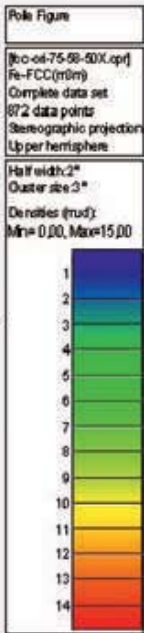
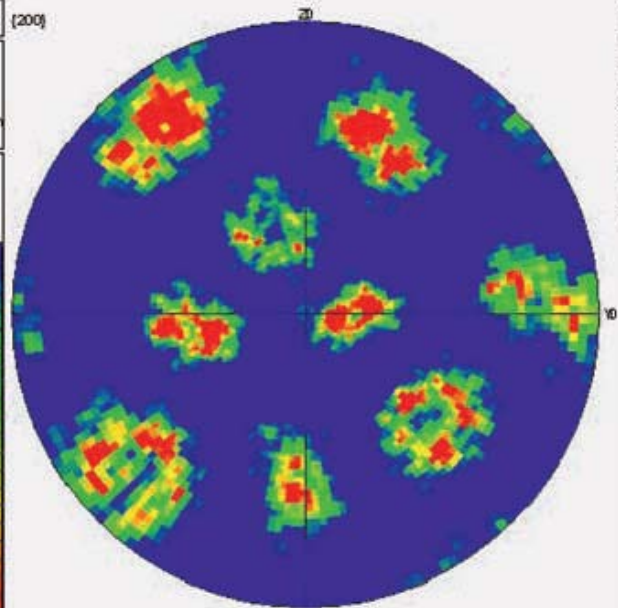
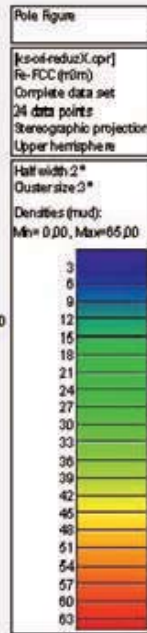
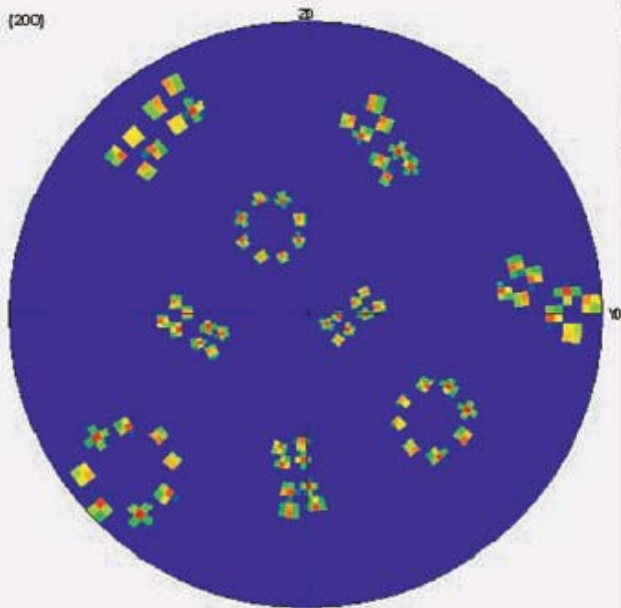
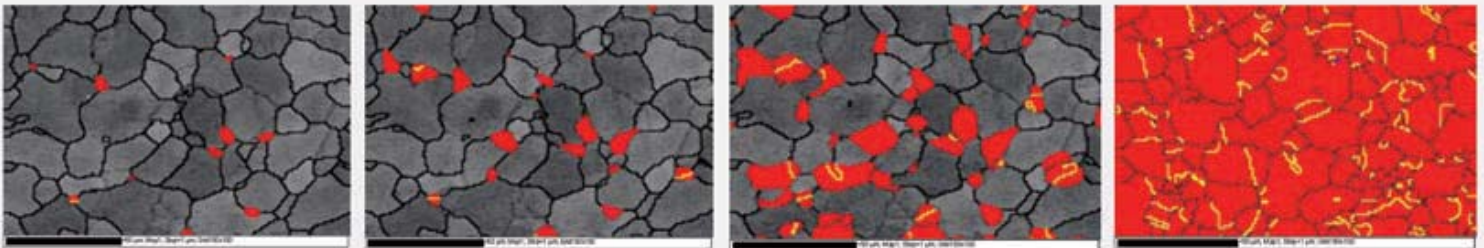


Die Variantenselektion während der α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl



Die Variantenselektion während der α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl

Von der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der
Rheinisch -Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften

genehmigte Dissertation

vorgelegt von
Diplom-Mineraloge
Ingo Lischewski

aus Gelsenkirchen

Berichter: Univ.-Prof. Dr.rer.nat. Dr.h.c. Günter Gottstein
Professor Dr.rer.nat. Dmitri A. Molodov

Tag der mündlichen Prüfung: 14.05.2010

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2010

Zugl.: (RWTH) Aachen, Univ., Diss., 2010

978-3-86955-418-1

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2010

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2010

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86955-418-1

Meiner Frau

*Es geht nicht darum, Fässer zu füllen,
sondern Fackeln anzuzünden.*

(Heraklit)

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen. Die außergewöhnlich freundschaftliche und hilfsbereite Arbeitsatmosphäre trug maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit bei. Deswegen möchte ich allen Institutsmitgliedern für ihre Unterstützung und gute Zusammenarbeit danken.

Mein aufrichtiger und herzlicher Dank gilt dabei insbesondere den folgenden Personen:

Herrn Prof. Dr. rer. nat. G. Gottstein danke ich für die Betreuung dieser Arbeit, die wertvollen Anregungen und das mir entgegengebrachte Vertrauen. Der mir gewährte wissenschaftliche Freiraum und die Möglichkeit diese Arbeit weltweit vorzustellen haben erheblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen. Auch für die Unterstützung in schwierigen Zeiten möchte ich mich sehr herzlich bedanken.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. D. A. Molodov danke ich für die kritische Durchsicht der Arbeit und die Übernahme des Korreferats.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. L. S. Shvindlerman danke ich für die interessanten Diskussionen zum Thema Tripelpunkte und seine humorvollen Anmerkungen.

Den Kollegen der feinmechanischen Werkstatt D. Fuchs, G. Schütz, A. Teschner, M. Didden† und den Auszubildenden gilt ebenso mein Dank für die handfeste Unterstützung bei diversen kleineren und größeren Arbeiten. Auch den Kolleginnen des Sekretariates H. Linckens, I. Zeferer, S. Lakrache und M. Wulfes danke ich für ihre Hilfsbereitschaft und die netten Gespräche zwischendurch.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) sei zudem für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit gedankt.

Den zahlreichen studentischen Hilfskräften M. Titova, R. Berghammer, J. Li, V. Kottmann-Rexerodt, M. Uhlig und M. Belde, die mich über die Jahre hinweg unterstützt haben, gilt mein besonderer Dank.

Den Kollegen des technischen Dienstes, der Metallographie und der EDV-Gruppe A. Ziemons, T. Burlet, L. Hoenen, D. Beckers, B. Eigelshoven, M. Loeck, S. Laiko, G. Pomana und M. Salitrennik danke ich besonders herzlich für ihre unermüdliche Hilfe und die vielen guten Ideen, die meine Arbeit zusätzlich vorangebracht hat. L. Hoenen und T. Burlet danke ich für ihre Unterstützung bei der Betreuung der Röntgentexturgoniometer und ihre Gabe durch einfaches Handauflegen die defekten Geräte wieder ans Laufen zu bringen. M. Loeck danke ich für die vielen schönen Mittagsläufe und die Gespräche über „Gott und die Welt“. A. Ziemons gilt ebenso mein Dank für eine gelungene sportliche Wochengestaltung.....das nächste mal, darfst du dann in meinem Windschatten fahren.

Meinen ehemaligen Kollegen P. Konijnenberg, M. Crumbach, M. Goerdeler, D. Kirch, D. Mattissen, X. Molodova und G.V.S.S. Prasad danke ich für viele wertvolle Diskussionen und das bunte Abendprogramm. Auch den anderen Kollegen des Institutes C. Bollmann, R. Berghammer, S. Bhaumik, T. Al-Samman, C. Schäfer, L. Barrales Mora, C. Günster, O. Sukhopar, V. Mohles und T. Gorkaya gilt mein aufrichtiger Dank für die freundschaftliche Zusammenarbeit und den Spaß den wir zusammen hatten.

Mein größter Dank gilt meiner Frau Moni Hördemann, die über all die Jahre viel Geduld mit mir bewiesen hat. Und jeder der meine Frau kennt weiß, dass Geduld eigentlich nicht zu ihren Stärken zählt.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation.....	1
2	Grundlagen	5
2.1	Die α-γ-α Phasenumwandlung in Stahl	5
2.2	Keimbildung und Wachstum.....	6
2.2.1	Homogene Keimbildung	7
2.2.2	Heterogene Keimbildung	8
2.2.3	Wachstum	12
2.3	Texturen in Stahl.....	14
2.4	Kristallographie und Variantenselektion	15
3	Literaturüberblick.....	19
3.1	Untersuchungsmethoden	19
3.2	Umwandlungstextur	20
3.3	Modelle zur Variantenselektion	22
3.4	Orientierungsbeziehungen.....	25
4	Experimentelles.....	29
4.1	Probenmaterial	29
4.2	Probenvorbereitung und Auswahl	30
4.3	Experimentelle Methoden und Darstellungen	30
4.3.1	Optische Mikroskopie	30
4.3.2	Makrotexturmessung.....	30
4.3.3	Eulerraum und Rodriguesraum	34
4.3.4	Hochtemperatur in-situ EBSD	40
5	Ergebnisse	49
5.1	Einleitung	49
5.2	Charakterisierung Probenmaterial	49
5.2.1	Textur.....	49
5.2.2	Mikrostruktur	53
5.2.3	Umwandlungstemperatur	55
5.3	In-situ Messergebnisse der α-γ-α Phasenumwandlung.....	56
5.3.1	Ansatz.....	56

5.3.2	Messparameter und Einstellungen	56
5.3.3	Allgemeine Betrachtung der Mikrostrukturentwicklung	58
5.3.4	Texturentwicklung.....	65
5.3.5	Orientierungsbeziehungen und Keimbildung.....	68
5.3.7	Einfluss der Zwillingsbildung	75
5.3.8	Variantenselektion einiger typischer Ferritorientierungen	79
5.3.9	Eigenspannungsmessung des Ferrits.....	83
5.4	Messung der Korngrenzebenenorientierung	85
5.4.1	Motivation	85
5.4.2	Grundsätzliche Herangehensweise.....	85
5.4.3	Berechnung der Korngrenzeninklination	86
5.4.4	Ergebnisse	89
5.5	Zusammenfassung.....	94
6	Berechnungen zur Vorhersage der Variantenselektion	97
6.1	Variantenselektion einzelner Ferritorientierungen.....	97
6.1.1	Berechnungsansatz	97
6.1.2	Vorhersage der Variantenselektion	99
6.2	Texturvorhersage.....	102
6.2.1	Berechnungsansatz	102
6.2.2	Vorhersage der α - γ Umwandlungstextur	103
6.2.3	Vorhersage der γ - α Umwandlungstextur	105
7	Diskussion.....	107
7.1	Vorbemerkung	107
7.2	Zwillingsbildung	107
7.3	Keimbildung	111
7.3.1	Orientierungsbeziehung	111
7.3.2	Keimbildungsmodell	112
7.4	Variantenselektion.....	123
8	Zusammenfassung.....	125
	Literaturverzeichnis.....	127

1 Einleitung und Motivation

Jeder Prozessschritt bei der Herstellung von Stahlblechen führt bedingt durch Veränderungen in Phasenzusammensetzung, Textur und Mikrostruktur zu einer Änderung der Materialeigenschaften. Die typische Prozesskette von Flachprodukten umfasst u.a. das Warmwalzen und Kaltwalzen des Stahls. Da das abschließende Kaltwalzen und die nachfolgende Glühbehandlung bisher die entscheidenden Prozessschritte zur Einstellung der Stahleigenschaften waren, hat der Schwerpunkt der Materialforschung auf der Untersuchung der Rekristallisation und Umformung gelegen. Da ein Kaltwalzen der Stähle in vielen Fällen nicht mehr stattfindet wird das Warmwalzen somit der wichtigste Prozessschritt zur Einstellung der gewünschten Materialeigenschaften des Flachproduktes.

Während des Warmwalzens mikrolegierter Stähle mit niedrigem Kohlenstoffgehalt findet, bei hohen Temperaturen neben der Umformung und Rekristallisation, die α - γ - α Phasenumwandlung statt. Die Ferrit-Austenit-Ferrit Phasenumwandlung ist reversibel und führt zu einer Änderung der Textur, Kristall- und der Mikrostruktur. Die Stahleigenschaften werden bei der thermomechanischen Behandlung vor allem durch den Umformprozess und die α - γ - α Phasenumwandlung bestimmt. Der Einfluss der Phasenumwandlung auf die Materialeigenschaften ist daher von besonderem Interesse.

Der kristallographische Mechanismus der Phasenumwandlung, welcher die Texturänderung bestimmt, ist bisher noch nicht genau geklärt. Alle bisherigen Ansätze, die Texturänderung über eine Orientierungsbeziehung beider Phasen zueinander zu beschreiben, führten zu großen Abweichungen. Eine Orientierungsbeziehung besagt, dass eine Ausgangsorientierung über eine kristallographische Netzebenen- und Richtungskorrelation mit der Produktphase in Beziehung steht. Jedes Korn, welche die Phasenumwandlung durchläuft, erzeugt somit eine gewisse Anzahl an genau definierten Produktorientierungen. Die Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov-

Sachs (K-S) beschreibt die Umwandlung für niedrig legierte Stähle zwar relativ gut, führt bei der Bestimmung der Produktorientierungen aber zu großen Abweichungen im Vergleich zu den experimentellen Ergebnissen. Diese Unstimmigkeit wird durch Variantenselektion erklärt. Die Variantenselektion führt über die geringere Auswahl an möglichen Produktorientierungen zu einer quantitativ und qualitativ anderen Textur als erwartet. Da die Textur entscheidend die Materialeigenschaften mitbestimmt, sind eine genaue Kenntnis der Variantenselektion und ihre beeinflussenden Parameter von großer Bedeutung.

Die bisherigen Modelle, welche größtenteils für die martensitische Umwandlung entwickelt wurden, schaffen es nicht, die Variantenselektion der α - γ - α Phasenumwandlung im Detail exakt zu beschreiben. In den meisten Fällen wurde versucht, die Variantenselektion für die γ - α Rückumwandlung über die Verformung des Austenits physikalisch zu erklären, ohne dabei eine zufrieden stellende Beschreibung zu liefern. Überraschenderweise tritt aber auch in rekristallisierten Stählen Variantenselektion auf. Speziell die Variantenselektion für die α - γ - α Phasenumwandlung aus dem rekristallisierten Zustand ist hier von großem Interesse, da je nach Prozessführung das entsprechende Ausgangsgefüge vor der Phasenumwandlung teilweise oder vollständig rekristallisiert ist. Auch eigens für diese α - γ - α Phasenumwandlung neu entstandene Modelle zeigen meist signifikante Abweichungen zwischen Vorhersage und Experiment.

Die Schwierigkeit bei der Untersuchung der reversiblen α - γ - α Phasenumwandlung bestand bisher darin, dass sich die austenitische Hochtemperaturphase ohne Zusatz von stabilisierenden Elementen nicht bei Raumtemperatur betrachten ließ. Durch die am IMM entwickelte Laser-beheizte Probenbühne zur Einzelorientierungsmessung (EBSD) am FEG-Rasterelektronenmikroskop kann der komplette Umwandlungszyklus messtechnisch in-situ bei hohen Temperaturen erfasst werden. Dies erlaubt eine orts aufgelöste Untersuchung der Textur, der Mikrostruktur und der Variantenselektion.

Ziel dieser Arbeit ist es, die entscheidenden Einflussgrößen, die zur Variantenselektion und Texturänderung in einem rekristallisierten mikrolegierten Stahl führen, ausfindig zu machen. Speziell der Umstand, dass auch in rekristallisierten Stählen Variantenselektion beobachtet wird zeigt, dass eine Neu- und Weiterentwicklung der vorhandenen Modelle unumgänglich ist. Dazu werden durch EBSD-Messungen die erforderlichen Daten ermittelt und mit einem neu erstellten Programm ausgewertet. Ausgehend von den Untersuchungen werden physikalische Ansätze zur Erklärung der Variantenselektion auf die vorhandenen Messdaten übertragen und überprüft.

2 Grundlagen

2.1 Die α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl

Eine Phasenumwandlung in Stahl führt je nach chemischer Zusammensetzung und Prozessführung zu verschiedenen Produktphasen. Dies geschieht durch unterschiedliche Mechanismen der Phasenumwandlung die diffusiv, grenzflächenkontrolliert, über Scherung oder als kombinierter Prozess ablaufen können. Bei der diffusions- und grenzflächenkontrollierten Phasenumwandlung entsteht aus dem Austenit meistens ein ferritisches bzw. perlitisches Gefüge. Über den Schermechanismus entwickelt sich ein martensitisches Gefüge oder über einen kombinierten Prozess ein bainitisches Gefüge. Welche Phase sich dabei bildet, ist abhängig vom Unterschied im chemischen Potential und den eingestellten Zustandsparametern (Temperatur, Druck, Zusammensetzung). Die ferritische bzw. perlitische Phasenumwandlung ist dabei über einen Keimbildungs- und Wachstumsprozess definiert.

Die entscheidende Phasenumwandlung in Stahl tritt während des Warmwalzens (Abb. 2.1) des Flachproduktes auf. Da das Kaltwalzen in vielen Fällen nicht mehr durchgeführt wird, hat die Phasenumwandlung als materialkundlicher Vorgang extrem an Bedeutung gewonnen.

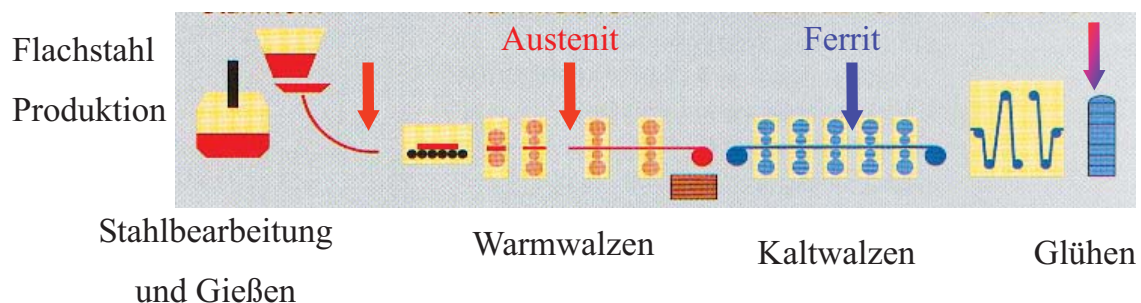


Abb. 2.1: Schema der Prozesskette im Bereich der Flachstahlproduktion.

Die α - γ - α Phasenumwandlung in mikrolegierten niedriggekohnten Stählen ist reversibel, das bedeutet, dass nach Abkühlung des Stahls die kubisch flächenzentrierte Hochtemperaturphase Austenit wieder in die kubisch raumzentrierte Niedrigtemperaturphase Ferrit rückumwandelt. Die α - γ - α Phasenumwandlung findet für den gleichgewichtsnahen Zustand im Temperaturbereich zwischen 723°C bis 911°C statt (Abb. 2.2). Zur Untersuchung des Ferrit-Austenit-Ferrit Umwandlungszyklus muss die entsprechende chemische Zusammensetzung vorliegen.

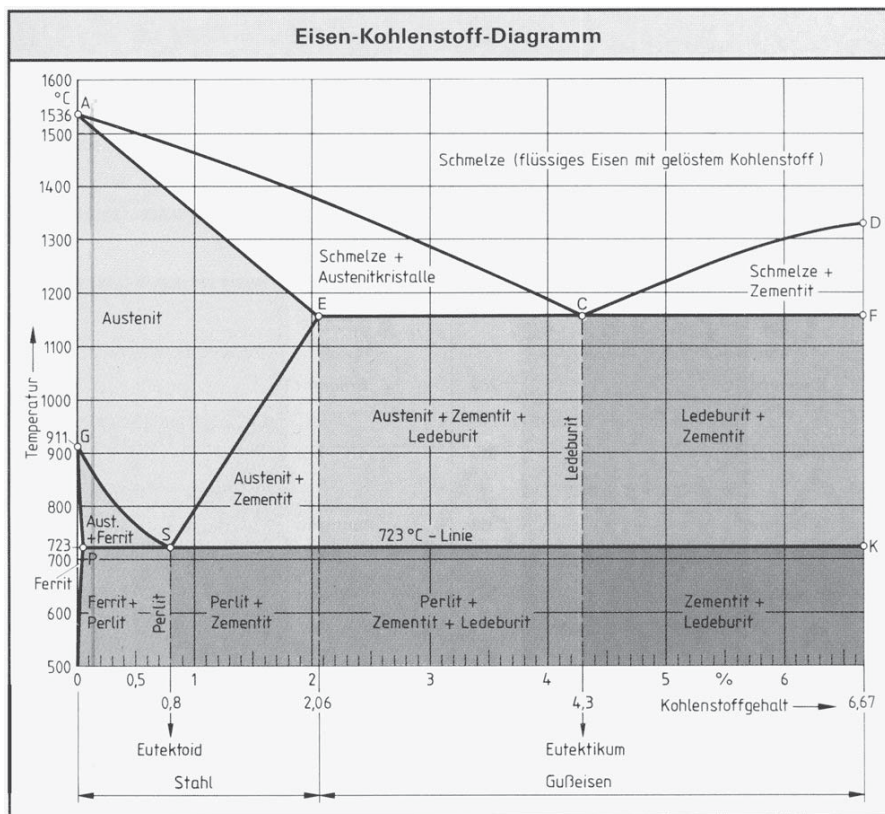


Abb. 2.2: Zustandsdiagramm Stahl [Schranz 2008].

2.2 Keimbildung und Wachstum

Die untersuchte α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl ist durch einen Keimbildungs- und Wachstumsprozess gekennzeichnet. Zum besseren Verständnis dieses Prozesses werden die theoretischen Grundlagen im Folgenden kurz erläutert.

2.2.1 Homogene Keimbildung

Im einfachsten Fall wird angenommen, dass sich kugelförmige Keime ohne Beteiligung von Gitterdefekten bilden. Bei der Entstehung eines solchen Keimes wird die dem Keimvolumen proportionale Umwandlungsenergie frei, die aus dem Unterschied der spezifischen freien Enthalpien der beiden Phasen resultiert und der treibenden Kraft der Umwandlung entspricht. Zur Bildung der neuen Grenzfläche hingegen wird eine der Keimoberfläche proportionale Grenzflächenenergie und bei Auftreten von Kohärenzspannungen eine dem Keimvolumen proportionale Verzerrungsenergie benötigt. Für die Keimbildungsarbeit A ergibt sich also:

$$A = -\frac{4}{3}\pi r^3 \cdot \frac{\Delta G}{V_p} + 4\pi r^2 \cdot \sigma + \frac{4}{3}\pi r^3 \cdot \varepsilon \quad (2.1)$$

r = Keimradius, ΔG = molare freie Umwandlungsenthalpie, V_p = Molvolumen des Keims, σ = spezifische Grenzflächenenergie, ε = spezifische Verzerrungsenergie.

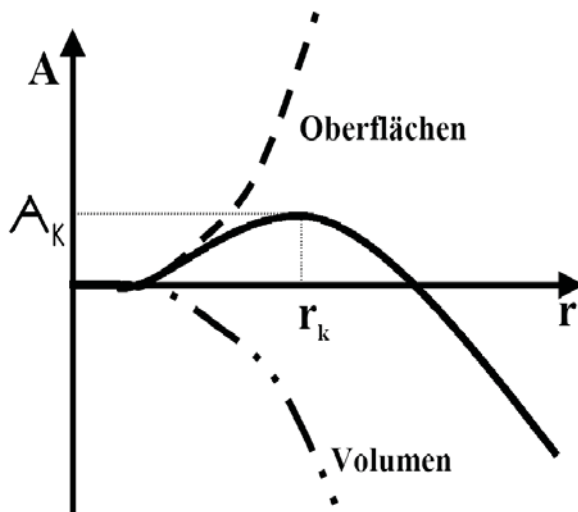


Abb. 2.3: Keimbildungsarbeit A in Abhängigkeit vom Radius r .

Die in Abbildung 2.3 gezeigte Abhängigkeit der Keimbildungsarbeit vom Keimradius besagt, dass zur Keimbildung eine Energieschwelle überwunden werden muss, deren Höhe der kritischen Keimbildungsarbeit A_k entspricht:

$$A_k = \frac{16}{3} \pi \frac{\sigma^3}{\left(\frac{\Delta G}{V_p} - \varepsilon\right)^2} \quad (2.2)$$

Die kritische Keimbildungsarbeit A_k hängt von der spezifischen Grenzflächen- und Verzerrungsenergie und über ΔG von Temperatur und Übersättigung ab. Der entsprechende kritische Keimradius r_k ergibt sich durch:

$$r_k = \frac{2\sigma}{\left(\frac{\Delta G}{V_p} - \varepsilon\right)} \quad (2.3)$$

Nur Keime mit $r > r_k$ können unter Energieabnahme wachsen, wobei der kritische Keim sich im labilen Gleichgewicht mit dem übersättigten Mischkristall befindet. Ein Keim mit $r < r_k$ ist dabei instabil und zerfällt.

2.2.2 Heterogene Keimbildung

An vielen planaren Defekten wie beispielsweise Ausscheidungen/Matrixschnittstellen, Stapelfehler, Korngrenzen (Tripelpunkte) und freie Oberflächen kann es zu einer heterogenen Keimbildung kommen, wenn sie die freie Enthalpie verringern. Stapelfehler sind jedoch eher selten potentielle Keimbildungsstellen, wegen ihrer niedrigen Energie im Vergleich zur Großwinkelkorngrenze. Im Folgenden soll näher auf die heterogene Keimbildung an Korngrenzen eingegangen werden.

Die Korngrenzen erleichtern besonders die Keimbildung neuer inkohärenter Phasen, da die Keimoberfläche nur teilweise neu gebildet werden muss. Hierzu muss weniger Grenzflächenenergie aufgebracht werden, was zu einer geringeren Keimbildungsarbeit führt. Es wird angenommen, dass sich die Keimform so einstellt, dass die Grenzflächenenergie (bei festgehaltenem Keimvolumen) minimal wird und die Grenzflächenspannungen im mechanischen Gleichgewicht stehen.

$$\cos \theta = \frac{\sigma_k}{2\sigma_i} \quad (2.4)$$

Daraus resultiert eine linsenförmige Keimgestalt (Abb.2.4). Analog zu Gleichung 2.2 kann die Keimbildungsarbeit über die Umwandlungsenergie, die eingesparte Korngrenzenenergie und die Grenzflächenenergie beschrieben werden, wohingegen wegen der Abwesenheit von Kohärenzspannungen ein elastischer Term fehlt.

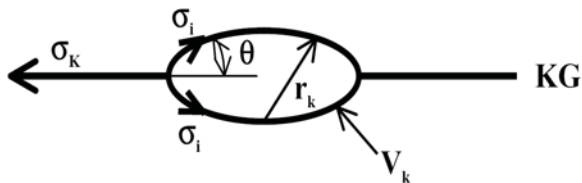


Abb. 2.4: Linsenförmiger Keim an einer Korngrenze.

$$A^{KG} = -\frac{\Delta G}{V_p} \cdot \frac{2}{3} \pi \cdot r^3 [2 - 3 \cos \theta + (\cos \theta)^3] - \sigma_k \pi \cdot r^2 (\sin \theta)^2 + \sigma_i \cdot 4 \pi \cdot r^2 (1 - \cos \theta) \quad (2.5)$$

Die kritische Keimbildungsarbeit ergibt sich zu:

$$A_k^{KG} = \frac{8\pi}{3} [2 - 3 \cos \theta + (\cos \theta)^3] \cdot \frac{\sigma_i^3 V_p^2}{\Delta G^2} \quad (2.6)$$

Wegen $\sigma_i = \sigma_k$ ist hier $\theta = 60^\circ$ und das Linsenvolumen:

$$V = \frac{2}{3} \pi \cdot r^2 [2 - 3 \cos \theta + (\cos \theta)^3] \quad (2.7)$$

$$V = \frac{5}{12} \pi \cdot r^3$$

Der effektive Teilchenradius kann mit $V = \frac{4}{3} \pi \cdot r_{eff}^3$ angegeben werden:

$$r_{eff} = \left(\frac{5}{16} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot r \quad (2.8)$$

Die kritische Keimbildungsarbeit an Korngrenzen ergibt sich somit als:

$$A_k = \frac{5}{3} \pi \frac{\sigma_i^3 V_p^2}{\Delta G^2} \quad (2.9)$$

Durch die Korngrenze wird die kritische Keimbildungsarbeit um den Faktor 3 im Vergleich zur homogenen Keimbildung reduziert. Für den kritischen Radius erhält man:

$$r_{eff/k} = 1.36 \frac{\sigma_i}{\Delta G} V_p \quad (2.10)$$

Die Reduzierung der kritischen Keimbildungsarbeit ist direkt abhängig von $\cos\theta$ ($= \sigma_k/2\sigma_i$), d.h. in extremen Fällen, wenn nämlich θ gleich 0° ist, wird das Keimbildungshindernis entfernt.

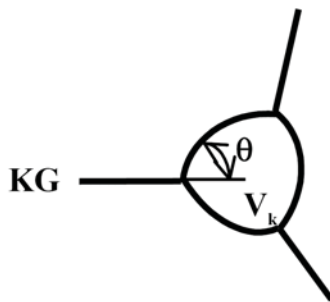


Abb. 2.5: Kritische Keimform zur Keimbildung am Tripelpunkt von Korngrenzen.

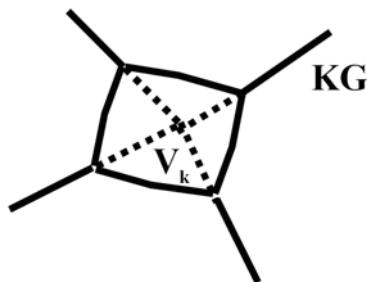


Abb. 2.6: Kritische Keimform zur Keimbildung an der Kornkante.

Die kritische Keimbildungsarbeit und Keimgröße kann durch die Ausbildung der Keime an Tripelpunkten oder Kornkanten (Abb. 2.5 und 2.6) weiter reduziert werden. Dieser Zusammenhang lässt sich in Abbildung 2.7 gut erkennen.

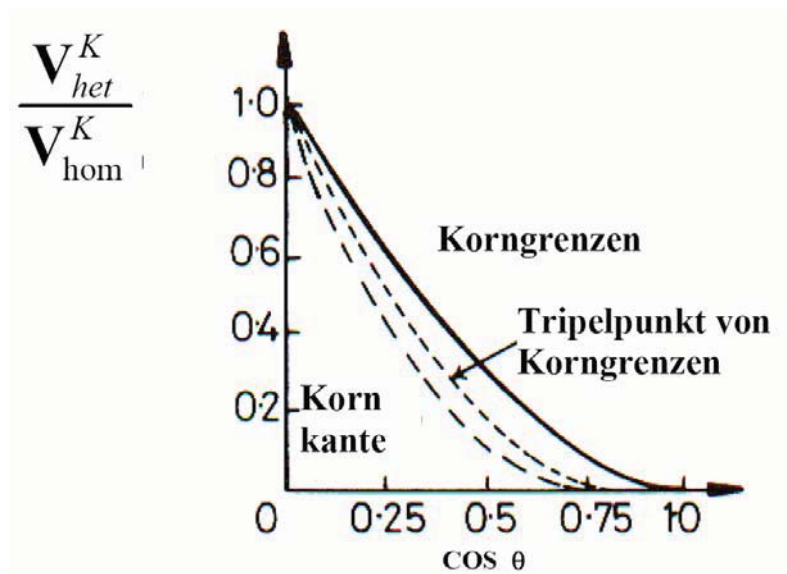


Abb. 2.7: Einfluss von θ auf die Aktivierungsenergie der Korngrenzenkeimbildung im Verhältnis zur homogenen Keimbildung [Chan 1956].

Großwinkelkorngrenzen sind eine der effektivsten Keimbildungsstellen für den Fall von neu ausgebildeten inkohärenten Phasen mit großem σ_i . Eine bezüglich der Korngrenze unsymmetrische Keimform (Abb. 2.8) ist zu erwarten, wenn der Keim mit teilweise kohärenten Grenzflächen ausgebildet wird. Es ergibt sich hierdurch eine niedrige Grenzenergie zwischen der Matrix- und der Neuphase, welche die Bildung der neuen Phase begünstigt. So ausgebildete Keime sollten eine spezielle Orientierungsbeziehung zu einem der Nachbarkörner aufweisen und ein geringes Keimbildungshindernis besitzen. Daher sollte diese Art der Keimbildung bevorzugt stattfinden.

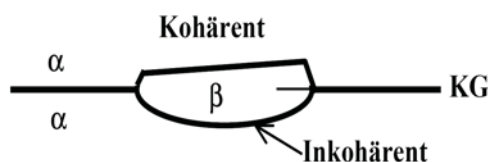


Abb. 2.8: Die kritische Keimgröße wird noch weiter durch die Bildung von niedrig energetischen kohärenten Phasengrenzen reduziert.

2.2.3 Wachstum

Die neue Phase wird als Keim an bestimmten Orten in der Muttermatrix ausgebildet, und dann erfolgt das Wachstum dieser Keime über eine Phasengrenzenabwanderung in die umgebende Matrix. Die Phasengrenzfläche wird während des Keimbildungsstadiums gebildet und wandert danach während des Wachstumsstadiums in die Nachbarmatrix. Das System kann während der heterogenen Umwandlung jederzeit in Mutter- und Produktphase unterteilt werden. Die meisten Umwandlungsprodukte werden durch die Übertragung von thermisch aktivierten Atomen über die Mutter/Produkt-Phasengrenze während des Wachstums erzeugt. Wie schon im vorhergehendem Abschnitt erläutert, müssen die wachstumsfähigen Keime eine energetische Barriere überwinden, damit sie weiter wachsen, das bedeutet auch die Überschreitung eines kleinsten kritischen Volumens. Bei Abwesenheit des Verformungsenergieanteils ist die umgewandelte neue Phasenform, die das oben genannte Kriterium erfüllt, dadurch gekennzeichnet, dass die totale Grenzflächenenergie herabgesetzt wird.

Es gibt prinzipiell zwei unterschiedliche Arten von Phasengrenzen, so genannte mobile und nicht-mobile Phasengrenzen. Die Bewegung der mobilen Phasengrenze wird durch das Gleiten von Versetzungen, welches durch die Scherung des Muttergitters ins Produkt ausgelöst wird, verursacht. Die Bewegung der mobilen Phasengrenze ist relativ unempfindlich von der Temperatur. Diese Vorgänge werden daher als nichtthermische Migration bezeichnet.

Die meisten Phasengrenzen sind bewegungsunfähig und wandern durch die zufälligen Sprünge der einzelnen Atome über die Phasengrenze hinweg, ähnlich dem Prozess der Wanderung von Großwinkelkorngrenzen bei der Rekristallisation. Die Extraenergie, welche die Atombindungen in der Matrixphase löst und in der neuen Phase wieder herstellt, wird durch thermische Aktivierung geliefert. Die Abwanderung der nichtmobilen Phasengrenze hängt daher sehr empfindlich von der Temperatur ab.

Je nach Bewegungsart der Phasengrenze wird die Phasenumwandlung durch eine massive (oder militärische) Umwandlung, d.h. durch die Abwanderung einer mobilen Phasengrenzfläche mittels einer koordinierten Bewegung der Atome beschrieben. Demgegenüber ist die diffusionsgesteuerte (oder zivile) Phasenumwandlung, durch die nichtkoordinierte Übertragung der Atome über eine Grenzfläche beschrieben.

Während einer massiven Umwandlung sind die nächsten Nachbaratome jedes möglichen Atoms im Wesentlichen unverändert. Die Mutter- und Produktphasen müssen daher die gleiche chemische Zusammensetzung haben, und es tritt keine Diffusion während der Phasenumwandlung auf. Die martensitische Umwandlung ist das bekannteste Beispiel für diese Umwandlungsart.

Während der diffusionsgesteuerten Phasenumwandlung können die Mutterphase und die Produktphase eine gleiche oder ungleiche chemische Zusammensetzung haben. Wenn es keine Änderung der chemischen Zusammensetzung gibt (z.B. reines Eisen), können die neuen Phasen so schnell wachsen wie Atome zur anderen Phase über die Grenzfläche wandern. Solche Phasenumwandlungen werden durch die Phasengrenze gesteuert und daher als grenzflächenkontrolliert bezeichnet. Wenn die Mutter- und Produktphasen eine unterschiedliche chemische Zusammensetzung besitzen, wird eine weit reichende Diffusion (oder Gitterdiffusion) zum Wachstum der neuen Phase benötigt. Nach der Abnahme der überschüssigen Atome vor der Phasengrenzfläche wird die Wachstumsgeschwindigkeit durch die Gitter- oder Grenzflächendiffusion geregelt. Hierdurch wird die Umwandlungskinetik bestimmt.

Die Keime sind normalerweise durch eine Kombination von kohärenten oder teilkohärenten und leicht gebogenen inkohärenten Grenzflächen begrenzt. Zum weiteren Fortschritt des Wachstums der ausgebildeten Keime müssen die Phasengrenzen bewegungsfähig sein. Kohärente Phasengrenzflächen sind normalerweise relativ bewegungsunfähig. Wenn die Phasen unterschiedliche Kristallstrukturen haben und eine teilkohärente Grenzfläche besitzen und diese Grenzfläche eine sehr niedrige Mobilität hat, dann wird die Abwanderung der

Grenzfläche über einen Stufen-Mechanismus erzwungen. Dagegen sind die inkohärenten Phasengrenzflächen im Allgemeinen sehr beweglich. Die Kornform, die sich während des Wachstums entwickelt, ist durch die relative Abwanderungsgeschwindigkeit festgelegt. Die Art und Anzahl der verschiedenen Phasengrenzen, welche einen Keim umschließen, bestimmen seine Form. [Porter 1992]

2.3 Texturen in Stahl

Durch die technische Bearbeitung (Wärmebehandlung, Umformung) polykristalliner metallischer Werkstoffe entsteht häufig eine bevorzugte Orientierungsverteilung. Die Orientierungsverteilung der Kristallite wird als kristallographische Textur bezeichnet. Auch in Stahl entstehen bei der thermomechanischen Behandlung unterschiedlich ausgeprägte Texturen. Die Textur hat enormen Einfluss auf die Werkstoffeigenschaften des Stahls, z.B. hinsichtlich dessen Tiefziehfähigkeit, Leitfähigkeit oder Magnetisierbarkeit.

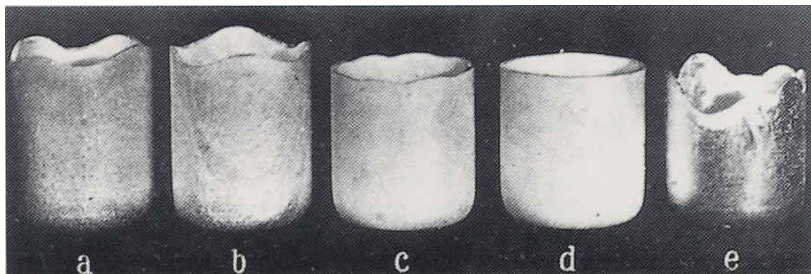


Abb. 2.9: Zipfelbildung beim Tiefziehen von Reinstaluminiumblechen. (a-c) Zipfel je nach Winkel, (d) zipfelfreie Probe, (e) Zipfelbildung durch Grobkorn (kein Textureffekt) [Gottstein 2001].

Eine schlecht eingestellte Textur kann z.B. beim Tiefziehen von Blechen zur Ausbildung von Zipfeln führen (Abb. 2.9). Diese Zipfeligkeit führt zu inhomogenen Wandstärken und zu einem zusätzlichen Arbeitsgang. Dieses Beispiel zeigt, dass die Kenntnis über die Texturensteherung und deren gezielte Beeinflussung von großem materialwissenschaftlichem und ökonomischem Interesse ist.

Die Texturveränderung bei der α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl ist hier von besonderer Relevanz. Die Texturentwicklung der Produktphase hängt von der Textur der Ausgangsphase ab und wird auch als Transformationstextur bezeichnet. Neben der Mikrostruktur und der chemischen Zusammensetzung ist die Textur von größter Bedeutung für die Werkstoffeigenschaften des Stahls. Die typischen Texturen im Stahl entstehen nach dem Gießen (Gusstextur), dem Walzen (Walztextur) und der Wärmebehandlung (Rekristallisationstextur und/oder Umwandlungs-textur). Die Texturenstehung während der Verformung und der Rekristallisation kann über die bestehenden Modelle recht gut auf physikalischer Basis erklärt und vorhergesagt werden. Die bisher entwickelten Modelle für die α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl zeigen aber oft signifikante Abweichungen zwischen Vorhersage und Experiment.

2.4 Kristallographie und Variantenselektion

Die Texturererbung zwischen den beiden Phasen wird über eine kristallographische Orientierungsbeziehung beschrieben. Eine Auswahl an gängigen Orientierungsbeziehungen in Stahl ist in Tabelle 2.1 aufgelistet.

	Gitterkorrespondenz	Drehachse	Drehwinkel	Varianten
Bain (B)	$\{001\}_\gamma \parallel \{001\}_\alpha$ $\langle 100 \rangle_\gamma \parallel \langle 110 \rangle_\alpha$	$\langle 001 \rangle$	45°	3
Nishiyama-Wassermann (N-W)	$\{111\}_\gamma \parallel \{011\}_\alpha$ $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 011 \rangle_\alpha$	$\langle 2,146 \ 4,146 \ 1,414 \rangle$	$95,3^\circ$	12
Kurdjumov-Sachs (K-S)	$\{111\}_\gamma \parallel \{011\}_\alpha$ $\langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$	$\langle 112 \rangle$	90°	24

Tab. 2.1: Kristallographische Orientierungsbeziehungen zwischen Austenit (γ) und Martensit (α).

Diese Orientierungsbeziehungen wurden zuerst für die martensitische Umwandlung vorgeschlagen, später versuchte man auch grenzflächen-kontrollierte oder diffusive Phasenumwandlungen, die durch einen Keimbildungs- und Wachstumsmechanismus geprägt sind, mit diesem kristallographischen Ansatz zu beschreiben. Die

Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov-Sachs wird meistens für Kohlenstoffstähle genutzt, während die Korrelation nach Nishiyama-Wassermann für Fe-Ni-Stähle Anwendung findet. Eine Beschreibung erfolgt z.B. über die Gitterkorrespondenz der beiden Phasen. Bei der K-S Beziehung liegen die beiden dichtest gepackten Ebenen $\{111\}_\gamma$ und $\{011\}_\alpha$ sowie die beiden dichtest gepackten Richtungen $\langle 011 \rangle_\gamma$ und $\langle 111 \rangle_\alpha$ parallel zueinander (Abb. 2.10).

Die K-S Beziehung kann zudem durch eine 90° -Rotation um eine den beiden Gittern gemeinsame $\langle 112 \rangle$ -Achse ausgedrückt werden. Je nach gewählter Orientierungsbeziehung kann eine Ausgangsorientierung in eine bestimmte Anzahl von Produktorientierungen überführt werden. Die Produktorientierungen bezeichnet man als Varianten.

