. Die leicht eingesenkten harten Martensitbereiche liegen an den Korngrenzen der ferritischen Matrix. b) zeigt einen Ausschnitt von a). Die in Abb. c) über SE abgebildete Martensitinsel aus b) wird in d) mittels Rückstreuelektronen dargestellt. Hier werden die einzelnen Martensitlamellen/-strukturen durch Orientierungskontrast sichtbar. Innerhalb des Martensits liegen Pakete mit hoher Versetzungsdichte vor.

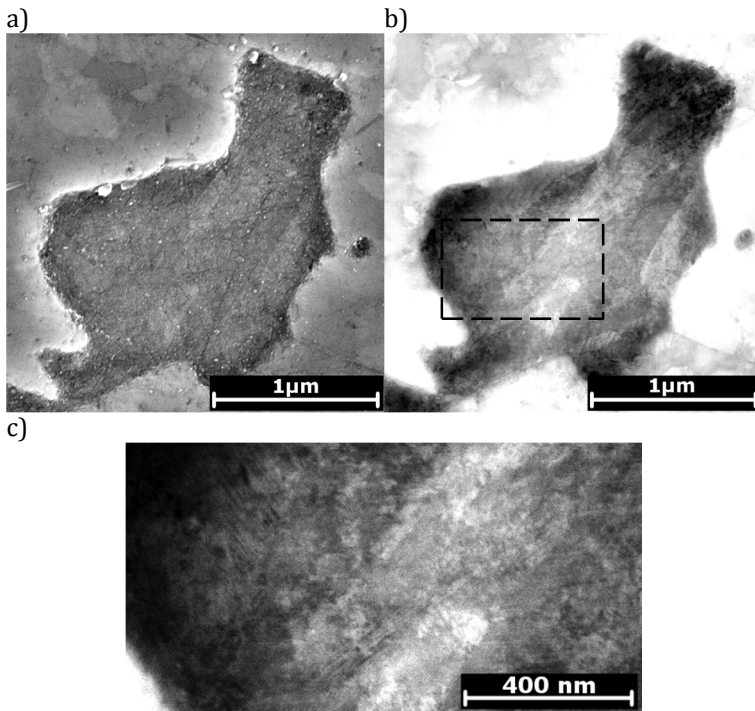


Abb. 9-5: Ferritisch/martensitisches Gefüge des Fertigbandes: Die in Abb. a) über SE abgebildete Martensitinsel wird in b) mittels Rückstreuelektro- nen dargestellt. Hier werden die einzelnen Martensitlamellen/-strukturen durch Orientierungskontrast sichtbar. In c) wird ein Ausschnitt von b) ge- zeigt. Innerhalb der Lamellen sind Zwillinge sichtbar.

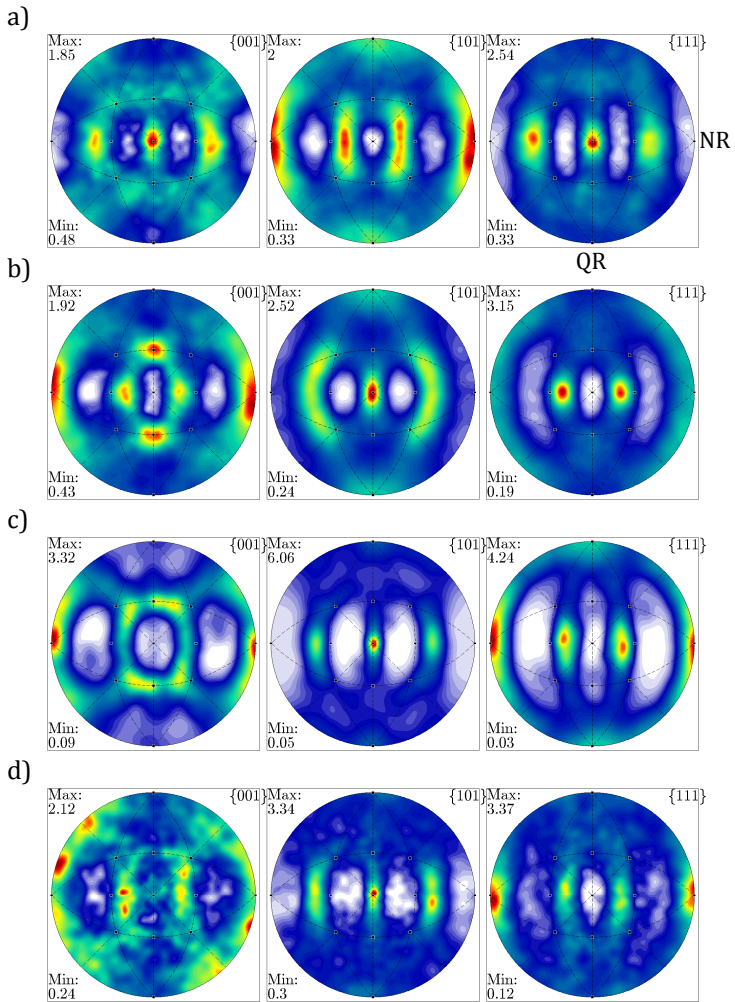


Abb. 9-6: Entwicklung der Textur (Polfiguren entlang der WR) von oben nach unten: a) Oberflächennahes Warmband, b) mittleres Warmband, c) Kaltband und d) Fertigband

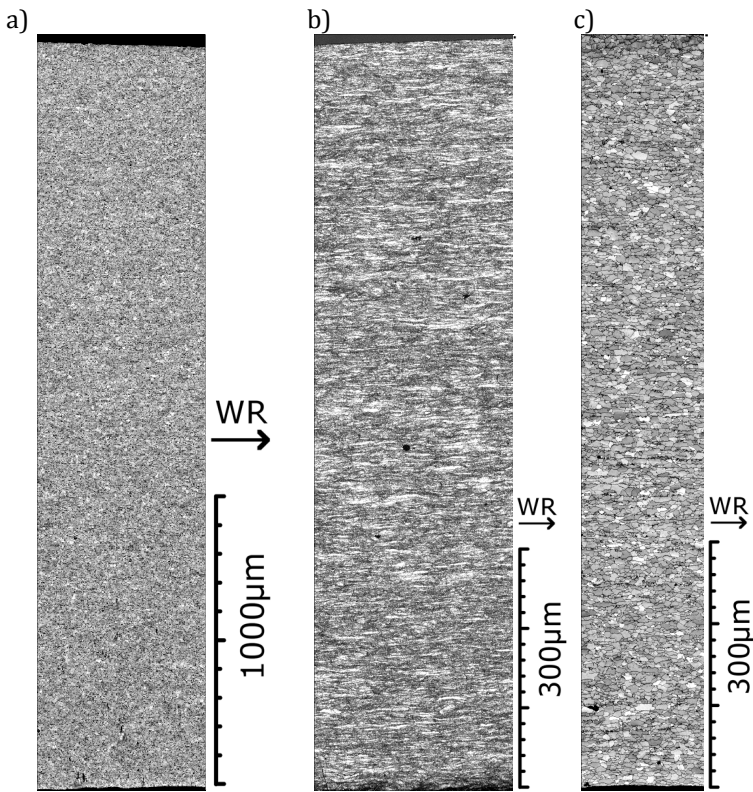


Abb. 9-7: Bandkontrastkarten über die gesamte Probendicke der drei Prozesskettenschritte des DP600: a) Warmband, b) Kaltband und c) Fertigband

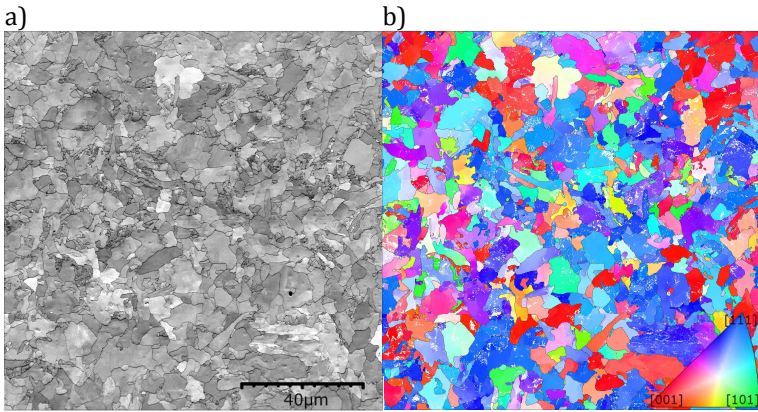


Abb. 9-8: a) Bandkontrast- und b) Orientierungskarte //WR vom Warmband (WR// zur x-Achse, QR// zur y-Achse)