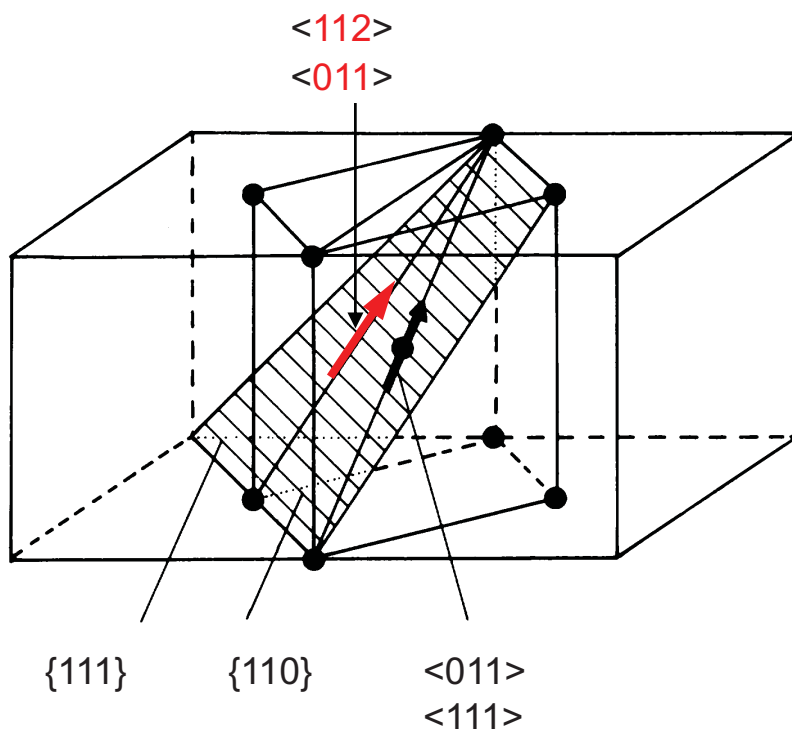


Abb. 2.10: Kristallographisches Schema der K-S und N-W Beziehung.

Unter Annahme einer K-S Beziehung während der Phasenumwandlung hat eine Ausgangsorientierung potenziell die Möglichkeit 24 Produktorientierungen zu generieren. Bei Betrachtung einer umgewandelten polykristallinen Probe sollten daher

alle 24 Produktorientierungen einer Ausgangsorientierung statistisch gleich verteilt vorkommen. Ist dies nicht der Fall und erfolgt eine relevante Abweichung vom Mittelwert, dann spricht man von Variantenselektion. Die Variantenselektion ist in unterschiedlichen Stählen beobachtet worden, und auf verschiedenen physikalischen Prinzipien beruhende Modelle (Kap. 3) wurden entwickelt, um dieses Phänomen zu erklären.

3 Literaturüberblick

Der folgende Literaturüberblick befasst sich schwerpunktmäßig mit Variantenselektion, Orientierungsbeziehungen, Textur und Mikrostruktur während der technisch relevanten α - γ - α Phasenumwandlung in Stählen. Nach einigen einleitenden Betrachtungen werden die gängigen Modelle zur Variantenselektion vorgestellt.

3.1 Untersuchungsmethoden

Ein grundlegendes Problem der Untersuchung der Variantenselektion während der α - γ - α Phasenumwandlung bestand lange Zeit darin, dass die Betrachtung auf den Bereich der Makrotexturmessung beschränkt blieb. Es konnte somit keine orientierungsaufgelöste Betrachtung der Variantenselektion erfolgen. Selbst eine Untersuchung der Variantenselektion über Makrotexturdaten war lange Zeit nicht möglich, da bei der α - γ - α Phasenumwandlung von technologisch interessanten Werkstoffen, wie niedrig legierten Stählen, die Messung bei hohen Temperaturen erfolgen muss.

Um dieses Problem zu umgehen, bediente man sich unterschiedlicher Ansätze. Es wurden Legierungen wie α/β -Messing oder Fe-30%Ni (α/γ -Phasen) untersucht, da dort beide Phasen bei Raumtemperatur stabil sind [Davies 1976; Humbert 1988; Liu 1988a, b]. Ausgehend von den experimentellen Austenittexturen wurden unter Verwendung der N-W oder K-S Orientierungsbeziehung die Produkttexturen vorhergesagt. Abweichungen zwischen Vorhersage und Experiment wurden von Humbert durch Variantenselektion und von Liu durch orientierungsselektive Umwandlung erklärt. Andererseits wurde die austenitische kubisch flächenzentrierte Hochtemperaturphase über indirekte Methoden angenähert, was aber vor allem eine qualitative Betrachtung ermöglichte [Davies 1981; Hu 1981; Chapellier 1990]. Die erste Untersuchung des kompletten α - γ - α Umwandlungszyklus gelang Brückner et. al unter Entwicklung und Verwendung eines Hochtemperaturaufsatzes für ein Siemens-Lücke Texturgoniometer

[Brückner 1998]. Diese Messungen zeigten, dass die K-S Orientierungsbeziehung auch hier ihre Gültigkeit besaß.

Durch die Weiterentwicklung der EBSD-Technik ist die orientierungsaufgelöste Betrachtung der Variantenselektion erst möglich geworden. Zur Untersuchung der Variantenselektion muss die Beziehung zwischen einer Mutterorientierung und ihre(n)r Produktorientierung(en) bestimmt werden. Die Problematik der Untersuchung der austenitischen Phase bei hohen Temperaturen stellte sich hier also erneut. Die meisten Untersuchungen der Variantenselektion beschränkten sich daher vorerst auf zweiphasige Gefüge mit EBSD-Messungen bei Raumtemperatur. Die Entwicklung einer beheizbaren Probenbühne für das REM wurde daher von einigen Forschergruppen in die Wege geleitet [Humphreys 1996, Seward 2002, 2004].

3.2 Umwandlungstextur

Die Variantenselektion bestimmt entscheidend die Umwandlungstextur nach dem Warmwalzen niedrig legierter Stähle. Auch andere Faktoren beeinflussen die Umwandlungstextur und gegebenenfalls die Variantenselektion. Es wurde gezeigt, dass die Texturschärfe und die relativen Intensitäten verschiedener Texturkomponenten abhängig von der Zusammensetzung des Stahls, des Walzgrades und der Walzendtemperatur, der Austenitkorngröße sowie der Abkühlrate sind [Butron-Guillen 1994; Ray 1990; Ray 1994; Brückner 1998]. Ein zusammenfassender Überblick ist bei Ray et al. [Ray 1990; Ray 1994] gegeben und soll nun kurz erläutert werden, um die generelle Bedeutung der Umwandlungstextur zu verdeutlichen und ihre mögliche Entwicklung zu beschreiben.

Ein hoher r -Wert und ein niedriger Δr -Wert führen zu einer guten Tiefziehfähigkeit des ferritischen Stahles. Die dafür günstigste Textur ist eine gleichmäßig belegte $\{111\}$ -Fasertextur, bei der die Orientierungen eine ihrer kristallographischen $\{111\}$ -Ebenen parallel zur Blechebene haben. Um die Umwandlungstextur den Anforderungen entsprechend einzustellen, sind die Herkunft der ferritischen Produktorientierungen

aus dem Austenit und die Möglichkeit der Einflussnahme auf die Ausbildung der Texturkomponenten untersucht worden. Typische Orientierungen des Ferrit sind die $\{113\}\langle 110\rangle$ Komponente auf der α_{krz} - und die $\{332\}\langle 113\rangle$ Komponente auf der γ -Faser. Die erste Komponente wird dabei hauptsächlich aus der C-Lage des Austenits und die zweite aus der Ms-Lage gebildet. Beides sind Walztexturkomponenten des Austenits. Eine Rekristallisationskomponente wie die Würfellage führt zur BN-gedrehten Würfellage $\{001\}\langle 110\rangle$ am Anfang der α_{krz} -Faser. Die Rekristallisation des Austenits vor der Umwandlung in den Ferrit ist aber unerwünscht, da dies zu schwachen Texturen führt. Um dies zu verhindern, werden dem Stahl Mikrolegierungselemente wie Nb, V oder Ti zugegeben, welche mit dem Kohlenstoff und Stickstoff Carbide oder Carbonitride bilden. Diese Teilchen führen zu einer Unterdrückung der Rekristallisation im Austenit und somit zu stärkeren Umwandlungstexturen [Inagaki 1983a]. Die Erhöhung des Mn-Gehalts führt zu einer Verstärkung der $\{332\}\langle 113\rangle$ Komponente [Inagaki 1977]. Dies wird auf konkurrierende Keimbildungs- und Kornwachstumsvorgänge zurückgeführt. Es wird davon ausgegangen, dass bei niedrigen Umwandlungstemperaturen die K-S orientierte Keimtextur die Endtextur bestimmt. Bei hohen Umwandlungstemperaturen wird verstärktes Kornwachstum angenommen, welches zu schwächeren Texturen führt. Als Austenitbildner verschiebt das Mn mit steigender Konzentration die Umwandlungstemperatur zu niedrigen Werten, somit können stärkere Umwandlungstexturen erhalten werden. Eine Verstärkung der $\{332\}\langle 113\rangle$ Komponente ist zudem über die Reduzierung der Austenitkorngröße möglich [Inagaki 1981]. Insgesamt schärfere Texturen lassen sich auch durch eine Erhöhung der Abkühlrate erzeugen. Hierbei kann eine diffusionsgesteuerte Umwandlung in einen diffusionslosen oder einen kombinierten Prozess übergehen. Die Umwandlungstexturen der verschiedenen Umwandlungsprozesse sind dabei qualitativ sehr ähnlich, lediglich die Texturschärfe ist häufig stark unterschiedlich.

3.3 Modelle zur Variantenselektion

Die meisten Modelle zur Variantenselektion wurden für die martensitische Umwandlung entwickelt. Während dieser durch eine starke Scherung und Volumenänderung geprägten Umwandlung vom Austenit zum Martensit tritt eine ausgeprägte Variantenselektion auf. Es wird angenommen, dass die Volumen- und Formänderung mit dem Spannungszustand der Probe, welcher beim Walzen des Materials eingebracht wurde, in Wechselwirkung treten. Die Spannung in der Probe kann durch Temperaturinhomogenitäten, innere Spannungen und mikrostrukturelle Besonderheiten entstehen. Dabei treten einigen Varianten überhaupt nicht auf, wogegen andere extrem verstärkt werden. In den letzten Jahrzehnten wurden verschiedene Modelle entwickelt um die Variantenselektion während der martensitischen Umwandlung zu erklären [Bokros 1963; Higo 1974; Furubayashi 1987; Humbert 1988; Miyaji 1993; Sum 1998; Kundu 2006, 2007]. Viele dieser Modelle oder Modifikationen davon wurden auch auf die Austenit-Ferrit Umwandlung angewendet. Zudem gibt es weitere Modelle, die speziell für die α - γ - α Phasenumwandlung entwickelt wurden. Karlsen et al. zeigten, dass bei der vervormungsinduzierten martensitischen Umwandlung bei geringen Verformungsgraden die Selektion der Varianten sich nicht wesentlich ändert, also vom Grad der eingebrachten Verformung unanhängig zu sein scheint [Karlson 2008]. Bhadeshia hingegen konnte über einen großen Verformungsbereich hin empirisch belegen, dass die Anzahl an aktiven Varianten pro Austenitkorn mit steigender Verformung abnimmt [Bhadeshia 2008]. Zudem konnte gezeigt werden, dass auch aus einer rekristallisierten Mikrostruktur heraus Variantenselektion während der martensitischen Umwandlung auftreten kann [Kestens 2003].

Auch bei der Umwandlung aus dem verformten Austenit in den Ferrit wurde Variantenselektion beobachtet. Ein Modell auf Basis der Aktivität von Gleitsystemen wurde zur Erklärung entwickelt [Butron-Guillen 1997; Sum 1998; Wittridge 2001]. Jede K-S Variante kann hier einem Gleitsystem zugeordnet werden, wobei die Varianten am stärksten auftreten sollen deren Gleitsysteme während der Walzverformung die größte Gleitaktivität besessen haben. Auf den $\{111\}$ -Ebenen im

Austenit ist dann eine entsprechend hohe Versetzungsdichte vorhanden, die dort zu einer bevorzugten Keimbildung führt. Zusätzliche Varianten lassen sich über Versetzungsreaktionen erklären. Der Versuch mit diesem Modell die Variantenselektion speziell der erhaltenen Texturkomponenten in einem rekristallisierten Stahl zu beschreiben, gelang nur zum Teil [Brückner 2001]. Eine Variation dieses Modells versucht die Variantenselektion mittels der N-W Beziehung und partiellen Versetzungsreaktionen zu erklären [Jonas 2005].

Das für die Martensitumwandlung entwickelte Bain-strain Modell, welches die Interaktion des durch die Gitteränderung während der Phasenumwandlung generierten kristallographischen Spannungsfeldes mit dem Spannungsfeld der Probe beschreibt, wurde mit Erfolg für die diffusionsgesteuerte α/β -Messing Umwandlung angewendet [Furubayashi 1987; Miyaji 1993; Yasuda 1999]. Auch die Verwendung des Modells über einen rein statistischen Ansatz mittels Makrotexturdaten ergab bei der Austenit-Ferrit Umwandlung eine akzeptable Übereinstimmung zwischen Vorhersage und experimenteller Textur [Humbert 2002]. Das verfeinerte Bain-strain Modell auf Basis der K-S Beziehung wurde für die α - γ - α Phasenumwandlung eines rekristallisierten Stahls verwendet. Die Variantenselektion konnte mit diesem Modell nur teilweise erklärt werden [Brückner 2001].

Ein weiteres Modell erklärt die Entstehung der Umwandlungstexturen über Keimbildungshäufigkeiten und Kornwachstumsmöglichkeiten [Hutchinson 1997]. Auch ein gekoppelter Prozess aus Variantenselektion und Wachstumsauslese wurde vorgeschlagen [Savoie 1994]. Auf Grundlage der Ideen von Patel und Cohen versuchten Kundu et al. die Variantenselektion aus dem verformten Austenit über die Änderung der freien chemischen Reaktionsenergie abzuleiten [Patel 1953; Kundu 2006, 2007, 2009]. Hier werden die aktiven Varianten über die Berechnung des Schmid-Faktors der für die Keimbildung in Frage kommenden kristallographischen Ebenen bestimmt. Nur solche Varianten werden aktiv, welche die Triebkraft der Umwandlung erhöhen. Interessante Ergebnisse zur Variantenselektion wurden ortsaufgelöst mittels EBSD an polygonalem Ferrit eines TRIP-Stahls erhalten. Dort

konnte gezeigt werden, dass bei einem unverformten Austenitkorn Variantenselektion auftrat, hingegen bei einem verformten Austenitkorn nicht [He 2006].

Furuhara hat einen Überblick über die Variantenselektion an verschiedenen Arten von Gitterdefekten gegeben [Furuhara 2001]. Im Folgenden werden die wichtigsten Aussagen zusammengefasst. Bei der Keimbildung an Korngrenzen wurde in verschiedenen TEM-Untersuchungen festgestellt, dass der Keim meist mit beiden benachbarten Matrixkörnern eine gute Kohärenz, also eine Orientierungsbeziehung geringer Fehlpassung aufweist und so vermutlich seine Grenzflächenenergie minimiert wird. Zudem haben Untersuchungen an einem Duplexstahl ergeben, dass die Austenite, die an den Ferritkorngrenzen wuchsen, ihre dichtgepacktesten Ebenen nach K-S fast parallel zur Korngrenzenebene hatten. Diese Beobachtung wurde auch für Ti-Legierungen und in Al-Cu bestätigt. Durch diese Konstellation wird aus der Mannigfaltigkeit an Varianten (24 nach K-S) meist nur eine ausgewählt, welche die niedrigste Desorientierung ihrer kohärenten Phasengrenzfläche zur Korngrenzenebene aufweist. Dadurch entsteht eine lokale Variantenselektion. Die gleichen Ergebnisse für die massive Phasenumwandlung in TiAl konnte mittels EBSD von Sankaran ermittelt werden [Sankaran 2009]. Hier wurde die Keimbildung der γ -Phase an α -Korngrenzen oder Tripelpunkten untersucht. Die Keimbildung erfolgte hier mit der Blackburn Orientierungsbeziehung: $(0002)_\alpha \parallel (111)_\gamma, [11-20]_\alpha \parallel [1-10]_\gamma$. Auch hier konnte gezeigt werden, dass mit zunehmender Desorientierung zwischen Habitusebene und Korngrenzenebene die Grenzflächenenergie ansteigt und so die Keimbildung erschwert. Das γ -Korn wächst dann in das Korn, zu dem es keine spezielle Orientierungsbeziehung hat. Der Grenzwinkel für die Desorientierung zwischen der Habitusebene der Kristallgitter und der Korngrenzenebene wurde hier grob auf ca. 10° abgeschätzt. Andererseits konnte gezeigt werden, dass die neu entstandene γ -Phase häufig zu beiden Nachbarkörnern eine gute Orientierungsbeziehung besaß. Der oben angegebene Grenzwinkel ist in diesen Fall aber nicht mehr das ausschlaggebende Kriterium für die Keimbildung. Die statistische Untersuchung an diesem Material hat gezeigt, dass der Grenzwinkel der nun für beide Phasengrenzflächen erfüllt sein sollte, häufig weitaus größer als 10° ist.

Ein texturbasiertes Variantenselektionsmodell für die Austenit-Ferrit Umwandlung, welches auf eine mehrfache K-S Relation zu den Matrixkörnern basiert wurde in diesem Zusammenhang ebenfalls vorgeschlagen [Tomida 2008]. Über Makrotexturdaten wurde unter Annahme, dass ein Ferritkorn zur Keimbildung an zwei angrenzenden Austenitkörnern eine gute K-S Beziehung besitzt, aus der austenitischen Warmbandtextur die ferritische Produkttextur recht gut vorhergesagt. Wynne et al. konnten zeigen, dass bei der Austenit-Martensit/Bainit Phasenumwandlung trotz Variantenselektion eine regellose Ausgangstextur auch in eine regellose Produkttextur mündet [Wynne 2007].

In den meisten Fällen wurde bisher die γ - α Phasenumwandlung untersucht. Um die Texturentstehung und die Einflussgrößen, die zur Variantenselektion führen, besser verstehen zu können, sollte aber der komplette Zyklus betrachtet werden. Dies ist vereinzelt auch geschehen [Hashimoto 1983; 1987; Yoshinaga 1994; 1998; Brückner 2001; Wenk 2007]. Je nach Legierungszusammensetzung und/oder Abkühlrate ist die Ferrittextur nach einem kompletten Umwandlungszyklus qualitativ und oft sogar auch quantitativ die gleiche wie zu Beginn. Dieses Phänomen wird als Texturgedächtnis-Effekt bezeichnet. Auch hier wird die Variantenselektion als zugrunde liegender Mechanismus angenommen, indem elastische Spannungen, die bei der α - γ Phasenumwandlung eingebracht werden, die Rückumwandlung in die vorherige Ferrittextur begünstigen [Yoshinaga 1998]. Es wird aber auch berichtet, dass bei der kristallographischen Keimbildung über eine Minimierung der Grenzflächenenergie bestimmte Varianten bevorzugt werden und so bei der Rückumwandlung die gleichen niedrigerenergetischen Grenzflächen wieder gebildet werden [Brückner 2001].

3.4 Orientierungsbeziehungen

Die Beschreibung der Variantenselektion erfolgt immer auf Grundlage einer Orientierungsbeziehung. Neben den schon erwähnten Orientierungsbeziehungen nach Kurdjumov-Sachs und Nishijama-Wassermann gibt es noch die nach Bain, Greninger-

Trojano und Pitsch, welche für Stahl in Betracht kommen. Die Orientierungsbeziehung nach Bain wurde in Stahl aber nie bestätigt, sondern lediglich aufgrund der einfachen Berechnung von nur drei kristallographischen Varianten verwendet. Hervorzuheben ist, dass alle genannten Orientierungsbeziehungen zuerst für die martensitische Umwandlung beschrieben wurden. Diese Umwandlung ist aber durch einen reinen Schermechanismus gekennzeichnet, wohingegen die α - γ - α Phasenumwandlung über einen Keimbildungs- und Wachstumsvorgang beschrieben werden kann. Trotz dieser grundlegenden Unterschiedlichkeit im Mechanismus wurden auch für die α - γ - α Phasenumwandlung die verschiedenen Orientierungsbeziehungen experimentell bestätigt [Brückner 2001; Nolze 2004, 2006].

Ein erster und immer noch gängiger Erklärungsansatz dafür wurde schon in den 60er Jahren geliefert [Ryder 1966; Ryder 1967]. Es wurde vorgeschlagen, dass die gemeinsame Bewegung einer kleinen Anzahl an Matrixatomen zur Bildung kohärenter Keime führt. Dabei nimmt man an, dass eine Ebene und eine Richtung in dieser Ebene unrotiert bleiben und die atomistische Anordnung dieser Ebene und der Atomabstand der Richtung in beiden Gittern ähnlich sind, um somit die bestmögliche Kohärenz zu ermöglichen. Bei der α - γ - α Phasenumwandlung entspricht das gerade den dichtest gepackten Ebenen und Richtungen in beiden Gittern und ergibt dabei die Orientierungsbeziehung nach K-S. Bei der Keimbildung an Korngrenzen bestimmt nun aber die Orientierung der Korngrenzebene die Orientierungsbeziehung zwischen beiden Gittern und muss daher nicht mehr der K-S Beziehung folgen. Es wurde aber gezeigt, dass alle Orientierungsbeziehungen, die eine unrotierte Ebene und Richtung bei der Keimbildung in der Korngrenze aufweisen, in einem bestimmten Bereich liegen und nicht regellos verteilt sind.

Sehr detaillierte Untersuchungen zur Morphologie des Ferrits und der auftretenden Orientierungsbeziehung bei der Austenit-Ferrit Umwandlung wurden von Inagaki vorgenommen [Inagaki 1983b, 1984, 1985, 1987, 1988]. Auch hier wurde bei der Keimbildung hauptsächlich die K-S Beziehung beobachtet. Die Zwillingsgrenzen im Austenit wurden dabei als bevorzugte Keimstellen entdeckt [Inagaki 1983b, 1988].

Die Verformungszonen in der Nähe von Korngrenzen des gewalzten Austenits sind auch bevorzugte Keimbildungsstellen, führten jedoch zu regelloser Keimbildung. Keimbildung innerhalb der Körner findet verstärkt in denen mit höherer gespeicherter Energie statt [Inagaki 1984]. Die Keimbildung und das Wachstum finden zuerst an der γ - γ Korngrenze statt und im nächsten Schritt an der α - γ Phasengrenze. Zudem ergibt sich ein Zusammenhang zwischen der Umwandlungstemperatur und dem Charakter der Phasengrenze. Bei höheren Umwandlungstemperaturen ist die Phasengrenze inkohärent bei tiefen semi-kohärent. Bei großer Korngröße wird von einer wachstumskontrollierten und bei kleiner Korngröße von einer keimbildungsorientierten Umwandlung ausgegangen [Inagaki 1985]. Über TEM-Untersuchungen wurde gezeigt, dass die Ferritkörner bevorzugt in die Austenitkörner hineinwachsen mit denen eine K-S Beziehung existiert. Die niedrige Mobilität der semi-kohärenten Phasengrenzen wird über die Bewegung von Stufen erhöht. Es wird aber auch berichtet, dass die Ferritkeime genau in die jeweiligen Körner hineinwachsen, mit denen sie keine spezielle Orientierungsbeziehung besitzen. In vielen Arbeiten wurde zudem die Genauigkeit, mit der die K-S Beziehung erfüllt ist, betrachtet [Shu 2001; Cho 2002; Novillo 2004; Nolze 2004, 2006]. Cho et al. konnten zeigen, dass die Ferritkeimbildung an Austenitkorngrenzen der K-S Orientierungsbeziehung folgte, es aber Beeinflussungen durch die chemische Zusammensetzung des Stahls gab [Cho 2002]. Im niedrig legierten Stahl hatte der Ferrit eine gute K-S Beziehung zu einem Austenitkorn. In einem Stahl ähnlicher Zusammensetzung nur mit erhöhtem Vanadiumgehalt war die K-S Beziehung weit weniger gut erfüllt, wobei hier häufig beide Austenite eine K-S Beziehung zum Ferrit hatten. Die größere Abweichung im zweiten Fall wurde der orientierten Keimbildung an V(C,N) Ausscheidungen zugeschrieben.

EBSD-Untersuchungen am Gibeon Meteorit zeigten, dass entlang der Korngrenze zwischen dem Austenit und dem Plessit alle bekannten Orientierungsbeziehungen (außer Bain) die im Stahl gängig sind, auftraten [He 2006]. Am gleichen Material konnten Bunge et al. mittels einer Synchrotron-Messung zeigen, dass keine exakte

Orientierungsbeziehung definiert werden kann, sondern nur ein Winkelbereich zwischen bestimmten K-S und N-W Varianten [Bunge 2002].

Des Weiteren konnte für die Ferrit-Austenit Umwandlung in einem Mn-haltigen Stahl gezeigt werden, dass der Austenit eine K-S Beziehung zur Matrix besitzt, aber auch die neu entstandene Zwillingsorientierung diese Beziehung zu einem Nachbarferrit besitzt [Cheng 2003]. Inwieweit die Phasengrenzfläche zwischen einer krz und kfz Phase eine Kohärenz oder Teilkohärenz und damit häufig auch eine spezielle Orientierungsbeziehung besitzt, hängt von der Orientierung der Korngrenzebene ab [Howe 2000]. Eine statistisch sehr umfangreiche EBSD-Analyse der Orientierungsbeziehungen im Cap York Eisenmeteoriten und einem Duplexstahl wurde von Nolze durchgeführt [Nolze 2004]. Er konnte damit die Orientierungsbeziehung zwischen den Phasen sehr genau ermitteln. Die hier bestimmten Orientierungsbeziehungen lagen immer in der Nähe der gängigen Modelle. Auch zwei unterschiedliche Orientierungsbeziehungen in derselben Probe konnten gefunden werden, wurden aber auf eine ungleiche Elementverteilung zurückgeführt.

4 Experimentelles

4.1 Probenmaterial

Das Ausgangsmaterial der Untersuchungen war ein kommerzielles ferritisches Warmband. Das Warmband lag mit einer Ausgangsdicken von 1,9 mm vor. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 4.1 angegeben. Es handelt sich dabei um einen niedrig gekohlten mikrolegierten Stahl. Als Mikrolegierungselemente wirken Titan und Niob, welche mit Kohlenstoff und Stickstoff Karbide, Nitride sowie Karbonitride bilden. Diese Teilchen sollen eine unerwünschte Kornvergrößerung bei hohen Temperaturen (max. Messtemperatur ca. 1100°C) verhindern. Da die Temperaturen der Hochtemperaturmessungen des Materials unterhalb der Löslichkeitstemperatur der Teilchen (TiC ca. 1250°C) liegt, konnte von einer stabilisierenden Wirkung auf das Gefüge ausgegangen werden.

C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.05	0.28	0.82	0.014	0.001	0.039	0.006
Cu	Cr	Ni	Sn	Mo	Ti	Nb
0.03	0.05	0.03	0.003	0.01	0.08	0.034

Tab. 4.1: Chemische Zusammensetzung des Probenmaterials in Massenprozent.

Für die Untersuchung der Variantenselektion in Stahl wurde ein einfaches System ausgewählt. Speziell die Ferrit-Austenit-Ferrit Phasenumwandlung ist neben ihrer generellen Bedeutung auch durch ihren einphasigen Ausgangszustand geprägt. In anderen Stählen (Duplex, TRIP) liegen bei Raumtemperatur oft mehrere Phasen nebeneinander vor, was die Betrachtung der Phasenumwandlung erheblich erschweren kann. Das hier vorliegende Probenmaterial erfüllte die an es gestellten Kriterien. Die chemische Zusammensetzung garantierte, dass bei entsprechender Temperaturführung nur die α - γ - α Phasenumwandlung betrachtet wurde.

4.2 Probenvorbereitung und Auswahl

Um eine Texturänderung während der Phasenumwandlung verfolgen zu können, musste das schwach texturierte Warmband mittels Kaltwalzen stärker texturiert werden. Dazu wurde das Probenmaterial auf einer Laborwalze reversierend homogen mit den Walzgraden 50%, 70%, 80% und 90% gewalzt. Für die folgenden Messungen wurden Proben mittels Funkenerosion herausgetrennt. Die Probengröße für die Makrotexturmessung betrug 24x14mm und für die EBSD-Messungen 10x7mm. Die Messungen erfolgten in Blechnormalenrichtung (BN) der Probe.

Um zu verhindern, dass die Rekristallisation oder Erholung die Untersuchung der Phasenumwandlung überlagert, wurde das Probenmaterial in den rekristallisierten Zustand überführt. Dazu wurde das Probenmaterial im Fingerofen oder im Rasterelektronenmikroskop unter Vakuum 5h bei 700°C geglüht.

Für die Messungen wurden die Proben bis auf 4000er Papier geschliffen und nachfolgend elektroliert (A2 von Struers, $U=50V$, $t=12s$).

4.3 Experimentelle Methoden und Darstellungen

4.3.1 Optische Mikroskopie

Zur grundlegenden Materialcharakterisierung wurden Untersuchungen am Lichtmikroskop durchgeführt. Es handelte sich dabei um ein Leica Mikroskop mit einer DXM1200 Digitalkamera. Die Proben wurden wie in Kapitel 4.2 beschrieben vorbehandelt und bei verschiedenen Vergrößerungen (x100, x200, x500, x1000) fotografiert.

4.3.2 Makrotexturmessung

Die Makrotexturentwicklung während der Phasenumwandlung wurde an einem ferritischen Stahl ähnlicher chemischer Zusammensetzung bereits ausführlich von Brückner et al. mittels eines Hochtemperaturaufsatzes in-situ bestimmt [Brückner 2000]. Da der Schwerpunkt nun auf der Betrachtung der Variantenselektion lag, wurde

eine orts aufgelöste Orientierungsinformation benötigt, welche mit einer Makrotexturmessung nicht zugänglich war. Die Texturinformationen während der Phasenumwandlung wurden somit über die Hochtemperatur in-situ EBSD Methodik ermittelt. Die Makrotextur des Ausgangsmaterials (Warmband, gewalzte Proben, rekristallisierte Proben) wurde bestimmt, um die Materialcharakterisierung zu komplettieren und einen Texturvergleich zwischen den mit der EBSD-Methode ermittelten Texturen zu ermöglichen.

Die Texturmessung der präparierten Proben erfolgte mit einem Siemens-Lücke Texturgoniometer [Hirsch 1984]. Es wurde mit einer Co-Röntgenröhre ($\lambda_{Co}=1.79\text{\AA}$) als anregende Strahlungsquelle gearbeitet. Das Texturgoniometer besteht aus einer Röntgenstrahlungsquelle, einem 6-fach Probenwechsler, einer Eulerwiege, einem Szintillationszähler, einem Röntngenerator und einer Steuerungseinheit (Abb. 4.1).

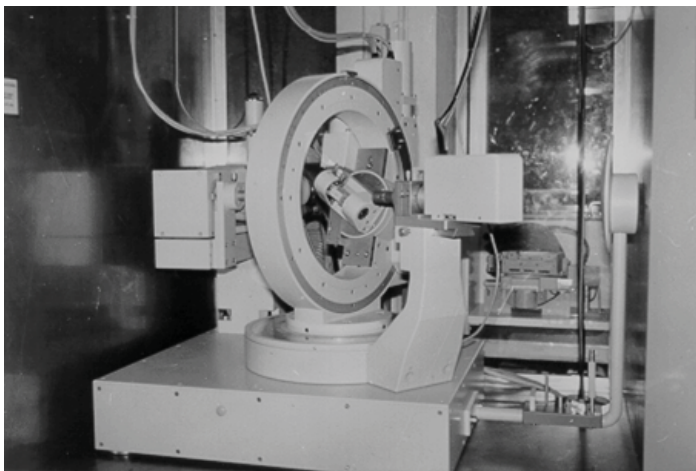


Abb. 4.1: Röntgentexturgoniometer am IMM.

Die komplette Steuerung und Datenverarbeitung erfolgt über ein separates Computerprogramm. Zur Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) muss eine ausreichende Anzahl an Polfiguren gemessen werden. Dazu wird zuerst der Reflexionswinkel der entsprechenden $\{hkl\}$ -Netzebenen bestimmt. Dabei wird die Probe mit monochromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt (Abb. 4.2) und ein Diffraktogramm (Thetascan) aufgenommen. Die vom Detektor aufgenommenen Intensitäten (2θ -Winkel) werden über θ aufgetragen (Abb. 5.3). Bei bestimmten θ -

Werten treten peakförmige Intensitäten auf. Diese stehen für die Netzebenen, die bei der verwendeten Strahlung das Braggsche Gesetz erfüllen:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (4.1)$$

mit n = Ordnungszahl, λ = Wellenlänge der Röntgenstrahlung, d = Netzebenenabstand, θ = Reflexionswinkel.

Bei Kenntnis der Gitterkonstanten und unter Verwendung der Auslöschungsbedingung können die Millerindizes der reflektierenden Netzebenenschar bestimmt werden.

Bei der Polfigurmessung wird der für die Netzebenenschar ermittelte 2θ -Winkel zwischen Detektor und Strahlungsquelle fest eingestellt (Abb. 4.4). Die vom Detektor aufgenommene Intensität ist ein Maß dafür wie viele Körner die Bragg-Bedingung erfüllen. Durch Kippen der Probe um den Winkel α und Drehen um den Azimut β in jeweils 5° -Schritten wird die gewählte Netzebene in allen Körnern in Reflexionsstellung gebracht und dabei die Intensität bestimmt (Abb. 4.4). Die Statistik wird durch die Erhöhung der Anzahl an gemessenen Körnern verbessert, dazu wird eine oszillierende Auf- und Abbewegung der Probe durchgeführt. Die gemessenen Intensitäten werden über α und β in einer Polfigur dargestellt. Es werden 3 Polfiguren $\{110\}$, $\{200\}$, $\{112\}$ zur Berechnung der OVF aufgenommen.

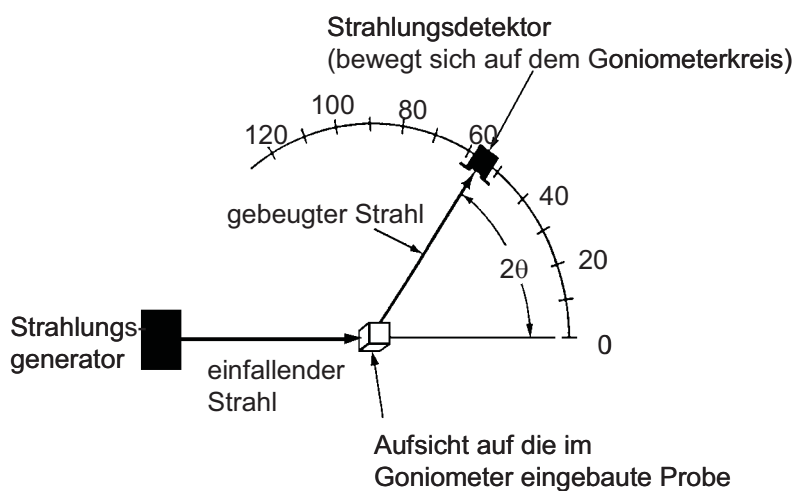


Abb. 4.2: Schematischer Aufbau eines Goniometers [Gottstein 1998].

Zur Auswertung der Polfiguren müssen die experimentell bestimmten Werte korrigiert werden. Neben der Defokussierung des reflektierenden Röntgenstrahles mit zunehmendem Kippwinkel α ist eine Subtraktion der Untergrundstrahlung von den Intensitätsspeaks notwendig. Die beiden Korrekturfaktoren werden experimentell an einer regelosen Pulverprobe ermittelt und zu einer Korrekturdatei zusammengefasst, welche zur Auswertung aller Daten verwendet werden.

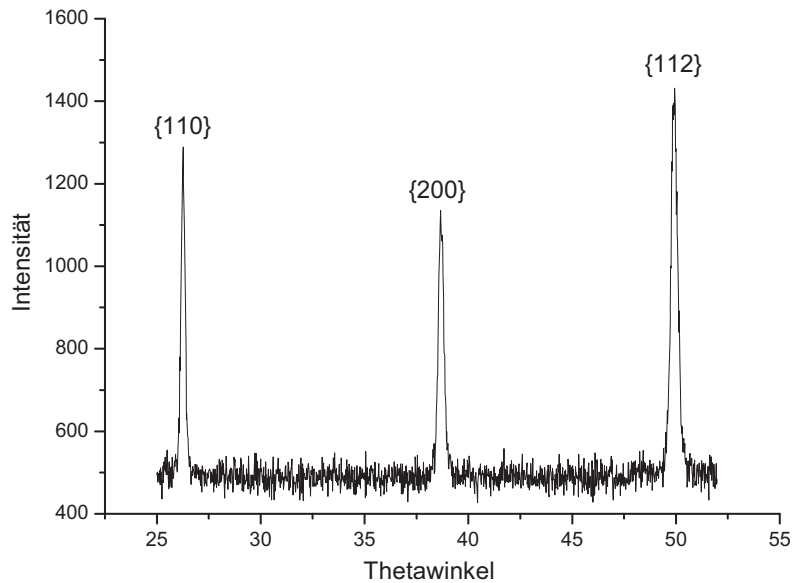


Abb. 4.3: Thetascan einer Stahlprobe.

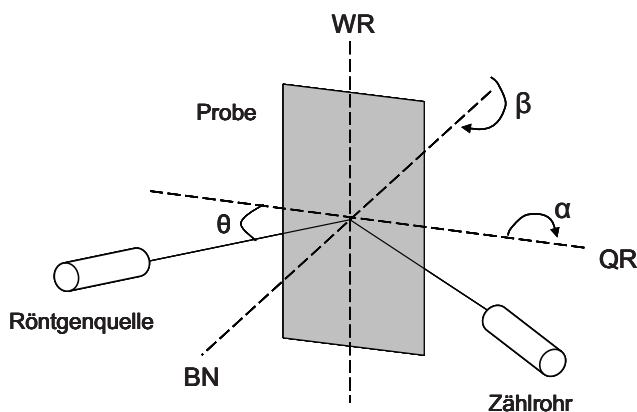


Abb. 4.4: Schema der Polfigurmessung, WR= Walzrichtung, QR= Querrichtung, BN= Blechnormale, θ = Reflexionswinkel, α = Kippwinkel, β = Drehwinkel.

Zur Berechnung der OVF aus den gemessenen Polfiguren wird die Reihenentwicklungsmethode nach Bunge angewandt [Bunge 1982]. Die Bestimmung

der ungeraden C-Koeffizienten der OVF wird mittels eines Positivitätskriteriums durchgeführt [Dahms 1989].

4.3.3 Eulerraum und Rodriguesraum

Eulerraum

Die berechneten Werte der Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) werden als Vielfaches der regellosen Verteilung im Eulerraum aufgetragen. Mittels der drei Eulerwinkel φ_1 (0° - 360°), Φ (0° - 180°), φ_2 (0° - 360°) werden die jeweiligen Orientierungen definiert und in ein rechtwinkliges Koordinatensystem überführt. Bei Vorliegen bestimmter Proben- und Kristallsymmetrien kann der Eulerraum redundante Informationen enthalten und daher in reduzierter Form dargestellt werden (Abb. 4.5, 4.6). Bei orthorhombischer Probensymmetrie (Spiegelebenen) und kubischer Kristallsymmetrie (4, 3, 2-zählige Drehachse) wird der Eulerraum auf Achsenlängen von 90° reduziert. Dieser reduzierte Eulerraum wird aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht weiter verkleinert, so dass jede Orientierung drei mal Auftritt (3-zählige Drehachse).

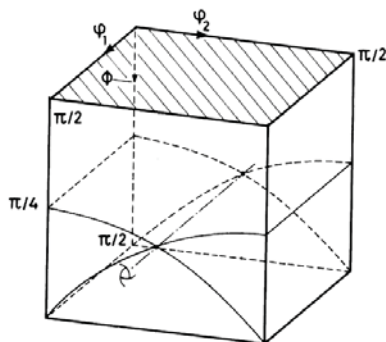
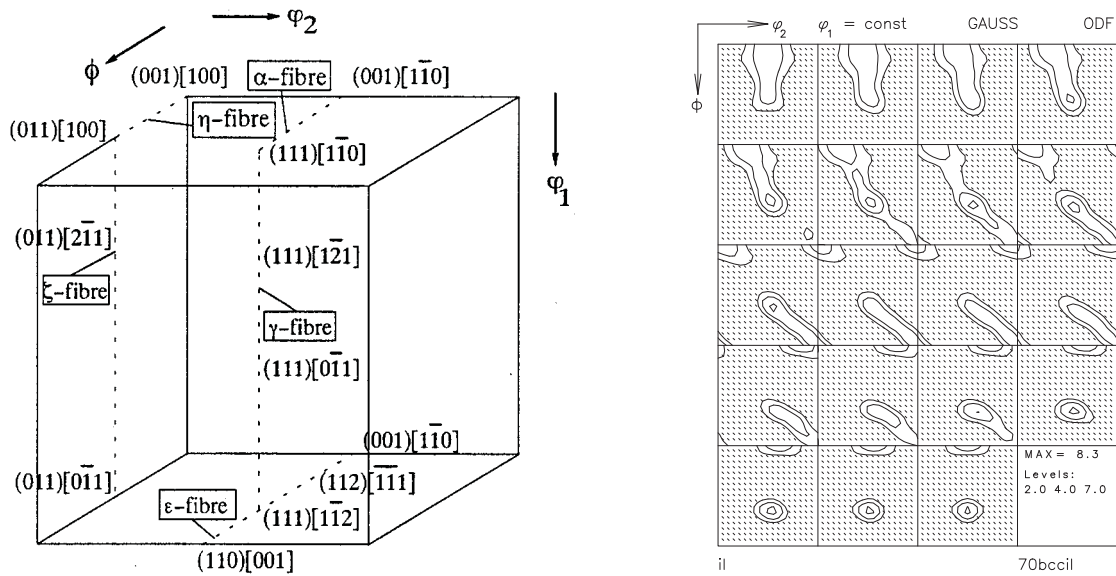


Abb. 4.5: Reduzierter Eulerraum mit Ansicht der dreizähligen Achse.

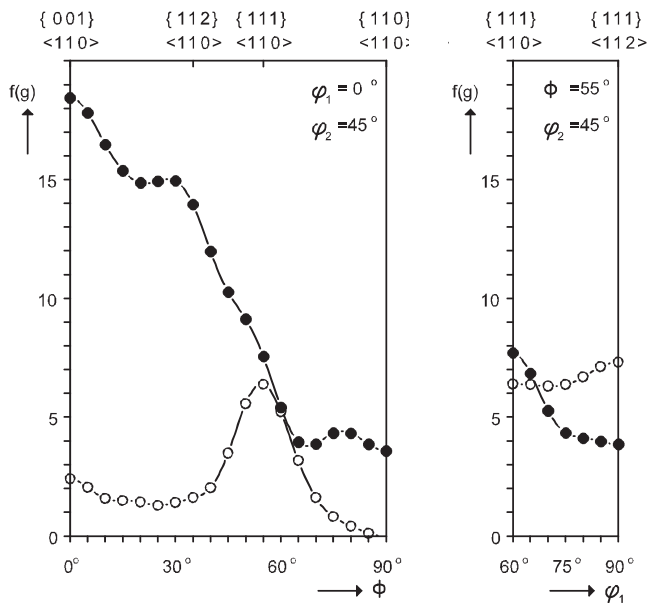
Eine graphisch übersichtliche Darstellung der OVF erfolgt dadurch, dass der Eulerraum in 5° -Schnitten entlang einer Achse aufgetragen wird. In jedem Schnitt dieses vierdimensionalen Systems werden Bereiche gleicher Belegungsichte durch Isointensitätslinien verbunden. Die typischen Texturen kubisch raumzentrierter Metalle werden in φ_1 -Schnitten oder im $\varphi_2=45^\circ$ Schnitt dargestellt, für die kubisch flächenzentrierten Metalle ist eine Auftragung in φ_2 -Schnitten (Abb. 4.8b) am gängigsten.



a.

b.

Abb. 4.6: a. reduzierter Eulerraum mit den typischen Fasern und Texturkomponenten für das kubisch raumzentrierte Kristallgitter, b. Eulerraumschnitte alle 5° in φ_1 .



a.