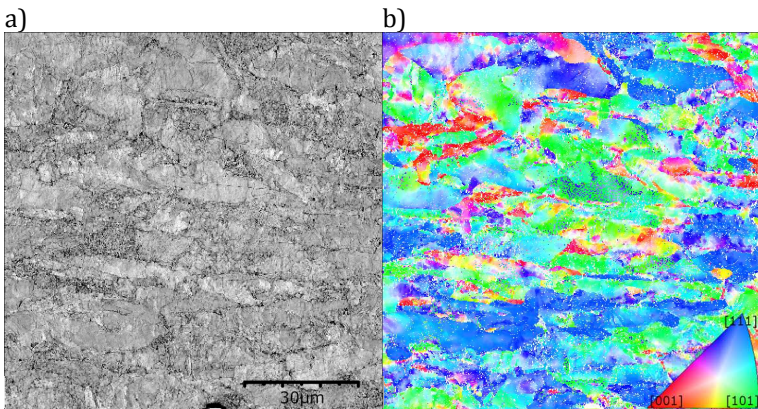
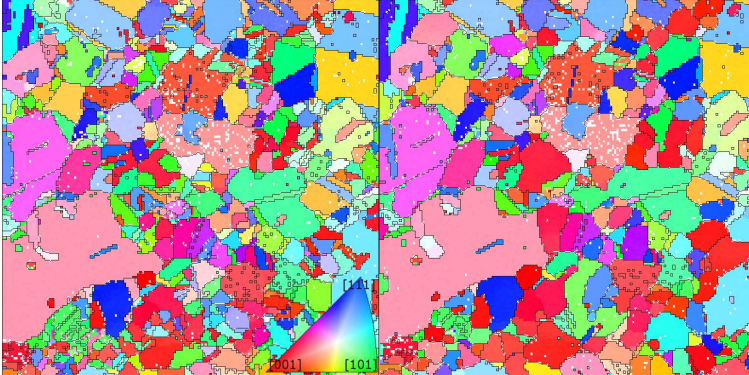


Abb. 9-9: a) Bandkontrast- und b) Orientierungskarte //WR vom Kaltband (WR// zur x-Achse, QR// zur y-Achse)

9.4 Anhang zu Kapitel 5

a) Schritt 1: 877°C

b) Schritt 2: -5 K



c) Schritt 3: -5 K

d) Schritt 4: +10 K

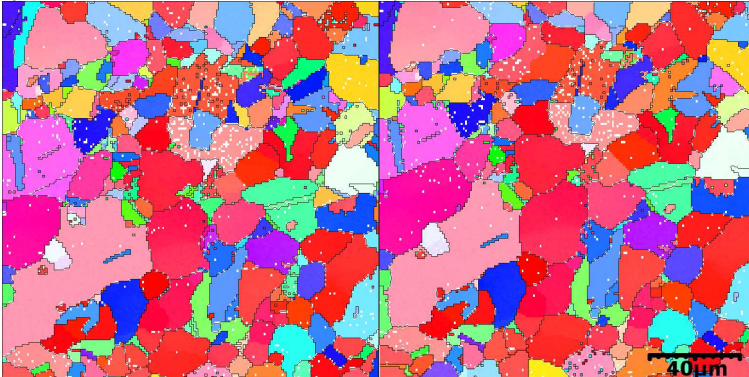


Abb. 9-10: Orientierungskarte $\|NR$ vom Wachstum von Ferrit in Austenit: a) Anfangszustand bei 877°C, b) Kühlen bis 872°C c) Kühlen bis 863°C und d) Endzustand bei 870°C. Der Ablauf des Versuchs ist in Tab. 5-1 aufgelistet.

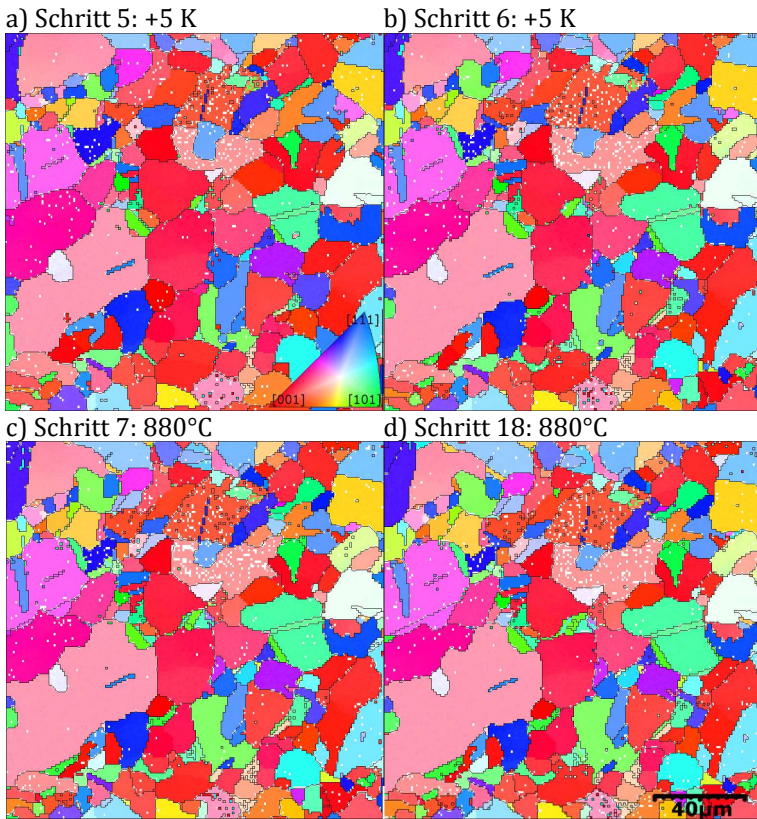


Abb. 9-11: Orientierungskarte \parallel /NR vom Wachstum von Austenit in Ferrit: a) Heizen bis 875°C, b) Heizen bis 880°C, c) Halten bei 880°C und d) Endzustand bei 880°C. Der Ablauf des Versuchs ist in Tab. 5-1 aufgelistet.

9.5 Anhang zu Kapitel 7

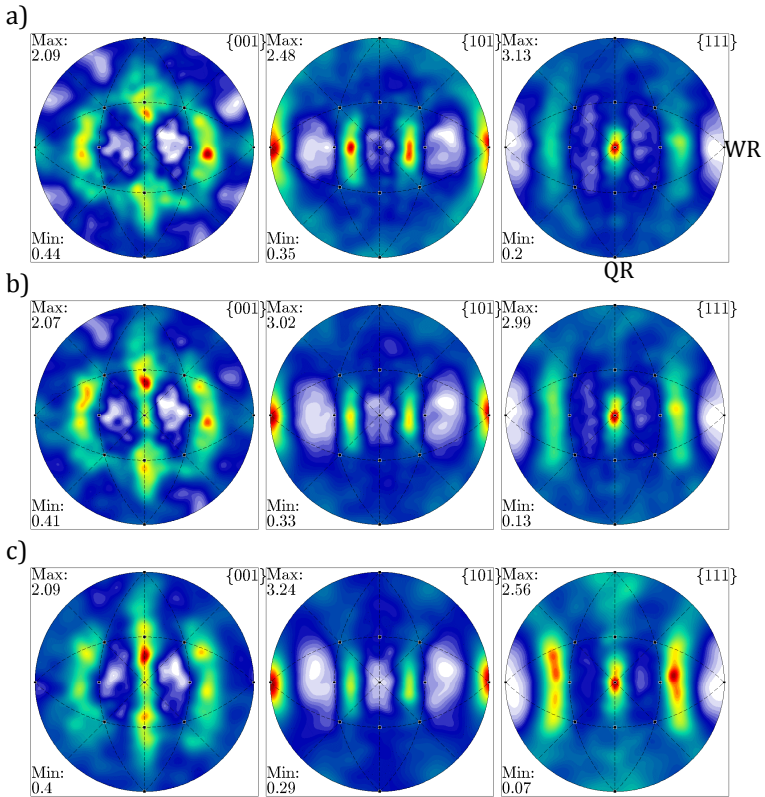


Abb. 9-12: Entwicklung der Textur (Polfiguren entlang der Probennormalen) von oben nach unten: a) vor der Belastung, b) 5 % plast. Dehnung und c) 15 % plast. Dehnung

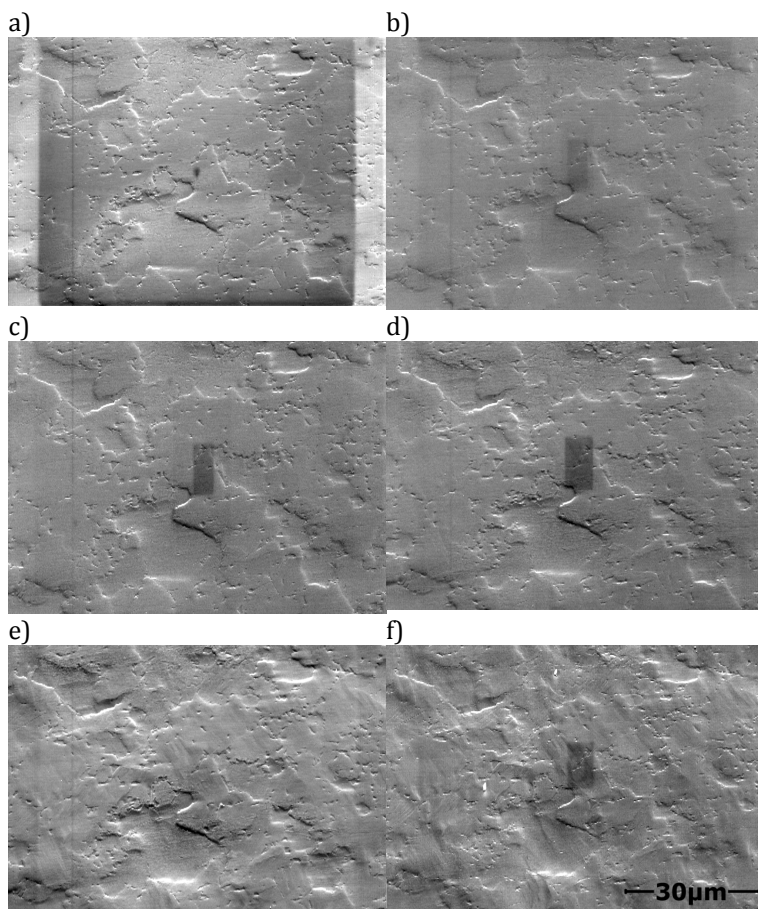


Abb. 9-13: Entwicklung der Probenoberfläche: von a) vor der Belastung, b) nach 50 % Streckgrenze, c) <math><1\%</math> plast., d) 1 % plast., e) 2 % plast. und f) 3 % plast. Dehnung

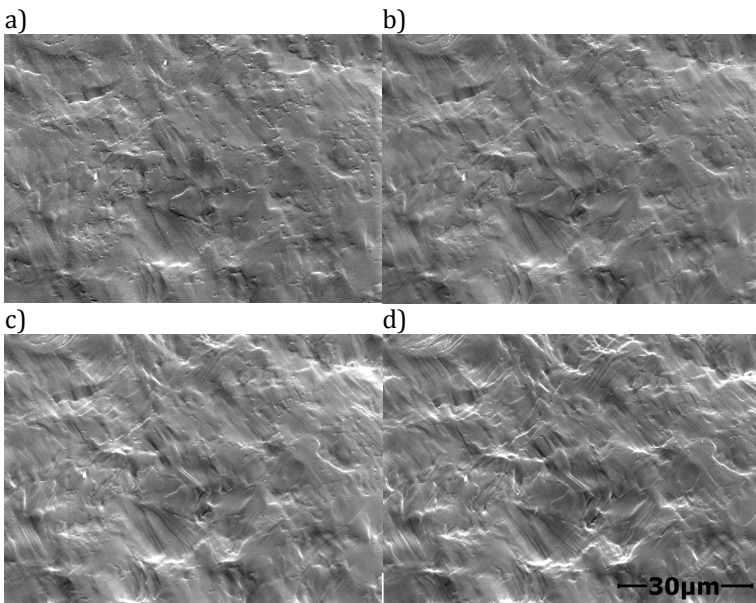


Abb. 9-14: Entwicklung der Probenoberfläche: von a) 5 % plastischer, b) 7 % plastischer, c) 10 %plastischer und d) 15 % plastischer Dehnung

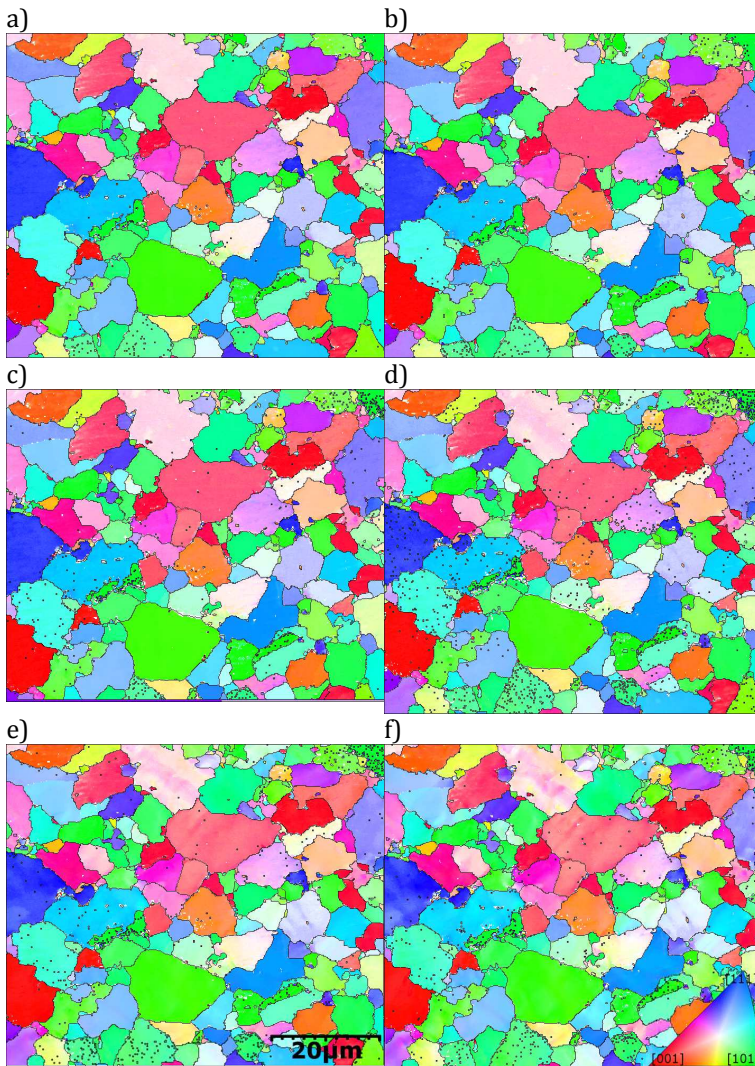


Abb. 9-15: Entwicklung der Orientierungskarten //Zugrichtung: von a) vor der Belastung, b) nach 50 % Streckgrenze, c) <1 % plast., d) 1 % plast., e) 2 % plast. und f) 3 % plast. Dehnung.

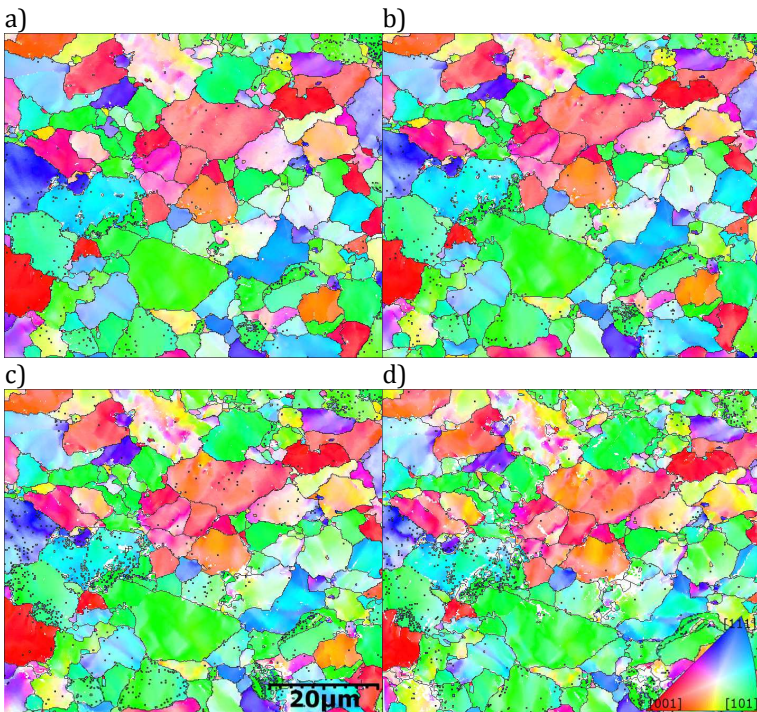


Abb. 9-16: Entwicklung der Orientierungskarten ||Zugrichtung: von a) 5 % plastischer, b) 7 % plastischer, c) 10 %plastischer und d) 15 % plastischer Dehnung