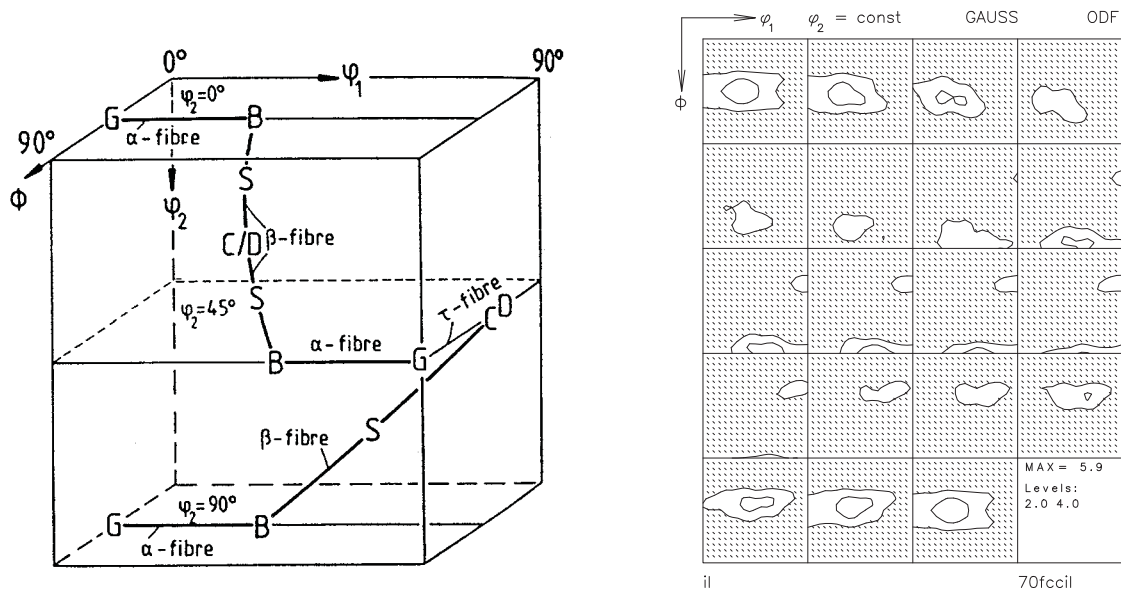
b.

Abb. 4.7: a. α -Faser Darstellung einer gewalzten (dunkle Punkte) und einer rekristallisierten (helle Punkte) Stahlprobe, b. γ -Faser Darstellung der gleichen Proben.

Für eine ausführlichere Texturdarstellung werden Fasern oder Skelettlinien benutzt. Bei der Faserdarstellung werden zwei Eulerwinkel konstant gehalten, und über den

4 Experimentelles

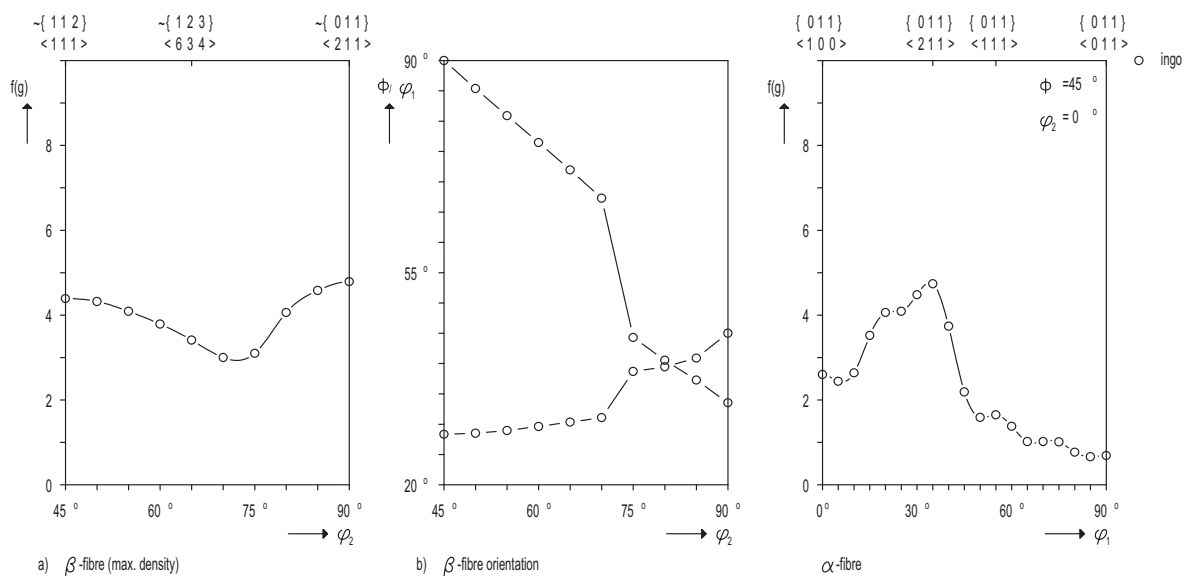
dritten Winkel wird die Belegungsdichte aufgetragen. Zur Darstellung der Skelettlinie müssen die zwei zuvor konstant gehaltenen Eulerwinkel derart variiert werden, dass jeweils das Maximum der Belegungsdichte in Abhängigkeit vom dritten Eulerwinkel ermittelt wird.



a.

b.

Abb. 4.8: a. reduzierter Eulerraum mit den typischen Fasern und Texturkomponenten für das kubisch flächenzentrierte Kristallgitter, b. Eulerraumschnitte alle 5° in φ_2 .



a.

b.

Abb. 4.9: a. β -Skelettlinien Darstellung einer Stahlprobe, b. α -Faser Darstellung derselben Probe.

In Abbildung 4.5a und 4.7a sind die wichtigen Texturkomponenten des Stahls, die häufig entlang so genannter Fasern liegen, dargestellt. Die wichtigen Texturfasern im kubisch raumzentrierten Ferrit sind die α_{krz} - und die γ_{krz} -Faser (Abb. 4.6). Da die γ_{krz} -Faser entlang der dreizähligen Achse des Kristallkoordinatensystems verläuft, ist es ausreichend, den Bereich von $60^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$ zu betrachten. Im kubisch flächenzentrierten Austenit sind die β_{kfz} -Skelettlinie und die α_{kfz} -Faser (Abb. 4.8) von Bedeutung.

Rodriguesraum

Der Schwerpunkt der Untersuchungen bildet die Betrachtung der Phasenumwandlung zwischen der Tieftemperaturphase Ferrit und der Hochtemperaturphase Austenit. Speziell die kristallographische Orientierungsbeziehung zwischen beiden Phasen ist hier von Bedeutung. Die Orientierungsbeziehung der beiden unterschiedlichen Kristallgitter kann als Desorientierung und deshalb als Rotation ausgedrückt werden. Unter der Annahme eines gemeinsamen Ursprungs für beide Kristallgitter, kann über eine Rotation eines der Kristallkoordinatensysteme $\{C_j\}$ in das andere $\{C_i\}$, die Desorientierung über eine Rotationsmatrix g^m ausgedrückt werden:

$$\{C_i\} = g^m \{C_j\} \quad (4.2)$$

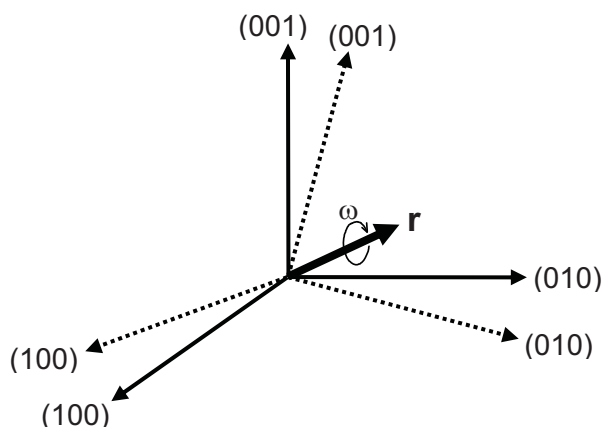


Abb. 4.10: Rotation um ω entlang \mathbf{r} überführt das Kristallkoordinatensystem 1 in das Kristallkoordinatensystem 2.

Eine einfache und anschauliche Betrachtung dieser Rotationsmatrix besteht über eine Achse-Winkel Beziehung. Hierzu werden eine für beide Kristallkoordinatensysteme gemeinsame Rotationsachse $\langle hkl \rangle$ und der entsprechende Rotationswinkel θ bestimmt. Für die Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov-Sachs wäre das z.B. $90^\circ \langle 112 \rangle$.

Die Darstellung der Desorientierung oder einer Desorientierungsverteilungsfunktion erfolgt üblicherweise im Rodriguesraum. Die berechneten Orientierungsbeziehungen werden als Drehachse $\mathbf{r} = [r_1, r_2, r_3]$ und Drehwinkel ω in Form des so genannten Rodriguesvektors \mathbf{R} (Gl. 4.3) eingezeichnet.

$$\mathbf{R} = \mathbf{r}/|\mathbf{r}| \cdot \tan \omega/2 \quad (4.3)$$

\mathbf{R} verläuft parallel zur Drehachse \mathbf{r} , und die Länge von \mathbf{R} ist ein Maß für den Drehwinkel ω .

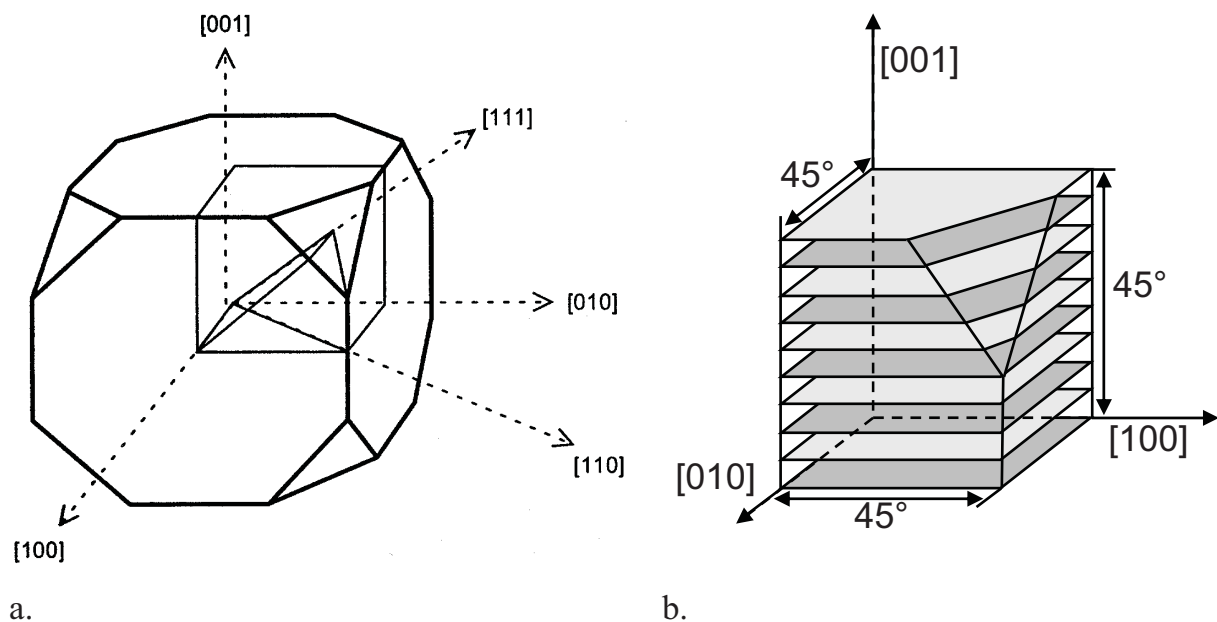


Abb. 4.11: a. Fundamentale Zone des Rodriguesraums für die kubische Kristallsymmetrie, b. Ausschnitt aus der fundamentalen Zone für die orthorhombische Probensymmetrie mit Schnitten entlang der z-Achse.

Der Rodriguesraum wird durch die drei kristallographischen Achsen [100], [010] und [001] aufgespannt und weist nur eine minimale Verzerrung auf. Durch die kubische Kristallsymmetrie ergeben sich bei der Berechnung eines Achse/Winkel-Paares jeweils 24 symmetrisch äquivalente Beziehungen. Konventionsgemäß wird daraus jene Beziehung mit dem kleinsten Drehwinkel genommen. Dadurch erhält der Rodriguesraum seine in Abbildung 4.11a gezeigte Form eines Kubus mit abgeschnittenen Ecken. Dieser Kubus wird als fundamentale Zone bezeichnet, wobei ihr Ursprung im Zentrum liegt. Bei der Umwandlung eines kubischen Kristallsystems in das andere kann die fundamentale Zone in 24 gleichwertige Unterräume (48 bei Vermeidung negativer Richtungen) aufgeteilt werden. Diese kleinste Einheit bezeichnet man als Mackenzie-Zelle. Aufgrund ihrer unsymmetrischen Form betrachtet man der Übersichtlichkeit wegen üblicherweise $1/8$ der fundamentalen Zone oder den kompletten Rodriguesraum. Eine ausführlichere Beschreibung des Rodriguesraums wird in der Literatur gegeben [Becker 1989; Randle 1993; Field 1995; Morawiec 1995, 1996, 1996b].

4.3.4 Hochtemperatur in-situ EBSD

Die Mikrostrukturentwicklung der α - γ - α Phasenumwandlung und die Änderung der Orientierungsverteilung sind von besonderem Interesse. Um die bestmögliche Informationsdichte zu erhalten, sind orts aufgelöste Messungen, die während der Phasenumwandlung stattfinden, unerlässlich. Um dies zu ermöglichen und die bisher auftretenden Messprobleme zu umgehen, wurde ein neuartiger Ansatz zur Probenglühung im Rasterelektronenmikroskop bei gleichzeitiger EBSD-Messung entwickelt.

EBSD

Die automatische Orientierungsmessung im Rasterelektronenmikroskop findet mittels der **Electron BackScatter Diffraction** Technik statt. Die EBSD-Technik ist zurzeit die am häufigsten benutzte Methode zur Charakterisierung der orts aufgelösten kristallographischen Textur in metallischen Materialien. Mittels der EBSD-Technik

lassen sich ortsabhängige Informationen über die Orientierung, Mikrostruktur, Korngrenzen und Phasengrenzen erhalten.

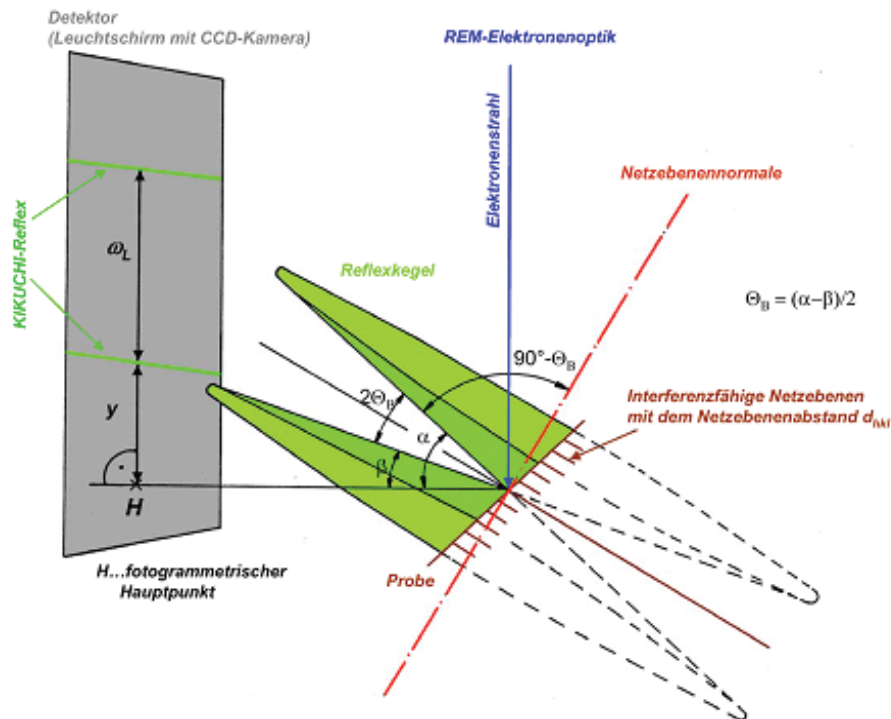


Abb. 4.12: Verfahrensprinzip zur Herstellung von EBSD-Aufnahmen [Bauch 2007].

Ein auf die Probenoberfläche treffender Elektronenstrahl wird in der Probe elastisch und inelastisch gestreut. Der Anteil der diffus inelastisch gestreuten Elektronen trifft nun aus allen möglichen Richtungen auf die kristallographischen Netzebenen der Probe. Ein Teil dieser Elektronen erfüllt dann stets die Braggsche Gleichung, und diese Elektronen werden gebeugt. Die freie Weglänge der Elektronen ist aufgrund der starken Wechselwirkung mit dem Probenmaterial sehr gering. Die Anzahl der Elektronen, welche die Probe nach der Beugung wieder verlassen, kann durch das Verkippen der Probe um 70° gegen den Primärstrahl deutlich erhöht werden. Jede Netzebenenschar wird von beiden Seiten unter allen möglichen Winkeln bestrahlt. Dies erzeugt zwei so genannte Kosselkegel mit einem Öffnungswinkel von $180^\circ - 2\theta$. Das Beugungsbild wird mittels eines Phosphorschirms aufgenommen. Da θ relativ klein ist, erscheint der Schnitt durch die beiden Kegel auf dem Schirm als gerades Band (Abb. 4.12). Das Muster (Pattern) der erzeugten Bänder enthält die

entsprechende Orientierungsinformation. Die auf dem Phosphorschirm sichtbar gemachten Pattern werden verstärkt und an einen PC zur weiteren Auswertung übermittelt.

Bei Kenntnis von 3 Bändern kann eine Orientierung eindeutig indiziert werden. Problematisch hingegen wird es bei einem mehrphasigen Gefüge. Aufgrund der beim Ferrit und Austenit vorhandenen kubischen Struktur erzeugen die Pattern der beiden Phasen mehrere Winkelbeziehungen zwischen Bändern und Zonenachsen, welche bei beiden gleich sind. Unter Einbeziehung der Bandbreite (Abb. 4.13), einer Erhöhung der zu analysierenden Bänderzahl auf 6-8 und die Reduzierung der in Betracht kommenden Reflektoren auf 42 kann jedoch eindeutig zwischen beiden Phasen unterschieden werden.

Die räumliche und Winkelauflösung sind abhängig von Beschleunigungsspannung, Probenstrom, Kippwinkel und Arbeitsabstand. Die Standardeinstellungen für das in dieser Arbeit benutzte System waren: Beschleunigungsspannung $U = 20\text{kV}$, Probenstrom ca. $I_p = 5 \cdot 10^{-9}\text{ A}$, Kippwinkel 70° , Arbeitsabstand 15mm .

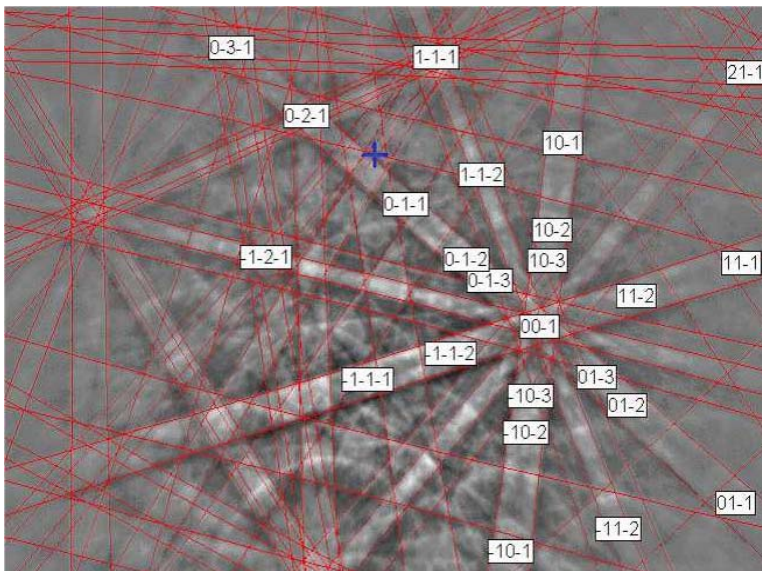


Abb. 4.13: Beispielpattern einer EBSD-Aufnahme mit Indizierung der Netzebenen [HKL 2006].

Weitere Messparameter und Einstellungen der EBSD-Messungen werden im Kapitel 5.3.2 noch ausführlicher besprochen, da die Messung der Phasenumwandlung bei hohen Temperaturen einige spezifische Abweichungen von der Standardeinstellung aufweist.

Laserbeheizte Probenbühne

Die Eigenentwicklung einer neuen Heizbühne war unerlässlich, da die am IMM vorhandene Heizmöglichkeit in einem REM weder die erforderlichen Temperaturen (900-1000°C) erreichen konnte, noch die Möglichkeit zur EBSD-Messung besaß. Zudem basieren alle Heizbühnen kommerzieller Anbieter auf Widerstandsheizungen. Diese Methode induziert aber geringe magnetische Felder, welche mit dem Elektronenstrahl interferieren und so zu Driftproblemen führen. Daher wurde ein völlig neuartiges Konzept entwickelt, um flexibel und unbeeinflusst EBSD-Messungen bei hohen Temperaturen vorzunehmen.

Das Hauptziel bei der Entwicklung einer neuen Heizbühne war ihre Kompatibilität zu jedem kommerziellen REM in Kombination mit allen anhängigen Analysemethoden. Die Konstruktion musste daher alle Bewegungsmöglichkeiten der Probenbühne wie Translation, Rotation und Verkippung weiterhin ermöglichen. Zudem sollte eine Beeinflussung des elektronischen Systems des REMs vermieden werden.

Zum Erhitzen der Probe wird die Energie eines Infrarotlasers benutzt. Dazu wurde ein kommerzieller Dioden Infrarotlaser (DiodeStar 810-100) der Firma ELS GmbH erworben. Es handelt sich um einen Laser mit 810nm Wellenlänge und einer maximalen Leistung von 100W mit einer Stabilität von $\pm 2\%$. Der Laserstrahl wird mittels einer optischen Faser von unten auf den Probenhalter geleitet, welcher die ankommende Strahlung vollständig absorbiert und sich dadurch aufheizt. Die Probe ist auf dem Probenhalter mechanisch fixiert und wird über Wärmeleitung geheizt (Abb. 4.14).

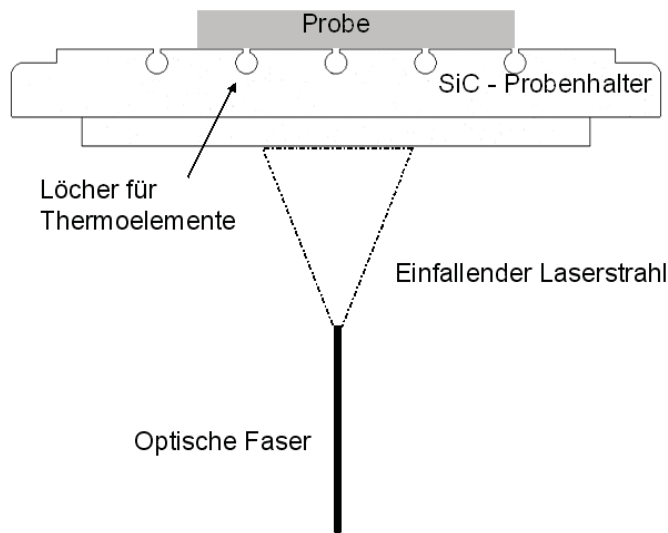


Abb. 4.14: Prinzipskizze des laserbeheizten Probenhalters.

Als Probenhaltermaterial wird vorzugsweise SiC eingesetzt. Diese Keramik erfüllt folgende Anforderungen am besten: hoher Absorptionskoeffizient für die Wellenlänge des Lasers, hohe Thermoschockbeständigkeit, geringe thermische Ausdehnung, hohe mechanische Festigkeit und gute Wärmeleitfähigkeit. Ein ausführlicher Überblick ist bei Kirch et al. gegeben [Kirch 2008].

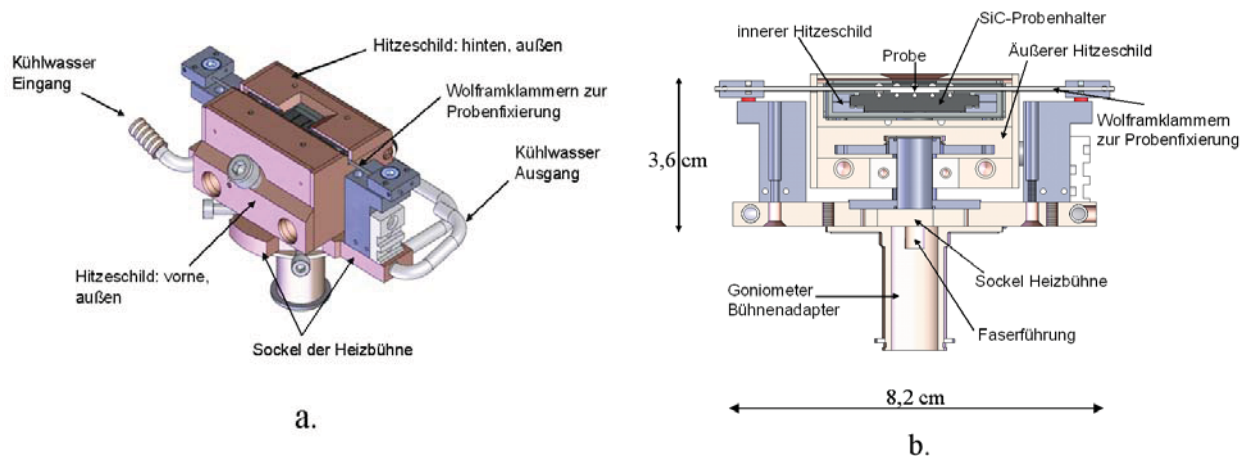
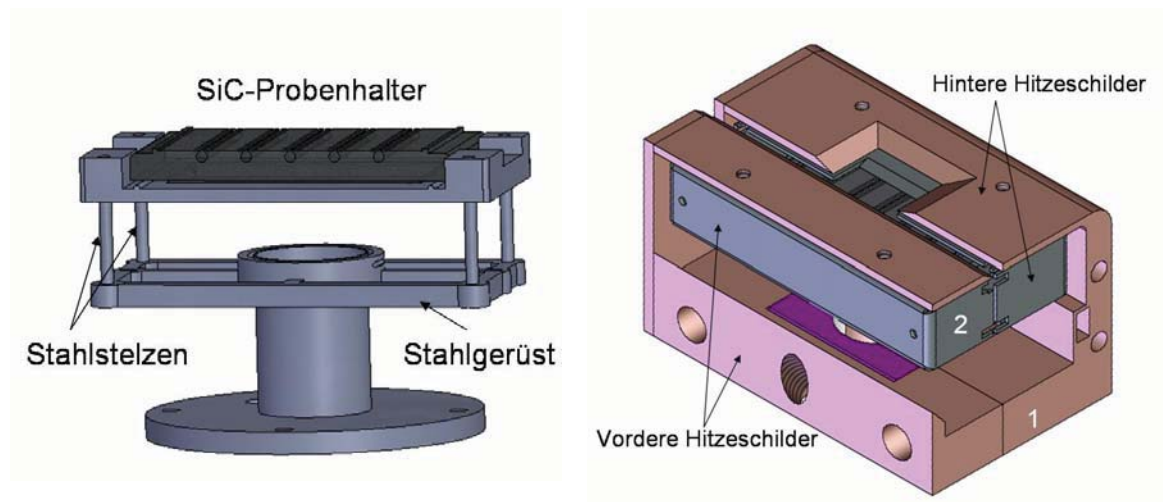


Abb. 4.15: a. Vorderansicht der Heizbühne mit ihren äußeren Komponenten, b. Querschnitt der Bühne mit Benennung der inneren Komponenten.

Die Konstruktion der Heizbühne besteht aus drei Hauptkomponenten (Abb. 4.15a,b). Der Hauptkörper besteht aus dem SiC Probenhalter, welcher auch als Heizplatte dient. Die Probe ist auf der SiC-Platte mittels Wolframklammern fixiert. Um eine reproduzierbare Wärmeleitung zwischen der Probe und dem SiC zu gewährleisten,

wird die Probe mit einem definierten Druck angepresst. Der Probenhalter ist in einem kleinen Stahlgerüst eingebettet, um eine stabile und unveränderliche Positionierung zu ermöglichen (Abb. 4.16a). Die Dimension wird so gewählt, dass bei entsprechender mechanischer Stabilität die Wärmeabfuhr so gering wie möglich ist.

Die zweite Komponente ist der innere Hitze-Reflektorschild aus Tantal. Die dünne Tantalschicht umgibt den Grossteil des SiC Probenhalters, um die thermische Strahlung zu reflektieren. Dadurch wird verhindert, dass zu viel thermische Strahlung in das REM-Vakuum System gelangt und dabei andere Komponenten beeinflusst oder beschädigt werden. Tantal wird hier speziell aufgrund seiner hohen thermischen Stabilität und seines hohen Schmelzpunktes gewählt. Der Tantal Reflektorschild wird passiv gekühlt und ist mit dem äußeren Hitzeschild verbunden (Abb. 4.15b).



a.

b.

Abb. 4.16: a. Konstruktionsskizze des SiC-Probenhalters mit Stahlgerüst, b. Skizze des Hitzeschildes mit äußerem Kupferschild (1) und innerem Tantalschild (2).

Der aus Kupfer bestehende äußere Hitzeschild ist die dritte Komponente (Abb. 4.16b). Er ist aus einem vorderen und einem hinteren Teil zusammengesetzt und kann zum Einsetzen der Probe auf das SiC auseinander geschoben werden. Der hintere Teil des Hitzeschildes wird aktiv mit Leitungswasser gekühlt. Der vordere Teil wird über mechanischen Kontakt mit dem hinteren Teil passiv gekühlt. Auch der innere Tantal Reflektorschild besteht aus zwei zusammenfügbaren Teilen.

Die komplette Konstruktion ist auf eine aus Kupfer gefertigte Basisplatte montiert. Die Basis besteht unter anderem aus einem Adapter für eine Goniometerbühne. Dieser Adapter ist speziell für das REM Jeol JSM-6100 entwickelt worden, kann aber problemlos an alle gängigen REM-Systeme angepasst werden. Um die Goniometerbühne vor der Hitzeeinwirkung zu bewahren, wurde diese auch in den Wasserkreislauf der Kühlung eingebunden. Da die Heizbühne fest mit der Goniometerbühne des REMs verbunden ist, bleibt die volle Beweglichkeit vorhanden. Die Probe kann somit translatiert, rotiert und verkippt (70°) werden. Durch die Höhe der Konstruktion ist einzig der Arbeitsabstand im Bereich von $\pm 15\text{mm}$ limitiert.

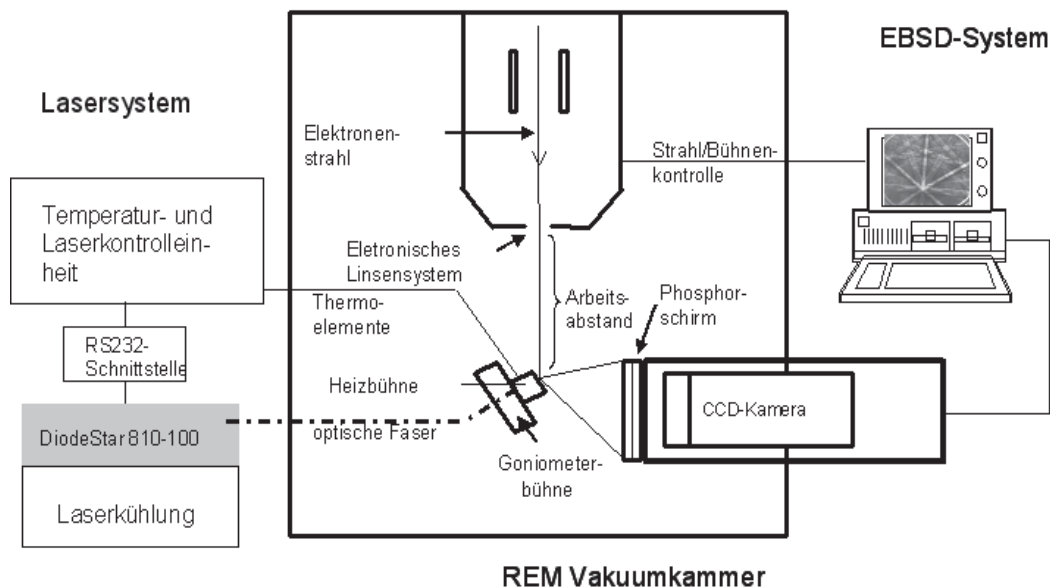


Abb. 4.17: Übersicht Lasersystem, REM und EBSD-System.

Die Temperaturmessung der verschiedenen Einbauten wird mittels Thermoelementen vorgenommen. Der Hitzeschild fängt die meiste thermische Strahlung ab, so dass nur der Anteil der freiliegenden und sichtbaren Probenoberfläche in die Vakuumkammer gelangt. Daher sind besonders der SE-Detektor und der EBSD-Detektor gefährdet. Diese werden daher zur Temperaturkontrolle mit Thermoelementen versehen. Zusätzlich wird auch die Heizbühne überwacht. Hier sind drei Thermoelemente montiert, in der Basis, im vorderen Teil des äußeren Hitzeschildes und in der SiC-Platte. Das letztere kann als Regelthermoelement genutzt werden, um die entsprechende

Laserleistung für eine vorgegebene Temperatur einzustellen. Für die meisten Glühungen bei hohen Temperaturen ($>900^{\circ}\text{C}$) hat sich ein direktes Heizen der Probe ohne SiC-Platte als günstiger erwiesen (Kapitel 5). In diesem Fall wird ein Thermoelement in die Probe eingebracht und darüber auch die Temperatur geregelt. Falls das Einbringen eines Thermoelements nicht möglich ist, muss im Vorfeld eine Temperaturkalibrierung durchgeführt werden. Die Temperaturführung erfolgt durch einen externen Computer über eine RS232 Schnittstelle mit der Lasereinheit. Ein Programm basierend auf Labview 8.0 ermöglicht den Temperaturverlauf zu regulieren und in Schritten von 1°C zu verändern mit mit Schwankungen im Bereich von $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$. Eine Übersicht über das Gesamtsystem ist in Abbildung 4.17 gegeben.

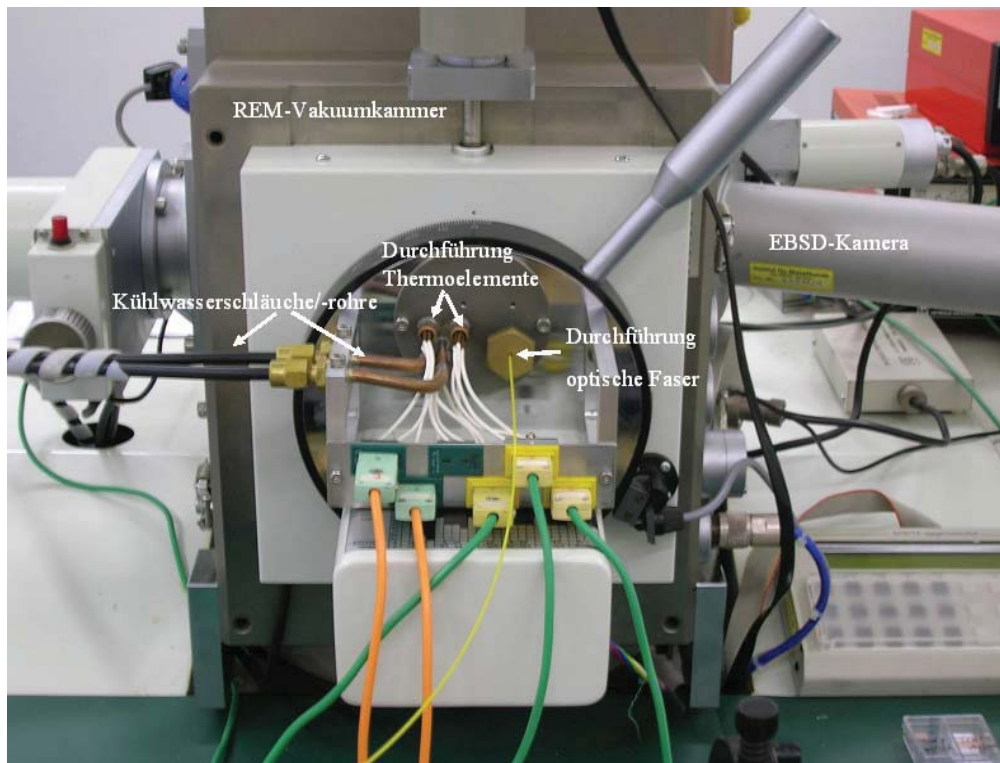


Abb. 4.18: Durchführungen in die Vakuumkammer des REMs Jeol JSM-6100.

Die Heizbühne und alle mit ihr verbundenen Komponenten befinden sich im Hochvakuumsystem des REMs. Daher ist eine spezielle Durchführung notwendig, um diese Komponenten (Thermoelemente, Kühlschläuche, optische Faser) mit den Gerätschaften außerhalb der Vakuumkammer zu verbinden. Am IMM wurde eine entsprechende Vorrichtung konstruiert und an der Tür der Vakuumkammer installiert

(Abb. 4.18). Auch mit der neuen Durchführung lässt sich ein Vakuum realisieren (5×10^{-7} mbar), welches ausreicht, um eine LaB_6 Kathode zu betreiben.

Die optische Faser des Infrarotlasers ist nicht für das Hochvakuum des REMs geeignet, da die vorhandene Beschichtung ausgasen würde. Die optische Faser des Lasers wurde daher mit einer teflonbeschichteten vakuumstabilen optischen Faser verbunden. Dies geschah mittels eines optischen Systems aus 4 Linsen welches eine optimale Kopplung ermöglichte. Die beiden Fasern wurden mittels Standard SMA-Steckverbindungen in das optische System eingefügt.

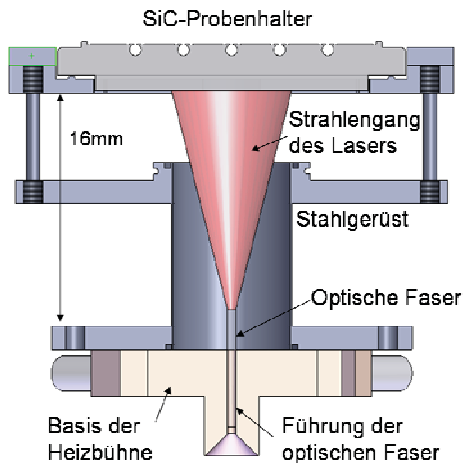


Abb. 4.19: Führung und Position der optischen Faser.

Die optische Faser wird unterhalb der Heizbühne in eine spezielle Führung eingebracht um den Abstand und die Position einzurichten. Ein homogenes Heizen der Probe ist bei einem Faser-Probenhalter Abstand von 16 mm und einer Dicke des Probenhalters von 8 mm gewährleistet (Abb. 4.19). Beim Direktheizen der Probe ist eine homogene Temperaturverteilung nicht ohne weiteres zu realisieren.

5 Ergebnisse

5.1 Einleitung

Zu Beginn der Ergebnisbetrachtung erfolgt eine Materialcharakterisierung der Probenzustände der unterschiedlichen Walzgrade. Darauf werden die Ergebnisse der in-situ Hochtemperatur EBSD-Messungen mittels eines hochauflösendem Elektronenmikroskops vorgestellt. In Fokus der Untersuchungen standen die Variantenselektion und die sie beeinflussenden Parameter. Ausgehend davon, dass der anzunehmende Mechanismus, welcher der Variantenselektion zugrunde liegt, für alle Probenzustände gleichermaßen gilt, wurde die Betrachtung meist auf einen Walzgrad begrenzt. Zudem wurde die generelle Entwicklung der Makrotextur und teilweise auch der Mikrostruktur für ein sehr ähnliches Probenmaterial mit der gleichen Probengeschichte für verschiedene Walzgrade und Probenzustände schon von Brückner et al. im Detail beschrieben [Brückner 2000]. Die vorliegenden Messungen wurden daher bevorzugt an 50% gewalztem und rekristallisiertem Material vorgenommen. Eine Festlegung auf einen Walzgrad musste außerdem erfolgen, da einige der Untersuchungen ein extrem hohes Messaufkommen beinhalteten. Die 50% gewalzten und rekristallisierten Proben erwiesen sich zudem als günstig, da das Einbringen eines Thermoelements gerade noch möglich war und somit die exakte Regelung der Temperatur während der in-situ Messungen.

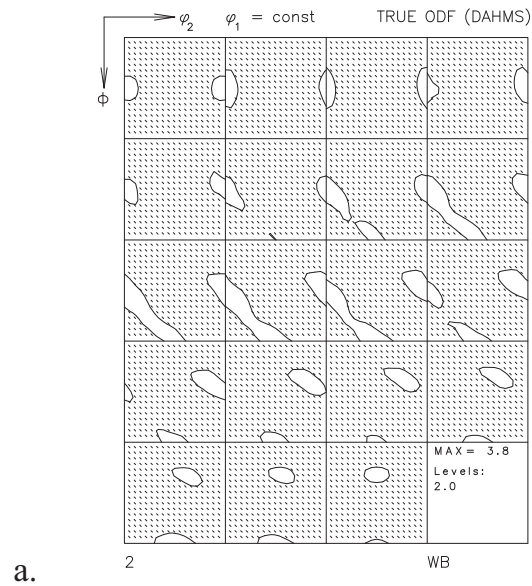
5.2 Charakterisierung Probenmaterial

5.2.1 Textur

Die Texturmessung des Warmbandes und der Proben unterschiedlicher Walzgrade fand ausschließlich in der Blechmittenschicht statt, ebenso die der nachfolgend geglühten Proben. Die Texturen in verschiedenen Schichthöhen eines ferritischen Stahls ähnlicher Zusammensetzung wurden schon von Brückner et al. umfassend beschrieben

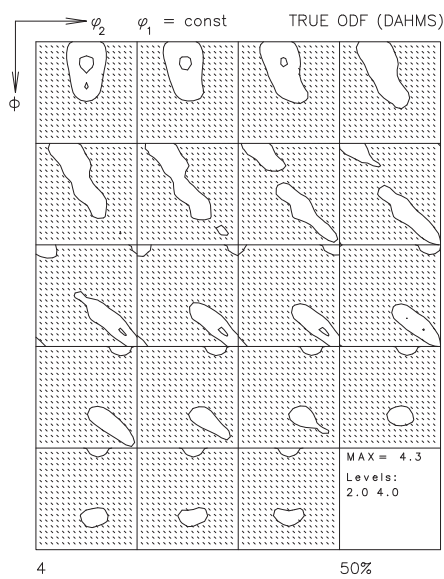
[Brückner 2000]. Die Darstellung der Makrotexturen erfolgt in φ_1 -Schnitten des reduzierten Eulerraumes.