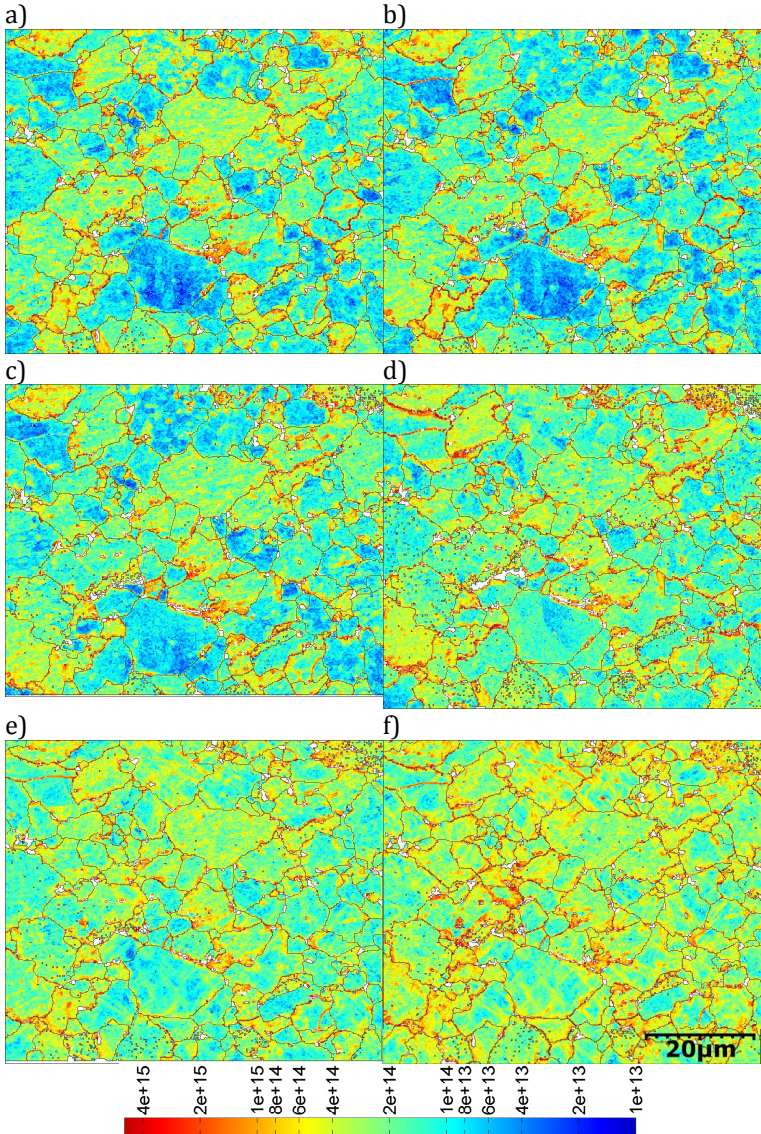


Abb. 9-17: Entwicklung der Versetzungsd. [m^{-2}] (GND berechnet aus d. Fehlorientierung von Cross Court Datens.): von a) vor der Belast., b) nach 50 % Streckgr., c) <1 % plast., d) 1 % plast., e) 2 % plast. und f) 3 % plast. Dehn..

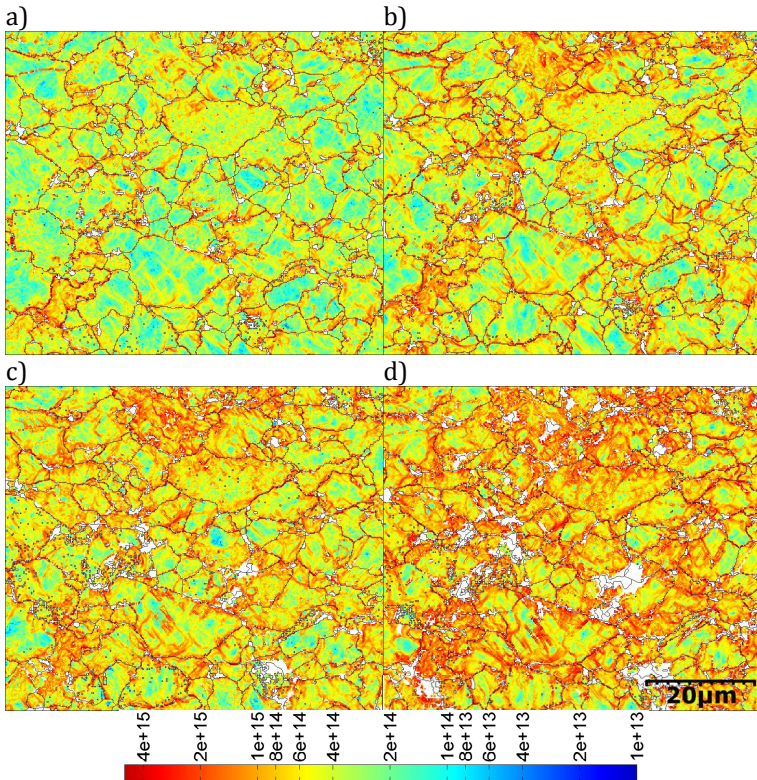


Abb. 9-18: Entwicklung der Versetzungsdichte [m^{-2}] (GND berechnet aus der Fehlorientierung von Cross Court Datensätzen): von a) 5 % plastischer, b) 7 % plastischer, c) 10 % plastischer und d) 15 % plastischer Dehnung

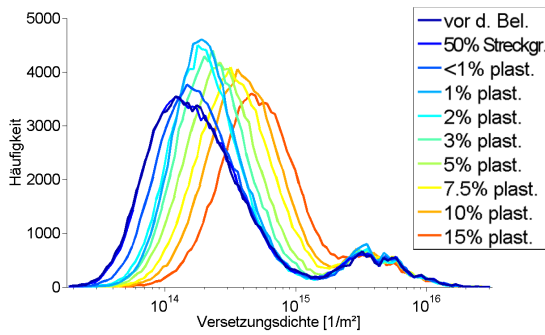


Abb. 9-19: Verteilung der Versetzungsdichte (GND berechnet aus der Fehlorientierung von EBSD Datensätzen)

Literaturverzeichnis

- [1] H. Hofmann, D. Mattissen, und T. W. Schaumann, „Advanced cold rolled steels for automotive applications“, *Steel Res. Int.*, Bd. 80, Nr. 1, S. 22–28, 2009.
- [2] M. S. Rashid, „Dual phase steels“, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, Bd. 11, Nr. 1, S. 245–266, 1981.
- [3] M. Calcagnotto, D. Ponge, Y. Adachi, und D. Raabe, „Effect of grain refinement on strength and ductility in dual-phase steels“, 2009.
- [4] M. Calcagnotto, Y. Adachi, D. Ponge, und D. Raabe, „Deformation and fracture mechanisms in fine- and ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging“, *Acta Mater.*, Bd. 59, Nr. 2, S. 658–670, Jan. 2011.
- [5] M. Calcagnotto, D. Ponge, und D. Raabe, „Microstructure control during fabrication of ultrafine grained dual-phase steel: characterization and effect of intercritical annealing parameters“, *ISIJ Int.*, Bd. 52, Nr. 5, S. 874–883, 2012.
- [6] L. Schemmann, „The inheritance of different microstructures found after hot rolling on the properties of a completely annealed dual phase steel“, PhD thesis, RWTH Aachen Aachen, Germany, Aachen, 2014.
- [7] C. C. Tasan, J. P. M. Hoefnagels, und M. G. D. Geers, „Microstructural banding effects clarified through micrographic digital image correlation“, *Scr. Mater.*, Bd. 62, Nr. 11, S. 835–838, Juni 2010.
- [8] Schreijäg, Simone, „Microstructure and Mechanical Behavior of Deep Drawing DC04 Steel at Different Length Scales“, PhD thesis, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2013.
- [9] E. DIN, „10346: 2009-07 Kontinuierlich schmelztaucheredelte Flacherzeugnisse aus Stahl“, *Tech. Lieferbedingungen*, Juli 2009.
- [10] H. K. Bhadeshia und R. W. K. Honeycombe, Hrsg., *Steels: microstructure and properties*, 3. edition. Amsterdam: Butterworth-Heinemann, 2007.
- [11] G. Gottstein, Hrsg., *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [12] O. Engler und V. Randle, *Introduction to texture analysis : macrotecture, microtexture, and orientation mapping*, 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2010.
- [13] H. J. Bunge, *Texture analysis in materials science : mathematical methods*. London [u.a.]: Butterworths, 1982.