Warmbandmaterial $f_{MAX} = 3,8$



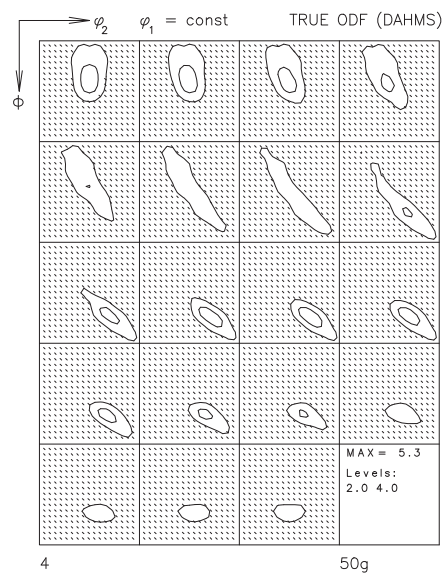
Gewalzte Proben

50% $f_{MAX} = 4,3$



Gewalzte und geglättete Proben

50% $f_{MAX} = 5,3$



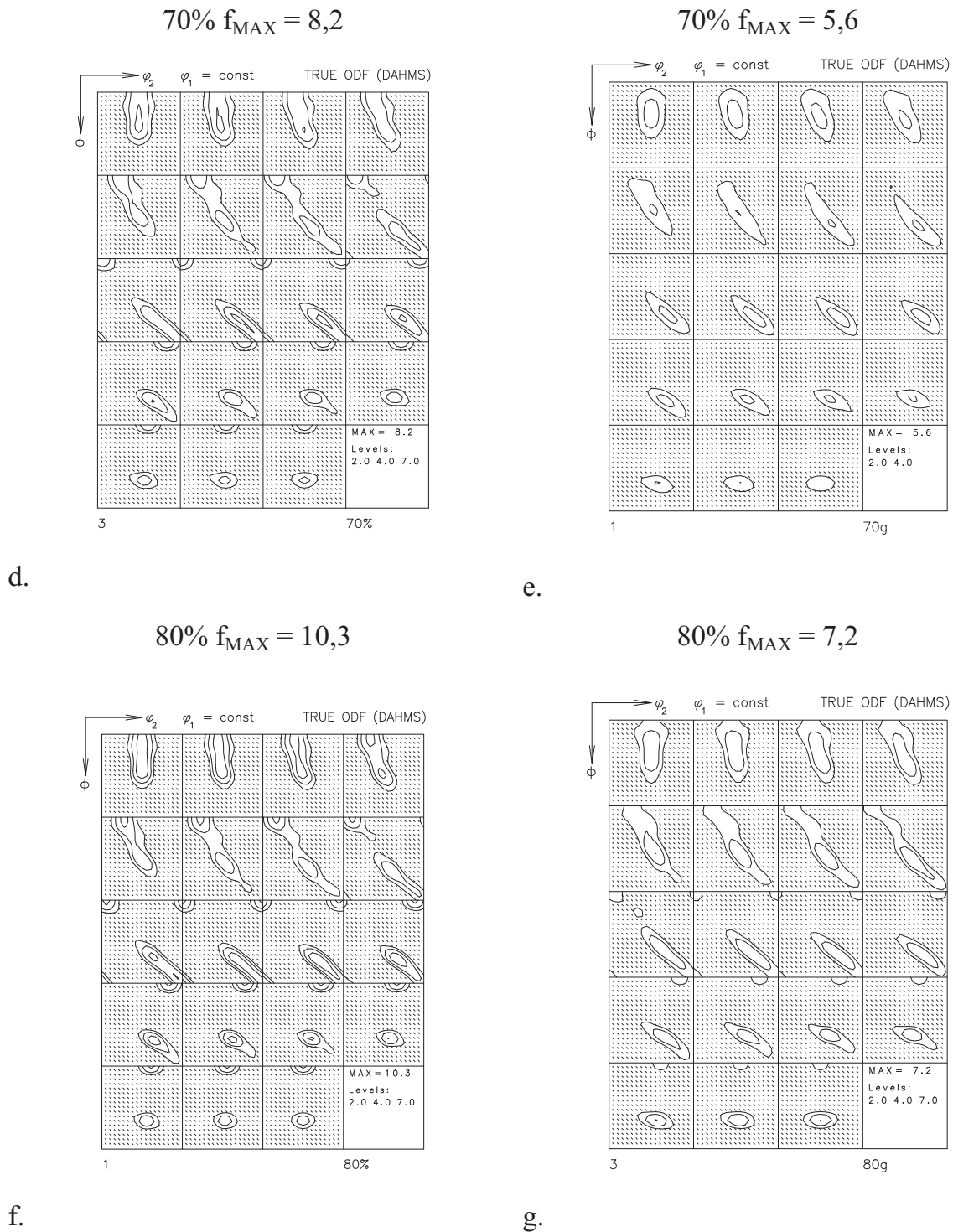
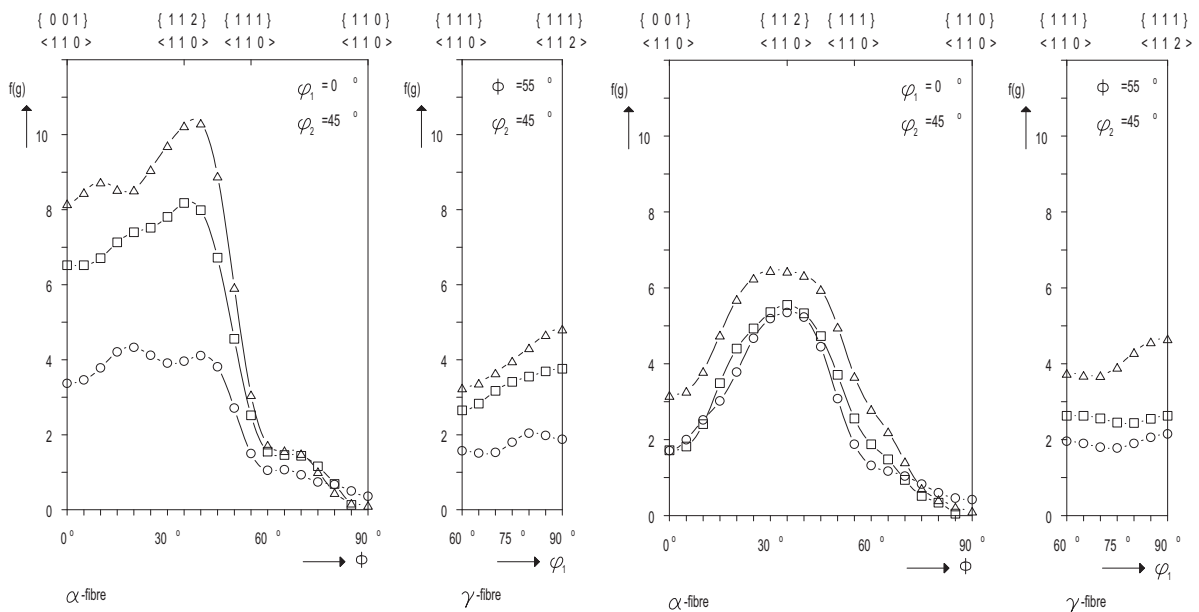


Abb. 5.1a-g: Darstellung der Makrotexturen des Warmbandes und der verschiedenen Walzgrade (ungeglüht/geglüht).

Das Warmband besaß eine wenig ausgeprägte Textur. Eine schwache Belegung der α_{kfz} -Faser und der β_{kfz} -Skelettlinie sind zu erkennen (Abb. 5.1a). Die gewalzten und geblühten Proben zeigen die für Kohlenstoffstähle typischen Belegungen auf der α_{ktz} -

Faser und γ_{krz} -Faser (Abb. 5.1b-g). Mit zunehmendem Walzgrad nimmt die Texturschärfe der gewalzten Proben zu. Die nachfolgende Rekristallisationsglühung führte zu einer Abnahme der Texturschärfe. Lediglich die 50% gewalzten Proben zeigen nach der Glühung eine leichte Zunahme der Texturschärfe. Zur genaueren Charakterisierung der wichtigsten Texturkomponenten wird die Faserdarstellung verwendet.

Die stärkste Texturkomponente der gewalzten Proben ist die inverse Messinglage (inv. Ms) $\{112\}\langle 110\rangle$ bei $\Phi=35^\circ$ auf der α_{krz} -Faser (Abb. 5.2a). Auch die Texturkomponenten von der inv. Ms-Lage hin zur 45° um die Blechnormale gedrehte Würfellage (W45) ist stark ausgeprägt. Die beim Walzvorgang ebenfalls entstandenen Texturkomponenten auf der γ_{krz} -Faser sind schwächer ausgebildet, wobei eine leichte Zunahme der Intensitäten von der Übergangslage $\{111\}\langle 110\rangle$ hin zur Y-Lage $\{111\}\langle 112\rangle$ zu beobachten ist.



a.

b.

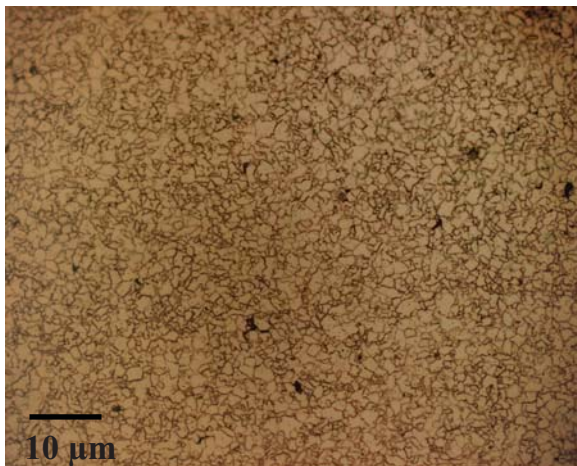
Abb. 5.2: a. α_{krz} -Faser und γ_{krz} -Faser der gewalzten Proben, Walzgrade: \circ 50%, \square 70%, Δ 80%, b. α_{krz} -Faser und γ_{krz} -Faser der geblühten Proben, Walzgrade: \circ 50%, \square 70%, Δ 80%.

Die geblühten Proben zeigen eine Abnahme der Texturschärfe speziell auf der α_{krz} -Faser (Abb. 5.2b). Insbesondere die W45-Lage ist von der Schwächung betroffen. Das

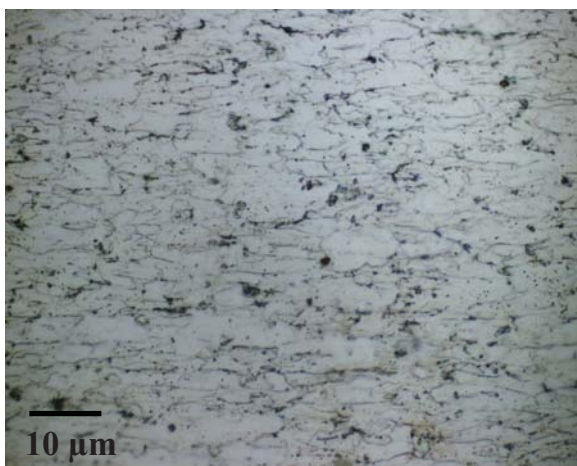
Maximum der Intensitäten liegt aber weiterhin auf der α_{krz} -Faser im Bereich der inv. Ms-Lage. Die für die Rekristallisation typische Entwicklung der γ_{krz} -Faser Orientierungen fand nicht besonders ausgeprägt statt. Die vorhandenen Glühtexturen deuten auf eine ausgeprägte Erholung der Mikrostruktur hin.

5.2.2 Mikrostruktur

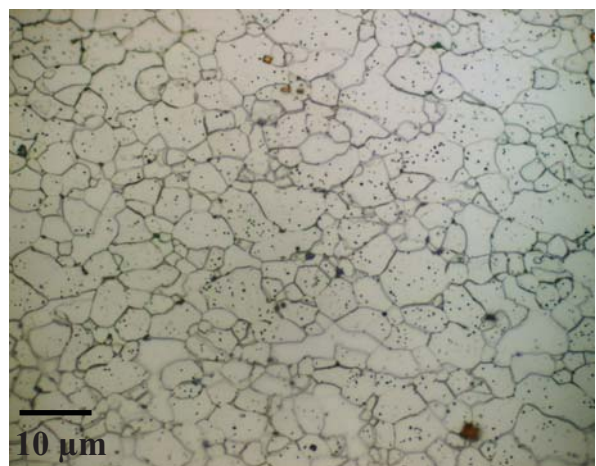
Die Untersuchung der Mikrostruktur erfolgte für das gewalzte und geglühte Probenmaterial. Es werden die lichtmikroskopischen Aufnahmen gezeigt. Die Mikrostrukturdaten, welche mittels EBSD-Messungen ermittelt wurden, werden in Kapitel 5.3.3 näher behandelt.



a.



b.



c.

Abb. 5.3: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Mikrostruktur der verschiedenen Probenzustände bei x1000 Vergrößerung, a. Warmband, b. 80% gewalzte Probe, c. 80% gewalzte und geglühte Probe.

Das Warmbandmaterial besitzt ein sehr feinkörniges und rekristallisiertes Gefüge ohne ersichtliche Verformungsstrukturen wie Längsstreckung der Körner oder Scherbandbildung (Abb. 5.3a). Die mittlere Korngröße liegt im Bereich von 2 μ m.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der gewalzten Probe zeigen die typische Längsstreckung der Körner in Walzrichtung (Abb. 5.3b). Exemplarisch wird hier die 80% gewalzte Probe gezeigt. Die Proben nach der Glühung besaßen meist eine globulitische bis leicht längliche Kornform (Abb. 5.3c). Die Korngrößen der geglühten Probenzustände werden in Tabelle 5.1 näher beschrieben.

WB	50%	70%	80%
2,1	6,5	5,4	4,8

Tab. 5.1: Mittlere Korngrößen der geglühten Ausgangszustände in μ m.

Die hier ermittelten Korngrößen der ferritischen Stahlproben stellten sich während einer Rekristallisationsglühung bei 700C° nach ca. 2 Stunden ein. Längere Glühzeiten und/oder höhere Temperaturen führten zur Kornvergrößerung und ließen die mittlere Korngröße um ca. 2-6 μ m anwachsen.

5.2.3 Umwandlungstemperatur

Die Umwandlungstemperaturen für das gleichgewichtsnahe (ca. 1C°/s) Aufheizen und Abkühlen der Proben wurden im REM mittels des laserbeheizten Probenhalters in Erfahrung gebracht. Bei konstanter Temperatur wurde durch eine EBSD-Messung der Anteil beider Phasen bestimmt und graphisch aufgetragen. Dabei zeigte sich, dass die Umwandlungstemperaturen in einem ähnlichen Bereich liegen, wie sie auch für ein gleichartiges Material von Brückner et al. gemessen wurden [Brückner 2000].

Die hier dargestellten Kurven (Abb. 5.4) geben einen konkreten Hinweis auf den zu erwartenden Umwandlungsbereich. Es zeigte sich, dass die Proben mit höherem Walzgrad ein etwas geringeres Temperaturintervall für die Umwandlung besaßen. Die Phasenumwandlung vom Ferrit in den Austenit war nach einer Temperaturerhöhung

im entsprechenden Temperaturbereich nach ca. 11-13°C abgeschlossen. Die Rückumwandlung in den Ferrit war nach 7-11°C beendet.

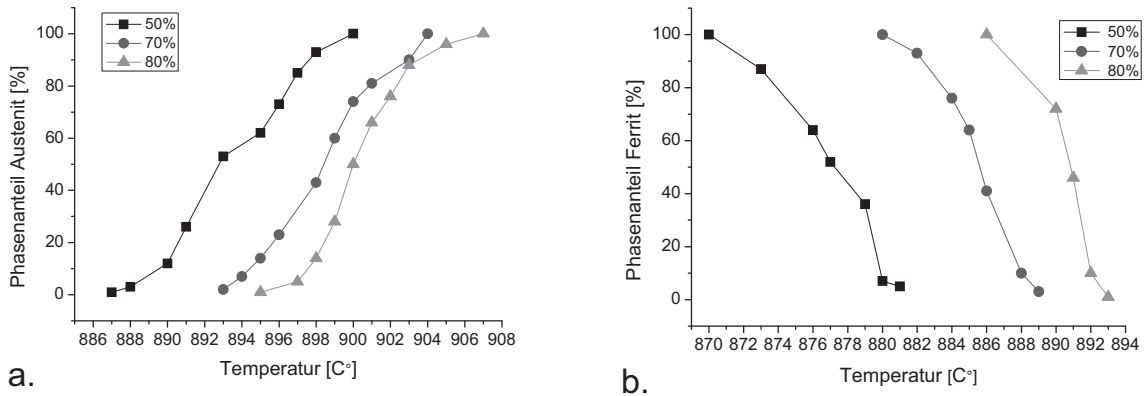


Abb. 5.4: a. Phasenanteil des Austenits der unterschiedlich gewalzten und nachfolgend geglühten ferritischen Proben mit zunehmender Umwandlungstemperatur, b. Phasenanteil des Ferrits bei abnehmender Umwandlungstemperatur.

Die hier gemessenen Temperaturen und Phasenanteile unterlagen gewissen Schwankungen. Die benutzten Thermoelemente zur Temperaturerfassung besitzen eine Genauigkeit von $T(C^\circ) \times 0.004$. Im Bereich von $900C^\circ$ betrug die Genauigkeit der Temperaturmessung ca. $\pm 3.6C^\circ$. Während der EBSD-Messung bei konstanter Temperatur traten Schwankungen der Phasenanteile aufgrund von Kornwachstum und chemischen Inhomogenitäten im Gefüge auf. Gleichwohl geben die dargestellten Ergebnisse einen guten Anhaltspunkt, in welchem Temperaturbereich die Phasenumwandlung zu erwarten ist und mit welcher Empfindlichkeit die Umwandlung auf Temperaturänderungen reagiert.

5.3 In-situ Messergebnisse der α - γ - α Phasenumwandlung

5.3.1 Ansatz

Die Kristallographie der α - γ - α Umwandlung in Stahl kann über Orientierungsbeziehungen relativ gut beschrieben werden. Die Umwandlungstextur, welche viele anisotrope Eigenschaften des Stahls beeinflusst, kann aber aufgrund der auftretenden Variantenselektion nicht exakt vorhergesagt werden. Die hier

vorgestellten Ergebnisse der Hochtemperatur in-situ EBSD Messungen sollen konkrete Hinweise auf die Mechanismen liefern, die zur Variantenselektion führen. Es wurden dazu speziell alle wichtigen gefügerelevanten Parameter und Eigenschaften untersucht. Gerade die Einzelorientierungsmessung des teilumgewandelten Gefüges soll eine exakte Zuordnung von Mutter- und Tochterorientierungen und somit eine orientierungsaufgelöste genaue Analyse der Variantenselektion ermöglichen.

5.3.2 Messparameter und Einstellungen

Die grundsätzlichen Einstellungen zur EBSD-Messung wurden schon in Kapitel 4.3.4 erläutert. Es hat sich erwiesen, dass die Standardeinstellungen des REM-Systems (Tab. 5.2) auch für die Hochtemperaturmessungen von Vorteil sind. Lediglich der Probenstrom wurde gelegentlich erhöht, um eine bessere Elektronenausbeute zu erhalten.

Schrittweite	Beschleunigungsspannung	Probenstrom
0,07-1µm	20kV	1-5·10 ⁻⁹ A
Kippwinkel	Arbeitsabstand	Vergrößerung
70°	15mm	x500

Tab. 5.2: Einstellungen am REM zur EBSD-Messung.

Einige Einstellungen des Flamenco-Programms der HKL-Software mussten speziell auf das zweiphasige Gefüge abgestimmt werden (Tab. 5.3). Insbesondere die Einbeziehung der Bandbreite, eine Erhöhung der zu analysierenden Bänderzahl auf 6-8 und die Reduzierung der in Betracht kommenden Reflektoren auf 42 musste erfolgen, um eindeutig zwischen beiden Phasen unterscheiden zu können.

Bandmessung	Bandanzahl	Reflektoren	Binning	Hough-Raum
Bandbreite	6-8	42	4x4 (336x256)	60

Tab. 5.3: Messeinstellungen des Flamencoprogramms der HKL-Software.

Zudem hat sich gezeigt, dass die Indizierung der Orientierungen sich mit zunehmender Temperaturänderung verschlechtert. Aus diesem Grund musste nach jeder Temperaturänderung ($> 5\text{C}^\circ$) eine erneute Untergrundkorrektur erfolgen.

Während der Hochtemperaturmessungen am REM haben sich grundsätzlich zwei Ansätze zur Probenglühung als günstig erwiesen. Einerseits wurde die Probe über das Bestrahlen einer SiC oder ATI-Keramik (Al_2TiO_5) mittels Laserstrahlung erhitzt, andererseits bestand auch die Möglichkeit, die Stahlprobe direkt zu glühen. Bei beiden Ansätzen zeigten sich entsprechende Vor- und Nachteile, die im Folgenden dargestellt werden.

Die Vorteile bei der Benutzung einer Heizplatte lagen in der homogenen Temperaturverteilung und der grundsätzlichen Verwendbarkeit für alle Materialien. Als nachteilig musste die generell langsame Ansprache der Probe auf Temperaturänderungen gewertet werden. Auch blieb die eingestellte Probentemperatur (Regelthermoelement in der Heizplatte) zu Beginn eines Heizzyklus nicht immer konstant, da der Kontakt zwischen Probe und Heizplatte sich mit der Glühzeit verbesserte und so zu einem Temperaturanstieg in der Probe führte. Zudem kam es häufiger zu Problemen mit einem nicht zu reproduzierendem Temperaturversatz zwischen Probe und Heizplatte ($\Delta T \sim 25\text{-}80\text{C}^\circ$). Hier spielten die Qualität der Probenunterseite und der Anpressdruck der Probe auf die Heizplatte eine große Rolle.

Das direkte Heizen der Stahlproben mit dem Laserstrahl war möglich, da der Stahl die Wellenlänge der benutzten Laserstrahlung (810nm) gut absorbiert. Die Stahlproben ließen sich durch das direkte Aufheizen bei Bedarf sehr schnell ($200\text{C}^\circ/\text{s}$) auf die gewünschte Temperatur bringen, wobei die Temperaturkonstanz gewährleistet war. Die Reproduzierbarkeit der Probentemperaturen im Bezug zum Phasenanteil im zweiphasigen Bereich war sehr gut. Durch das direkte Glühen der Proben konnte bei geringerer Laserleistung eine höhere Temperatur realisiert werden (Abb. 5.5). Das voreingestellte Maximum der Laserleistung betrug dabei 100W, was ungefähr einer Stromstärke von 30A entsprach. Als nachteilig hat sich die inhomogene

Temperaturverteilung ($\Delta T \sim 15\text{C}^\circ$ bei 900 C°) im Probenmaterial erwiesen. Trotz Optimierung des Faser-Probenabstandes zur kompletten Ausleuchtung der Probenunterseite konnte keine Temperaturhomogenität erreicht werden. Ein Lösungsansatz für diese Problematik wäre das Einbringen einer zusätzlichen Optik zwischen Faserende und Probe, um die Strahlhomogenität zu verbessern. Ein weiterer Nachteil bestand darin, dass nur wenige Materialien im Bereich von 810nm Wellenlänge eine gute Absorption aufweisen. Hier wäre für viele Anwendungen eine Beschichtung der Probenunterseite mit einem geeigneten Absorber von Vorteil. Generell hat sich für die meisten EBSD-Messungen das direkte Heizen der Proben als zweckmäßig erwiesen.

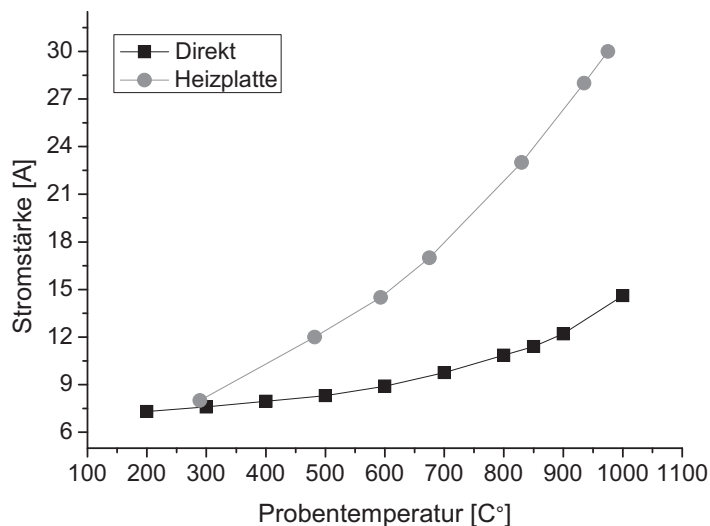


Abb. 5.5: Vergleich der beiden Glühmethoden hinsichtlich Laserauslastung und zu erreichender Probentemperatur.

5.3.3 Allgemeine Betrachtung der Mikrostrukturentwicklung

Die allgemeine Betrachtung der Mikrostrukturentwicklung diente dazu herauszufinden, welche Gefügeparameter für die Variantenselektion und die Texturentwicklung während der α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl von Bedeutung

sein könnten. Auf die entsprechenden Gefügeparameter wird dann in den nächsten Kapiteln genauer eingegangen.

α - γ Phasenumwandlung

In Abbildung 5.6 werden die Hochtemperatur in-situ EBSD-Messergebnisse, welche die Gefügeentwicklung einer 50%-Probe während der α - γ Phasenumwandlung zeigt, dargestellt. Die Darstellung erfolgt in der üblichen Weise in Form von so genannten EBSD-Maps. Die Maps zeigen alle Phasen der Gefügeentwicklung während der α - γ Phasenumwandlung und wurden jeweils an der gleichen Probenstelle aufgenommen.

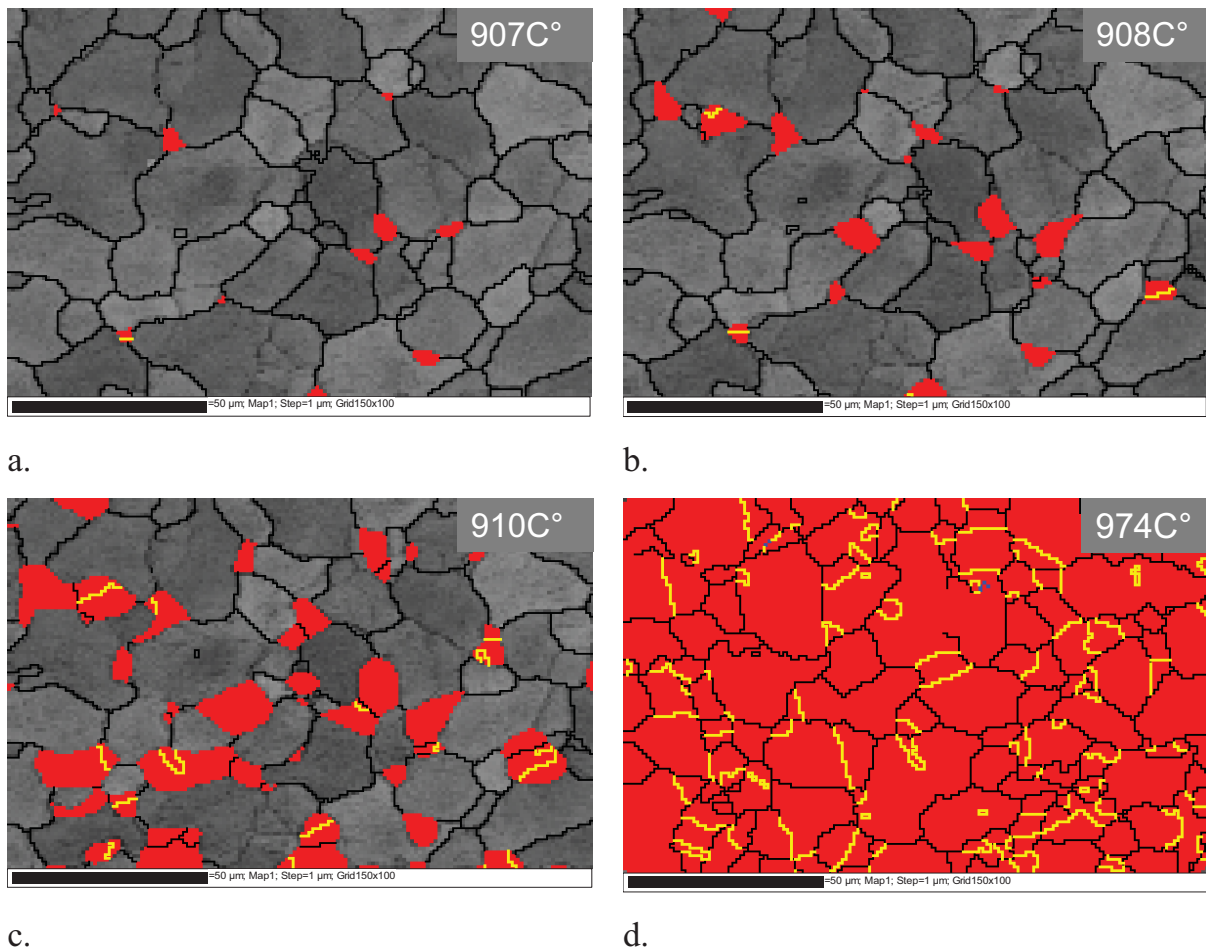


Abb. 5.6: Hochtemperatur-EBSD Maps der α - γ Phasenumwandlung bei unterschiedlichen Phasenanteilen a. 4% Austenit, b. 16% Austenit, c. 26% Austenit, d. 100% Austenit, (Ferrit: grau, Austenit: rot, Großwinkelkorngrenzen: schwarze Linien, $60^\circ\langle 111 \rangle$ Zwillingsgrenzen: gelbe Linien).

Die Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit der Probe zum Erreichen einer bestimmten Messtemperatur wurde relativ gleichgewichtsnah gehalten ($1\text{C}^\circ/\text{s}$). Die EBSD-Maps zeigen die Hinumwandlung zum Austenit bei verschiedenen Phasenanteilen und jeweils konstanter Messtemperatur.

Die Keimbildung des Austenits fand bevorzugt an Tripelpunkten und untergeordnet an Korngrenzen statt. Die statistische Auswertung von mehr als 400 teilumgewandelter Gefüge ergab das in Abbildung 5.7 ermittelte Verhältnis der Keimbildungsorte. Die Auswertung zeigte, dass mehr als 90% der Austenitkörner an Tripelpunkten entstanden. Dieser Wert lag mit Sicherheit noch höher, da aufgrund der nur zweidimensionalen Betrachtung des Gefüges viele scheinbar an Korngrenzen entstandenen Austenitkörner einen zusätzlichen Ferritnachbarn unterhalb der Probenoberfläche hatten und somit eine Keimbildung an einem Tripelpunkt vorlag.

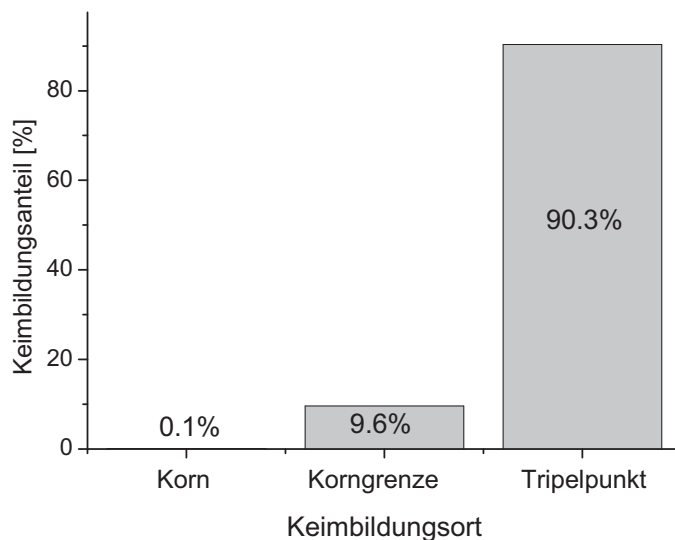


Abb. 5.7: Statistik des Keimbildungsortes für die α - γ Phasenumwandlung, 17.400 Austenitkörner wurden betrachtet.

Das Wachstum der Austenitkörner erfolgte entweder gleichmäßig in das Gefüge oder auch bevorzugt in ein ferritisches Nachbarkorn. Ein Vergleich der Korngrößen des Ferrits, des Austenits und des rückumgewandelten Ferrits zeigt für die

Hinsumwandlung eine leichte Kornfeinung des Austenits ($7,7\mu\text{m} \rightarrow 6,1\mu\text{m}$). Die Kornform des Austenits war globulitisch bis leicht länglich. Auffällig war zudem die Entwicklung der typischen $60^\circ \langle 111 \rangle$ Wachstumswillinge im Austenit. Die Auswirkung der Zwillingsbildung auf die Textur wird in Kapitel 5.3.7 besprochen.

γ - α Phasenumwandlung

Die EBSD-Messungen der Rückumwandlung in den Ferrit wurden an der gleichen Probenstelle wie in Abbildung 5.6 beschrieben durchgeführt. Auch während der γ - α Phasenumwandlung erschien die Keimbildung an Tripelpunkten favorisiert (Abb. 5.8).

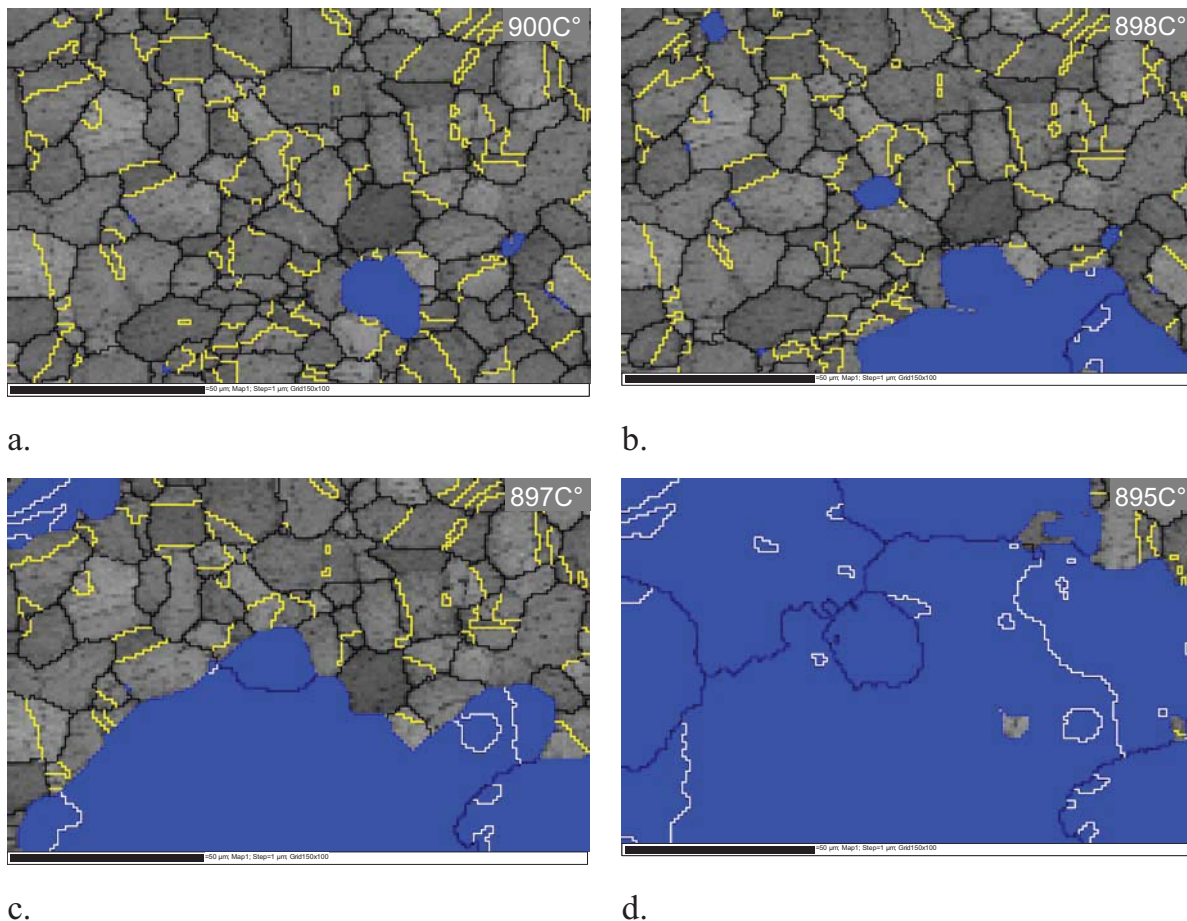
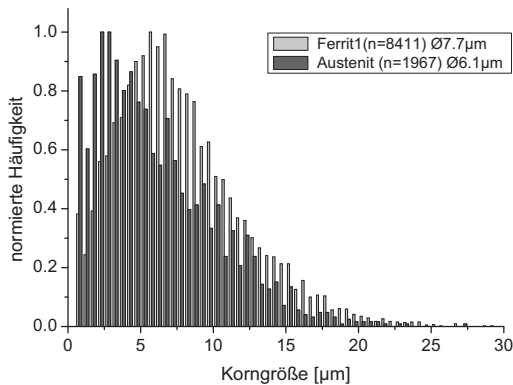
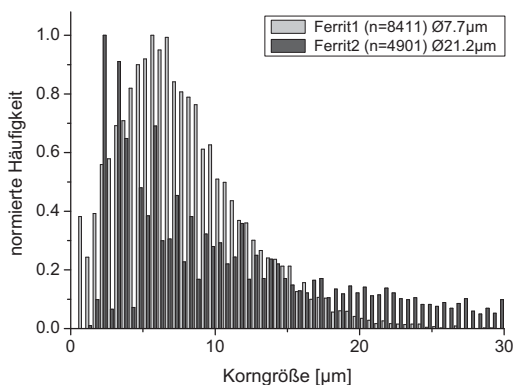


Abb. 5.8: Hochtemperatur-EBSD Maps der γ - α Phasenumwandlung bei unterschiedlichen Phasenanteilen a. 2% Ferrit, b. 14% Ferrit, c. 40% Ferrit, d. 95% Ferrit, (Ferritkörner: blau, Austenitkörner: grau, Großwinkelkorngrenze: schwarze Linien, $60^\circ \langle 111 \rangle$ Zwillings-grenzen: gelbe Linien im Austenit, weiße Linien im Ferrit).

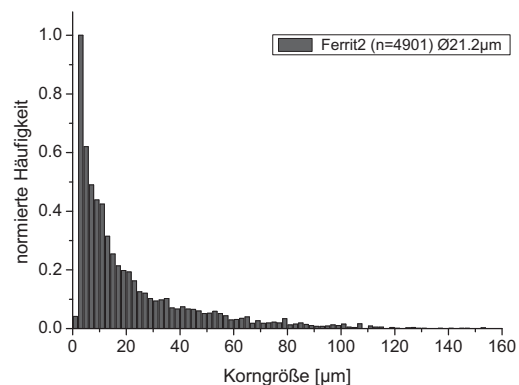
Aufgrund der geringen Datenmengen für die Rückumwandlung war eine statistisch fundierte Auswertung des Keimbildungsortes nicht möglich. Die wenigen zur Verfügung stehenden EBSD-Maps für das teilumgewandelte Gefüge der Rückumwandlung ließen aber den Schluss zu, dass die Zahlen für die Hinumwandlung auch hier ihre Gültigkeit besitzen.



a.



b.



c.

Abb. 5.9: Normierte Korngrößenverteilungen für den kompletten α - γ - α Umwandlungszyklus, a. Vergleich Ferrit1-Austenit, b. Vergleich Ferrit1 (vor Phasenumwandlung) - Ferrit2 (nach vollständiger Phasenumwandlung) mit abgeschnittener Korngrößenachse für Ferrit2 zur besseren Vergleichbarkeit, c. vollständige Korngrößenverteilung des Ferrit2, n: Anzahl der gemessenen Körner, $\bar{\varnothing}$: mittlere Korngröße.

Ein signifikanter Unterschied zur α - γ Phasenumwandlung bestand in der Korngrößenverteilung der neu entstehenden Phase (Ferrit). Während einige Ferritkörner nur eine geringe Korngröße erreichten, wuchsen andere Ferritkörner sehr

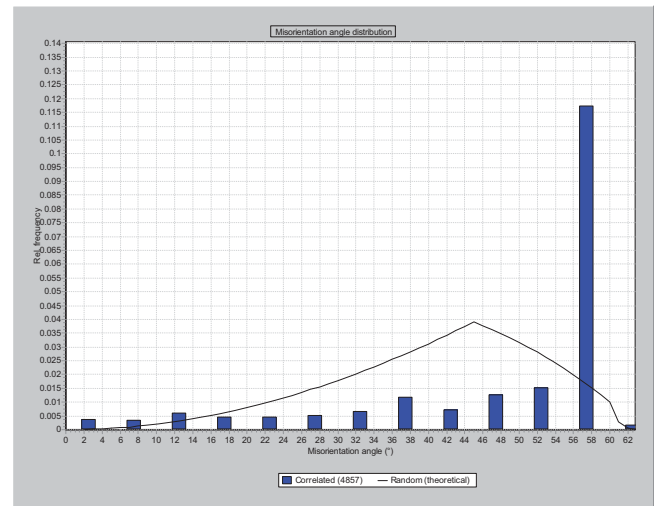
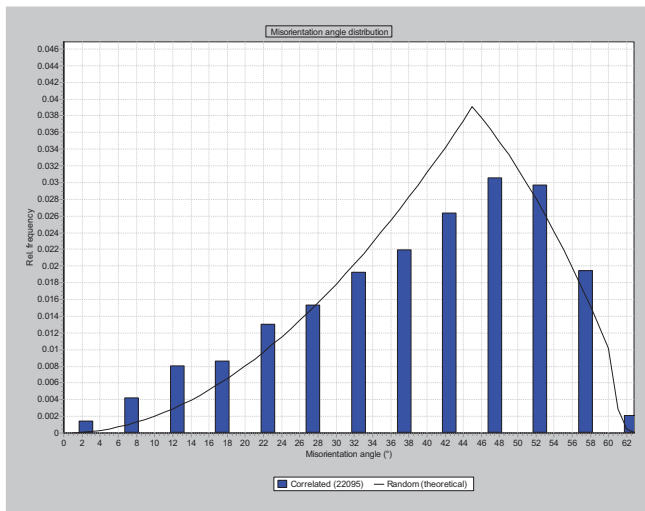
schnell in das umliegende Gefüge und konnten so erhebliche Korngrößen erreichen. Die Kornform des Ferrits ist globulitisch oder leicht gelängt (kleine Körner) bis irregulär (große Körner) ausgeprägt.

Der Vergleich der Korngrößenverteilung des Ferrits vor und nach der Phasenumwandlung (Abb. 5.9b) spiegelt die Mikrostrukturbeobachtungen wider. Nach einem kompletten Umwandlungszyklus änderte sich die Verteilungscharakteristik von nahezu normalverteilt hin zu einer unsymmetrischen Verteilung mit Schwerpunkt bei Korngrößen kleiner als $5\mu\text{m}$. Die komplette Verteilungskurve der rückumgewandelten Ferritkörner (Abb. 5.9c) zeigt aber auch einen hohen Anteil an großen Körnern, was insgesamt zu einer mittleren Korngröße von $21,1\mu\text{m}$ führte. Eine weitere Auffälligkeit, auf die nachfolgend noch näher eingegangen wird, war der hohe Anteil an Zwillingsgrenzen im rückumgewandelten Ferrit.

Korngrenzenverteilung

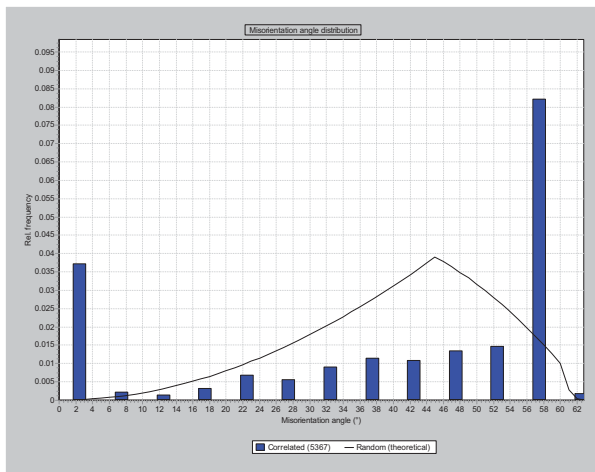
Im Folgenden soll über die Desorientierungsberechnung von benachbarten Körnern des jeweils einphasigen Gefüges eine Aussage zu Verteilung und Charakteristik der Korngrenzen getroffen werden. Die Berechnung der Desorientierungswinkel der EBSD-Messungen erfolgte mit dem Projekt-Manager der HKL-Software. Abbildung 5.10a zeigt, dass im ferritischen Ausgangsgefüge vor der Phasenumwandlung eine leichte Verschiebung der Verteilung in Richtung Kleinwinkelkorngrenzen auftrat. Insgesamt spiegelte sich in den Ergebnissen (Abb. 5.11a) aber die Dominanz der α - und γ -Faser Orientierungen wieder. Im Fall des Austenits zeigte sich neben einem etwas höheren Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen außerdem eine starke Häufung im Bereich um die 60° Desorientierungswinkel, welches mit der hohen Anzahl an Zwillingsgrenzen zusammenfiel (Abb. 5.10b, 5.11b).