- [14] D. Raabe und K. Lücke, „Rolling and Annealing Textures of BCC Metals“, *Mater. Sci. Forum*, Bd. 157–162, S. 597–610, 1994.
- [15] D. Raabe, „Overview on basic types of hot rolling textures of steels“, 2003.
- [16] N. Peranio, F. Roters, und D. Raabe, „Microstructure Evolution during Recrystallization in Dual-Phase Steels“, *Mater. Sci. Forum*, Bd. 715–716, S. 13–22, Apr. 2012.
- [17] M. Calcagnotto, D. Ponge, und D. Raabe, „Effect of grain refinement to 1 μ m on strength and toughness of dual-phase steels“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 527, Nr. 29–30, S. 7832–7840, Nov. 2010.
- [18] M. Calcagnotto, D. Ponge, und D. Raabe, „On the Effect of Manganese on Grain Size Stability and Hardenability in Ultrafine-Grained Ferrite/Martensite Dual-Phase Steels“, *Metall. Mater. Trans. A*, Bd. 43, Nr. 1, S. 37–46, Jan. 2012.
- [19] N. Peranio, Y. J. Li, F. Roters, und D. Raabe, „Microstructure and texture evolution in dual-phase steels: Competition between recovery, recrystallization, and phase transformation“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 527, Nr. 16–17, S. 4161–4168, Juni 2010.
- [20] J.-Y. Kang, D.-I. Kim, und H.-C. Lee, „Texture Development in Low Carbon Sheet Steels for Automotive Application (Chapter 5)“, in *Microstructure and Texture in Steels*, A. Haldar, S. Suwas, und D. Bhattacharjee, Hrsg. Springer London, 2009, S. 85–101.
- [21] G. R. Speich, V. A. Demarest, und R. L. Miller, „Formation of Austenite During Intercritical Annealing of Dual-Phase Steels“, *Metall. Trans. A*, Bd. 12, Nr. 8, S. 1419–1428, Aug. 1981.
- [22] D. Barbier, L. Germain, A. Hazotte, M. Gouné, und A. Chbihi, „Microstructures resulting from the interaction between ferrite recrystallization and austenite formation in dual-phase steels“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 50, Nr. 1, S. 374–381, Jan. 2015.
- [23] P. Li, J. Li, Q. Meng, W. Hu, und D. Xu, „Effect of heating rate on nucleation and growth of austenite in cold rolled dual phase steel“, *Ironmak. Steelmak.*, Bd. 42, Nr. 2, S. 81–87, Feb. 2015.
- [24] J. Huang, W. J. Poole, und M. Militzer, „Austenite formation during intercritical annealing“, *Metall. Mater. Trans. A*, Bd. 35, Nr. 11, S. 3363–3375, Nov. 2004.
- [25] G. Brückner, J. Pospiech, I. Seidl, und G. Gottstein, „Orientation correlation during diffusional $\alpha \rightarrow \gamma$ phase transformation in a ferritic low carbon steel“, *Scr. Mater.*, Bd. 44, Nr. 11, S. 2635–2640, Juni 2001.
- [26] T. Furuhashi und T. Maki, „Variant selection in heterogeneous nucleation on defects in diffusional phase transformation and precipitation“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 312, Nr. 1–2, S. 145–154, Aug. 2001.

- [27] I. Lischewski, D. M. Kirch, A. Ziemons, und G. Gottstein, „Investigation of the α - γ - α Phase Transformation in Steel: High-Temperature In Situ EBSD Measurements“, *Texture Stress Microstruct.*, Bd. 2008, S. 1–7, 2008.
- [28] I. Lischewski und G. Gottstein, „Nucleation and variant selection during the α - γ - α phase transformation in microalloyed steel“, *Acta Mater.*, Bd. 59, Nr. 4, S. 1530–1541, Feb. 2011.
- [29] T. Fukino und S. Tsurekawa, „In-Situ SEM/EBSD Observation of ALPHA./ GAMMA. Phase Transformation in Fe-Ni Alloy“, *Mater. Trans.*, Bd. 49, Nr. 12, S. 2770–2775, 2008.
- [30] T. Fukino, S. Tsurekawa, und Y. Morizono, „In-Situ Scanning Electron Microscopy/Electron Backscattered Diffraction Observation of Microstructural Evolution during $\alpha \rightarrow \gamma$ Phase Transformation in Deformed Fe-Ni Alloy“, *Metall. Mater. Trans. A*, Bd. 42, Nr. 3, S. 587–593, Juli 2010.
- [31] M. J. Santofimia, L. Zhao, und J. Sietsma, „Microstructural Evolution of a Low-Carbon Steel during Application of Quenching and Partitioning Heat Treatments after Partial Austenitization“, *Metall. Mater. Trans. A*, Bd. 40, Nr. 1, S. 46–57, Nov. 2008.
- [32] M. J. Santofimia, C. Kwakernaak, W. G. Sloof, L. Zhao, und J. Sietsma, „Experimental study of the distribution of alloying elements after the formation of epitaxial ferrite upon cooling in a low-carbon steel“, *Mater. Charact.*, Bd. 61, Nr. 10, S. 937–942, Okt. 2010.
- [33] C. C. Tasan, M. Diehl, D. Yan, M. Bechtold, F. Roters, L. Schemmann, C. Zheng, N. Peranio, D. Ponge, M. Koyama, K. Tsuzaki, und D. Raabe, „An Overview of Dual-Phase Steels: Advances in Microstructure-Oriented Processing and Micromechanically Guided Design“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Bd. 45, Nr. 1, S. 391–431, 2015.
- [34] A. Nouri, H. Saghafian, und S. Kheirandish, „Effects of Silicon Content and Inter-critical Annealing on Manganese Partitioning in Dual Phase Steels“, *J. Iron Steel Res. Int.*, Bd. 17, Nr. 5, S. 44–50, Mai 2010.
- [35] G. Krauss und A. R. Marder, „The morphology of martensite in iron alloys“, *Metall. Trans.*, Bd. 2, Nr. 9, S. 2343–2357, Sep. 1971.
- [36] V. Massardier, M. Goune, D. Fabregue, A. Selouane, T. Douillard, und O. Bouaziz, „Evolution of microstructure and strength during the ultra-fast tempering of Fe–Mn–C martensitic steels“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 49, Nr. 22, S. 7782–7796, Nov. 2014.
- [37] G. R. Speich und W. C. Leslie, „Tempering of steel“, *Metall. Trans.*, Bd. 3, Nr. 5, S. 1043–1054, Mai 1972.

- [38] J. Kang, Y. Ososkov, J. D. Embury, und D. S. Wilkinson, „Digital image correlation studies for microscopic strain distribution and damage in dual phase steels“, *Scr. Mater.*, Bd. 56, Nr. 11, S. 999–1002, Juni 2007.
- [39] V. H. Baltazar Hernandez, S. S. Nayak, und Y. Zhou, „Tempering of Martensite in Dual-Phase Steels and Its Effects on Softening Behavior“, *Metall. Mater. Trans. -Phys. Metall. Mater. Sci.*, Bd. 42A, Nr. 10, S. 3115–3129, Okt. 2011.
- [40] A. A. Sayed und S. Kheirandish, „Affect of the tempering temperature on the microstructure and mechanical properties of dual phase steels“, *Mater. Sci. Eng. -Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, Bd. 532, S. 21–25, Jan. 2012.
- [41] M. Azuma, S. Goutianos, N. Hansen, G. Winther, und X. Huang, „Effect of hardness of martensite and ferrite on void formation in dual phase steel“, *Mater. Sci. Technol.*, Bd. 28, Nr. 9–10, S. 1092–1100, Okt. 2012.
- [42] I. Pushkareva, C. P. Scott, M. Gouné, N. Valle, A. Redjaïmia, und A. Moulin, „Distribution of Carbon in Martensite During Quenching and Tempering of Dual Phase Steels and Consequences for Damage Properties“, *ISIJ Int.*, Bd. 53, Nr. 7, S. 1215–1223, 2013.
- [43] L. Morsdorf, C. C. Tasan, D. Ponge, und D. Raabe, „3D structural and atomic-scale analysis of lath martensite: Effect of the transformation sequence“, *Acta Mater.*, Bd. 95, S. 366–377, Aug. 2015.
- [44] W. C. Leslie, „Iron and its dilute substitutional solid solutions“, *Metall. Trans.*, Bd. 3, Nr. 1, S. 5–26, Jan. 1972.
- [45] S. Schreijäg, D. Kaufmann, M. Wenk, O. Kraft, und R. Mönig, „Size and microstructural effects in the mechanical response of α -Fe and low alloyed steel“, *Acta Mater.*, Bd. 97, S. 94–104, Sep. 2015.
- [46] P. Chen, H. Ghassemi-Armaki, S. Kumar, A. Bower, S. Bhat, und S. Sadagopan, „Microscale-calibrated modeling of the deformation response of dual-phase steels“, *Acta Mater.*, Bd. 65, S. 133–149, Feb. 2014.
- [47] D. Kaufmann, „Size Effects on the Plastic Deformation of the BCC-Metals Ta und Fe“, PhD thesis, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2011.
- [48] B. R. S. Rogne und C. Thaulow, „Effect of crystal orientation on the strengthening of iron micro pillars“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 621, S. 133–142, Jan. 2015.
- [49] B. R. S. Rogne und C. Thaulow, „Strengthening mechanisms of iron micropillars“, *Philos. Mag.*, Bd. 95, Nr. 16–18, S. 1814–1828, Juni 2015.

- [50] J. R. Greer, W. C. Oliver, und W. D. Nix, „Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients“, *Acta Mater.*, Bd. 53, Nr. 6, S. 1821–1830, Apr. 2005.
- [51] H. Ghassemi-Armaki, R. Maaß, S. P. Bhat, S. Sriram, J. R. Greer, und K. S. Kumar, „Deformation response of ferrite and martensite in a dual-phase steel“, *Acta Mater.*, Bd. 62, S. 197–211, Jan. 2014.
- [52] S. J. Donachie und G. S. Ansell, „The effect of quench rate on the properties and morphology of ferrous martensite“, *Metall. Trans. A*, Bd. 6, Nr. 10, S. 1863–1875, Okt. 1975.
- [53] E. A. Wilson, „The $\gamma \rightarrow \alpha$ Transformation in Low Carbon Irons“, *ISIJ Int.*, Bd. 34, Nr. 8, S. 615–630, 1994.
- [54] A. Borgenstam und M. Hillert, „Driving force for f.c.c. \rightarrow b.c.c. martensites in Fe-X alloys“, *Acta Mater.*, Bd. 45, Nr. 5, S. 2079–2091, Mai 1997.
- [55] J. R. Patel und M. Cohen, „Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation“, *Acta Metall.*, Bd. 1, Nr. 5, S. 531–538, 1953.
- [56] P. J. Jacques, „Transformation-induced plasticity for high strength formable steels“, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, Bd. 8, Nr. 3–4, S. 259–265, Juni 2004.
- [57] G. Miyamoto, A. Shibata, T. Maki, und T. Furuhashi, „Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis“, *Acta Mater.*, Bd. 57, Nr. 4, S. 1120–1131, Feb. 2009.
- [58] E. C. Bain und N. Dunkirk, „The nature of martensite“, *Trans AIME*, Bd. 70, Nr. 1, S. 25–47, 1924.
- [59] G. Kurdjumow und G. Sachs, „Über den Mechanismus der Stahlhärtung“, *Z. Für Phys.*, Bd. 64, Nr. 5–6, S. 325–343, Mai 1930.
- [60] Nishiyama, Z., „Mechanism of transformation from face-centred to body-centred cubic lattice“, *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ.*, Bd. 23, S. 637–664, 1934.
- [61] G. Wassermann, „Ueber den Mechanismus der α - γ -Umwandlung des Eisens“, *Mitteilungen Aus Dem Kais.-Wilhelm-Inst. Für Eisenforsch. Zu Düsseld.*, Bd. 17, S. 149–155, 1935.
- [62] G. Nolze, „Characterization of the fcc/bcc orientation relationship by EBSD using pole figures and variants“, *Z. Für Met.*, Bd. 95, Nr. 9, S. 744–755, Sep. 2004.
- [63] Z. Nishiyama, *Martensitic transformation*. New York [u.a.]: Academic Pr., 1978.
- [64] C. Cayron, „One-step model of the face-centred-cubic to body-centred-cubic martensitic transformation“, *Acta Crystallogr. A*, Bd. 69, Nr. 5, S. 498–509, Sep. 2013.

- [65] N. Takayama, G. Miyamoto, und T. Furuhashi, „Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 5, S. 2387–2396, März 2012.
- [66] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, und T. Maki, „The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys“, *Acta Mater.*, Bd. 51, Nr. 6, S. 1789–1799, Apr. 2003.
- [67] J. C. Bokros und E. R. Parker, „The mechanism of the martensite burst transformation in Fe-Ni single crystals“, *Acta Metall.*, Bd. 11, Nr. 12, S. 1291–1301, Dez. 1963.
- [68] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, und T. Furuhashi, „Mapping the parent austenite orientation reconstructed from the orientation of martensite by EBSD and its application to ausformed martensite“, *Acta Mater.*, Bd. 58, Nr. 19, S. 6393–6403, Nov. 2010.
- [69] A. Stormvinter, G. Miyamoto, T. Furuhashi, P. Hedström, und A. Borgenstam, „Effect of carbon content on variant pairing of martensite in Fe-C alloys“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 20, S. 7265–7274, Dez. 2012.
- [70] G. Nolze, „Improved determination of fcc/bcc orientation relationships by use of high-indexed pole figures“, *Cryst. Res. Technol.*, Bd. 41, Nr. 1, S. 72–77, Jan. 2006.
- [71] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, und Y. Minamino, „Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel“, *Acta Mater.*, Bd. 54, Nr. 5, S. 1279–1288, März 2006.
- [72] S. Nambu, N. Shibuta, M. Ojima, J. Inoue, T. Koseki, und H. K. D. H. Bhadeshia, „In situ observations and crystallographic analysis of martensitic transformation in steel“, *Acta Mater.*, Bd. 61, Nr. 13, S. 4831–4839, Aug. 2013.
- [73] S. Zhang, S. Morito, und Y. Komizo, „Variant Selection of Low Carbon High Alloy Steel in an Austenite Grain during Martensite Transformation“, *ISIJ Int.*, Bd. 52, Nr. 3, S. 510–515, 2012.
- [74] G. B. Olson und M. Cohen, „A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC → BCC and other martensitic transformations“, *Metall. Trans. A*, Bd. 7, Nr. 12, S. 1905–1914, Dez. 1976.
- [75] T. Song und B. C. De Cooman, „Martensite Nucleation at Grain Boundaries Containing Intrinsic Grain Boundary Dislocations“, *ISIJ Int.*, Bd. 54, Nr. 10, S. 2394–2403, 2014.
- [76] G. B. Olson und M. Cohen, „A Perspective on Martensitic Nucleation“, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, Bd. 11, Nr. 1, S. 1–32, 1981.
- [77] M. Ueda, H. Y. Yasuda, und Y. Umakoshi, „Effect of grain boundary character on the martensitic transformation in Fe-32at.%Ni bicrystals“, *Acta Mater.*, Bd. 49, Nr. 17, S. 3421–3432, Okt. 2001.

- [78] M. Ueda, H. Y. Yasuda, und Y. Umakoshi, „Controlling factor for nucleation of martensite at grain boundary in Fe-Ni bicrystals“, *Acta Mater.*, Bd. 51, Nr. 4, S. 1007–1017, Feb. 2003.
- [79] G. Krauss, „Martensite in steel: strength and structure“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 273–275, S. 40–57, Dez. 1999.
- [80] Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, und K. Takashima, „Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 560, S. 535–544, Jan. 2013.
- [81] S. Morito, K. Oh-ishi, K. Hono, und T. Ohba, „Carbon Enrichment in Retained Austenite Films in Low Carbon Lath Martensite Steel“, *ISIJ Int.*, Bd. 51, Nr. 7, S. 1200–1202, 2011.
- [82] F. Maresca, V. G. Kouznetsova, und M. G. D. Geers, „On the role of interlath retained austenite in the deformation of lath martensite“, *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, Bd. 22, Nr. 4, S. 45011, Juni 2014.
- [83] F. Maresca, V. G. Kouznetsova, und M. G. D. Geers, „Subgrain lath martensite mechanics: A numerical-experimental analysis“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 73, S. 69–83, Dez. 2014.
- [84] J. L. Stewart, L. Jiang, J. J. Williams, und N. Chawla, „Prediction of bulk tensile behavior of dual phase stainless steels using constituent behavior from micropillar compression experiments“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 534, S. 220–227, Feb. 2012.
- [85] H. Ghassemi-Armaki, P. Chen, S. Bhat, S. Sadagopan, S. Kumar, und A. Bower, „Microscale-calibrated modeling of the deformation response of low-carbon martensite“, *Acta Mater.*, Bd. 61, Nr. 10, S. 3640–3652, Juni 2013.
- [86] M. Kapp, T. Hebesberger, und O. Kolednik, „A micro-level strain analysis of a high-strength dual-phase steel“, *Int. J. Mater. Res.*, Bd. 102, Nr. 6, S. 687–691, Juni 2011.
- [87] S.-H. Joo, J. K. Lee, J.-M. Koo, S. Lee, D.-W. Suh, und H. S. Kim, „Method for measuring nanoscale local strain in a dual phase steel using digital image correlation with nanodot patterns“, *Scr. Mater.*, Bd. 68, Nr. 5, S. 245–248, März 2013.
- [88] C. C. Tasan, J. P. M. Hoefnagels, M. Diehl, D. Yan, F. Roters, und D. Raabe, „Strain localization and damage in dual phase steels investigated by coupled in-situ deformation experiments and crystal plasticity simulations“, *Int. J. Plast.*, Bd. 63, S. 198–210, Dez. 2014.
- [89] I. de Diego-Calderón, M. J. Santofimia, J. M. Molina-Aldareguia, M. A. Monclús, und I. Sabirov, „Deformation behavior of a high strength multiphase steel at macro- and micro-scales“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 611, S. 201–211, Aug. 2014.
- [90] Q. Han, A. Asgari, P. D. Hodgson, und N. Stanford, „Strain partitioning in dual-phase steels containing tempered martensite“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 611, S. 90–99, Aug. 2014.