Die rückumgewandelte ferritische Mikrostruktur zeigte neben einem auffällig hohen Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen (speziell $<5^\circ$) zudem eine ungewöhnliche Häufung im Winkelbereich von 60° (Abb. 5.10c). Diese Häufung konnte im vorliegenden Fall ebenfalls der $60^\circ\langle 111 \rangle$ Zwillingsbildung zugeschrieben werden (Abb. 5.11c).



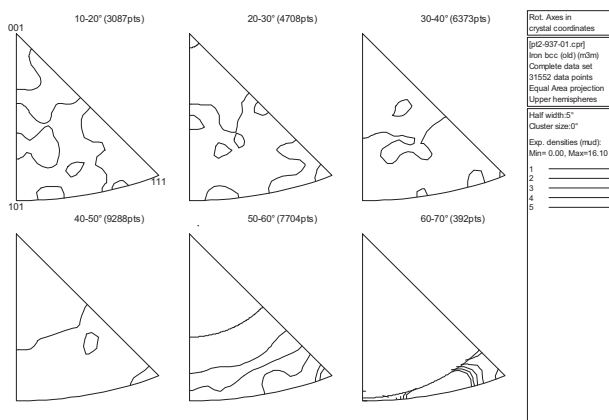
a.

b.

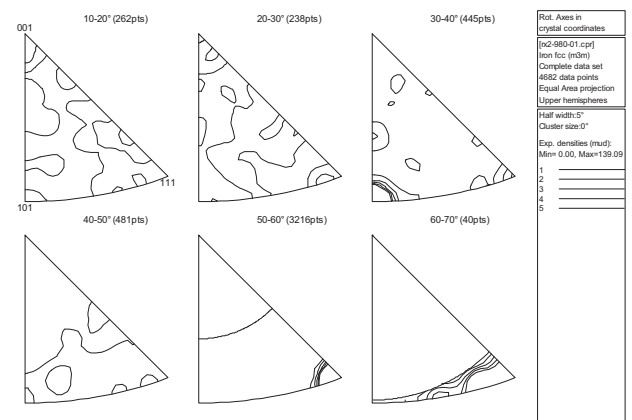


c.

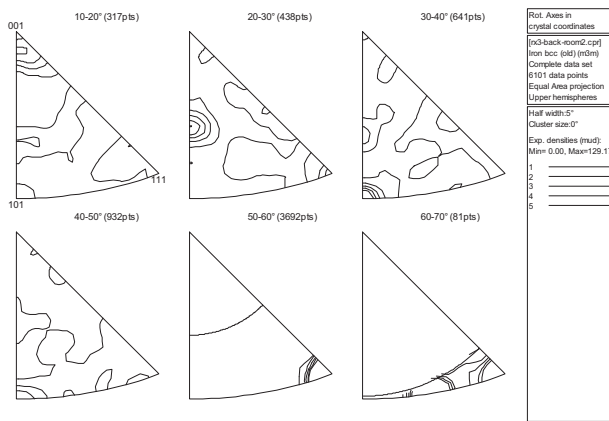
Abb. 5.10: Verteilung der Desorientierungswinkel für a. Ferrit vor der Phasenumwandlung, b. Austenit, c. Ferrit nach der Phasenumwandlung (Klassenweite: 5°, die MacKenzie-Verteilung für eine regellose Winkelverteilung ist als Linie eingezeichnet).



a.



b.



c.

Abb. 5.11: Verteilung der Desorientierungsachsen für a. Ferrit vor der Phasenumwandlung, b. Austenit, c. Ferrit nach der Phasenumwandlung.

Die allgemeine Untersuchung der Mikrostruktur während der α - γ - α Phasenumwandlung zeigt, dass insbesondere der Einfluss des Keimbildungsortes und der Zwillingsbildung eine genauere Betrachtung erfordern. Neben den schon bekannten Einflussfaktoren, wie z.B. der Orientierungsbeziehung auf die Texturentwicklung und Variantenselektion, werden in den nächsten Kapiteln die vorher genannten gefügespezifischen Parameter im Detail untersucht.

5.3.4 Texturentwicklung

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Texturmessungen während der α - γ - α Phasenumwandlung des ferritischen Probenmaterials dargestellt. Die Betrachtung der Textur ist der erste wichtige Anhaltspunkt, um das Ausmaß und den Zeitpunkt der Variantenselektion genauer eingrenzen zu können. Es wurde der komplette Umwandlungszyklus jeweils im einphasigen Bereich gemessen und zudem noch die fortschreitende α - γ Umwandlung bei verschiedenen Phasenanteilen. Für die fortschreitende γ - α Umwandlung konnte keine Texturberechnung durchgeführt werden, da die Kornstatistik nicht ausreichend war.

Texturentwicklung des kompletten α - γ - α Umwandlungszyklus

Die in Abbildung 5.12 gezeigten Texturen wurden aus den Einzelorientierungslisten verschiedener EBSD-Maps zusammengefügt und mittels eines Texturprogramms, welches eine Gaußfunktion definierter Streuung (hier 5°) verwendet, berechnet. Zum

besseren Vergleich der Texturentwicklung eines kompletten Umwandlungszyklus wird die Textur des Austenits ebenfalls in φ_1 -Schnitten des reduzierten Eulerraums abgebildet.

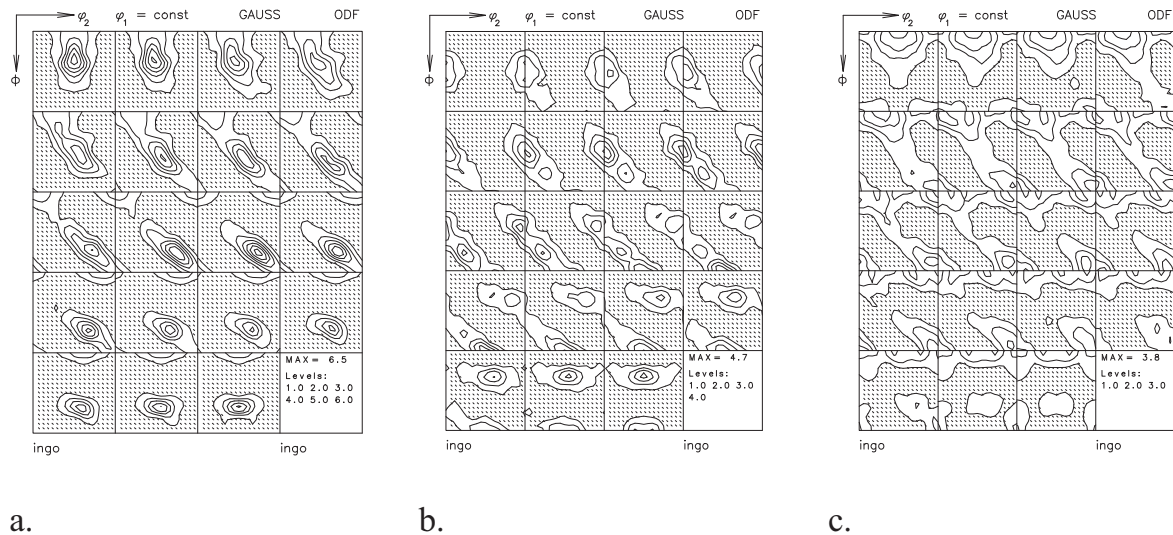


Abb. 5.12: a. Ferrittextur vor der Phasenumwandlung, b. Austenittextur, c. Ferrittextur nach einem vollständigen Umwandlungszyklus, alles in φ_1 -Schnitten des reduzierten Eulerraumes.

Die typischen Belegungen der α_{krz} -Faser und der γ_{krz} -Faser des Ferrits sind, wie auch schon in Abschnitt 5.2.1 beschrieben, zu erkennen. Der Austenit zeigte bei hohen Temperaturen eine komplette Änderung der Textur (Abb. 5.12b). Es waren die für kubisch flächenzentrierte Metalle typischen Belegungen auf der β_{kfz} -Skelettlinie und der α_{kfz} -Faser vorhanden (Abb. 5.14). Die β_{kfz} -Skelettlinie war recht gleichmäßig belegt, wohingegen die α_{kfz} -Faser ein leichtes Maximum in der Nähe der Messing-Lage besaß. Die maximale Intensität schwächte sich von $I_{max}=8,5$ auf $I_{max}=4,7$ ab. Die rückumgewandelte Ferrittextur zeigte ebenfalls wieder die typischen Belegungen der α_{krz} -Faser und der γ_{krz} -Faser und ähnelt somit der Ursprungstextur vor der Phasenumwandlung. Dies wird auch als Texturgedächtniseffekt bezeichnet. Der Vergleich der Texturfasern beider Ferrite (Abb. 5.14) zeigt die gleichmäßige Abschwächung der Intensität auf der γ_{krz} -Faser nach der Phasenumwandlung. Auf der α_{krz} -Faser zeigte sich diese Abschwächung besonders im Bereich der inv. Ms-Lage. Insgesamt bildete sich hier eine breitere Streuung hin zur Würfellage, welche als Texturkomponente in der Ferrit Ausgangstextur nicht auftauchte. Die maximale

Intensität schwächte sich abermals ab, auf den Wert von $I_{\max}=3,8$. Aufgrund der quantitativen wie auch qualitativen Abweichungen war der Texturgedächtniseffekt aber nicht so stark ausgeprägt.

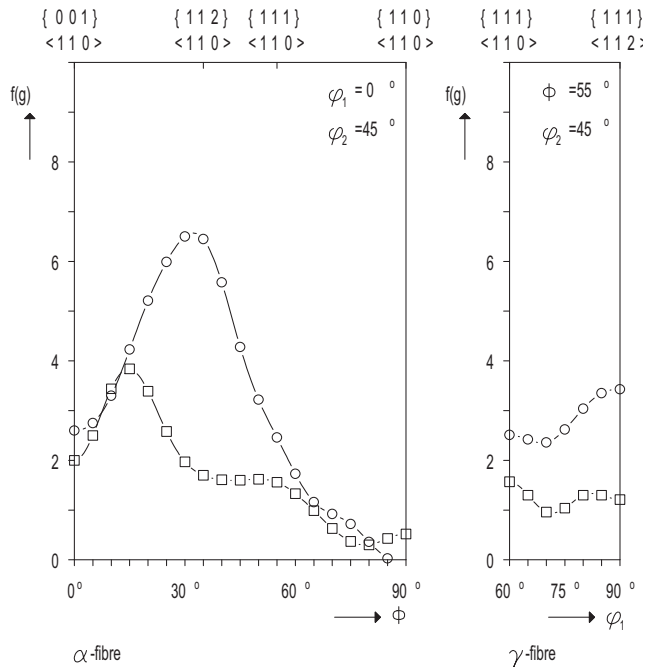


Abb. 5.13: α - und γ -Faser der Ferrittextur vor (\circ) und nach (\square) einem vollständigen Umwandlungszyklus.

Fortschreitende Texturentwicklung der α - γ Phasenumwandlung

Die Berechnung der Texturen und Fasern erfolgte genauso wie im vorhergehenden Abschnitt beschrieben. Bei jeweils konstanter Temperatur wurden EBSD-Messungen im 1- oder 2-Phasenbereich durchgeführt. Um eine ausreichende Kornstatistik (>2000 Körner) zu erhalten wurden für gewisse Umwandlungsbereiche mehrere EBSD-Messungen zusammengefasst. Die in Abbildung 5.14 definierten Phasenanteile des Austenits (20% und 40%) unterlagen einer Schwankung von $\pm 5\%$. Das heißt, dass die entsprechenden EBSD-Maps ihren Phasenanteilen entsprechend eingruppiert wurden. Für die Auswertung der geringen Austenitanteile ($<5\%$) wurden nur EBSD-Maps berücksichtigt deren Austenitanteil unter 5% lag. Für die Texturberechnung des vollständig umgewandelten Austenits wurden entsprechend nur Maps mit 100%igem Austenitanteil einbezogen. Die typischen Belegungen auf der β_{kfz} -Skelettlinie und der α_{kfz} -Faser konnten beobachtet werden. Das Maximum auf der α_{kfz} -Faser lag im Bereich

der Messinglage. Die β_{kfz} -Skelettlinie war gleichmäßiger und stärker belegt als die α_{kfz} -Faser.

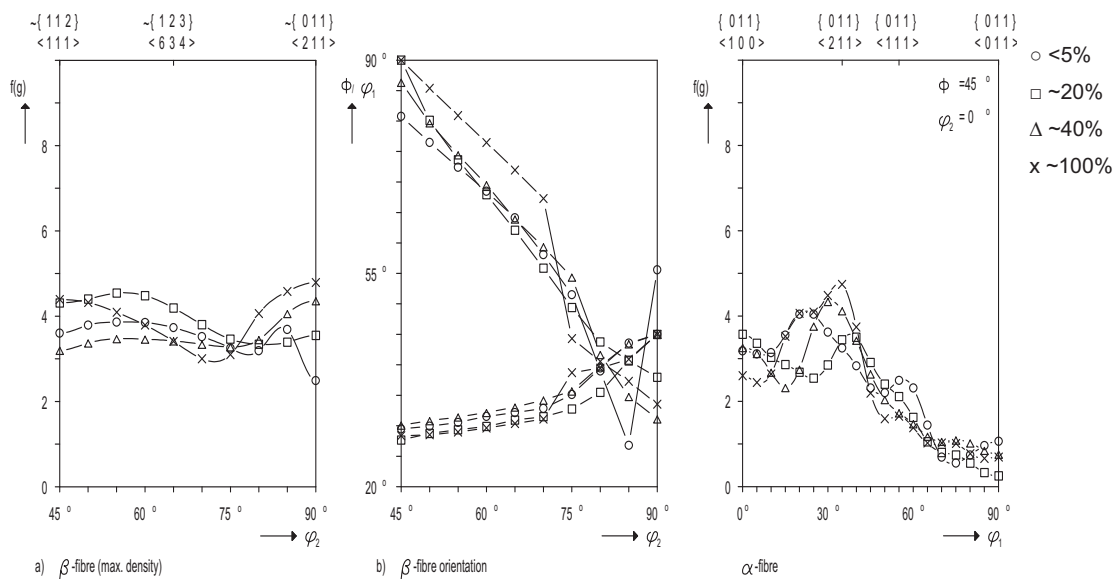


Abb. 5.14: Texturentwicklung des Austenits mit zunehmendem Phasenanteil (5-100%).

Trotz gewisser unsystematischer Schwankungen blieb die Austenittextur während der α - γ Phasenumwandlung relativ konstant. Die Schwankungen ließen sich durch die ungleiche Anzahl (Kornstatistik) an EBSD-Maps erklären, die jeweils nach unterschiedlichen Glühzeiten (Kornvergrößerung) und an verschiedenen Probenstellen (Inhomogenitäten) gemessen wurden.

5.3.5 Orientierungsbeziehungen und Keimbildung

Im ersten Teil werden die Ergebnisse zur Bestimmung der besten Orientierungsbeziehung im vorhandenen Probenmaterial dargestellt. Im darauf folgenden wird die Keimbildung der jeweiligen Phasen genauer untersucht. Um genaue Erkenntnisse zur Orientierungsbeziehung als auch zur Keimbildung der jeweils neuen Phase zu erhalten, wurden insbesondere teilumgewandelte Gefüge untersucht. Es wurde darauf geachtet, dass die untergeordnete Phase, deren Keimbildung betrachtet wurde, immer weniger als 10% Phasenanteil besaß. Bei höheren Phasenanteilen der zweiten Phase ist die Veränderung in der Mikrostruktur schon so

groß, dass eine eindeutige Zuordnung zwischen dem Tochterkorn und dem Mutterkorn nicht immer gewährleistet war. Dieser Zusammenhang wird an einer 80% Probe in Abbildung 5.15 dargestellt. Im zweiten Teil wird auf die Besonderheiten der Keimbildung im vorhandenen Gefüge eingegangen.

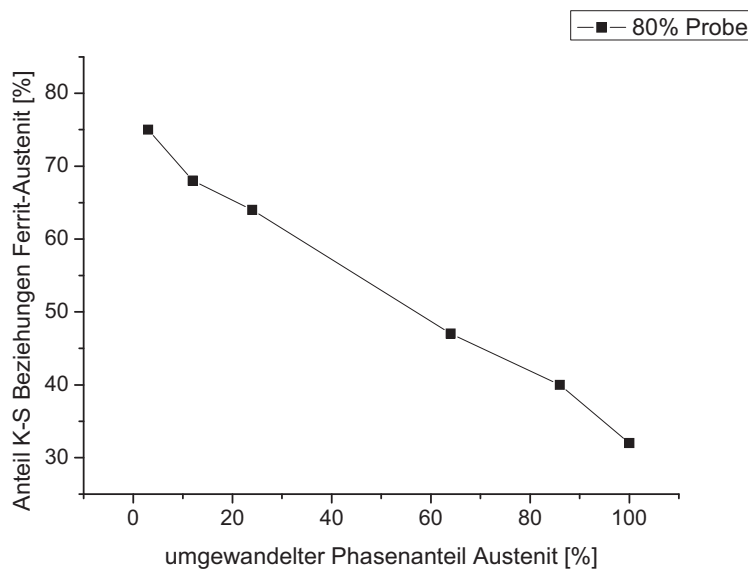


Abb. 5.15: Einfluss der fortschreitenden Phasenumwandlung auf die Messbarkeit der K-S Beziehung zwischen beiden Phasen.

Orientierungsbeziehungen

Die gängigen Orientierungsbeziehungen nach Bain (B), Nishijama-Wassermann (N-W) und Kurdjumov-Sachs (K-S) wurden eingehender untersucht. Dazu wurden mehr als 400 Maps teilumgewandelter Gefüge der α - γ Phasenumwandlung mittels Hochtemperatur in-situ EBSD gemessen und mit einem neu entwickelten Programm (siehe Anhang) ausgewertet. Dadurch war es möglich, mehr als 17.000 Ferrit-Austenitkorn Orientierungsbeziehungen zu erfassen. Die γ - α Rückumwandlung dagegen konnte unter statistischen Gesichtspunkten nicht so gut erfasst werden. Dies lag vor allem daran, dass ein teilumgewandeltes Gefüge hier nur sehr schwierig einzustellen war.

Wie in Kapitel 5.3.3 beschrieben erfolgte die Keimbildung der neuen Phase meistens an Tripelpunkten. Ein neu entstehendes Korn ist also immer von 3 potentiellen Mutterkörnern umgeben. Es wurde berechnet, welche Variante der 3 Mutterkörner mittels der angewendeten Orientierungsbeziehung die geringste Desorientierung zur Tochterorientierung hatte.

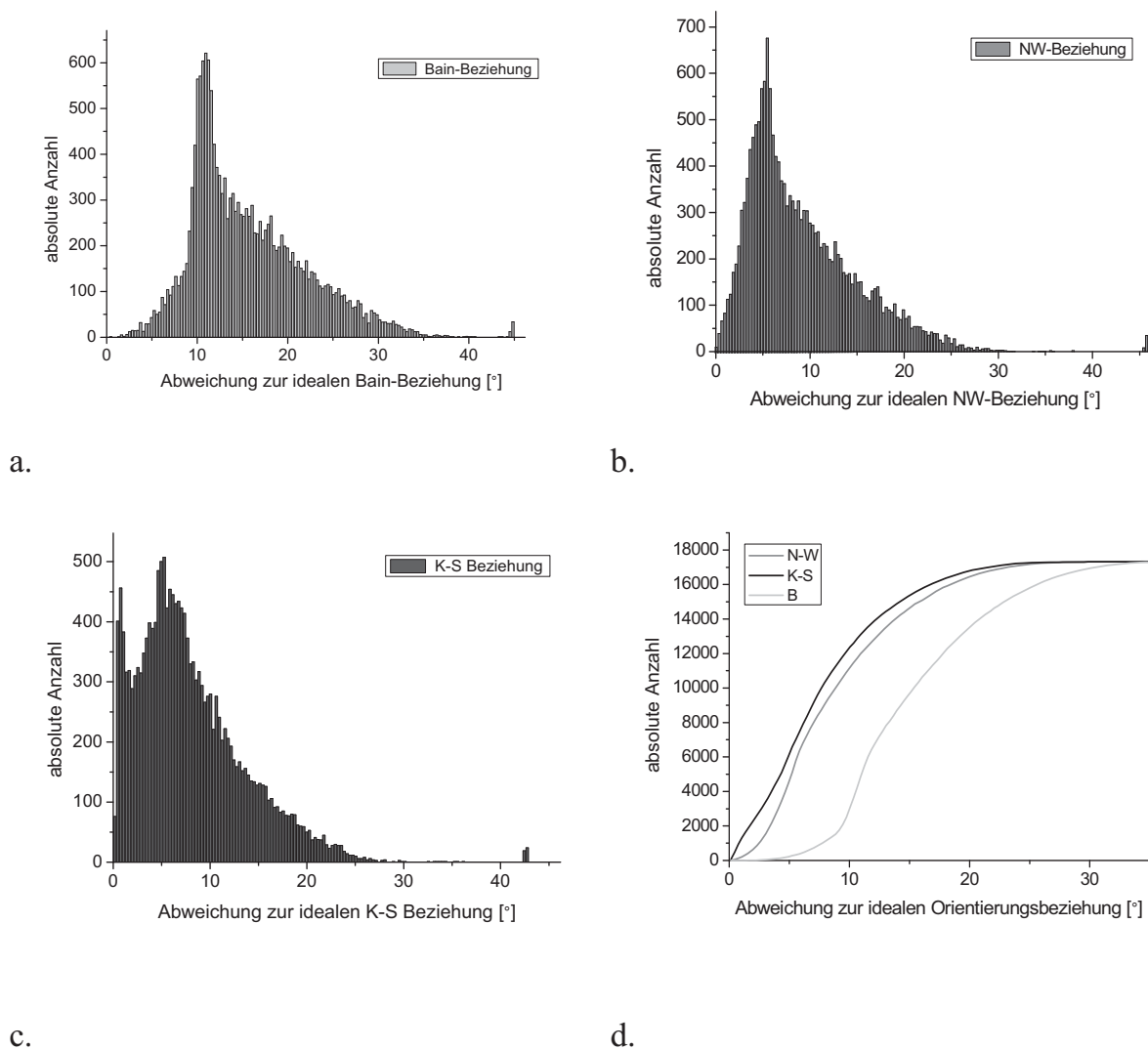


Abb. 5.16a-d: Abweichungen der experimentellen Orientierungsbeziehungen zu den gängigen Modellen.

Die Auswertung ist in Abbildung 5.16 für die 3 o.g. Orientierungsbeziehungen gezeigt. Es ist klar ersichtlich, dass die Bainbeziehung nicht erfüllt war. Ein Großteil der α - γ Beziehungen lag zwischen 10-20° Desorientierung zur idealen Bainbeziehung (Schwerpunkt bei 15.6°). Die N-W Beziehung zeigte eine bessere Übereinstimmung,

lag aber mit ihrem Schwerpunkt auch noch 9.3° neben dem tatsächlichen Wert. Am besten (7.8°) beschrieb die K-S Beziehung die vorhandene Orientierungskorrelation beider Phasen.

Auffällig war hier, dass die Verteilung zwei charakteristische Maxima aufwies. Das erste lag nahe der exakten K-S Beziehung und das zweite bei $\sim 5^\circ$. Bei der Ermittlung der Desorientierungsschwerpunkte zur tatsächlich vorhandenen Orientierungsbeziehung wurden alle Orientierungskorrelationen einbezogen. Da es fraglich ist, ob die Orientierungsbeziehung bei Desorientierungsabweichungen von mehr als 15° überhaupt noch erfüllt ist, sollte die tatsächliche Abweichung daher geringer ausfallen. Ein direkter Vergleich aller drei Orientierungsbeziehungen erfolgt in Abbildung 5.16d in Form von Summationskurven. Bei einer willkürlich gesetzten Grenze von 10° Desorientierung zur idealen Orientierungsbeziehung besaßen 69.7% der Beziehungen eine K-S Relation, 62.8% eine nach N-W und 14.4% eine nach Bain.

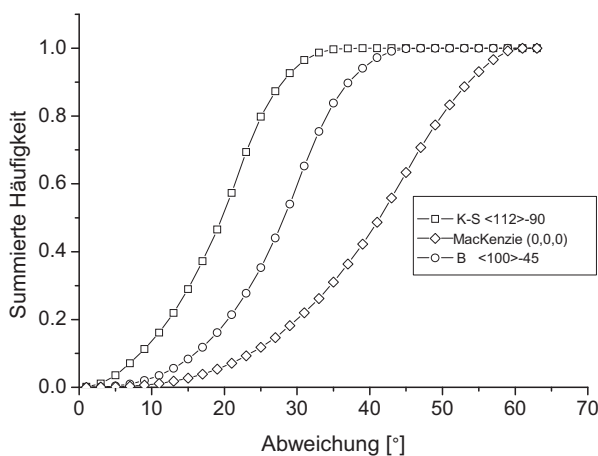


Abb. 5.17: Summierte Häufigkeitsverteilung der Wahrscheinlichkeit bestimmte Orientierungsbeziehungen (K-S, B) in einer regelosen Textur zu finden (statistische MacKenzie-Verteilung ist ebenfalls angegeben).

Von Interesse in diesem Zusammenhang war auch, inwieweit diese Orientierungsbeziehung in einer zufälligen Orientierungsverteilung auftreten würde. Dies wird in Abbildung 5.17 beispielhaft für die K-S und Bain Beziehung gezeigt. Bei einer Abweichung von ebenfalls 10° Desorientierung von der idealen

Orientierungsbeziehung besaßen 13.7% der Beziehungen eine K-S Relation und 2.6% eine nach Bain.

Um eine anschauliche Darstellung der Desorientierungsverteilung zu ermöglichen und zusätzliche Informationen zu erhalten, wurden die Daten zudem im Rodriguesraum dargestellt (Abb. 5.18). Hiermit kann sehr gut gezeigt werden, dass die Desorientierungsverteilung ihren Schwerpunkt immer in der Nähe der entsprechenden K-S Varianten hatte und zu den zwei benachbarten N-W Varianten hin streute. Die benachbarten N-W Varianten besitzen dabei immer eine Desorientierung von 5.26° zur K-S Variante. Diese drei Varianten sind dabei coplanar zueinander.

Obgleich die K-S Beziehung die tatsächliche kristallographische Phasenbeziehung nicht exakt beschreibt, wird diese Orientierungskorrelation für die weiteren Auswertungen und Betrachtungen verwendet. Dadurch werden eine bessere Anschaulichkeit und eine einfachere Berechnung gewährleistet.

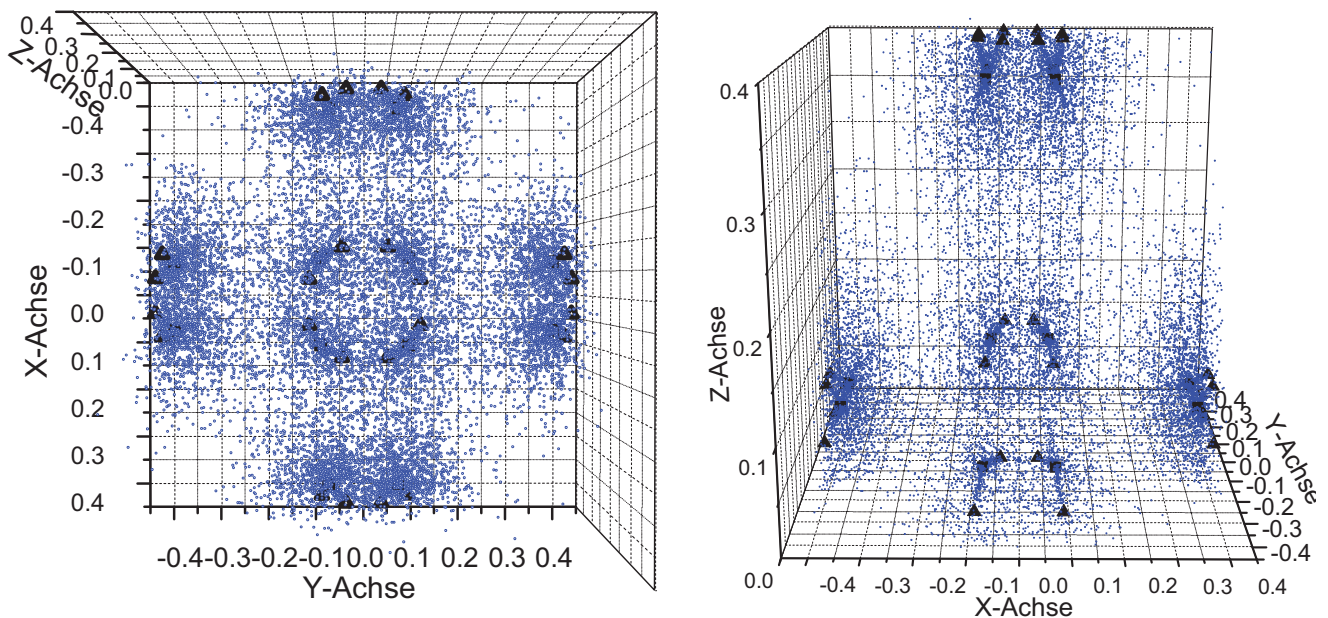


Abb. 5.18a-b: Obere Hälfte (nur positive z-Achse) des Rodriguesraums aus zwei Perspektiven, die entsprechenden K-S Varianten (■) und N-W Varianten (▲) sind gekennzeichnet, die experimentellen Daten sind in blau gehalten.

Für die Rückumwandlung lagen nicht genug Daten vor, um eine aussagekräftige statistische Auswertung der Orientierungsbeziehungen durchzuführen. Die erstellten Orientierungsmaps deuteten aber darauf hin, dass die K-S Beziehung auch hier die bevorzugte Orientierungsbeziehung war.

Keimbildung

Die Keimbildung als physikalischen Prozess messtechnisch aufzulösen, ist mit großen Schwierigkeiten verbunden. Die kritische Keimgröße für den Austenit während der α - γ Phasenumwandlung wurde grob mit $0.08\mu\text{m}$ berechnet.

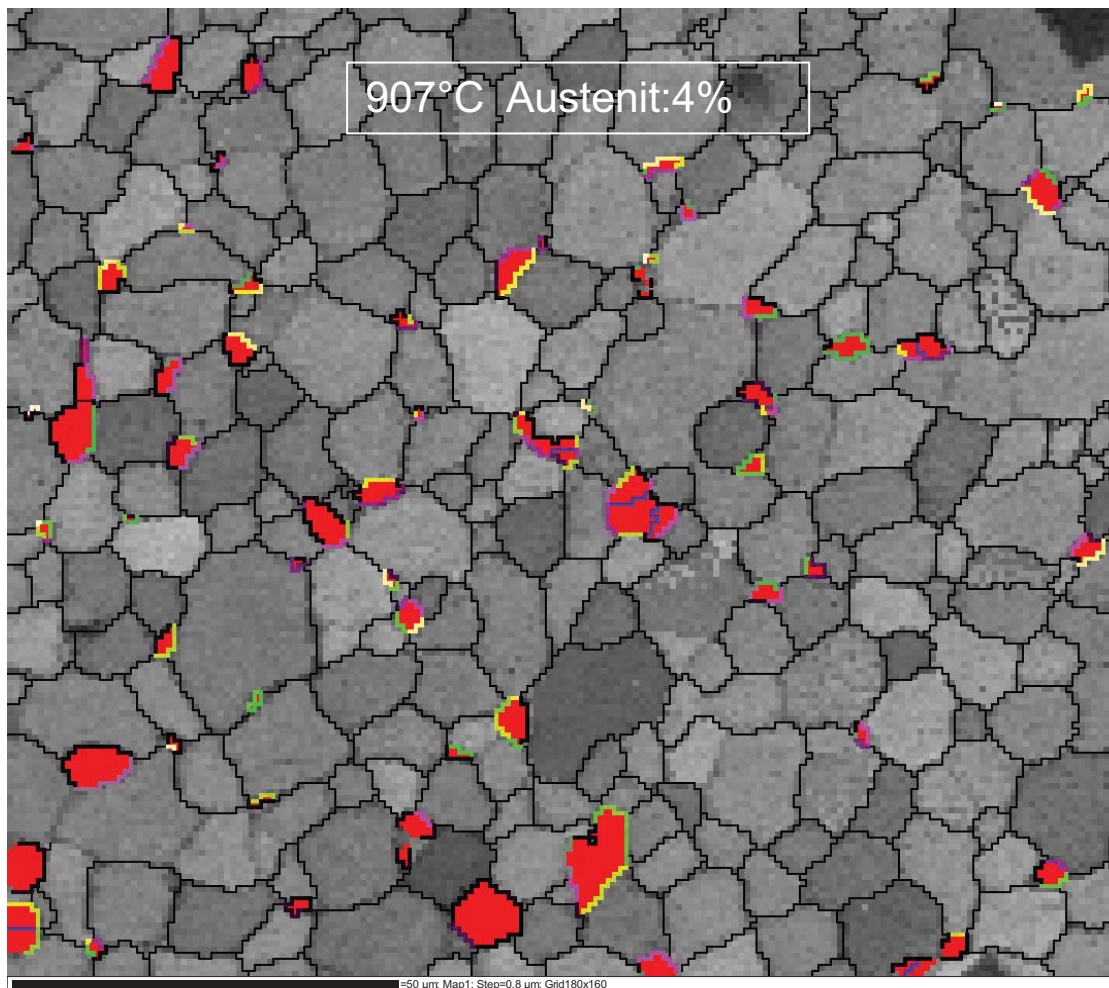


Abb. 5.19: EBSD-Map eines teilumgewandelten Gefüges bei der α - γ Phasenumwandlung (4% Austenit bei 907°C), Ferritkörner: grau, Austenitkörner: rot, Großwinkelkorngrenzen: schwarze Linien, $60^\circ\langle 111 \rangle$ Zwillinge im Austenit: blaue Linien, Phasengrenzen (Einfärbung nach Abweichung von K-S Beziehung): $0-5^\circ$ (weiß), $5-10^\circ$ (gelb), $10-15^\circ$ (grün), $15-20^\circ$ (violett), $>20^\circ$ (schwarz).

Den Keimbildungsprozess als solchen mit einer EBSD-Messung statistisch zu erfassen, war bei einer minimalen Schrittgröße von $0.07\mu\text{m}$ nicht möglich. Zur indirekten Untersuchung der Keimbildung, respektive des nachfolgenden Kornwachstums, wurden hauptsächlich teilumgewandelte EBSD-Maps verwendet (Abb. 5.19).

Über die Einfärbung der Phasengrenzen (HKL-Software) konnte sehr anschaulich dargestellt werden, inwieweit eine Orientierungsbeziehung nach K-S zwischen den Austenitkörnern und der Ferritmatrix vorlag. Im hier gezeigten Beispiel besaßen die meisten der hauptsächlich an Tripelpunkten gewachsenen Austenite eine K-S Beziehung zu ihren umgebenen Ferritkörnern. Auffällig war, dass in vielen Fällen nicht nur ein Ferritkorn als Mutterkorn auftrat sondern häufig auch zwei oder manchmal sogar drei. Inwiefern diese Auffälligkeit ein statistischer Effekt der Orientierungsverteilung sein konnte, wurde in nachfolgenden Berechnungen geklärt.

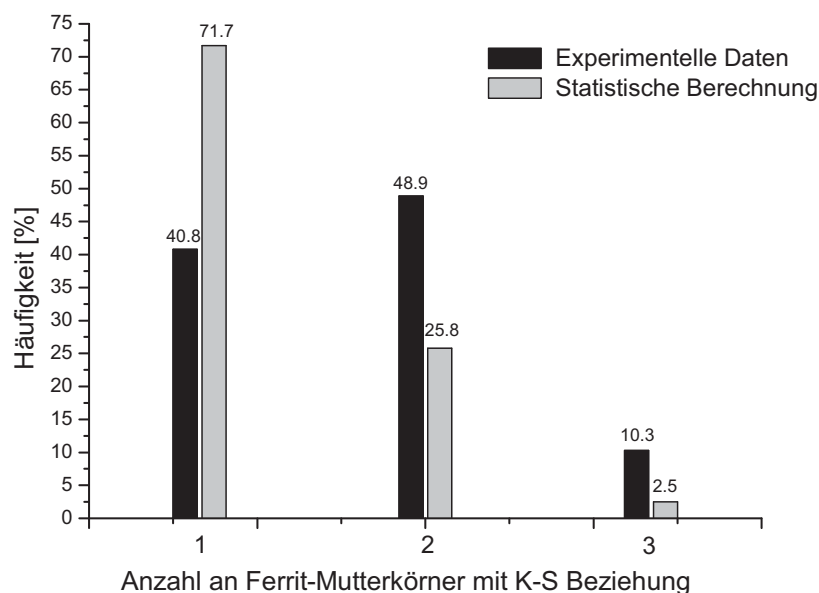


Abb. 5.20: Vergleich der experimentellen Daten und des statistischen Erwartungswertes zur Anzahl der Mutterkörner nach der K-S Beziehung für die entsprechenden Austenite an Tripelpunkten.

Dazu wurden die tatsächlich an Tripelpunkten gewachsenen Austenite betrachtet, welche eine K-S Beziehung (Desorientierung max. 15°) zu einem oder mehreren direkt benachbarten Ferritkörnern hatten. Neben diesen experimentellen Daten sollte nun noch der statistische Erwartungswert berechnet werden.

Dazu wurden 2000 Ferritorientierungen aus einer gemessenen 50% Probe mittels der K-S Beziehung umgewandelt. Daraus ergaben sich 48.000 potentielle Tochterorientierungen. Diese wurden wahllos auf die Tripelpunkte einer 50% Probe verteilt, und es wurde dann berechnet, ob und wie viele der drei Ferritkörner als Mutterkorn nach K-S in Frage kommen. Diese Vorgehensweise erlaubte einen direkten Vergleich der resultierenden Werte. Die Auswertung zeigte, dass der Anteil an Austenitkörnern mit 2 Mutterorientierungen doppelt so hoch und die mit 3 Mutterorientierungen mehr als viermal so hoch war wie erwartet (Abb. 5.20).

5.3.7 Einfluss der Zwillingsbildung

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Zwillingsbildung untersucht. Diese treten vor allem im Austenit auf. Dies hängt mit der niedrigen Stapelfehlerenergie dieser kubisch flächenzentrierten Phase zusammen, welches die Zwillingsbildung begünstigt. Die Bildung der Zwillinge im Austenit findet während des Wachstums der Körner statt. Dabei zeigte sich, dass zu Beginn der Phasenumwandlung nur ein sehr geringer Anteil der Austenitkörner verzwillingt war und erst mit fortschreitender Umwandlung sich der Anteil erhöhte (Abb. 5.6a-d, 5.21).

Da die Zwillingsgrenzfläche je nach ihrer Orientierung in einer 2-dimensionalen Betrachtung nicht sichtbar war, konnte diese die Messung der K-S Beziehung zwischen den Phasen beeinflussen. Dies geschah in dem Fall, wenn ein verzwillingtes Austenitkorn an der Probenoberfläche gemessen wurde und somit das wahre Tochterkorn nicht mehr ihrer Mutter zugeordnet werden konnte.

Dieser Einfluss konnte über die Betrachtung der unterschiedlichen Ausgangsproben (50-80%) ermittelt werden, indem der Anteil der Austenitkörner mit Zwillingsgrenzen

mit dem Anteil der vorhandenen K-S Beziehungen verglichen wurde (Abb. 5.22). Es wurden dabei nur Proben ausgewertet, deren umgewandelter austenitischer Phasenanteil kleiner als 10% war, um eine einfachere und verlässliche Zuordnung von Mutter- und Tochterkörner zu gewährleisten. Die Auswertung zeigte, dass mit zunehmendem Walzgrad der nachfolgend geglühten Proben der Anteil an verzwilligten Austenitkörnern zunahm. Diese Zunahme korrelierte mit der Abnahme an gefundenen K-S Beziehungen im zweiphasigen Gefüge.

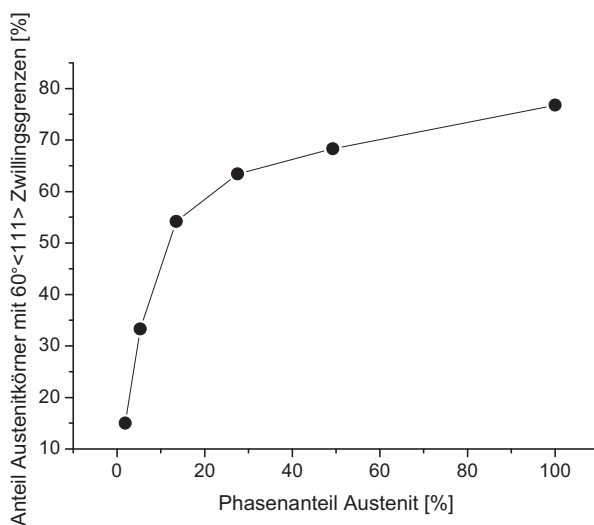


Abb. 5.21: Korrelation zwischen fortschreitender α - γ Phasenumwandlung und Anteil an $60^\circ\langle 111 \rangle$ Zwillingsgrenzen.

Da mit fortschreitender Phasenumwandlung der Anteil an Zwillingen zunahm, stellte sich die Frage, inwieweit die Austenittextur dadurch beeinflusst wurde. Jede Austenitorientierung, die Zwillinge bildet, wird dadurch zu einem gewissen Volumenbruchteil in eine andere Orientierung überführt. Bei einer $60^\circ\langle 111 \rangle$ Orientierungsbeziehung sind vier unterschiedliche Produktorientierungen möglich. Die Texturentwicklung des Austenits mit zunehmendem Phasenanteil wurde schon in 5.3.4 beschrieben. Um eine gute Statistik zu erhalten, wurden viele Messdaten zusammengefasst, was zu gewissen Intensitätsschwankungen in der Textur führte. Die nachfolgende Auswertung wurde an EBSD-Messergebnissen im selben Probenbereich durchgeführt. Die Kornstatistik erlaubte hier keine verlässliche Texturberechnung der

niedrigen Umwandlungsanteile. Diese Betrachtung gab aber einen konkreten Hinweis des Einflusses der Zwillingsbildung auf die Texturentwicklung im Austenit.

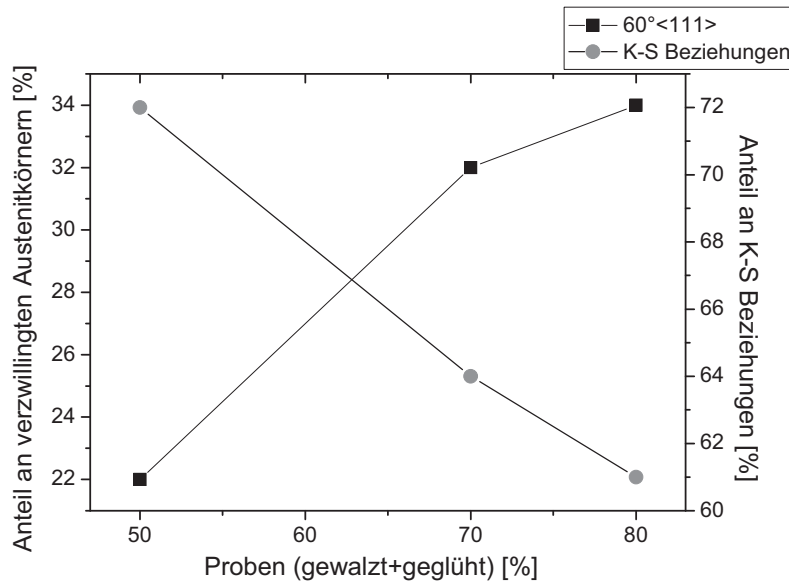


Abb. 5.22: Zusammenhang zwischen verzwilligten Austenitkörnern und Anteil an K-S Beziehungen im Gefüge.