- [91] F. Maresca, V. G. Kouznetsova, und M. G. D. Geers, „Deformation behaviour of lath martensite in multi-phase steels“, *Scr. Mater.*, Bd. 110, S. 74–77, Jan. 2016.
- [92] P. Tsipouridis, L. Koll, C. Kremaszky, und E. Werner, „On the strength of grain and phase boundaries in ferritic-martensitic dual-phase steels“, *Int. J. Mater. Res.*, Bd. 102, Nr. 6, S. 674–686, Juni 2011.
- [93] D. H. Kim, S.-J. Kim, S.-H. Kim, A. D. Rollett, K. H. Oh, und H. N. Han, „Microtexture development during equibiaxial tensile deformation in monolithic and dual phase steels“, *Acta Mater.*, Bd. 59, Nr. 14, S. 5462–5471, Aug. 2011.
- [94] Q. Han, Y. Kang, P. D. Hodgson, und N. Stanford, „Quantitative measurement of strain partitioning and slip systems in a dual-phase steel“, *Scr. Mater.*, Bd. 69, Nr. 1, S. 13–16, Juli 2013.
- [95] Z. Yu, R. Barabash, O. Barabash, W. Liu, und Z. Feng, „Microscopic Deformation in Individual Grains in an Advanced High-Strength Steel“, *JOM*, Bd. 65, Nr. 1, S. 21–28, Nov. 2012.
- [96] K. Park, M. Nishiyama, N. Nakada, T. Tsuchiyama, und S. Takaki, „Effect of the martensite distribution on the strain hardening and ductile fracture behaviors in dual-phase steel“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 604, S. 135–141, Mai 2014.
- [97] A. Ramazani, Z. Ebrahimi, und U. Prah, „Study the effect of martensite banding on the failure initiation in dual-phase steel“, *Comput. Mater. Sci.*, Bd. 87, S. 241–247, Mai 2014.
- [98] W. Zhou und Z. L. Wang, Hrsg., *Scanning Microscopy for Nanotechnology*. New York, NY: Springer New York, 2007.
- [99] S. Nishikawa und S. Kikuchi, „The Diffraction of Cathode Rays by Calcite“, *Proc. Imp. Acad.*, Bd. 4, Nr. 8, S. 475–477, 1928.
- [100] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, und D. P. Field, Hrsg., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Boston, MA: Springer US, 2009.
- [101] S. Zaeferrer, „A critical review of orientation microscopy in SEM and TEM“, *Cryst. Res. Technol.*, Bd. 46, Nr. 6, S. 607–628, Juni 2011.
- [102] D. R. Steinmetz und S. Zaeferrer, „Towards ultrahigh resolution EBSD by low accelerating voltage“, *Mater. Sci. Technol.*, Bd. 26, Nr. 6, S. 640–645, Juni 2010.
- [103] J.-Y. Kang, S.-J. Park, und M.-B. Moon, „Phase Analysis on Dual-Phase Steel Using Band Slope of Electron Backscatter Diffraction Pattern“, *Microsc. Microanal.*, Bd. 19, Nr. S5, S. 13–16, Aug. 2013.
- [104] A. J. Wilkinson, „Measurement of elastic strains and small lattice rotations using electron back scatter diffraction“, *Ultramicroscopy*, Bd. 62, Nr. 4, S. 237–247, März 1996.

- [105] A. J. Wilkinson, G. Meaden, und D. J. Dingley, „High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity“, *Ultramicroscopy*, Bd. 106, Nr. 4–5, S. 307–313, März 2006.
- [106] T. B. Britton und A. J. Wilkinson, „High resolution electron backscatter diffraction measurements of elastic strain variations in the presence of larger lattice rotations“, *Ultramicroscopy*, Bd. 114, S. 82–95, März 2012.
- [107] M. D. Uchic und D. A. Dimiduk, „A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing“, *Mater. Sci. Eng. -Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, Bd. 400, S. 268–278, Juli 2005.
- [108] N. C. A. Seaton und D. J. Prior, „Nucleation During Recrystallisation in Ti-SULC Steel“, *Mater. Sci. Forum*, Bd. 467–470, S. 93–98, 2004.
- [109] W. M. van Haaften, Y. Bi, Y. van Leeuwen, J. Colijn, und A. A. Howe, „Recrystallisation Nucleation during Annealing of Ti-Sulc Steel“, *Mater. Sci. Forum*, Bd. 426–432, S. 1163–1168, 2003.
- [110] H. Nakamichi, F. J. Humphreys, und I. Brough, „Recrystallization phenomena in an IF steel observed by in situ EBSD experiments“, *J. Microsc.*, Bd. 230, Nr. 3, S. 464–471, Juni 2008.
- [111] K. W. Hansen, „Phase Transformation Study of X70 Steel by EBSD during In Situ Heating and Quenching“, Master thesis, 2012.
- [112] M. D. Uchic, P. A. Shade, und D. M. Dimiduk, „Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Bd. 39, Nr. 1, S. 361–386, Aug. 2009.
- [113] D. Kaufmann, A. S. Schneider, R. Mönig, C. A. Volkert, und O. Kraft, „Effect of surface orientation on the plasticity of small bcc metals“, *Int. J. Plast.*, Bd. 49, S. 145–151, Okt. 2013.
- [114] D. Kaufmann, R. Mönig, C. A. Volkert, und O. Kraft, „Size dependent mechanical behaviour of tantalum“, *Int. J. Plast.*, Bd. 27, Nr. 3, S. 470–478, März 2011.
- [115] S.-W. Lee und W. D. Nix, „Size dependence of the yield strength of fcc and bcc metallic micropillars with diameters of a few micrometers“, *Philos. Mag.*, Bd. 92, Nr. 10, S. 1238–1260, Apr. 2012.
- [116] M. D. Uchic, „Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity“, *Science*, Bd. 305, Nr. 5686, S. 986–989, Aug. 2004.
- [117] R. Schwaiger, M. Weber, B. Moser, P. Gumbsch, und O. Kraft, „Mechanical assessment of ultrafine-grained nickel by microcompression experiment and finite element simulation“, *J. Mater. Res.*, Bd. 27, Nr. 1, S. 266–277, 2012.
- [118] L. P. Kubin und A. Mortensen, „Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues“, *Scr. Mater.*, Bd. 48, Nr. 2, S. 119–125, Jan. 2003.