Da mit fortschreitender Phasenumwandlung der Anteil an Zwillingen zunahm, stellte sich die Frage, inwieweit die Austenittextur dadurch beeinflusst wurde. Jede Austenitorientierung, die Zwillinge bildet, wird dadurch zu einem gewissen Volumenbruchteil in eine andere Orientierung überführt. Bei einer $60^\circ\langle 111 \rangle$ Orientierungsbeziehung sind vier unterschiedliche Produktorientierungen möglich. Die Texturentwicklung des Austenits mit zunehmendem Phasenanteil wurde schon in 5.3.4 beschrieben. Um eine gute Statistik zu erhalten, wurden viele Messdaten zusammengefasst, was zu gewissen Intensitätsschwankungen in der Textur führte. Die nachfolgende Auswertung wurde an EBSD-Messergebnissen im selben Probenbereich durchgeführt. Die Kornstatistik erlaubte hier keine verlässliche Texturberechnung der niedrigen Umwandlungsanteile. Diese Betrachtung gab aber einen konkreten Hinweis des Einflusses der Zwillingsbildung auf die Texturentwicklung im Austenit.

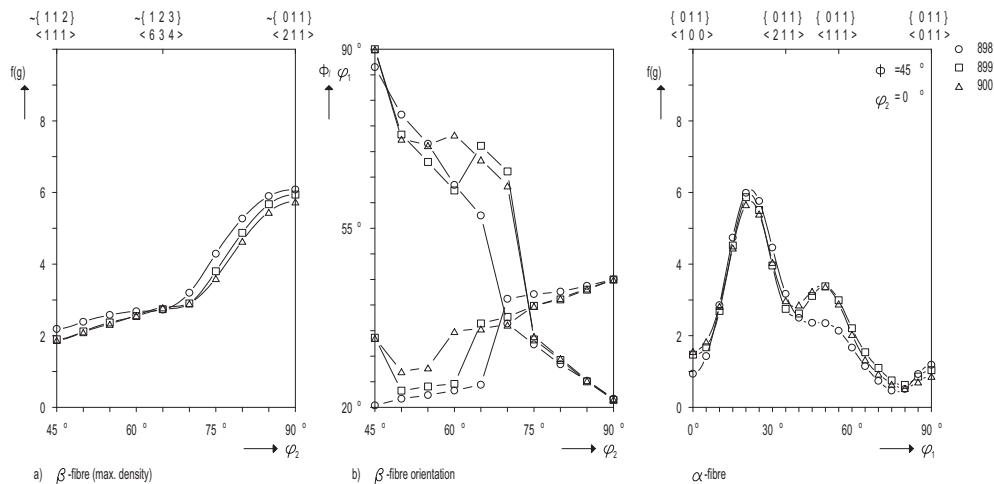


Abb. 5.23: Texturentwicklung des Austenits während der fortschreitenden α - γ Phasenumwandlung, Austenitanteil 42% (\circ), 67% (\square), 100% (Δ).

Die Darstellung der Texturentwicklung erfolgt mittels Skelettlinien und Faserplots (Abb. 5.23). Mit ansteigendem Phasenanteil des Austenits und somit auch der verzwilligten Orientierungen ergab sich eine leichte Abnahme der Texturintensität auf der β_{kfz} -Skelettlinie. Die Tendenz auf der α_{kfz} -Faser dagegen war eher uneinheitlich bzw. lagen die drei Fasern in den meisten φ_1 -Winkelabschnitten im Bereich der Messgenauigkeit zusammen. Die Texturentwicklung zeigte, dass mit zunehmender Phasenumwandlung eine leichte Schwächung der Texturintensität auftrat, wobei dieser Effekt nur gering ausgeprägt war.

In Abbildung 5.24 ist die Keimbildung des Ferrits während der Rückumwandlung dargestellt. Dieses Beispiel, aber auch die Auswertung weiterer Messungen zeigte, dass die Keimbildung auch während der Rückumwandlung bevorzugt an Tripelpunkten stattfand. Eine bevorzugte Keimbildung an Zwillingsgrenzen konnte nicht nachgewiesen werden.

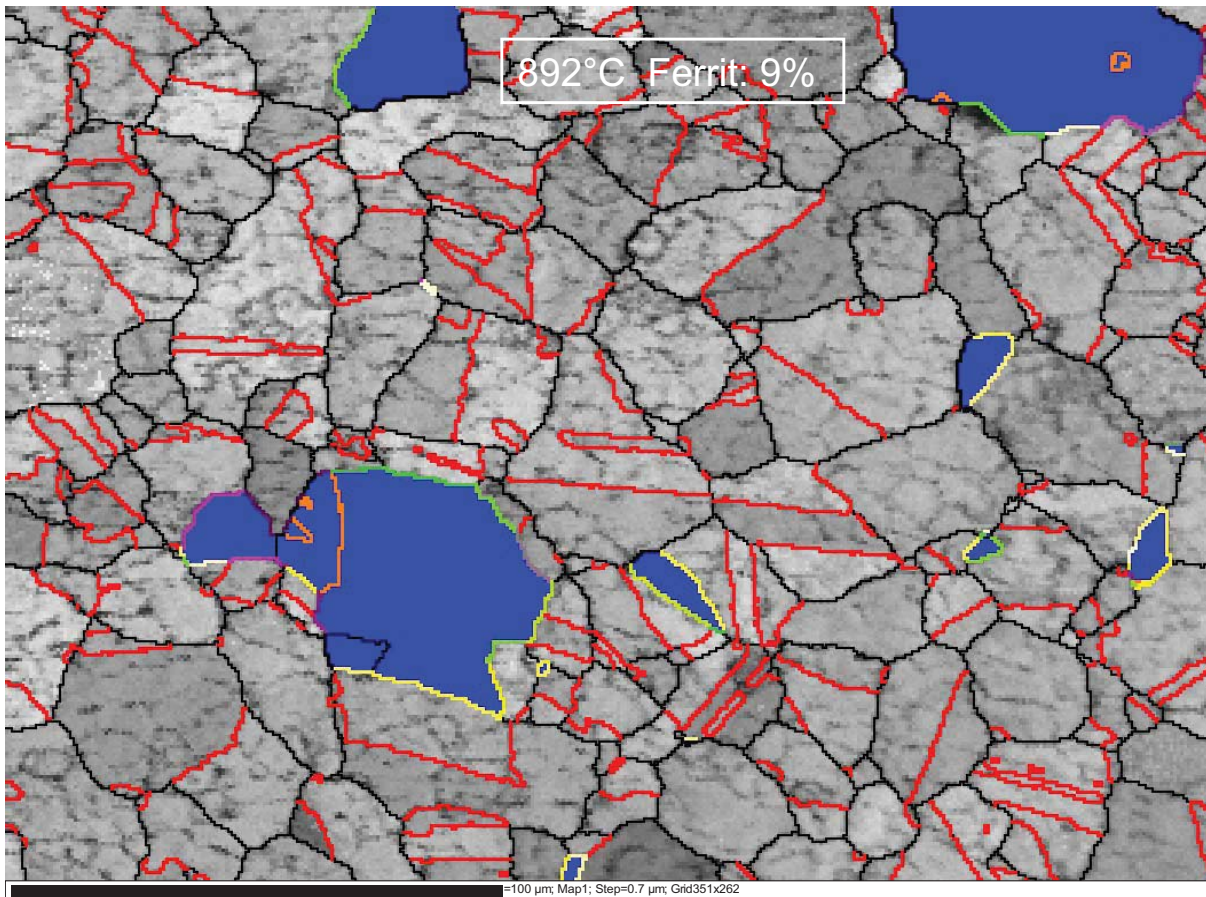


Abb. 5.24: EBSD-Map eines teilumgewandelten Gefüges bei der γ - α Phasenumwandlung (9% Ferrit bei 892°C), Ferritkörner: blau, Austenitkörner: grau, Großwinkelkorngrenzen: schwarze Linien, $60^\circ \langle 111 \rangle$ Zwillinge im Austenit (Ferrit): rote Linien (orange), Phasengrenzen (Einfärbung nach Abweichung von K-S Beziehung): $0-5^\circ$ (weiß), $5-10^\circ$ (gelb), $10-15^\circ$ (grün), $15-20^\circ$ (violett), $>20^\circ$ (schwarz).

5.3.8 Variantenselektion einiger typischer Ferritorientierungen

Die Variantenselektion bestimmt entscheidend die Umwandlungstextur. Eine genauere Betrachtung der Verteilung der 24 K-S Varianten für einige ausgewählte Ferritorientierungen soll daher Aufschluss über Umfang und Stärke der Variantenselektion liefern. Die vorhandene Auswertesoftware (HKL-Flamenco) konnte aufgrund fehlender Funktionen nicht zur Berechnung und Auswertung der erforderlichen Daten genutzt werden. Um die nötigen Informationen zu erhalten, wurde eine neue Auswertesoftware erstellt, welche alle notwendigen Funktionen umfasste.

Nr.	Ferrit Ebene/Richtung	Austenit Ebene/Richtung	Rotationsachse
1	(1 1 0) [-1 1 1]	(1-1-1) [1 1 0]	[1-1 2]
2	(1 1 0) [1-1 1]	(-1 1-1) [1 1 0]	[1-1-2]
3	(-1 1 0) [-1-1 1]	(1 1-1) [-1 1 0]	[1 1 2]
4	(-1 1 0) [1 1 1]	(-1-1-1) [-1 1 0]	[1 1-2]
5	(1-1 0) [1 1 1]	(-1-1-1) [1-1 0]	[-1-1 2]
6	(1-1 0) [-1-1 1]	(1 1-1) [1-1 0]	[-1-1-2]
7	(-1-1 0) [-1 1 1]	(1-1-1) [-1-1 0]	[-1 1-2]
8	(-1-1 0) [1-1 1]	(-1 1-1) [-1-1 0]	[-1 1 2]
9	(1 0 1) [-1-1 1]	(1 1-1) [1 0 1]	[1-2-1]
10	(1 0 1) [-1 1 1]	(1-1-1) [1 0 1]	[-1-2 1]
11	(-1 0 1) [1-1 1]	(-1 1-1) [-1 0 1]	[1 2 1]
12	(-1 0 1) [1 1 1]	(-1-1-1) [-1 0 1]	[-1 2-1]
13	(1 0-1) [1 1 1]	(-1-1-1) [1 0-1]	[1-2 1]
14	(1 0-1) [1-1 1]	(-1 1-1) [1 0-1]	[-1-2-1]
15	(-1 0-1) [-1 1 1]	(1-1-1) [-1 0-1]	[1 2-1]
16	(-1 0-1) [-1-1 1]	(1 1-1) [-1 0-1]	[-1 2 1]
17	(0 1 1) [1-1 1]	(-1 1-1) [0 1 1]	[2 1-1]
18	(0 1 1) [1-1 1]	(1 1-1) [0 1 1]	[2-1 1]
19	(0-1 1) [-1 1 1]	(1-1-1) [0-1 1]	[-2-1-1]
20	(0-1 1) [1 1 1]	(-1-1-1) [0-1 1]	[-2 1 1]
21	(0 1-1) [1 1 1]	(-1-1-1) [0 1-1]	[2-1-1]
22	(0 1-1) [-1 1 1]	(1-1-1) [0 1-1]	[2 1 1]
23	(0-1-1) [1-1 1]	(-1 1-1) [0-1-1]	[-2-1 1]
24	(0-1-1) [-1-1 1]	(1 1-1) [0-1-1]	[-2 1-1]

Tab. 5.4: Angabe der Ebenen- und Richtungskorrelation für die Varianten der K-S Beziehung.

Aus den Rohdaten der EBSD-Messungen, welche die Pixelmenge aller Messpunkte einschließlich der Orientierungs- und Ortsinformation enthält, konnte eine Zuordnung

des Austenits zu seinem Mutterkorn oder den Mutterkörnern gemacht werden. Dazu wurden die 24 Varianten (Tab. 5.4) nach der K-S Beziehung für jedes umliegende potentielle Mutterkorn gebildet und gegen die vorhandene Austenitorientierung gerechnet.

Die Ferritkörner bei denen mindestens eine Variante eine geringere Desorientierung als 10° zur benachbarten Austenitorientierung besaß, wurden als Mutterkorn gezählt und die beste Variante dieser Austenitorientierung zugeordnet. Diese Form der Auswertung wurde für alle gemessenen EBSD-Daten durchgeführt und lieferte eine Liste aller Austenite mit ihren Mutterorientierungen nach K-S. Diese Liste konnte nun nach jeder beliebigen Orientierung gefiltert und die Verteilung der Varianten angezeigt werden. Um die statistische Aussagekraft zu erhöhen, musste der betrachteten Ferritorientierung eine gewisse Streubreite zugestanden werden. Die erlaubte Abweichung von der idealen Ferritorientierung betrug in allen Fällen 10° Desorientierung. Hierdurch konnten jeder ferritischen Mutterorientierung zwischen 1000 und 1500 Varianten zugeordnet werden.

Die Darstellung der experimentellen Daten erfolgte in Form von Histogrammen, da diese eine übersichtliche Betrachtung der Variantenverteilung erlauben. Die Ergebnisse zeigten, dass für alle betrachteten Orientierungen eine signifikante Variantenselektion vorlag (Abb. 5.25a-e). Die Verteilung der Varianten war für jede Ferritorientierung unterschiedlich. Charakteristisch für alle Verteilungen war eine grobe Drittelung in starke, mittlere und schwache K-S Varianten. Zudem lässt sich über die Variantenverteilung, der verschiedenen ferritischen Mutterorientierungen, die Variantenselektion einzelner Varianten entlang der wichtigen Texturfasern des Ferrits verfolgen.

Hier zeigt sich, dass z.B. die Varianten 1 und 2 am Anfang der α_{krz} -Faser gehäuft auftreten, zur Übergangslage hin aber fast verschwinden. Die Varianten 23 und 24 nehmen im gleichen Orientierungsbereich an Stärke zu.

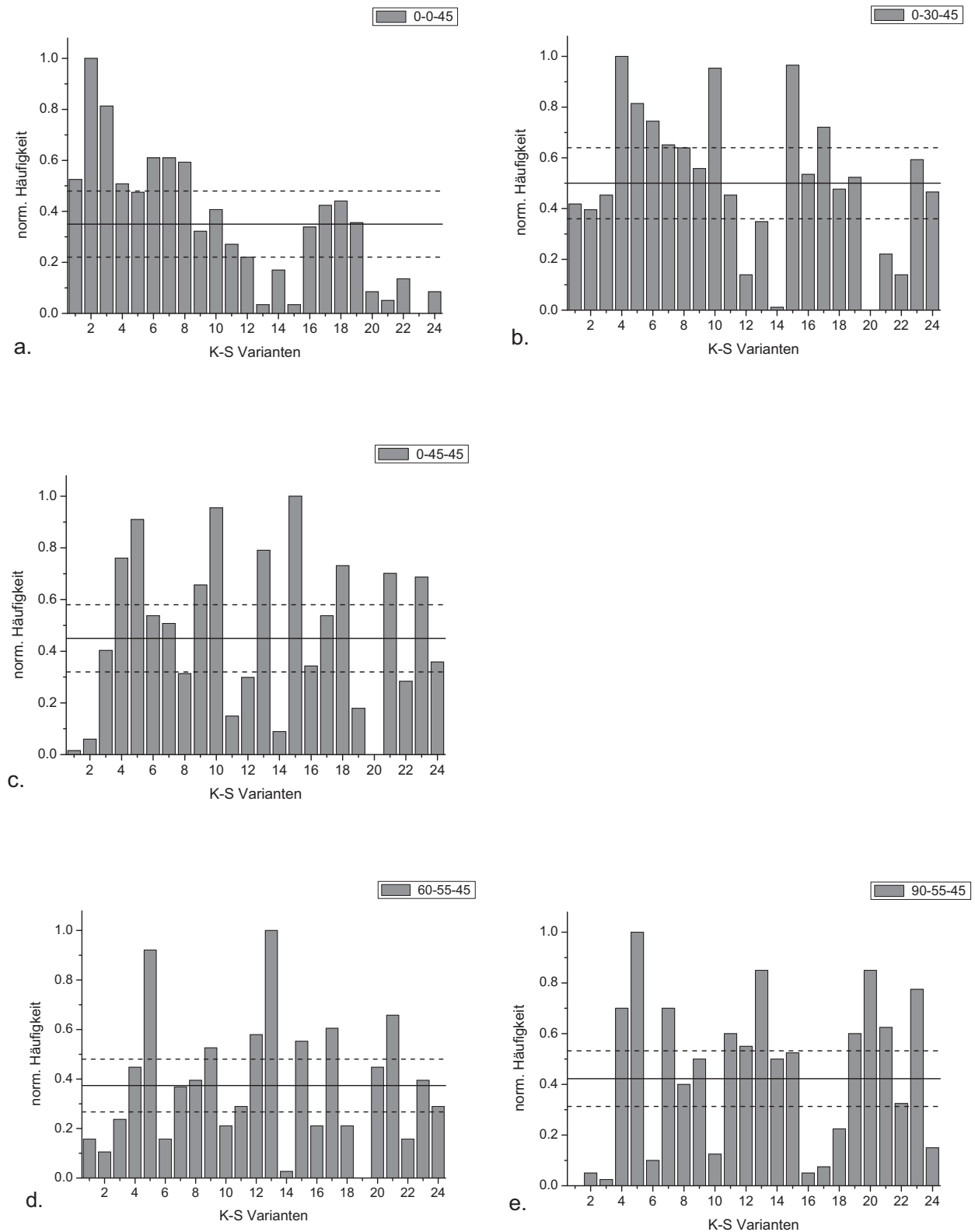


Abb. 5.25a-e: Verteilung der 24 K-S Varianten (Tab. 5.4) für die α - γ Phasenumwandlung für 3 Orientierungen der α_{krz} -Faser (a-c) und 2 der γ_{krz} -Faser (d-e), durchgezogene Linie-Mittelwert, gestrichelte Linien-statistischer Erwartungsbereich für eine Verteilung ohne Variantenselektion.

Die Varianten 14 und 20 hingegen, bleiben über den ganzen Verlauf der ferritischen α_{krz} -Faser Mutterorientierungen hin relativ schwach.

5.3.9 Eigenspannungsmessung des Ferrits

In vielen Fällen wird die Variantenselektion über das Einbringen von Eigenspannungen (ES) in das Material erklärt. Inwieweit Eigenspannungen für die Variantenselektion in einer geglühten Ausgangsprobe verantwortlich sind, sollte über Eigenspannungsmessungen in Erfahrung gebracht werden. Die Messungen fanden zuerst an einer 50% gewalzten Probe statt, welche nachfolgend 5 Stunden bei 700°C geglüht und dann nochmals gemessen wurde. Das dazu verwendete Röntgertexturgoniometer D8-Advance (Bruker) ist in Abbildung 5.26 zu sehen. Das D8-Advanced ist mit einer fokussierenden Röntgenoptik, einem Laser-Video Positioniersystem, einem beweglichen Probenstisch und einem Flächendetektor ausgestattet. Das System wird mit einer Co-Röhre (1,76Å) betrieben

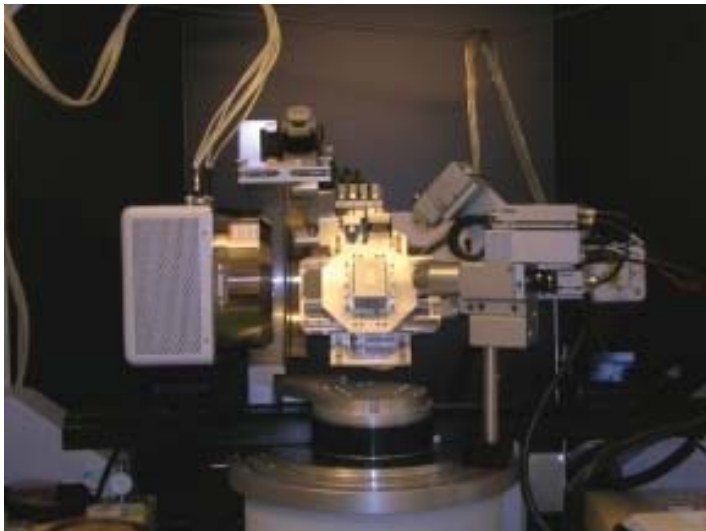


Abb. 5.26: Innenansicht des D8-Advanced am IMM

Es wurden ϕ -scans (entspricht side-inclination mode) der Probenoberfläche in BN mit einer Schrittweite von 5° durchgeführt. Die wichtigen Auswerteparameter sind in Tabelle 5.5 aufgelistet. Die Messungen wurden an der kristallographischen {220}-Netzebenenschar ($2\theta = 124,1^\circ$ für CoK_α -Strahlung) vorgenommen.

Schrittweite (Integration)	0.1°
Normalisierungsintensität (Integration)	5 bin normal
Profil fit Parameter	4 Pseudo-Voigt 2
Fit $K\alpha_2$	Ja
Untergrundkorrektur	beidseitig
Cut	0
hkl	220
E-Modul	210.000 MPa
Poissonzahl	0.28
Δ_{RX}	1,49

Tab. 5.5: Wichtige Parameter zur ES-Berechnung.

Die berechneten Eigenspannungen der ferritischen Stahlprobe vor und nach der Glühung zeigten, dass die nach dem Walzen eingebrachten Spannungen nach der Glühung komplett abgebaut wurden (Tab. 5.6). Die geglühten Proben, welche nachfolgend die Phasenumwandlung durchliefen, waren somit frei von Makrospannungen.

Gewalzte Probe	Geglühte Probe
-155MPa \pm 32	-19MPa \pm 36

Tab. 5.6: Eigenspannungswerte (ϵ_{22}) des Ferrits.

5.4 Messung der Korngrenzebenenorientierung

5.4.1 Motivation

Die Variantenselektion und damit auch die jeweilige Produkttextur werden während der Keimbildung festgelegt. Der Prozess der Keimbildung ist für den vorliegenden Fall noch nicht genau verstanden und soll daher genauer betrachtet werden. Bei der Untersuchung verschiedener Phasenumwandlungen wurde festgestellt [Ameyama 1986, Sankaran 2009, Furuhashi 2001], dass die Korngrenzebene die Keimbildung einer zweiten Phase beeinflusst. Inwieweit dies bei der Keimbildung während der α - γ - α Phasenumwandlung in Stahl der Fall ist, soll in den nachfolgenden Untersuchungen geklärt werden.

5.4.2 Grundsätzliche Herangehensweise

Da eine gleichzeitige Hochtemperatur in-situ EBSD-Messung der Korngrenzebenen und der Keimbildung der Austenite an den Tripelpunkten nicht möglich war, wurde eine alternative Herangehensweise entwickelt. Die ferritische Ausgangsprobe wurde dazu in den teilumgewandelten Zustand überführt und eine EBSD-Messung im entsprechenden Temperaturbereich durchgeführt. Die Untersuchungen zur Orientierung der Korngrenzebenen fanden dann bei Raumtemperatur statt. Der Austenit, der sich bei hohen Temperaturen bildet, löst sich während des Abkühlens der Probe wieder auf. Bei dieser Herangehensweise musste die Veränderung in der Mikrostruktur zwischen der Hochtemperatur EBSD-Messung und der nachfolgenden Untersuchung bei Raumtemperatur so gering wie möglich sein. Nur wenn dies gewährleistet ist, konnte davon ausgegangen werden, dass die Orientierung der Korngrenzebenen bei Raumtemperatur der Orientierung bei hohen Temperaturen entsprach. Um diese Konstellation einzustellen, wurde die ferritische Ausgangsprobe für 30 Stunden bei 780°C im Fingerofen unter Vakuum geglüht. Hierbei stellte sich ein sehr grobkörniges und stabiles Gefüge ein. Die Hochtemperatur EBSD-Messung (Abb. 5.27a) wurde, um die Gefügeänderungen so gering wie möglich zu halten, innerhalb von 15min. durchgeführt. Es wurde darauf geachtet, dass der Umwandlungsgrad (hier 4% Austenit) nicht zu hoch ist, um eine eindeutige Zuordnung zwischen Mutter- und

Produktkörnern zu ermöglichen und die Gefügeänderung so gering wie möglich zu halten. Nachfolgend wurde bei Raumtemperatur der gleiche Probenbereich nochmals mittels EBSD (Abb. 5.27b) gemessen. Dies geschah, um die leichten Veränderungen im Gefüge, die trotz der vorsichtigen Herangehensweise nicht vollständig vermieden werden konnten, besser beurteilen zu können.

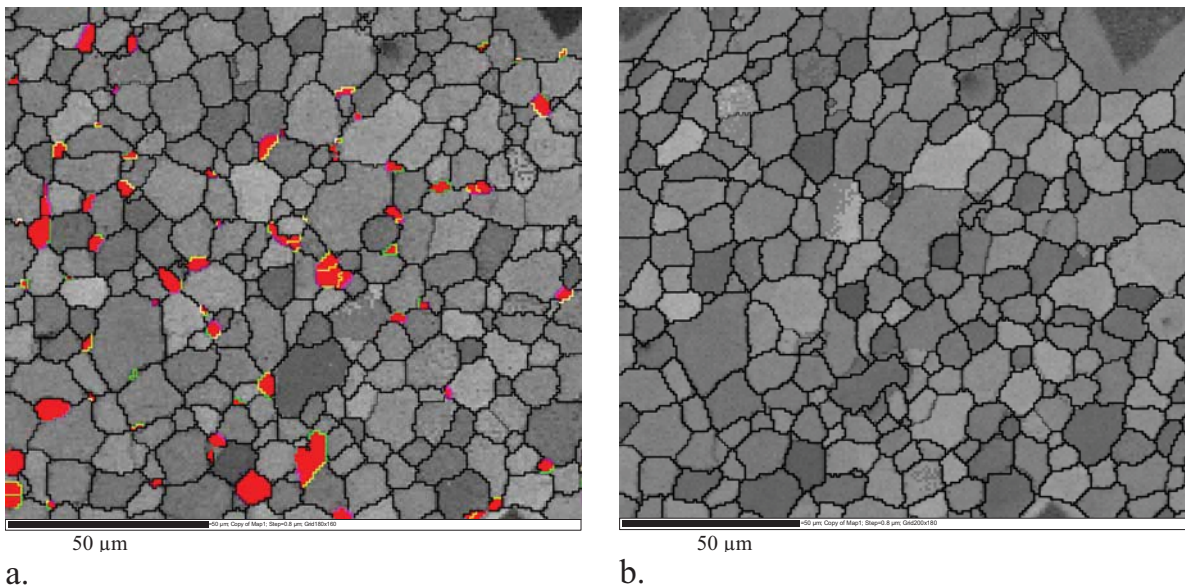


Abb. 5.27: a. EBSD-Map der teilumgewandelten ferritischen Probe, b. EBSD-Map des Ferrits bei Raumtemperatur.

Auf Basis dieser Daten wurde entschieden, welche Tripelpunkte und Korngrenzen zur Untersuchung in Frage kommen. Die entscheidenden Kriterien waren, dass neben einer erfolgten Keimbildung die Mikrostruktur im betrachteten Bereich nahezu unverändert blieb.

5.4.3 Berechnung der Korngrenzeninklination

Aus der Abbildung 5.27 ist ersichtlich, dass ein Teil der Orientierungsinformation der Korngrenzebene in Form der Korngrenzebenen Spur schon vorliegt. Um die Orientierung der Korngrenzebene bezüglich des Probenkoordinatensystems eindeutig zu definieren, wird noch die Inklination der Korngrenzebenen benötigt. Hierzu wurde eine genau definierte Schichtdicke der Probenoberfläche abgetragen und nachfolgend der Versatz der Korngrenzebenen ermittelt. Dieses Verfahren wurde mehrfach

wiederholt und lieferte dadurch die benötigte Inklination der Korngrenzebenen. Nachfolgend wird im Detail beschrieben wie dabei vorgegangen wurde.

Die ferritische Ausgangsprobe (10x7mm) wurde mittels Mikrohärteeindrücke (Vickers) markiert. Es wurden 10 Härteeindrücke in einem regelmäßigen Raster auf die Probenmitte aufgebracht. Diese Härteeindrücke erleichterten einerseits das Auffinden des mittels EBSD gemessenen Bereiches, andererseits konnte hierüber der Tiefenabtrag durch das mechanische Polieren bestimmt werden. Da die Diamantpyramide der Mikrohärtemessung nach Vickers einen genau definierten Öffnungswinkel besitzt konnte, über die Reduzierung des Durchmessers beim Polieren, die Dicke (Abb. 5.28) der abgetragenen Schicht recht einfach berechnet werden.

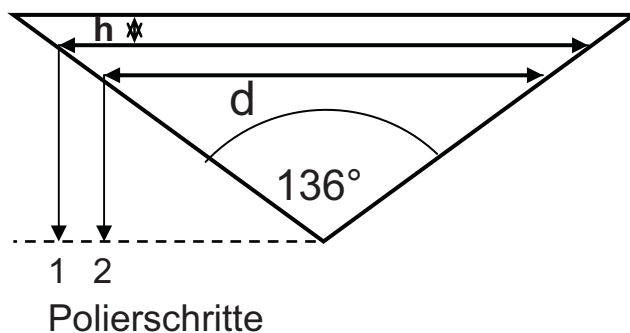


Abb. 5.28: Reduzierung des Durchmessers d der Diamantpyramide liefert die Information über die abgetragene Schichtdicke h .

Die Probe wurde zum Polieren eingebettet und bei niedrigen Drücken mit einem $1\mu\text{m}$ Diamanttuch (2min.) und nachfolgend noch mit einem $0,25\mu\text{m}$ Diamanttuch (5min.) mechanisch poliert (Buehler/Phoenix 4000). Darauf wurde die Probe, durch Auflösen des Einbettmittels mit Aceton, ausgebettet. Nun wurden die Härteeindrücke neu vermessen und die abgetragene Schichtdicke bestimmt. Durch die große Anzahl an Härteeindrücken, konnte dieser Wert mit einer recht guten Genauigkeit ($\pm 10\%$) bestimmt werden und zudem überprüft werden, ob das Polieren auch gleichmäßig erfolgte.

Im nächsten Schritt wurde das Gefüge erneut am Rasterelektronenmikroskop gemessen. Da die Orientierungsinformation schon vorhanden war und die benötigte sehr geringe Schrittweite bei der EBSD-Messung, zu sehr langen Messzeiten geführt hätte, wurde entschieden, das Gefüge über Orientierungskontrastmessungen (Schrittweite $0,1\mu\text{m}$) abzubilden. Der Kontrast zwischen den einzelnen Körnern ergibt sich dabei durch ihre unterschiedlichen Orientierungen und der damit verbundenen ungleichen Ablenkung der energiereichen Primärelektronen. Durch diese Messungen konnte das Gefüge mit einer ausreichenden Genauigkeit erfasst werden. Um eine hinreichende Genauigkeit dieser Herangehensweise zu gewährleisten, war es zudem wichtig, dass die Probe immer auf die exakt gleiche Weise in den Probenhalter des Elektronenmikroskops eingesetzt wurde. Nach erfolgter Orientierungskontrastmessung wurde die Probe erneut eingebettet und mechanisch poliert.

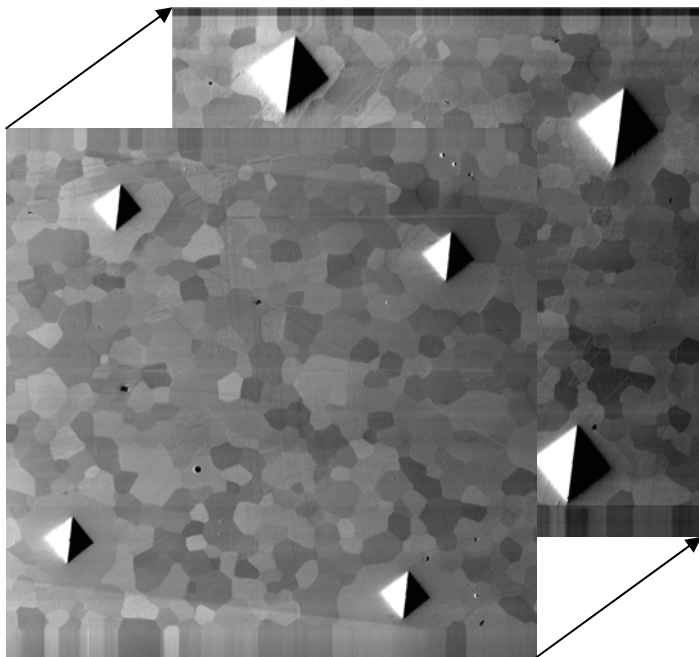


Abb. 5.29: Beispiel für die Überlappung zweier OC-Messungen.

Es wurden insgesamt drei Poliervorgänge mit nachfolgender Orientierungskontrastmessung durchgeführt. Durch die Überlappung der Orientierungskontrastbilder (transparent) (Abb. 5.29) in einem geeigneten Bildbearbeitungsprogramm (Paint Shop Pro7) konnte der Versatz der Korngrenzebene ermittelt werden. Die Härteeindrücke dienten dabei als Fixpunkte zum exakten

Überlappen der Bilder. Die abgetragenen Schichtdicken sind in Abbildung 5.30 angegeben.

Die Ergebnisse wurden durch verschiedene Faktoren beeinträchtigt. Es sind zu erwähnen: Genauigkeit der Durchmesserbestimmung der Mikrohärteeindrücke, schräges Polieren, Probeneinbau im REM, Drift während der Orientierungskontrastmessung, Messauflösung der Orientierungskontrastmessung. Bei einer zu groben Messauflösung (Schrittweite zwischen den Messpunkten) lässt sich der Versatz der Korngrenzebene nicht mehr exakt genug bestimmen und führt damit zu sehr ungenauen Werten der Korngrenzeninklination.

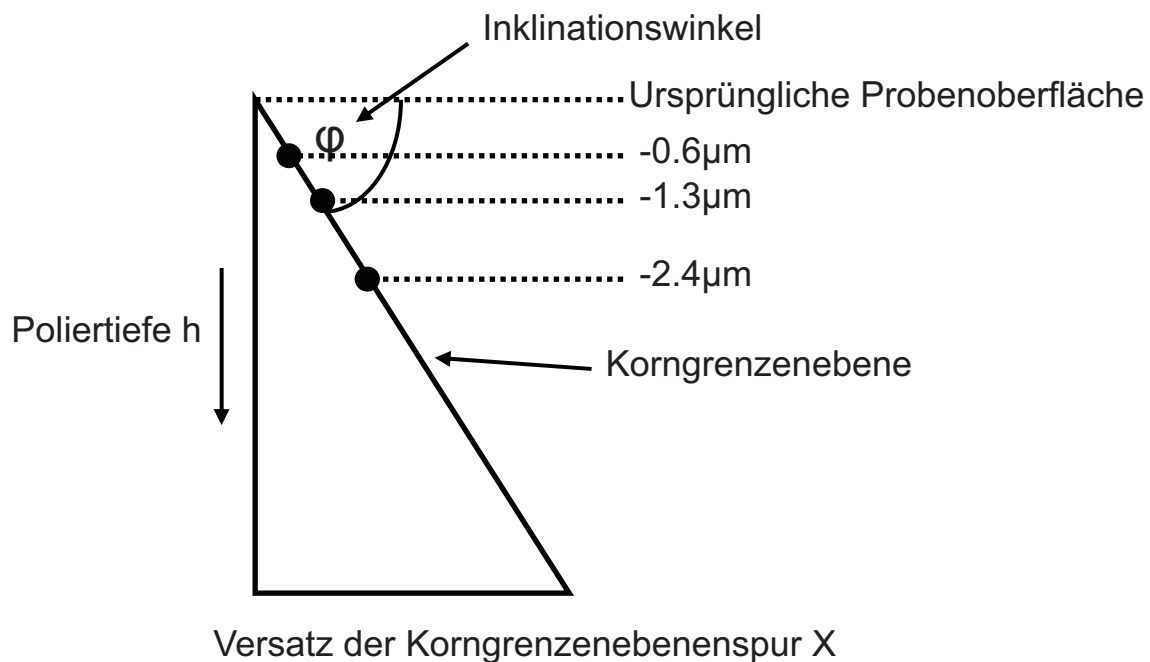


Abb. 5.30: Zusammenfassende Darstellung der Inklinationsbestimmung einer Korngrenzebene

5.4.4 Ergebnisse

Es wurde speziell die Keimbildung an Tripelpunkten, aber auch an Korngrenzen während der α - γ Phasenumwandlung untersucht. Die Keimbildung eines Austenits mit einer guten K-S Orientierungsbeziehung zu zwei der benachbarten Ferritkörner ist der

am häufigsten beobachtete Fall. Inwieweit die Korngrenzenebene die Keimbildung für diesen Fall beeinflusst wurde folgendermaßen ermittelt.

Es liegen folgende Information aus den vorhergehenden Messungen vor: Orientierung aller drei Ferrite (A, B, C) am Tripelpunkt und die dort entstandene Austenitorientierung, Orientierung der Korngrenzenebenen, Mutterkörner nach der K-S Beziehung. Es wird im ersten Ansatz von einer Keimbildung an der Korngrenze zwischen den beiden Mutterkörnern ausgegangen. Die K-S Beziehung besagt, dass eine der kristallographischen $\{110\}$ -Ebenen des Ferrits parallel zu einer $\{111\}$ -Ebene des Austenits ist. Während der α - γ Phasenumwandlung entsteht auf einer der $\{110\}$ -Ebenen des Ferrits also ein neuer austenitischer Keim. Durch die vorhandenen Orientierungsinformationen ist es nun möglich, für beide Mutterorientierungen die zugehörige K-S Variante zu finden. Jeder Variante kann nun die entsprechende $\{110\}$ -Ebene des Ferrits zugewiesen werden (siehe Tab. 5.4).

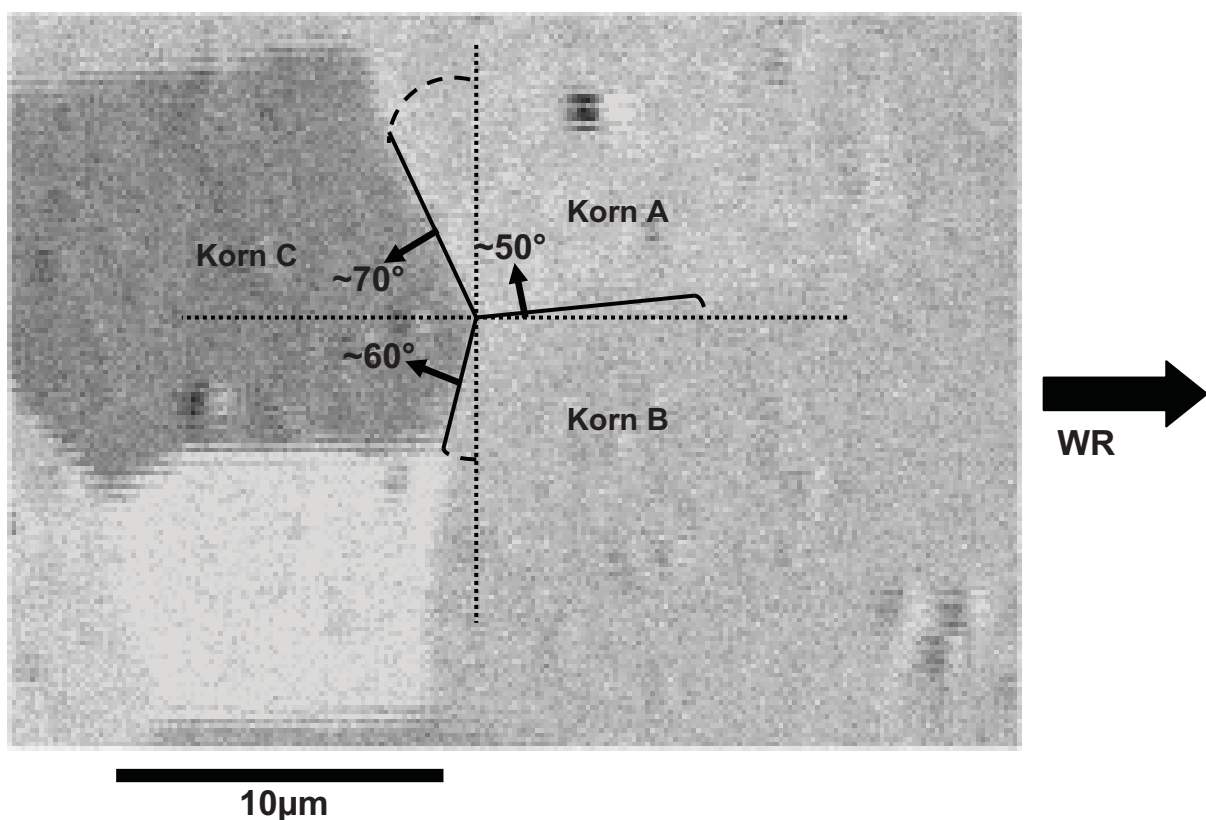


Abb. 5.31: OC-Bild eines untersuchten Tripelpunktes mit dem benötigten Informationen, die Orientierung der Ferritkörner und der Winkel der Korngrenzenebenen wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht angegeben.

Dadurch sind die Orientierungen der kristallographischen $\{110\}$ -Keimbildungsebenen beider Mutterkörner bekannt. In den meisten Fällen wurde ein Tripelpunkt (Abb. 5.31) ausgewählt, an dem die Keimbildung eines Austenits mit zwei ferritischen Mutterkörnern erfolgte und die Gefügeänderung während des Glühprozesses so gering wie möglich war. Im angegebenen Fall (TP7 in Tab. 5.7) wurden Korn A (Eulerwinkel: 8.3° 31.7° 40.1°) und B (Eulerwinkel: 157.6° 22.7° 57.3°) als Mutterkörner identifiziert. Über eine Desorientierungsberechnung unter zu Hilfenahme der K-S Beziehung konnte für beide Orientierungen die Variante (24 mögliche nach K-S) bestimmt werden, die der tatsächlich entstandenen Austenitorientierung am nächsten kommt. So konnte im vorliegenden Fall ermittelt werden, dass das Korn A die Variante 1 und das Korn B die Variante 5 ausgebildet hatte. Jede Variante konnte der Ebenenkorrelation nach K-S entsprechend, nun eine der kristallographischen $\{110\}$ -Ebenen zugeordnet werden.

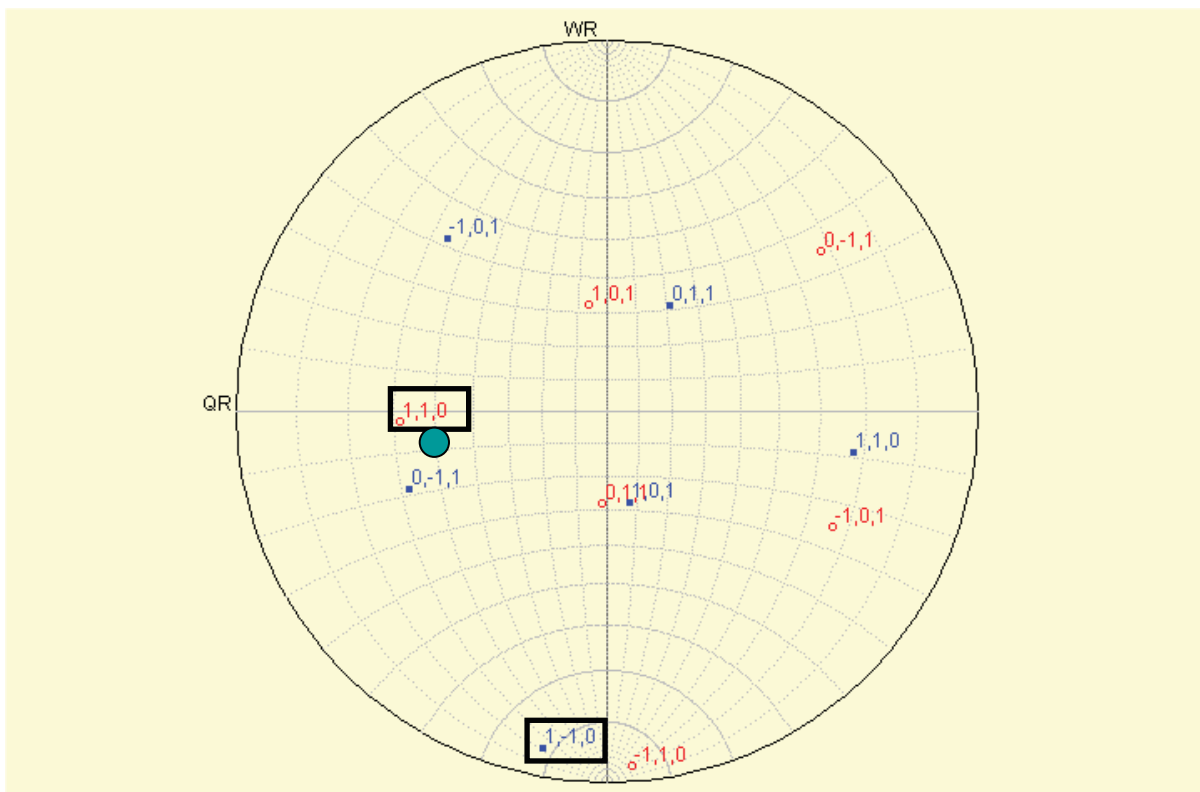


Abb. 5.32: $\{110\}$ -Polfigurdarstellung der Orientierungen von Korn A (rot), B (blau) und der Korngrenzebene (grün), die potentiellen Keimbildungsebenen beider Körner sind eingerahmt.

Diese {110}-Ebenen werden im Folgenden auch als kristallographische Keimbildungsebenen bezeichnet. Für das Korn A wurde die (110)-Ebene und für das Korn B die (1-10)-Ebene ermittelt. Aus der Abbildung 5.31 ist zudem die Orientierung der Korngrenzebene zwischen Korn A und B ersichtlich. Die Orientierung der potentiellen Keimbildungsebenen beider Körner und die der Korngrenzebene werden nun verglichen. Es wurde, um eine gute Anschaulichkeit zu ermöglichen, eine Polfigurdarstellung (Abb. 5.32) gewählt.

Die Ergebnisse des Orientierungsvergleichs zeigen, dass die (110)-Keimbildungsebene des Korns A eine geringe Desorientierung ($\sim 10^\circ$) zur Korngrenzebene besitzt. Die (1-10)-Keimbildungsebene des Korns B zeigt dagegen eine sehr große Desorientierung ($\sim 73^\circ$).

Dieser Ansatz zur Auswertung der Messdaten wurde für alle untersuchten Tripelpunkte und Korngrenzen angewandt. Die Ergebnisse dieser Auswertung wurden in Tabelle 5.7 zusammengefasst.

TP / KG	Orientierungen Mutterkörner Eulerwinkeltripel [°]	Orientierung Austenit Eulerwinkeltripel [°]	K-S Var	Keimbildungs-ebene	Des-orientierung zur KGE
KG1	A: 184.1 8.8 33.2	290.9 43.6 9.3	3	(-110)	60°
	B: 2.0 44.8 67.3		8	(-1-10)	15°
KG2	A: 228.4 33.4 45.2	253.6 18.3 65.2	13	(10-1)	16°
	B: 165.2 45.4 79.3		5	(1-10)	62°
KG3	A: 331.2 44.6 50.0	36.0 36.9 80.1	5	(1-10)	9°
	B: 318.5 53.0 42.8		20	(0-11)	69°
TP1	A: 192.3 41.6 38.3	106.6 38.0 28.8	3	(-110)	18°
	B: 11.6 36.9 29.9		17	(011)	53°

5.4 Messung der Korngrenzebenenorientierung

TP2	A: 185.9 8.6 31.4	56.3 44.0 68.7	12	(-101)	20°
	B: 289.6 49.9 49.2		12	(-101)	90°
TP3	A: 312.8 42.0 51.5	43.0 44.8 74.2	20	(0-11)	42°
	B: 117.5 25.3 82.8		9	(101)	80°
TP4	A: 157.0 37.4 50.3	139.5 32.8 17.4	21	(01-1)	7°
	B: 357.8 17.8 54.9		2	(110)	5°
TP5	A: 193.9 43.8 51.4	280.8 21.6 56.8	14	(10-1)	73°
	B: 20.5 46.4 59		21	(01-1)	8°
TP6	A: 55.7 49.4 45.4	174.6 38.1 3.6	12	(-101)	16°
	B: 8.1 32.1 40.2		16	(-10-1)	63°
TP7	A: 8.3 31.7 40.1	239.4 23.1 63.9	1	(110)	10°
	B: 157.6 22.7 57.3		5	(1-10)	73°
TP8	A: 180.3 23.3 40.9	266.4 24.8 62.8	19	(0-11)	44° (A-B)/ 18° (A-C)
	B: 30.5 36.3 32.7		6	(1-10)	40° (B-A)/ 43° (B-C)
	C: 183.2 35.6 50.6		18	(011)	60° (C-A)/ 52° (C-B)
TP9	A: 346.1 20.0 43.5	113.1 24.2 28.8	2	(110)	6°

Tab. 5.7: Ergebnisse der Untersuchungen von Tripelpunkten (TP) und Korngrenzen (KG) unterschiedlicher Charakteristik.

Für alle untersuchten Tripelpunkte (TP) und Korngrenzen (KG) wurden die entsprechenden Mutterorientierungen angegeben. Die entstandene Austenitorientierung wurde ebenfalls eingetragen. Des Weiteren enthält die Tabelle die berechnete K-S Variante und die dazugehörige kristallographische $\{110\}$ -Keimbildungsebenen. In der letzten Spalte wurde der Desorientierungswinkel zwischen der betrachteten Keimbildungsebene und der entsprechenden Korngrenzebene (KGE) angegeben.

Die Ergebnisse der KG1-3 und TP1-2 und 4-7 zeigen, dass je eine der beiden kristallographischen $\{110\}$ -Keimbildungsebenen der Ferritorientierungen eine geringe Desorientierung zur Korngrenzebene besitzt. TP4 zeigt sogar für beide Keimbildungsebenen eine geringe Desorientierung. Nur TP3 fällt aus dieser Systematik heraus. Die Desorientierung zur Korngrenzebene ist in den meisten Fällen sehr gering und erreicht maximale Werte von 20° (TP2). Mit TP8 wurde ein Tripelpunkt mit drei Mutterkörnern untersucht. In diesem Fall verkomplizierte sich die Betrachtung etwas. Die Keimbildung des Austenites konnte an jeder der drei Korngrenzen des Tripelpunktes erfolgt sein, daher mussten auch alle Korngrenzenkombinationen (A-B, A-C, B-C) untersucht werden. Die kristallographische $\{110\}$ -Keimbildungsebene von Korn A (0-11) musste daher mit der Korngrenzebene A-B und A-C verglichen werden. Das gleiche erfolgte auch für die anderen Keimbildungsebenen. Bei TP8 zeigte sich, dass für die (0-11)-Keimbildungsebene eine geringe Desorientierung (KG: A-C mit 18°) auftrat. Mit TP9 wurde ein Tripelpunkt untersucht an dem nur ein Mutterkorn ermittelt werden konnte. Auch hier wurde ein geringer Desorientierungswinkel gefunden.

5.5 Zusammenfassung

Die hier durchgeführten Untersuchungen zeigten, dass die Keimbildung an Tripelpunkten mit einer K-S Orientierungsbeziehung zu meist zwei der Nachbarkörner erfolgte. Zudem besaß eine der kristallographischen Keimbildungsebenen fast immer eine geringe Desorientierung zur Korngrenzebene.

Die Texturbestimmung bei fortschreitender Phasenumwandlung hat ergeben, dass die Endtextur im Wesentlichen schon während der Keimbildung feststeht. Die Variantenselektion für verschiedene Ferritorientierungen wurde im teilumgewandelten Gefüge bestimmt und zeigte in allen Fällen eine signifikante Ungleichverteilung. Der Einfluss der Zwillingsbildung auf die Austenittextur wurde als gering ermittelt.

Mikrostrukturelle Besonderheiten traten vor allem für die Rückumwandlung in den Ferrit auf. Neben der starken Kornvergrößerung im Vergleich zum ferritischen Ausgangsgefüge, zeigte sich auch ein ungewöhnlich hoher Anteil an Zwillingsgrenzen.

Eine Eigenspannungsuntersuchung hatte ergeben, dass das Gefüge nach der Rekristallisationsglühung im Wesentlichen frei von Makrospannungen war.

6 Berechnungen zur Vorhersage der Variantenselektion

Im ersten Teil dieses Kapitels wird die Variantenselektion und Textur einzelner Ferritorientierungen auf Basis der neu gewonnenen Erkenntnisse ermittelt. Daraufhin wird im zweiten Teil die Texturvorhersage für den kompletten α - γ - α Umwandlungszyklus durchgeführt.

6.1 Variantenselektion einzelner Ferritorientierungen

Die in Kapitel 5.3.8 beschriebene Variantenselektion von fünf ausgesuchten Ferritorientierungen wird mit den neu zur Verfügung stehenden Erkenntnissen vorhergesagt. Es werden dabei 3 Orientierungen der α_{krz} -Faser und 2 Orientierungen der γ_{krz} -Faser betrachtet.

6.1.1 Berechnungsansatz

Im Kapitel 5 konnte gezeigt werden, dass zur Keimbildung des Austenits meistens mehr als ein Mutterkorn vorhanden sein muss. Aufgrund der vorliegenden Textur besitzt nun jede der 24 K-S Varianten einer ferritischen Mutterorientierung eine gewisse Wahrscheinlichkeit an einem Tripelpunkt eine oder zwei weitere potentielle Mutterorientierung(en) zu finden. Dieses führt zu einem Ungleichgewicht in der Keimbildungswahrscheinlichkeit der einzelnen K-S Varianten und damit zur Variantenselektion. Eine Austenitorientierung mit nur einem Mutterkorn trägt somit nicht zur Variantenselektion bei.

Zur Berechnung wurde ein typisches ferritisches Ausgangsgefüge mittels EBSD gemessen. Die vorhandenen Mikrostruktur- und Orientierungsdaten (ca. 3000 Tripelpunkte) konnten nun für die Vorhersage der Variantenselektion genutzt werden. An jedem Tripelpunkt wurden für die drei dort angrenzenden Ferritkörner (A-C) deren 24 Produktorientierungen (Varianten) nach K-S berechnet. Darauf wurden die

Desorientierungen der jeweils 24 Varianten der einzelnen Ferritkörner gegeneinander gerechnet (A-B, A-C, B-C). Bei einer Desorientierung $<10^\circ$ zwischen zwei Varianten zweier Ferritorientierungen wurden die entsprechenden Variantenpaare als mögliche Produktorientierungen angesehen und in die Produktliste eingetragen. Eine Desorientierung von 10° wurde als Grenze gewählt, da die Auswertung der teilumgewandelten Gefüge (Austenit an ferritischen Tripelpunkten) eine maximale Abweichung in diesem Bereich zeigte. Jede Produktvariante wurde ihrer Mutterorientierung zugewiesen. Da an einem Tripelpunkt aber auch alle drei Ferritkörner (A-B-C) ein Variantentripel mit einer Desorientierung kleiner als 10° bilden können, wurde auch dieser Fall mit betrachtet. Es ergab sich für die Auswertung der Tripelpunkte daher folgender Verlauf. Die Keimbildung an einem Tripelpunkt mit drei potentiellen Mutterkörnern wurde bevorzugt. An solchen Tripelpunkten wurde keine weitere Keimbildung mit zwei Mutterkörnern mehr erlaubt. Der nächste Fall war eine Keimbildung mit 2×2 Mutterkörnern (A-C+A-B, A-B+B-C, A-C+B-C). An Tripelpunkten, an denen weder drei noch 2×2 potentielle Mutterkörner gefunden wurden, konnte noch eine Keimbildung durch eine einfache Kombination (A-B, A-C, B-C) erfolgen. So konnten für jeden Tripelpunkt im Gefüge die möglichen Varianten/Produktorientierungen bestimmt werden. Durch diese Vorgehensweise konnten einem Tripelpunkt bzw. den angrenzenden Ferritorientierungen häufig eine größere Anzahl an möglichen Produktorientierungen zugewiesen werden. Auch die so erstellte Liste an Ferrit-Austenit Korrelationen (K-S Beziehung) konnte wieder nach einer beliebigen Ferritorientierung (inklusive der Angabe einer gewissen Streubreite) gefiltert werden.

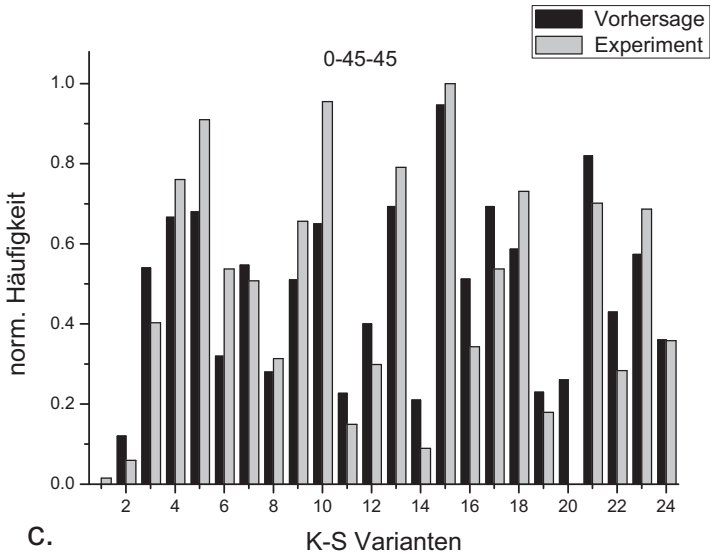
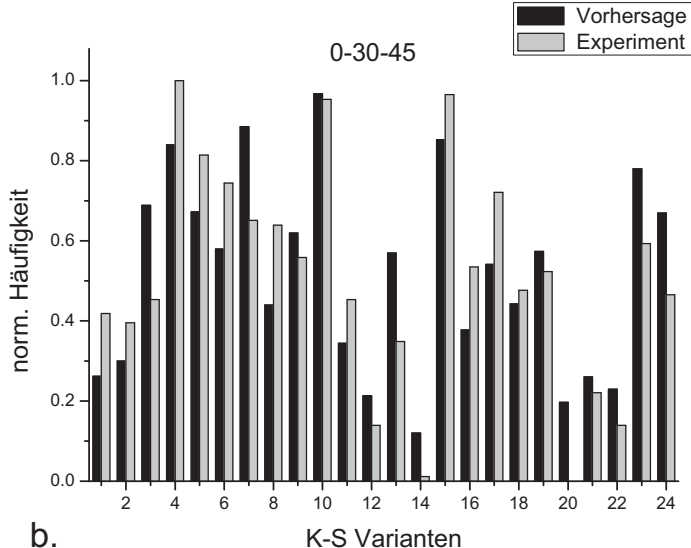
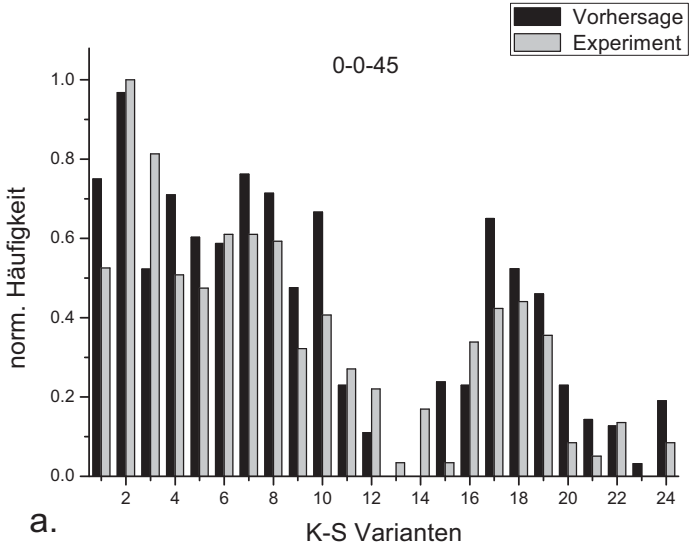
Welche Variante/Orientierung sich lokal tatsächlich bildet, hängt dagegen von der Orientierung der Korngrenzenebene ab (Kap. 5.4.2). Da die Orientungsverteilung der Korngrenzenebenen im geglähten Ausgangsmaterial als regellos angenommen wurde, konnte die Variantenselektion allein über die vorhandenen Mikrostruktur- und Orientierungsdaten bestimmt werden. Bei einer größeren Anzahl an möglichen Variantenpaaren eines bestimmten Tripelpunktes im Gefüge sollte sich jedes Variantenpaar bei ausreichender Anzahl an Tripelpunkten mit ähnlicher Charakteristik

(Kombination der 3 Ferritorientierungen) auch tatsächlich bilden können. Eine Statistik der Keimbildungswahrscheinlichkeit, die dadurch bezüglich der Tripelpunkte erstellt wurde, sollte daher eine gute texturbasierte Vorhersage der Variantenselektion liefern können.

6.1.2 Vorhersage der Variantenselektion

Die experimentellen und die vorhergesagten Werte wurden normiert und in Histogrammen vergleichend aufgetragen (Abb. 6.1a-e). Die Eulerwinkel der ferritischen Mutterorientierung sind als Zahlentripel im jeweiligen Diagramm angegeben.

Vorhersage und Experiment zeigen eine gute Übereinstimmung. Sowohl die Variantenverteilung der α_{krz} -Faser Orientierungen als auch die der γ_{krz} -Faser werden durch das Modell gut beschrieben. Dennoch zeigt sich für einige der 24 K-S Varianten einer jeden ferritischen Mutterorientierung eine etwas größere Abweichung zwischen Vorhersage und den experimentellen Daten. Die Abweichung tritt dabei nicht nur bei den schwächeren Varianten auf. Eine nicht ausreichende Statistik kann daher nur bedingt der Grund für die vorhandenen Abweichungen sein und möglicherweise noch die Differenz bei den schwächeren Varianten erklären. Wahrscheinlicher sind dahingegen Fehlzuordnungen bei den experimentellen Werten aufgrund der zugewiesenen Desorientierungen (10° Streubreite für die Ferritorientierung, 10° max. Desorientierung von der idealen K-S Beziehung). Durch diese erlaubten Abweichungen kann z.B. eine schwache Variante die Desorientierungen einer starken Nachbarvariante zugeordnet bekommen. Eine starke Variante kann auf diese Weise aber auch geschwächt werden. Eine Vermeidung dieses „Verschmierungseffekts“ durch eine Reduzierung der erlaubten Abweichungen war nicht möglich, da dies zu einer ungenügenden Variantenstatistik geführt und somit die Aussagekraft der experimentellen Daten stark eingeschränkt hätte.



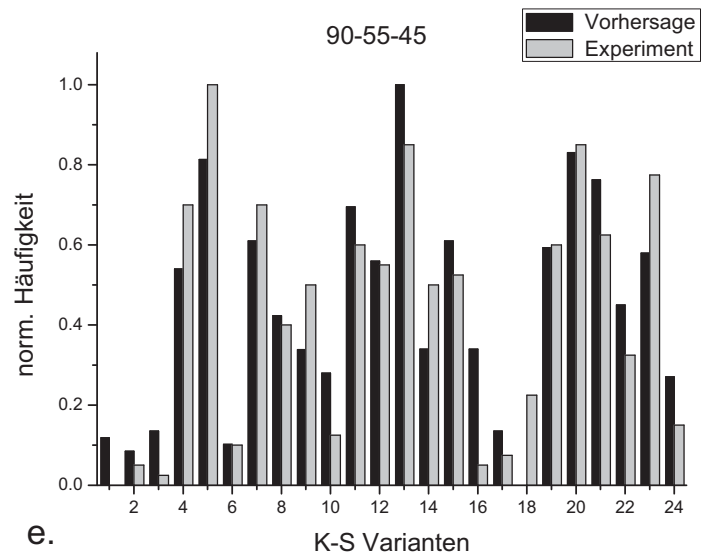
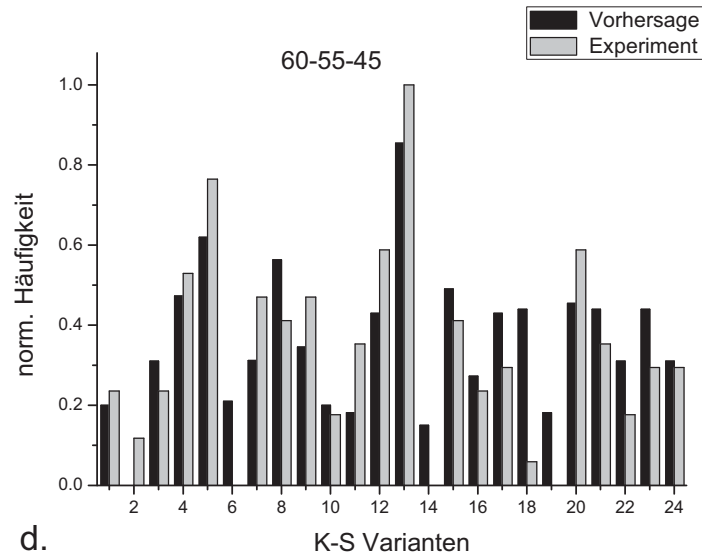


Abb. 6.1a-e: Vergleich zwischen Vorhersage und experimentellen Daten der Verteilung der 24 K-S Varianten, für die ausgesuchten Ferritorientierung der α_{krz} -Faser und γ_{krz} -Faser.

Die hier definierten erlaubten Abweichungen stellen ein Optimum zwischen Genauigkeit und statistischer Signifikanz dar. Im vorliegenden Fall wurde aufgrund fehlender experimenteller Daten zudem die Annahme gemacht, dass die Verteilung der Korngrenzebenen im Gefüge regellos ist. Falls es doch eine gewisse Ungleichverteilung gibt, dann könnte dies ebenfalls die Abweichungen erklären.

6.2 Texturvorhersage

6.2.1 Berechnungsansatz

Die Vorgehensweise, die in Abschnitt 6.1.1 beschrieben wurde, gilt auch gleichermaßen für die Texturberechnung. Die an den Tripelpunkten ermittelten Produktorientierungen wurden in eine Orientierungsdatei zusammengefasst und mittels einer am IMM entwickelten Textursoftware (Gauß) berechnet. Aus den beiden nah beieinander liegenden möglichen Produktorientierungen (Variantenpaar) zweier Mutterkörner wurde zur Vereinfachung eine mittlere Orientierung berechnet.

Bei gegebener Mikrostruktur- und Orientierungsinformation (EBSD-Map) ist die Berechnung der Umwandlungstexturen damit für die Hin- und Rückumwandlung möglich und wurde hier auch durchgeführt. Die Berechnung der Textur erfolgte unter der Einschränkung, dass jeder sich bildenden Orientierung der gleiche Flächeninhalt zugeordnet wurde.

Neben den experimentellen und den nach K-S mit Variantenselektion dargestellten Texturen wurde zum Vergleich ebenfalls die jeweilige Umwandlungstextur nach K-S ohne Variantenselektion bestimmt. Hierzu wurde die entsprechende Orientierungsverteilung der Ausgangsphase mittels der K-S Relation ($90^\circ/\langle 112 \rangle$) in die Orientierungsverteilung der Produktphase überführt.

6.2.2 Vorhersage der α - γ Umwandlungstextur

Die Texturen werden nachfolgend als ODF und in Form von Fasern und Skelettlinien dargestellt. Die Streubreite für die Gaußberechnung betrug in allen Fällen 5° .

Die Textur der ferritischen Ausgangsphase (Abb. 6.2a, 6.3a) hat ihre maximale Intensität in der Nähe der inv. Messinglage $\{112\}\langle 110 \rangle$ auf der α_{krz} -Faser. Die γ_{krz} -Faser ist gleichmäßig schwach belegt.

Die experimentell (EBSD) ermittelte Austenittextur (Abb. 6.2b, 6.3b) besitzt eine sehr gleichmäßig belegte β_{kfz} -Skelettlinie mit einer leichten Bevorzugung der Cu-Lage $\{112\}\langle 111 \rangle$. Die maximalen Intensitäten auf der α_{kfz} -Faser liegen bei der Gosslage

$\{011\}\langle 100\rangle$ und der Messinglage. Insgesamt ist die austenitische Umwandlungstextur etwas schwächer als die ferritische Ausgangstextur.

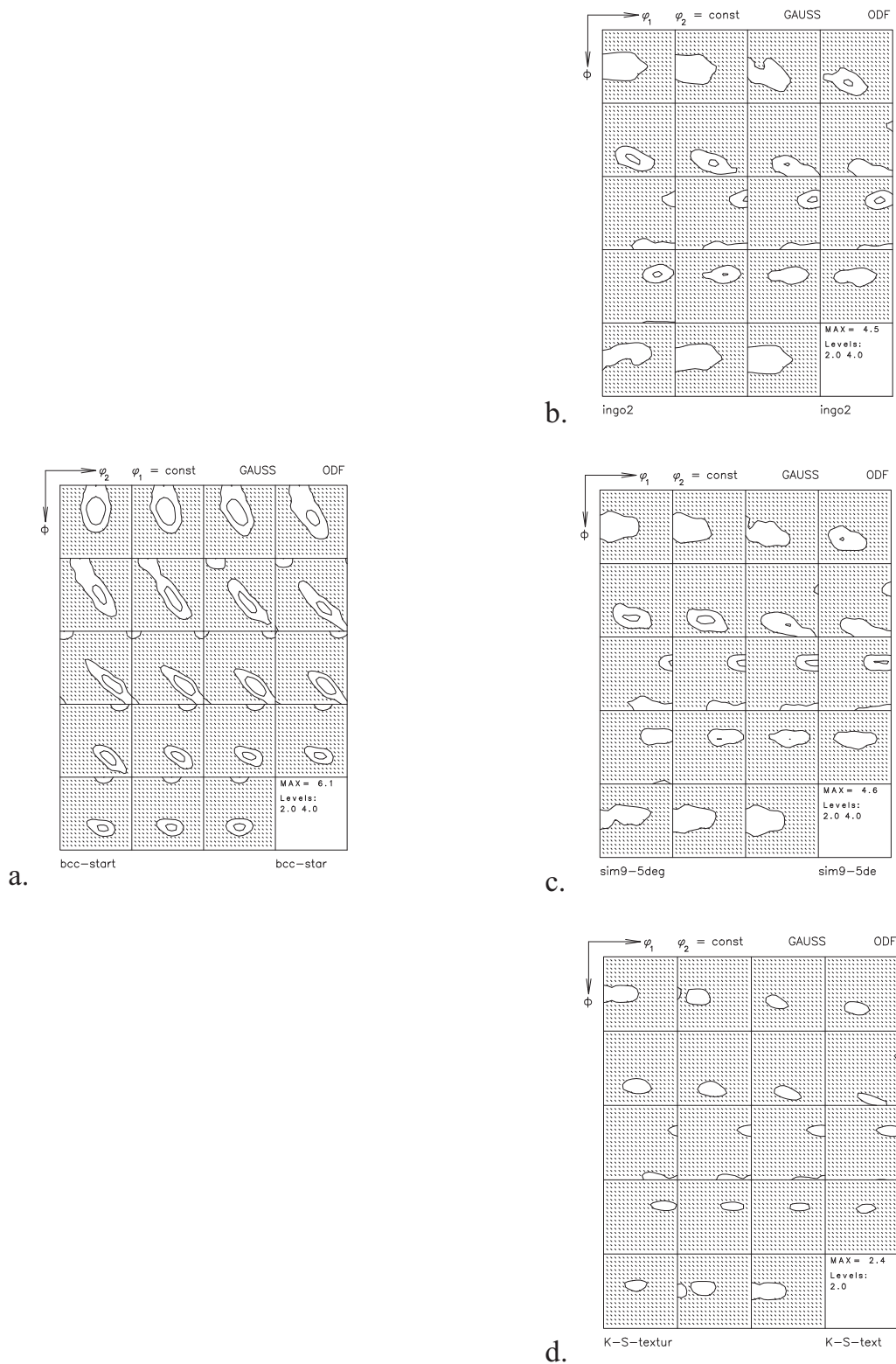


Abb. 6.2a-d: ODF der a. Ausgangstextur, b. experim. Austenittextur, c. vorhergesagten Austenittextur mit Variantenselektion, d. Austenittextur ohne Variantenselektion.

6 Berechnungen zur Vorhersage der Variantenselektion

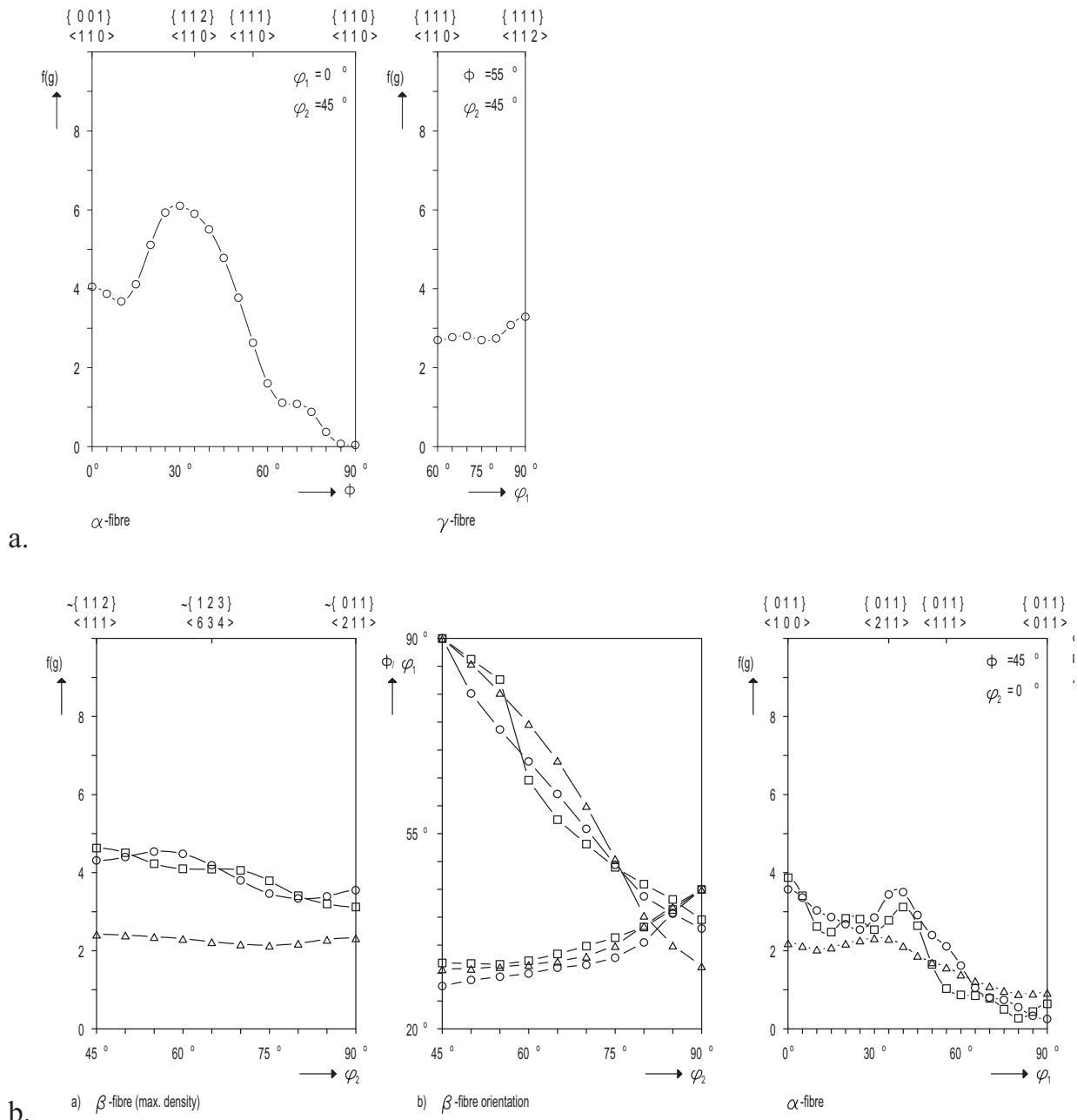


Abb. 6.3a-b: a. α_{krz} -Faser und γ_{krz} -Faser Darstellung der ferritischen Ausgangstextur, b. β_{kfz} -Skelettlinien und α_{kfz} -Faser Darstellung der experimentellen (\circ), der vorhergesagten (\square) und der ohne Variantenselektion (Δ) ermittelten Austenittexturen.

Die mit Variantenselektion vorhergesagte austenitische Umwandlungstextur ist in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Daten. Die experimentellen Orientierungen entlang der β_{kfz} -Skelettlinie werden sehr gut vorhergesagt, nur auf der α_{kfz} -Faser gibt es leichte Abweichungen. Die Texturvorhersage mit der K-S Orientierungsbeziehung ohne Berücksichtigung der Variantenselektion fällt für die α_{kfz} -Faser aber vor allem für die β_{kfz} -Skelettlinie viel zu schwach aus.

6.2.3 Vorhersage der γ - α Umwandlungstextur

Die Berechnung der rückumgewandelten Ferrittextur erfolgte über den gleichen Ansatz wie schon in Abschnitt 6.2.1 beschrieben. Es handelt sich hier, um eine durchgängige Vorhersage eines Umwandlungszyklus. Das bedeutet, dass die in Abschnitt 6.2.2 mittels Hochtemperatur in-situ EBSD gemessene Austenittextur, nun die Ausgangstextur/-mikrostruktur für die Rückumwandlung darstellt. Auf eine Darstellung der ODF's wurde aufgrund der schwachen Texturen verzichtet. Eine detailliertere Darstellung liefern die entsprechenden Texturfasern (Abb.6.4).

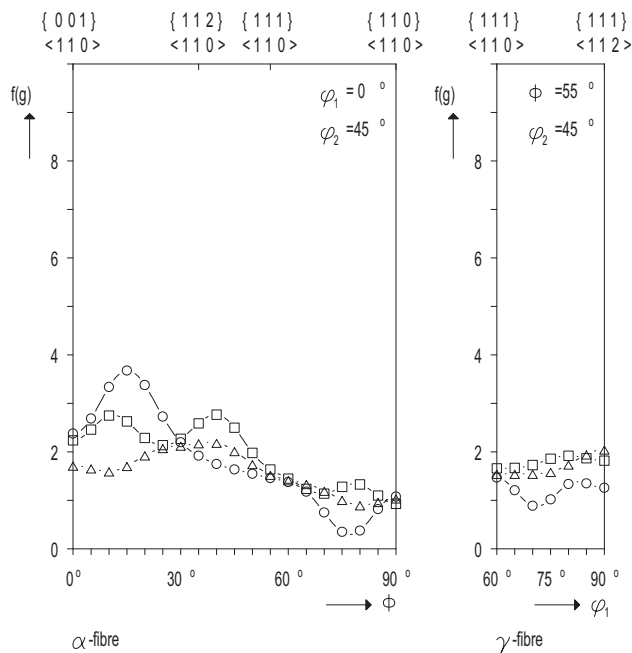


Abb. 6.4: α_{krz} -Faser und γ_{krz} -Faser Darstellung der experimentellen (\circ), der vorhergesagten (\square) und der ohne Variantenselektion (Δ) ermittelten Ferrittexturen.

Die rückumgewandelte Ferrittextur ist insgesamt relativ schwach. Die maximale Intensität auf der α_{krz} -Faser liegt zwischen der 45° rotierten Würfellage $\{001\}\langle 110 \rangle$ und der inv. Messinglage $\{112\}\langle 110 \rangle$. Die γ_{krz} -Faser ist fast regellos.

Auch für die Rückumwandlung zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen Vorhersage und Experiment. Durch die sehr schwachen Texturen ist aber auch die Vorhersage mittels der K-S Orientierungsbeziehung ohne Variantenselektion in vielen Faserabschnitten schon relativ gut. Die Abweichungen zwischen der Vorhersage mit

Variantenselektion und der experimentellen Ferrittextur könnten auch durch die etwas schlechtere Kornstatistik der experimentellen Daten zustande gekommen sein.

7 Diskussion

7.1 Vorbemerkung

Die im Kapitel 5 und 6 dargestellten Ergebnisse bilden die Grundlage für die nun folgende Diskussion. Der Schwerpunkt liegt darauf, die mikrostrukturellen Parameter, die zur Variantenselektion führen und damit maßgeblich die Umwandlungstextur bestimmen, herauszuarbeiten und physikalisch zu interpretieren. Die Zwillingsbildung, die Keimbildung und die Variantenselektion werden nachfolgend im Detail besprochen.

7.2 Zwillingsbildung

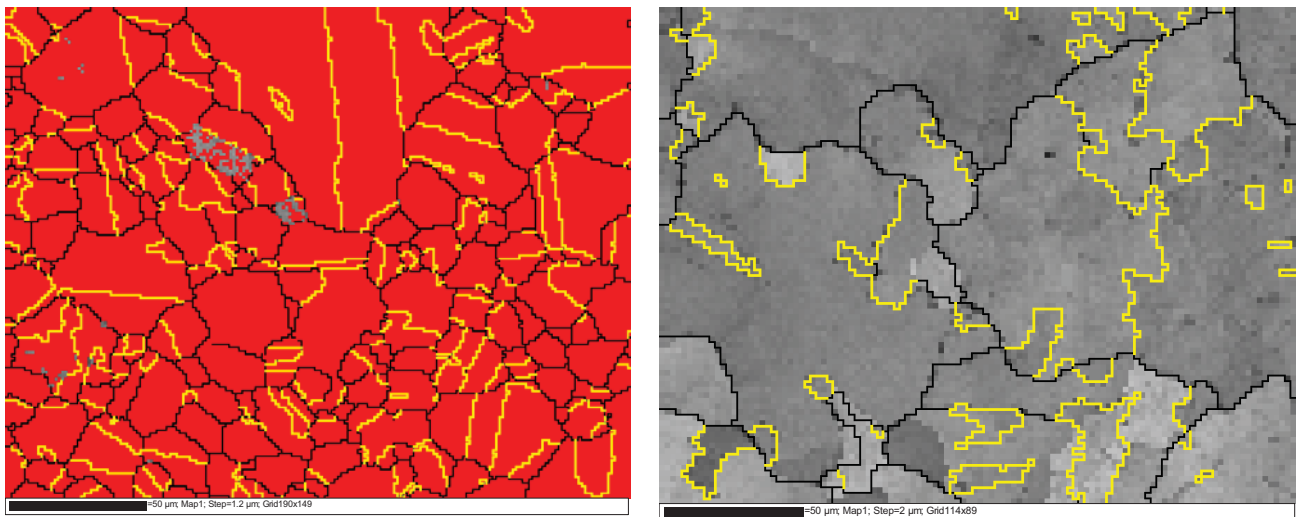
Der Einfluss der Zwillingsbildung auf die Texturentwicklung bei fortschreitender Phasenumwandlung ist eher schwach ausgeprägt. Trotz alledem ist die Zwillingsbildung ein wichtiges mikrostrukturelles Element, das es zu beachten gilt. Die Ergebnisse in Abschnitt 5.3.7 haben gezeigt, dass ein signifikanter Anteil an Zwillingen im Austenit die statistische Erfassung einer speziellen Orientierungsbeziehung (2-dimensional) erschweren kann. Der Grund ist dabei die meist nicht vorhandene Dreidimensionalität der Messung, welche zu einem Informationsverlust führt. Ein an der Probenoberfläche gemessenes verzwillingtes Austenitkorn kann seine Zwillingsene parallel zur Probenoberfläche haben und nicht als Zwilling erkannt werden. Die wirkliche Mutter-Tochter Beziehung bleibt in diesem Fall verborgen und eine Fehlzuordnung dieser verzwillingten Austenitorientierung verfälscht die Statistik zur Bestimmung der idealen Orientierungsbeziehung zwischen den beiden Phasen.

Interessant ist auch die Zunahme des Zwillingsanteils mit fortschreitender Phasenumwandlung. Es zeigt sich, dass insbesondere die größer gewachsenen Austenitkörner häufig eine Zwillingsbildung aufweisen. Der Mechanismus der

Zwillingsbildung ist dem Bereich der Wachstumswillinge zuzuordnen. Die Zwillingsgrenze entsteht hier durch eine zufällige Abweichung im atomistischen Aufbau während des Kornwachstums, welches zu einem Fehler in der Stapelfolge und somit zur Zwillingsbildung führt [Bäro 1972]. Die Wahrscheinlichkeit für diesen fehlerhaften Aufbau kann über die Stapelfehlerenergie abgeschätzt werden. Je niedriger die Stapelfehlerenergie $\gamma_{SF} \approx 2\gamma_Z$ ($\gamma_{SF} \approx 10\text{mJ/m}^2$ im Austenit), wobei γ_Z die Energie der Zwillingsgrenze ist, desto mehr tritt Zwillingsbildung auf. Dass mit zunehmender Korngröße auch der Anteil an Verzwilligung steigt, erscheint in diesem Zusammenhang ebenfalls plausibel. Die Wahrscheinlichkeit zur Zwillingsbildung ist zu jeder Zeit des Kornwachstums zwar gleich, durch die fortschreitende Phasen-/Korngrenze wird in jedem Schritt aber eine neue Atomschicht den Erfordernissen der Struktur entsprechend umgebildet. Jede generierte Atomschicht kann also mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit einen Fehler aufweisen und zur Zwillingsbildung führen. Umso größer das Korn, desto öfter kann dieser Stapelfehler dann auch auftreten. Die in-situ EBSD-Messungen der fortschreitenden Phasenumwandlung lassen es zu, das Wachstum der einzelnen Austenitkörner im Detail zu verfolgen. Es zeigte sich, dass die Zwillingsbildung während des Kornwachstums stattfand.

Eine ausgeprägte Zwillingsbildung während der α - γ - α Phasenumwandlung lässt sich nicht nur für den Austenit, sondern überraschenderweise ebenfalls für den rückumgewandelten Ferrit nachweisen. Der Ferrit besitzt nach der Rekristallisationsglühung und vor der Umwandlungsglühung einen sehr geringen Anteil an Zwillingsgrenzen. Da der Ferrit als kubisch raumzentrierte Phase eine hohe Stapelfehlerenergie besitzt, ist eine ausgeprägte Zwillingsbildung auch nicht zu erwarten. Der sehr hohe Zwillingsanteil nach dem Durchlaufen eines vollständigen Umwandlungszyklus hingegen, lässt sich durch ein zufälliges Zusammenwachsen zweier Ferritkörner mit der entsprechenden Zwillingsbeziehung erklären. Ein Hinweis auf dieses Szenario liefert die Form der Zwillingsgrenze die im Gefüge beobachtet wird. Im Falle der Zwillingsgrenzen im Austenit beobachtet man in der Anschliffebene meistens einen geradlinigen Verlauf (Abb. 7.1a), welche eine flächenhafte Zwillingsgrenze widerspiegelt. Im rückumgewandelten Ferrit hingegen ist der Verlauf

der Zwillingsgrenzen der Kornform angepasst (Abb. 7.1b) und hat meistens einen bogenförmigen Verlauf. Das gehäufte Auftreten von Ferritkörnern mit einer Zwillingsbeziehung zueinander, kann durch die Keimbildung der Ferrite an den Austenitorientierungen und den jeweiligen Zwillingsorientierungen erklärt werden. Treffen sich nun einige diese Ferritorientierungen während des Kornwachstums besteht eine erhöhte Wahrscheinlichkeit, dass sich zwischen diesen ebenfalls eine Zwillingsbeziehung ausbildet. Zur quantitativen Überprüfung wurde die experimentell gemessene Austenittextur, mit dem neu erstellten Modell zur Variantenselektion, in die Ferrittextur umgewandelt. Die so berechnete Ferrittextur und die experimentell mittels



a.