- [119] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, und D. Raabe, „Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 527, Nr. 10–11, S. 2738–2746, Apr. 2010.
- [120] T. Benjamin Britton und A. J. Wilkinson, „Stress fields and geometrically necessary dislocation density distributions near the head of a blocked slip band“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 16, S. 5773–5782, Sep. 2012.
- [121] F. Bachmann, R. Hielscher, und H. Schaeben, „Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox“, *Solid State Phenom.*, Bd. 160, S. 63–68, Feb. 2010.
- [122] J. Hansen, J. Pospiech, und K. Lücke, *Tables for texture analysis of cubic crystals*. Springer, 1978.
- [123] J.-Y. Kang, D. H. Kim, S.-I. Baik, T.-H. Ahn, Y.-W. Kim, H. N. Han, K. H. Oh, H.-C. Lee, und S. H. Han, „Phase Analysis of Steels by Grain-averaged EBSD Functions“, *ISIJ Int.*, Bd. 51, Nr. 1, S. 130–136, 2011.
- [124] G. Brückner und G. Gottstein, „Transformation textures during diffusional $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ phase transformations in ferritic steels“, *ISIJ Int.*, Bd. 41, Nr. 5, S. 468–477, 2001.
- [125] A. D. LeClaire, „8.2 Diffusion tables for C, N, and O in metals“, in *Diffusion in Solid Metals and Alloys*, H. Mehrer, Hrsg. Springer Berlin Heidelberg, 1990, S. 473–485.
- [126] C. Cayron, B. Artaud, und L. Briottet, „Reconstruction of parent grains from EBSD data“, *Mater. Charact.*, Bd. 57, Nr. 4–5, S. 386–401, Dez. 2006.
- [127] C. Cayron, „*ARPGE*: a computer program to automatically reconstruct the parent grains from electron backscatter diffraction data“, *J. Appl. Crystallogr.*, Bd. 40, Nr. 6, S. 1183–1188, Dez. 2007.
- [128] H. Yoshida, S. Takagi, S. Sakai, S. Morito, und T. Ohba, „Crystallographic Analysis of Lath Martensite in Ferrite-Martensite Dual Phase Steel Sheet Annealed after Cold-Rolling“, *Tetsu Hagane-J. Iron Steel Inst. Jpn.*, Bd. 99, Nr. 10, S. 33–41, 2013.
- [129] B. Hutchinson, „Deformation microstructures and textures in steels“, *Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.*, Bd. 357, Nr. 1756, S. 1471–1485, Juni 1999.
- [130] C. Cabus, H. Regle, und B. Bacroix, „Phases transformation textures in steels“, *J. Phys. IV - Proc.*, Bd. 120, S. 8, 2004.
- [131] J. J. Jonas, „Transformation Textures Associated with Steel Processing (Chapter 1)“, in *Microstructure and Texture in Steels*, A. Haldar, S. Suwas, und D. Bhattacharjee, Hrsg. Springer London, 2009, S. 3–17.

- [132] D. Leisen, R. Rusanov, F. Rohlfing, T. Fuchs, C. Eberl, H. Riesch-Oppermann, und O. Kraft, „Mechanical characterization between room temperature and 1000 degrees C of SiC free-standing thin films by a novel high-temperature micro-tensile setup“, *Rev. Sci. Instrum.*, Bd. 86, Nr. 5, S. 55104, Mai 2015.
- [133] M. Cohen, „Strengthening Mechanisms in Steel“, *Trans. Jpn. Inst. Met.*, Bd. 9, S. R23-, 1968.
- [134] A. Sedlmayr, R. Mönig, S. t. Boles, G. Kilibarda, und O. Kraft, „Strain-induced phase transformation and piezoresistivity in VO₂ nanowires“, *MRS Commun.*, Bd. 2, Nr. 2, S. 41–45, 2012.
- [135] K.-E. Thelning, *Steel and Its Heat Treatment*. Butterworth-Heinemann, 2013.
- [136] H. Bei, S. Shim, G. M. Pharr, und E. P. George, „Effects of pre-strain on the compressive stress–strain response of Mo-alloy single-crystal micropillars“, *Acta Mater.*, Bd. 56, Nr. 17, S. 4762–4770, Okt. 2008.
- [137] S.-W. Lee, S. M. Han, und W. D. Nix, „Uniaxial compression of fcc Au nanopillars on an MgO substrate: The effects of prestraining and annealing“, *Acta Mater.*, Bd. 57, Nr. 15, S. 4404–4415, Sep. 2009.
- [138] A. S. Schneider, D. Kiener, C. M. Yakacki, H. J. Maier, P. A. Gruber, N. Tamura, M. Kunz, A. M. Minor, und C. P. Frick, „Influence of bulk pre-straining on the size effect in nickel compression pillars“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 559, S. 147–158, Jan. 2013.
- [139] R. Gu und A. H. W. Ngan, „Effects of pre-straining and coating on plastic deformation of aluminum micropillars“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 17, S. 6102–6111, Okt. 2012.
- [140] J. A. El-Awady, M. D. Uchic, P. A. Shade, S.-L. Kim, S. I. Rao, D. M. Dimiduk, und C. Woodward, „Pre-straining effects on the power-law scaling of size-dependent strengthening in Ni single crystals“, *Scr. Mater.*, Bd. 68, Nr. 3–4, S. 207–210, Feb. 2013.
- [141] J. R. Greer und W. D. Nix, „Nanoscale gold pillars strengthened through dislocation starvation“, *Phys. Rev. B*, Bd. 73, Nr. 24, S. 245410, Juni 2006.
- [142] O. Kraft, P. A. Gruber, R. Mönig, und D. Weygand, „Plasticity in Confined Dimensions“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Bd. 40, Nr. 1, S. 293–317, Juni 2010.
- [143] Z. W. Shan, R. K. Mishra, S. A. Syed Asif, O. L. Warren, und A. M. Minor, „Mechanical annealing and source-limited deformation in submicrometre-diameter Ni crystals“, *Nat. Mater.*, Bd. 7, Nr. 2, S. 115–119, Feb. 2008.
- [144] J. Zrník, O. Muránsky, P. Lukáš, Z. Nový, P. Sittner, und P. Horňák, „Retained austenite stability investigation in TRIP steel using neutron diffraction“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 437, Nr. 1, S. 114–119, Nov. 2006.

- [145] M. F. Ashby, „The deformation of plastically non-homogeneous materials“, *Philos. Mag.*, Bd. 21, Nr. 170, S. 399–424, Feb. 1970.
- [146] J. Jiang, T. B. Britton, und A. J. Wilkinson, „Evolution of dislocation density distributions in copper during tensile deformation“, *Acta Mater.*, Bd. 61, Nr. 19, S. 7227–7239, Nov. 2013.
- [147] J. Jiang, T. B. Britton, und A. J. Wilkinson, „The orientation and strain dependence of dislocation structure evolution in monotonically deformed polycrystalline copper“, *Int. J. Plast.*, Bd. 69, S. 102–117, Juni 2015.
- [148] H. Hu, „Texture of Metals“, *Texture*, Bd. 1, Nr. 4, S. 233–258, 1974.
- [149] M. Hölscher, D. Raabe, und K. Lücke, „Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals“, *Acta Metall. Mater.*, Bd. 42, Nr. 3, S. 879–886, März 1994.
- [150] J. Baczynski und J. J. Jonas, „Texture development during the torsion testing of α -iron and two IF steels“, *Acta Mater.*, Bd. 44, Nr. 11, S. 4273–4288, Nov. 1996.
- [151] W. F. Hosford, *Mechanical behavior of materials*, Repr. Cambridge: Cambridge University Press, 2008.
- [152] E. K. Cerreta, J. F. Bingert, G. T. Gray III, C. P. Trujillo, M. F. Lopez, C. A. Bronkhorst, und B. L. Hansen, „Microstructural examination of quasi-static and dynamic shear in high-purity iron“, *Int. J. Plast.*, Bd. 40, S. 23–38, Jan. 2013.
- [153] Simone Schuster und Jens Gibmeier, „Nicht publizierte Ergebnisse des Zugversuchs“, IAM-WK, Karlsruhe Institut für Technologie, 2015.
- [154] C. Ensslen, O. Kraft, R. Mönig, J. Xu, G.-P. Zhang, und R. Schneider, „Mechanical annealing of Cu–Si nanowires during high-cycle fatigue“, *MRS Commun.*, Bd. 4, Nr. 3, S. 83–87, 2014.
- [155] S. Wulfinghoff, „Numerically Efficient Gradient Crystal Plasticity with a Grain Boundary Yield Criterion and Dislocation-based Work-Hardening“, PhD thesis, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2014.
- [156] T. Hochrainer, „Evolving systems of curved dislocations: Mathematical foundations of a statistical theory“, PhD thesis, Universität Karlsruhe, Karlsruhe, 2006.
- [157] W. Pantleon, „Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction“, *Scr. Mater.*, Bd. 58, Nr. 11, S. 994–997, Juni 2008.
- [158] J. Pagenkopf, A. Butz, M. Wenk, und D. Helm, „Virtual testing of dual-phase steels: Effect of martensite morphology on plastic flow behavior“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 674, S. 672–686, Sep. 2016.
- [159] F. Rieger und T. Böhlke, „Microstructure based prediction and homogenization of the strain hardening behavior of dual-phase steel“, *Arch. Appl. Mech.*, Jan. 2015.

- [160] F. Rieger, M. Wenk, S. Schuster, und T. Böhlke, „Mechanism based mean-field modeling of the work-hardening behavior of dual-phase steels (unpublished work)“, 2016.
- [161] F. Rieger, „Work-hardening of dual-phase steel“, PhD thesis, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2016.