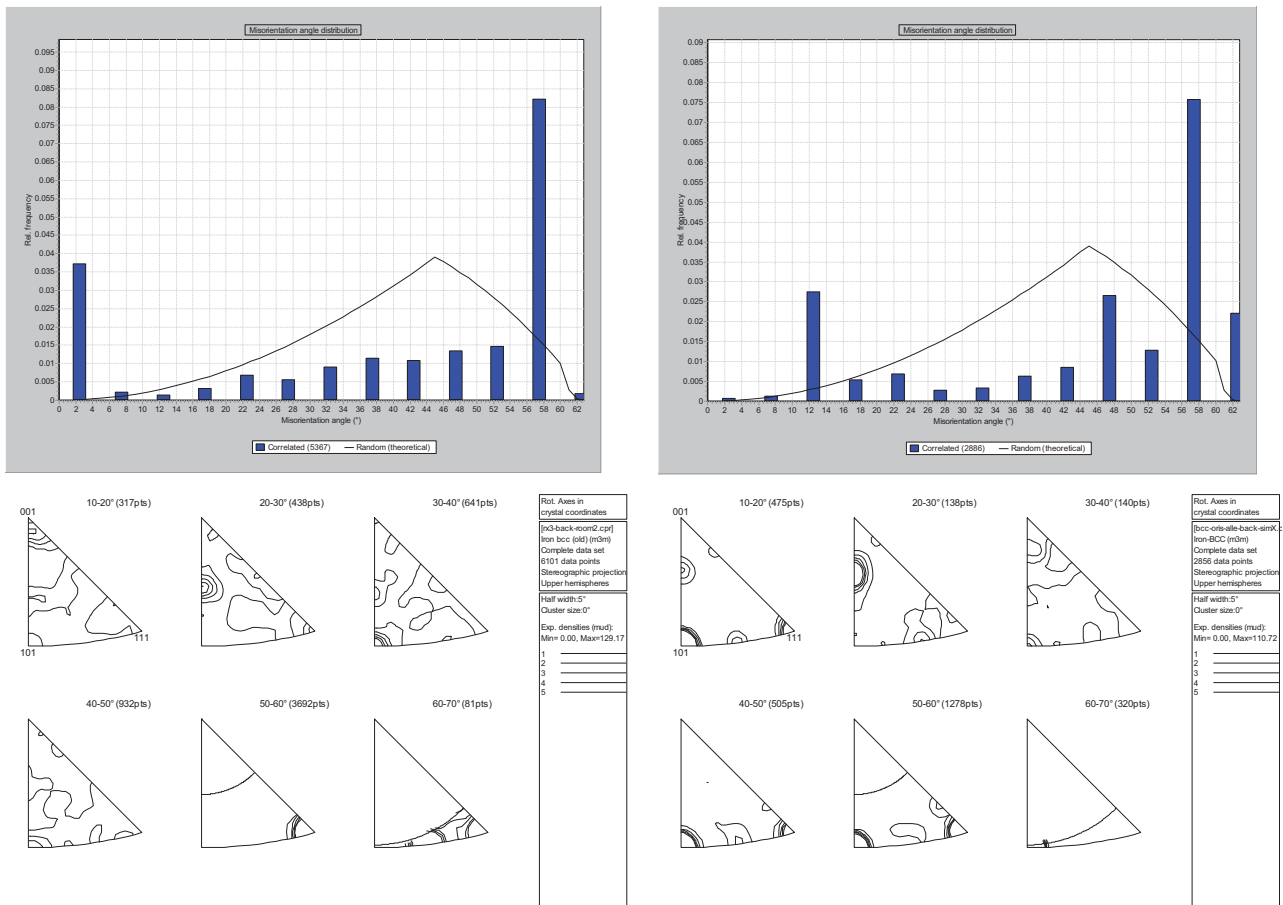
b.

Abb. 7.1: Zwillinge (gelbe Linien) im a. Austenit und b. rückumgewandelten Ferrit.

EBSD gemessene rückumgewandelte Ferrittextur wurden darauf, hinsichtlich ihrer Desorientierungsverteilung, ausgewertet und verglichen.

Die Ergebnisse in Abbildung 7.2 zeigen, dass die berechnete Desorientierungsverteilung des Ferrits ebenfalls eine Häufung im Bereich $60^\circ\langle 111 \rangle$ aufweist. Dies bedeutet, dass ein zufälliges Zusammenwachsen zweier Ferritkörner mit einer hohen Wahrscheinlichkeit zu einer Zwillingsbeziehung führt. Weitere Untersuchungen haben gezeigt, dass der Einfluss der Variantenselektion auf die

Desorientierungsverteilung des rückumgewandelten Ferrits im vorliegenden Fall gering ausfällt.



a.

b.

Abb. 7.2: a. Achsen- und Winkelverteilung einer ferritischen Probe nach der Phasenumwandlung (experimentelle Daten), b. Berechnete Achsen- und Winkelverteilung einer ferritischen Probe nach der Phasenumwandlung.

Auch bei der Umwandlungsberechnung ohne Variantenselektion zeigt die Desorientierungsverteilung des Ferrits ein Maximum im Bereich $60^\circ < 111 \rangle$. Die Bildung der Zwillingsgrenzen im rückumgewandelten Ferrit (Abb. 7.1b) ist folglich abhängig von der Zwillingsbildung im Austenit und der K-S Orientierungsbeziehung zwischen den beiden Phasen.

7.3 Keimbildung

7.3.1 Orientierungsbeziehung

Bei der Keimbildung des Austenits an Tripelpunkten der ferritischen Mikrostruktur zeigt sich, dass in den meisten Fällen eine spezielle Orientierungsbeziehung zu einem oder mehreren der benachbarten Körner besteht. Die Ergebnisse in Abschnitt 5.3.5 zeigen, dass die Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov-Sachs eine gute Beschreibung der kristallographischen Gegebenheiten liefert. Die K-S Beziehung hat eine Parallelität der dichtest gepackten Ebenen und Richtungen der beiden Kristallgitter zur Grundlage. Diese Anordnung soll die beste Kohärenz und damit eine niedrige Grenzflächenenergie zur Bildung dieser Phasengrenze bewerkstelligen. Dennoch liegt der tatsächliche Schwerpunkt einige Grad Desorientierung neben der idealen K-S Beziehung. Der Grund für diese Abweichung ist höchstwahrscheinlich eine Anpassung auf atomarer Ebene die zur Erhöhung der Kohärenz der beiden kristallographischen Gitter stattfindet. Rigsbee et al. konnten zeigen, dass die Kohärenz der Phasengrenze durch Einbau atomarer Stufen und Versetzungen wesentlich verbessert werden kann [Rigsbee 1979]. Der Einbau dieser Strukturelemente führt dabei zu einer neuen Habitusebene, welche scheinbar von der idealen Gitterpassung abweicht. Im atomaren Maßstab wird die entsprechende Korrelation der beiden kristallographischen Ebenen aber beibehalten. Der Grad der Anpassung ist dabei abhängig vom Unterschied im Gitterparameter der beiden Phasen und der Orientierung.

Eine weitere Auffälligkeit wird in der Darstellung der Desorientierungsverteilung im Rodriguesraum deutlich. Die Desorientierungen zwischen Ferrit und Austenit während der α - γ Phasenumwandlung streuen nicht symmetrisch um die jeweiligen K-S oder N-W Varianten, sondern zwischen den jeweiligen coplanaren K-S und N-W Varianten. Die Streuung der Desorientierungsverteilung zwischen den jeweiligen coplanaren K-S und N-W Varianten wurde auch schon von Bunge et al. bei ihrer Synchrotronmessung an einem Eisenmeteoriten gefunden [Bunge 2003]. Es wurde davon ausgegangen, dass

die erzwungene Parallelität zwischen den dichtest gepackten Ebenen einem energetischen Minimum entspricht. Die kristallographischen Richtungen der K-S und N-W Beziehung hingegen sollen über einen Rotationsbereich von ca. $10,5^\circ$ energetisch ähnlich sein und nur außerhalb des coplanaren Bereiches einen Anstieg verzeichnen. In den vorliegenden Ergebnissen zeigte sich aber eine gewisse Präferenz hinsichtlich der K-S Beziehung. Eine mögliche Erklärung wäre, dass für die vorhandene Stahllegierung die atomistische Anpassung zur Erlangung der optimalen Kohärenz gerade in diesem Bereich der Desorientierung liegt.

Die Streuung der Desorientierungsverteilung von den jeweiligen K-S Varianten hin zu den benachbarten coplanaren N-W Varianten kann auch ein Grund für die ausgeprägte Streuung um die K-S Beziehung insgesamt sein. Eine weitere Möglichkeit ist der Einfluss von Ausscheidungen auf die Streuung um die K-S Beziehung. Cho et al. konnten zeigen, dass bei zwei Stählen ähnlicher Zusammensetzung die Streuung von der idealen K-S Beziehung bei Vorhandensein von Ausscheidungen weitaus stärker ausfiel [Cho 2002]. Inwieweit die hier im Material vorliegenden Titancarbid- oder Titancarbonitride eine Rolle dabei spielen, konnte nicht in Erfahrung gebracht werden.

Eine weitere Annahme besteht darin, dass durch die Keimbildung mit einer idealen K-S Beziehung die Phasengrenze eine sehr gute Kohärenz aufweist und somit nicht mehr beweglich genug ist. Da bei der Keimbildung zudem von einer zweifach vorhandenen K-S Beziehung zu den Nachbarkörnern ausgegangen wird, ist das Kornwachstum durch die mehrfach vorhandenen K-S Phasengrenzen stark eingeschränkt. Diese Keime sollten trotz guter Bildungsbedingungen nicht zu Körnern heranwachsen können. Wenn die Abweichung zur idealen K-S Beziehung hingegen größere Desorientierungswerte annimmt, ist die Kohärenz wieder vermindert und eine bessere Beweglichkeit der Phasengrenze wäre das Resultat.

7.3.2 Keimbildungsmodell

Die vorliegenden Ergebnisse lassen die Annahme zu, dass die Keimbildung des Austenits tripelpunktsnah an Korngrenzen stattfindet. Es konnte gezeigt werden, dass

die Austenitkeime in den meisten Fällen eine K-S Orientierungsbeziehung zu beiden Ferritkörnern besitzen. Hierbei ist zu beachten, dass nur bei einer entsprechend hohen erlaubten Abweichung im Bereich von 10-15° Desorientierung von der idealen K-S Beziehung diese Auffälligkeit wahrzunehmen ist. Eines der beiden Ferritkörner zeigte zudem eine geringe Desorientierung seiner potentiellen kristallographischen {110}-Keimbildungsebene zur Korngrenzebene. Die entsprechende Keimbildungsgeometrie wird in Abbildung 7.3 dargestellt.

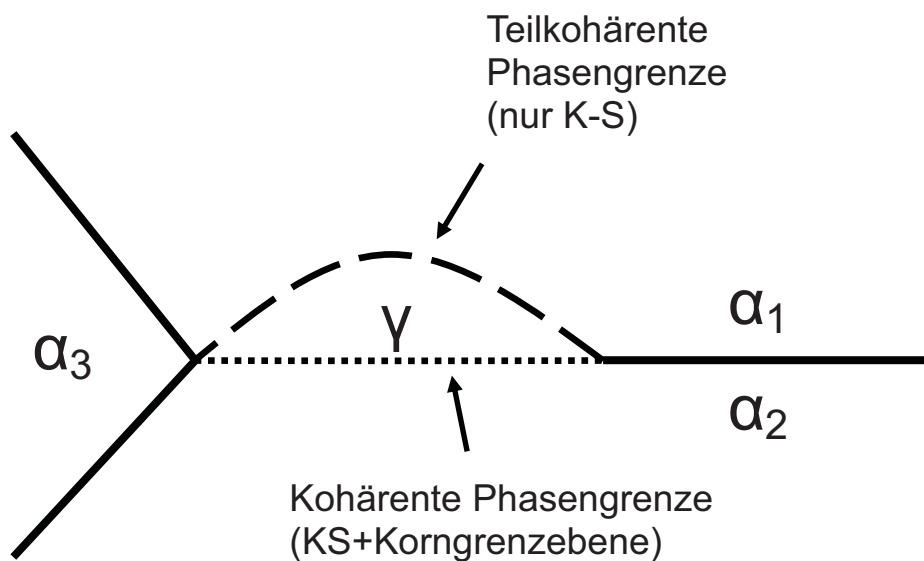


Abb. 7.3: Schematische Darstellung der tripelpunktnahen Keimbildung eines Austenits (γ) an einer Ferritkorngrenze (α).

Es ist bekannt [Nagano 2006, Furuhashi 2001], dass die Ausbildung der K-S Orientierungsbeziehung zu einer besseren Kohärenz der Phasengrenzfläche führt. Die geringe Desorientierung einer potentiellen kristallographischen {110}-Keimbildungsebene zur Korngrenzebene sollte diese Kohärenz noch weiter verbessern [Howe 2000, Yamanaka 2008]. Im Folgenden werden unter Einbeziehung der experimentellen Ergebnisse die kritische Keimbildungsenergie und der kritische Keimradius aus einem Modell für die Keimbildung an Tripelpunkten hergeleitet und die wichtigen Größen berechnet.

In Abbildung 7.4 wird die heterogene Keimbildung des Austenits an einer ebenen Ferritkorngrenze schematisch dargestellt. Unter der Annahme, dass die angegebenen Grenzflächenenergien an der Korngrenze ihr Gleichgewicht einstellen, ergibt sich die Keimgeometrie unter Berücksichtigung des Benetzungswinkel θ zu:

$$\sigma_{\alpha-\alpha} = \sigma_{\alpha-\gamma}^K + \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK} \cdot \cos \theta$$

oder

$$\cos \theta = \frac{(\sigma_{\alpha-\alpha} - \sigma_{\alpha-\gamma}^K)}{\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}} \quad (7.1)$$

Hierbei sind $\sigma_{\alpha-\alpha}$ die Grenzflächenenergie der Ferritkorngrenze, $\sigma_{\alpha-\gamma}^K$ die Grenzflächenenergie der Ferrit-Austenit Phasengrenze mit der höchstmöglichen Kohärenz und $\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}$ die teilkohärente Ferrit-Austenit Phasengrenze. Die vertikale Komponente $\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}$ ist dabei im Ungleichgewicht. Zur Einstellung eines neuen Gleichgewichts würde auch die Krümmung der ferritischen Kornrenzfläche verändert. Gleichung 7.1 gibt daher nur die optimale Keimform an, wenn die Kornrenzfläche eben bleibt. Unter dieser Voraussetzung lässt sich die Keimgeometrie bestimmen und die kritische Keimbildungsenergie berechnen.

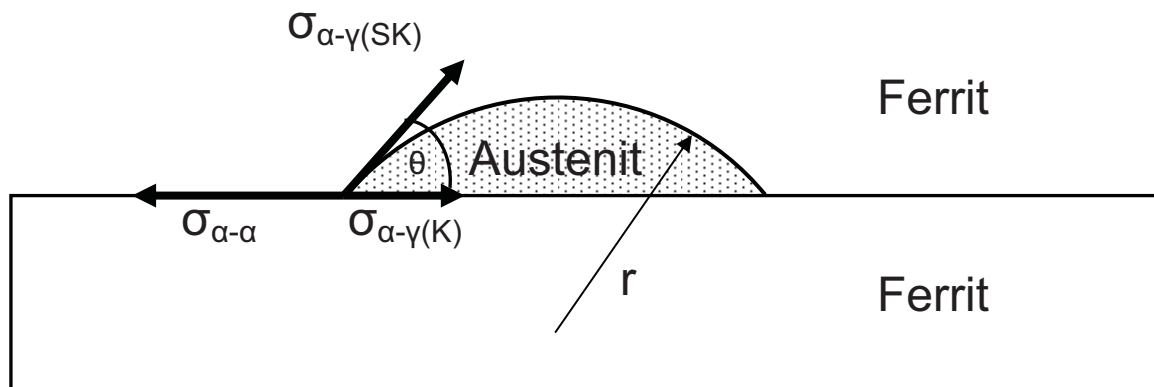


Abb. 7.4: Heterogene Keimbildung eines Austenits an einer ferritischen Korngrenze mit Keimradius r .

Unter der Benutzung der in Tabelle 7.1 angegebenen Grenzflächenenergien, lässt sich der Benetzungswinkel zu $18,8^\circ$ berechnen. Da die experimentelle Bestimmung der Grenzflächenenergien noch sehr ungenau ist, ist der berechnete Benetzungswinkel nur ein Richtwert.

Grenzflächenenergie der Ferritkorngrenze	$\sigma_{\alpha-\alpha}$ (J m ⁻²)	0,8
Grenzflächenenergie der Ferrit-Austenit Phasengrenze (teilkohärent)	$\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}$ (J m ⁻²)	0,56
Grenzflächenenergie der Ferrit-Austenit Phasengrenze (höher kohärent)	$\sigma_{\alpha-\gamma}^K$ (J m ⁻²)	0,27

Tab. 7.1: Grenzflächenenergien aus [Tong 2004] und [Nagano 2006].

Zur Bildung eines stabilen Keimes muss die entsprechende Keimbildungsenergie ΔG_{het}^{KG} aufgebracht werden. Die Keimbildungsenergie ΔG_{het}^{KG} für die heterogene Keimbildung an einer Korngrenze kann folgendermaßen beschrieben werden:

$$\Delta G_{het}^{KG} = -V \cdot (\Delta G_{\mu} - \varepsilon) + \sum_{ij} \sigma_{ij} \cdot F_{ij} \quad (7.2)$$

r =Keimradius, ΔG_{μ} =spezifische freie Umwandlungsenergie, V =Keimvolumen, σ =spezifische Grenzflächenenergie, ε =spezifische Verzerrungsenergie, F =Grenzfläche.

Unter Einbeziehung der vorgeschlagenen Keimgeometrie ergibt sich folgender Ansatz:

$$\Delta G_{het}^{KG} = -\frac{\pi}{3} r^3 \cdot (2 + \cos \theta) \cdot (1 - \cos \theta)^2 \cdot (\Delta G_{\mu} - \varepsilon) + 2\pi r^2 \cdot (1 - \cos \theta) \cdot \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK} + \pi r^2 \sin^2 \theta \cdot (\sigma_{\alpha-\gamma}^K - \sigma_{\alpha-\alpha}) \quad (7.3)$$

Zur Keimbildung des Austenits muss die Grenzflächenenergie $\sigma_{\alpha-\gamma}$ der neu entstehenden Phasengrenzfläche aufgebracht werden, abzüglich der Grenzflächenenergie $\sigma_{\alpha-\alpha}$ der damit beseitigten Grenzfläche zwischen den beiden Ferriten. Auch eine Erhöhung von ε führt zu einem Anstieg der Keimbildungsenergie. Nur die chemische treibende Kraft, welche im Korn gespeichert ist, wird als Volumenenergie ($V_K \sim \Delta G_{\mu}$) frei und reduziert damit die Keimbildungsenergie. In

Gleichung 7.3 wurde $\sigma_{\alpha-\gamma}$ separat für die zwei neu entstehenden $\alpha-\gamma$ Phasengrenzflächen aufgeführt. Da eine der beiden Phasengrenzflächen aufgrund der geringen Desorientierung der kristallographischen $\{110\}$ -Keimbildungsebene zur Korngrenzebene eine sehr hohe Kohärenz ($\sigma_{\alpha-\gamma}^K$) besitzt und die andere ($\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}$) als teilkohärent angesehen werden kann, muss den beiden Grenzflächen auch jeweils eine andere Grenzflächenenergie zugewiesen werden. Die Gleichung 7.3 kann bezüglich des Benetzungswinkels θ und des Radius r beschrieben und umgestellt werden:

$$\Delta G_{het}^{KG} = \left\{ -\frac{4}{3}\pi r^3 \cdot (\Delta G_{\mu} - \varepsilon) + 4\pi r^2 \cdot \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK} \right\} \cdot S(\theta) \quad (7.4)$$

mit

$$S(\theta) = \frac{(2 + \cos \theta) \cdot (1 - \cos \theta)^2}{4} \quad (7.5)$$

$S(\theta)$ hat dabei Werte ≤ 1 und hängt i.a. nur von der Keimgeometrie ab. $S(\theta)$ wird daher auch als Formfaktor bezeichnet. Da der Formfaktor über den Winkel θ vom Verhältnis der Grenzflächenenergien $\frac{(\sigma_{\alpha-\alpha} - \sigma_{\alpha-\gamma}^K)}{\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}}$ abhängt, führt eine Reduzierung der aufzubringenden Grenzflächenenergien $\sigma_{\alpha-\gamma}^K$ und $\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}$ zu einer geringeren Aktivierungsenergie der Keimbildung. Zur Bestimmung der kritischen Keimbildungsenergie und des kritischen Keimradius muss die Gleichung 7.4 nach r abgeleitet werden:

$$\frac{\partial \Delta G_{het}^{KG}}{\partial r} = 0 \quad (7.6)$$

Dabei ergibt sich für den kritischen Keimradius:

$$r^* = \frac{2\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}}{(\Delta G_{\mu} - \varepsilon)} \quad (7.7)$$

und für die kritische Keimbildungsenergie:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi \cdot (\sigma_{\alpha-\gamma}^{SK})^3}{3 \cdot (\Delta G_{\mu} - \varepsilon)^2} \cdot S(\theta) \quad (7.8)$$

Der kritische Keimradius kann unter Vernachlässigung der Verzerrungsenergie ($\Delta G_{\mu} = 1,41 \cdot 10^7 \text{ J/m}^3$ [Kempen 2002]) zu $r^* = 80 \text{ nm}$ berechnet werden. Im Vergleich zur homogenen Keimbildung wird die kritische Keimbildungsenergie für die heterogene Keimbildung durch den Formfaktor $S(\theta)$ reduziert. Der berechnete Benetzungswinkel ist aufgrund der K-S Orientierungsbeziehung, die zu einer erhöhten Kohärenz der Phasengrenzen führt, mit $18,8^\circ$ relativ klein, dadurch wird die kritische Keimbildungsenergie ΔG^* über den Formfaktor $S(\theta) = 2,1 \cdot 10^{-3}$ deutlich reduziert. Eine Keimbildung mit zwei kohärenten Phasengrenzflächen sollte ΔG^* noch weiter verringern und folglich bevorzugt sein. Generell kann davon ausgegangen werden, dass die Korngrenzenkeimbildung mit zwei kohärenten Phasengrenzflächen auch tatsächlich im Gefüge stattfindet, hierbei ist aber zu beachten, dass ein solcher Keim aufgrund der Unbeweglichkeit seiner kohärenten Phasengrenzflächen nicht weiter wachsen wird. Das hier vorgeschlagene Keimbildungsmodell stellt daher einen guten Kompromiss aus Verringerung der aufzubringenden Grenzflächenenergien und einer guten Beweglichkeit der Phasengrenzfläche dar. Gerade die semikohärente Phasengrenzfläche besitzt über die eingebauten Stufen und Versetzungen eine weitaus höhere Beweglichkeit als die kohärente Phasengrenzfläche, bei entsprechend niedriger Grenzflächenenergie. Das hier vorgeschlagene Keimbildungsmodell kann die experimentellen Ergebnisse einer möglichst kohärenten Keimbildung des Austenits an Ferritkorngrenzen hinreichend gut erklären.

Diese Ausführungen zeigen, dass trotz meist zwei vorhandener K-S Beziehungen, ein Austenitkorn nur ein wirkliches Mutterkorn besitzt. Gerade über die geringe Desorientierung zwischen der kristallographischen $\{110\}$ -Keimbildungsebene und der Korngrenzebene kann das ursprüngliche Mutterkorn definiert werden. An diesem Ferritkorn sollte die Keimbildung nach dem vorgestellten Keimbildungsmodell begonnen haben.

Die Annahme, dass die Austenitkeime an Korngrenzen entstehen, widerspricht nicht der Beobachtung, dass die Austenitkeime an Tripelpunkten gefunden werden. Es wird angenommen, dass die Keimbildung durch den Tripelpunkt beeinflusst wird. Speziell die Energie der ferritischen Tripellinie σ_α^l kann in diesem Zusammenhang eine Rolle spielen. Bei einer Keimbildung, die an der Tripellinie ihren Ursprung hat, sollte auch die vorhandene Tripellinienenergie als zusätzlicher Energiebetrag gewonnen werden und die dortige Keimbildung unterstützen. Zur genaueren Untersuchung dieser Hypothese wird das vorgeschlagene Keimbildungsmodell modifiziert, indem die Gleichung 7.4 um die Linienenergie der ferritischen Tripellinie erweitert wird. Dabei wird angenommen, dass die Keimbildungsgeometrie am Tripelpunkt mit der an der Korngrenze vergleichbar ist. Des Weiteren sollte die Linienenergie als Energieterm gewonnen werden und unabhängig vom Benetzungswinkel θ sein. Die Keimbildungsenergie am Tripelpunkt ergibt sich damit zu:

$$\Delta G_{het}^{TP} = \left\{ -\frac{4}{3} \pi r^3 \cdot (\Delta G_\mu - \varepsilon) + 4 \pi r^2 \cdot \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK} - 2r \cdot \sigma_\alpha^l \right\} \cdot S(\theta) \quad (7.9)$$

Zur Bestimmung des kritischen Keimradius r^* muss die Gleichung 7.9 nach dem Radius r abgeleitet werden:

$$\frac{\partial \Delta G_{het}^{TP}}{\partial r} = 0 \quad (7.10)$$

Daraus folgt:

$$-4\pi r^2 \cdot (\Delta G_\mu - \varepsilon) + 8\pi r \cdot \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK} - 2\sigma_\alpha^l = 0 \quad (7.11)$$

Daraus folgt:

$$r_{1,2}^* = \frac{(8\pi \cdot \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK}) \pm \sqrt{(8\pi \cdot \sigma_{\alpha-\gamma}^{SK})^2 - 16\pi \cdot (\Delta G_\mu - \varepsilon) \cdot 2\sigma_\alpha^l}}{8\pi \cdot (\Delta G_\mu - \varepsilon)} \quad (7.12)$$

Zur Berechnung der kritischen Keimgrößen wird noch die Tripellinienenergie benötigt. Die einzige experimentell vorliegende Tripellinienenergie wurde von Zhao et al. an Kupfer ($\sigma_{Cu}^l = 6 \cdot 10^{-9} \text{ J/m}$) bestimmt [Zhao 2010]. In der Annahme, dass die Tripellinienenergie des Ferrits in der gleichen Größenordnung wie die des Kupfers liegt, wurde der vorliegende Wert in die Gleichung als σ_α^l übernommen. Dies erscheint legitim, da es bei der vorliegenden Betrachtung darum geht, eine allgemeine Aussage zum Einfluss der Tripellinie zu tätigen. Nach Einsetzen aller benötigten Werte in Gleichung 7.12 ergibt sich der kritische Keimradius wie folgt:

$$r_1^* = 1 \text{ nm}$$

$$r_2^* = 79 \text{ nm}$$

Das Ergebnis lässt sich folgendermaßen interpretieren. Nach der klassischen Keimbildungstheorie gibt es für die Keimbildung einen kritischen Radius bei dem der Keim stabil ist und unter Energiegewinn weiter wächst. Im vorliegenden Fall ergeben sich unter Berücksichtigung der Tripellinienenergie aber zwei kritische Radien. Der kritische Radius $r_1^* = 1 \text{ nm}$ kommt dadurch zustande, dass bei genügend kleinen Keimradien die Tripellinienenergie den größten Beitrag zur Keimbildungsenergie liefert. Dies lässt sich leicht nachvollziehen, da für den Fall das $r_1^* = 1 \text{ nm}$ die Volumenenergie mit $r^3 = (1 \cdot 10^{-9})^3 \cdot 1,4 \cdot 10^7 \approx 1,4 \cdot 10^{-20}$ die Grenzflächenenergie mit $r^2 = (1 \cdot 10^{-9})^2 \approx 10^{-18}$ und die Linienenergie ($\sigma_{Cu}^l = 6 \cdot 10^{-9} \text{ J/m}$) mit $r = 1 \cdot 10^{-9} \cdot \sigma_{Cu}^l \approx 10^{-18}$

zur Keimbildungsenergie beiträgt. Diese grundlegende Betrachtung zeigt, dass bei Keimradien im Bereich von $\sim 1\text{nm}$ die Volumenenergie zu vernachlässigen ist. Die aufzubringende Grenzflächenenergie und die freiwerdende Linienenergie besitzen aber die gleiche Größenordnung. Bei Keimradien kleiner als 1nm überwiegt der Einfluss der Tripellinienenergie, und die Keimbildung kann ungehindert ($-\sigma_a^l$!) stattfinden. Der kritische Radius $r_2^* = 79\text{nm}$ hingegen, liegt in einem Größenbereich wie er auch für die Keimbildung an einer Korngrenze berechnet ($r^* = 80\text{nm}$) wurde.

Inwieweit die kritische Keimbildungsenergie ΔG^* durch die Keimbildung an einer Tripellinie erniedrigt wird soll in der nachfolgenden Berechnung geklärt werden. Nur wenn $\Delta G_{TP}^* < \Delta G_{KG}^*$ ist, ergibt sich aufgrund der höheren Keimbildungsrate eine bevorzugte Keimbildung am Tripelpunkt. Zu beachten ist zudem, dass der Energiebetrag von ΔG^* bei r_1^* zusätzlich aufgebracht werden muss. Da die Keimbildung durch thermische Fluktuationen erfolgt, ergibt sich die Keimbildungsrate pro Volumen und Zeiteinheit zu:

$$\dot{N}_{het} = fC_1 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (7.13)$$

\dot{N}_{het} = Keimbildungsrate für die heterogene Keimbildung, f = Frequenzfaktor, C_1 = Konzentration der heterogenen Keimbildungsstellen pro Volumeneinheit, k = Boltzmann-Konstante, T = Temperatur in Kelvin, ΔG^* = kritische Keimbildungsenergie.

Die Keimbildungsrate befindet sich in starker abhängig von der Temperatur und der kritischen Keimbildungsenergie ΔG^* . Unter Verwendung der Gleichungen 7.8 und 7.9, lässt sich die kritische Keimbildungsenergie für die homogene Keimbildung ΔG_V^* im Volumen, die heterogene an Korngrenzen ΔG_{KG}^* und Tripelpunkten ΔG_{TP}^* berechnen.

$$\Delta G_V^* = 1,5 \cdot 10^{-14} J$$

$$\Delta G_{KG}^* = 3,15 \cdot 10^{-17} J$$

$$\Delta G_{TP}^* = 2,95 \cdot 10^{-17} J$$

Der Energiebetrag ($\Delta G_{TP}^* = 1 \cdot 10^{-20} J$) der bezüglich des Minimums bei r_1^* zusätzlich aufgebracht werden muss, kann hier vernachlässigt werden. Aufgrund des niedrigen Formfaktors $S(\theta) = 2,1 \cdot 10^{-3}$ ergibt sich wie zu erwarten eine klare Bevorzugung der Keimbildung an Korngrenzen gegenüber der Keimbildung im Volumen. Die kritische Keimbildungsenergie wird durch die Keimbildung an einer Tripellinie jedoch noch weiter verringert $\frac{\Delta G_{TP}^*}{\Delta G_{KG}^*} = 0,94$. Hier ist zu beachten, dass die Tripellinienenergie des Ferrits eventuell zu niedrig angesetzt wurde und der Einfluss daher noch stärker ausfällt. Da \dot{N}_{het} (Gleichung 7.12) sich in exponentieller Abhängigkeit von ΔG^* befindet, führt jede geringfügige Änderung der kritischen Keimbildungsenergie zu einer signifikanten Änderung in der Keimbildungsrate. Es ist somit eine erhöhte Keimbildungsrate am Tripelpunkt zu erwarten, was experimentell auch beobachtet wurde.

Die bisherigen Erläuterungen sind in Abbildung 7.5 schematisch zusammengefasst. Es ist hier klar ersichtlich, dass zur Bildung des kritischen Keimradius r_1^* keine Energiebarriere überwunden werden muss.

Die durchgeführten Berechnungen lassen den Schluss zu, dass die Keimbildung bevorzugt an Tripellinien beginnt. Aufgrund der vorhergehenden Betrachtungen kann sogar davon ausgegangen werden, dass an jedem Tripelpunkt des Gefüges zu jedem Zeitpunkt ein Atomcluster/Embryo mit dem Radius r_1^* existiert. Unter Ausbildung von möglichst kohärenten Phasengrenzen erfolgt dann die eigentliche Keimbildung an einer geeigneten Korngrenze nahe dem Tripelpunkt. Die Keimbildung an einer Korngrenze des Ferrits wurde schon grundlegend zu Beginn des Abschnitts besprochen.

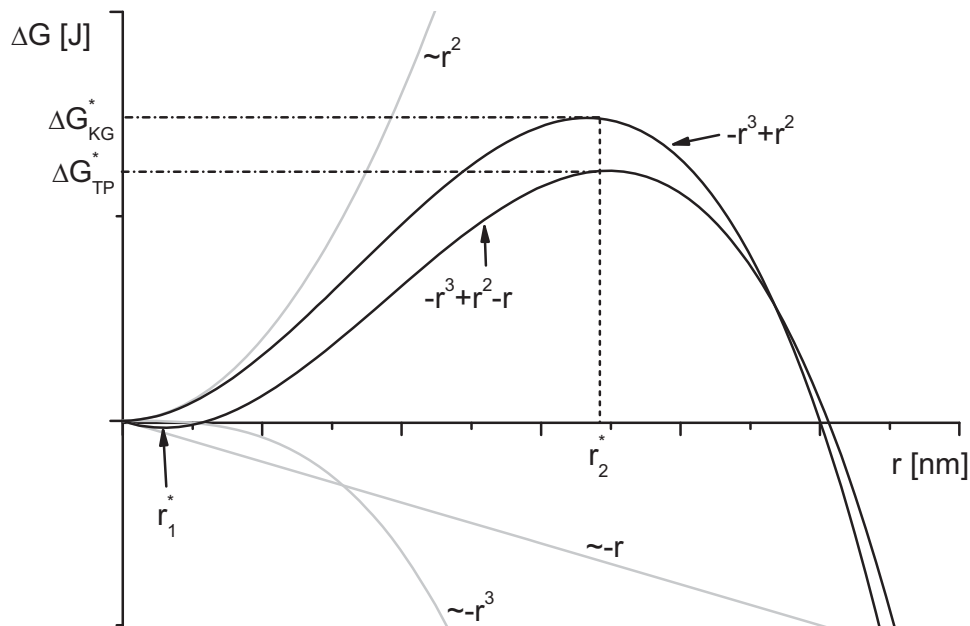


Abb. 7.5: schematischer Verlauf der Keimbildungsenergie ΔG mit Angabe der kritischen Radien (r_1^* , r_2^*) und der kritischen Keimbildungsenergien (ΔG_{KG}^* , ΔG_{TP}^*).

Das hier vorgeschlagene Keimbildungsmodell kann die experimentellen Beobachtungen einer tripelpunktsnahen und möglichst kohärenten Korngrenzenkeimbildung gut erklären. Das Keimbildungsmodell, sollte in dieser Form auch für die γ - α Rückumwandlung gültig sein. Die wenigen vorhandenen Mikrostrukturdaten zeigen bezüglich der Keimbildung im Wesentlichen die gleichen Charakteristika wie bei der Hinumwandlung.

In einigen Fällen wurde berichtet, dass die Zwillingsgrenzen im Austenit als bevorzugte Keimbildungsorte fungieren [Inagaki 1983b, 1988]. Die Betrachtung der teilungewandelten Mikrostruktur während der Rückumwandlung vom Austenit in den Ferrit kann diese Annahme nicht bestätigen. Auch hier findet die Keimbildung, wie schon für die Hinumwandlung, bevorzugt an Tripelpunkten statt. Es ist ebenfalls keine Häufung von Zwillingsgrenzen an Tripelpunkten mit Ferritkeimbildung erkennbar.

7.4 Variantenselektion

Die Textur während der α - γ - α Phasenumwandlung und somit auch die Variantenselektion werden schon bei der Keimbildung (Kap. 5.3.4) festgelegt. Insofern sind die Prozesse, die bei der Keimbildung ablaufen, entscheidend für die Entstehung der Variantenselektion. Wie zuvor diskutiert (Kap. 7.2.2), wird für die Keimbildung des Austenits in einem rekristallisierten ferritischen Gefüge eine hohe Kohärenz der Phasengrenze benötigt. Dies wird einerseits durch die Keimbildung an Korngrenzen nahe der Tripelpunkte mittels einer speziellen Orientierungsbeziehung (K-S) erreicht, andererseits dadurch, dass die Korngrenzebene eine gute kristallographische Passung (Kohärenz) zwischen den beiden dichtest gepackten Ebenen $\{110\}$ des Ferrits und $\{111\}$ des Austenits ermöglicht.

Zur orts aufgelösten Beschreibung der Variantenselektion werden beide Informationen benötigt. Die Variantenselektion ist somit eine Funktion der Textur selbst und der gegebenen Mikrostruktur. Vereinfacht lässt sich folgende Betrachtung anstellen. Für eine bestimmte Ferritorientierung lassen sich über die K-S Beziehung ($90^\circ/\langle 112 \rangle$) deren 24 möglichen austenitischen Produktorientierungen (Varianten) bestimmen. Nun hat aber jede Variante eine spezifische Wahrscheinlichkeit in der vorhandenen Orientierungsverteilung eine zweite „Mutterorientierung“ an einem Tripelpunkt zu finden. Dieser Unterschied in der Keimbildungswahrscheinlichkeit für jede Produktorientierung führt zur Variantenselektion. Um die lokale Variantenselektion an einem Tripelpunkt zu berechnen, muss zudem die Orientierungsinformation der Korngrenzebenen vorliegen (3D-Messung). An vielen Tripelpunkten im Gefüge zeigte sich, dass bei den Berechnungen, abhängig von der erlaubten Abweichung von der K-S Beziehung, oft viele Variantenkombinationen zweier Mutterorientierungen die Möglichkeit zur Keimbildung besitzen. Diese Mannigfaltigkeit an möglichen austenitischen Produktorientierungen an einem ferritischen Tripelpunkt kann über das Einbringen der Orientierungsinformation der Korngrenzebenen reduziert werden. Je nach Orientierung der Korngrenzebene werden nur wenige Variantenkombinationen

oder manchmal nur eine bestimmte unterstützt und die anderen damit verhindert. Hierdurch lässt sich die lokale Variantenselektion an einem Tripelpunkt weitaus genauer berechnen.

Die Korngrenzebenenverteilung hat aber nicht nur einen lokalen Einfluss auf die Variantenselektion, sondern kann gegebenenfalls die komplette Orientierungsverteilung sehr stark beeinflussen. Bei einer sehr scharfen Korngrenzebenenverteilung reduziert sich automatisch der Anteil an möglichen Variantenkombinationen, die sich bilden können. Hier ist dann auch eine stärkere Variantenselektion zu erwarten. Im vorliegenden Fall wird aber von einer zufälligen Verteilung der Korngrenzebenen (rekristallisiertes Gefüge) ausgegangen. Dies führte bei vielen Tripelpunkten ohne die Orientierungsinformation der Korngrenzebene zu einer Mannigfaltigkeit an möglichen Produktorientierungen. Da in einer realen Mikrostruktur viele 10.000 Tripelpunkte vorkommen, lassen sich die Variantenselektion und damit auch die Produkttextur über einen statistischen Ansatz erfassen. Die vielen Lösungsmöglichkeiten für bestimmte Variantenkombinationen zweier Ferritorientierungen sind aufgrund der zufälligen Verteilung der Korngrenzebenen alle gleich wahrscheinlich. Da eine bestimmte Kornkombination an einem Tripelpunkt in einem homogenen Gefüge mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit immer wieder auftritt, wird aus der Mannigfaltigkeit an möglichen Produktorientierungen jede auch einmal gebildet.

Wynne et al. konnten zeigen, dass in einer geglühten regellos texturierten Probe nach der Phasenumwandlung keine Variantenselektion auftritt und die Produkttextur ebenfalls regellos ist [Wynne 2007]. Das vorgeschlagene Modell zur Keimbildung und Variantenselektion kann diese Beobachtung erklären. Das Modell besagt, dass ohne eine ausgeprägte Textur und /oder Korngrenzebenenverteilung keine Variantenselektion stattfinden kann und die Produkttextur folglich auch regellos ist.

8 Zusammenfassung

Jeder Prozessschritt zur Herstellung von Stahlblechen führt bedingt durch Veränderungen in Phasenzusammensetzung, Textur und Mikrostruktur zu einer Änderung der Materialeigenschaften. Da ein Kaltwalzen der Stähle in vielen Fällen nicht mehr stattfindet, wird das Warmwalzen somit der wichtigste Prozessschritt zur Einstellung der gewünschten Materialeigenschaften des Flachproduktes. Während des Warmwalzens mikrolegierter Stähle mit niedrigem Kohlenstoffgehalt findet bei hohen Temperaturen neben der Umformung und Rekristallisation die Ferrit-Austenit-Ferrit (α - γ - α) Phasenumwandlung statt. Diese Phasenumwandlung ist reversibel und führt zu einer Änderung der Textur, Kristall- und der Mikrostruktur. Der kristallographische Mechanismus der Phasenumwandlung kann durch eine spezielle Orientierungsbeziehung beschrieben werden. Darüber wird dann auch die Produkttextur ermittelt. Während der Phasenumwandlung tritt aber Variantenselektion auf, welche dazu führt, dass eine Vorhersage der Produkttextur nicht ohne weiteres möglich ist. Da die Textur entscheidend die Materialeigenschaften mitbestimmt, ist eine genaue Kenntnis der Variantenselektion und der sie beeinflussenden Parameter von großer Bedeutung.

Ziel dieser Arbeit war es zu ermitteln, welche entscheidenden Einflussgrößen zur Variantenselektion und Texturänderung während der Ferrit-Austenit-Ferrit Phasenumwandlung in einem rekristallisierten mikrolegierten Stahl führen. Speziell der Umstand, dass auch in rekristallisierten Stählen Variantenselektion beobachtet wird, zeigt dass eine Neu- und Weiterentwicklung der vorhandenen Modelle unumgänglich ist. Es wurde mittels EBSD-Messungen lokal die erforderlichen Daten von Ausgangs- und Produktorientierung ermittelt und ausgewertet. Ausgehend von den Untersuchungen wurden physikalische Ansätze zur Erklärung der Variantenselektion auf die vorhandenen Messdaten übertragen und überprüft.

Es hat sich gezeigt, dass Variantenselektion schon während des Keimbildungsstadiums stattfindet. Die Produkttextur der Phasenumwandlung wird also im Wesentlichen während der Keimbildung festgelegt. Des Weiteren konnte festgestellt werden, dass die Variantenselektion eine Funktion der kristallographischen Textur und der Mikrostruktur ist. Eine möglichst gute Kohärenz der Phasengrenze durch Ausbildung einer Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov-Sachs (K-S), zu meist zwei benachbarten Matrixkörnern, führt zu einer Verminderung der Grenzflächenenergie und somit zur bevorzugten Ausbildung dieser Keimbildungsgeometrie. Die Variantenselektion wird nun dadurch verursacht, dass jede Produktorientierung eine bestimmte Wahrscheinlichkeit besitzt ein zweites Mutterkorn mit einer K-S Beziehung zu finden.

Die lokale Variantenselektion an Tripelpunkten konnte durch Einbringen der Desorientierungsinformation der Korngrenzebene noch genauer bestimmt werden. Eine geringe Desorientierung zwischen der kristallographischen Wachstumsebene im Ferrit und der Korngrenzebene führt durch eine verbesserte Kohärenz zu einer weiteren Verminderung der Grenzflächenenergie. In diesem Zusammenhang wurde ein neues Keimbildungsmodell für die tripelpunktsnahe Keimbildung an einer Korngrenze vorgeschlagen. Es wurde angenommen, dass an Tripelpunkten eine höhere Keimbildungsrate als an Korngrenzen vorliegt. Die Keimbildung beginnt daher bevorzugt an Tripelpunkten des Gefüges. Die eigentliche Keimbildung findet dann aber an der Korngrenze statt. Dabei wird die Korngrenze bevorzugt, welche die stärkste Verminderung der Grenzflächenenergie des Keimes ermöglicht.

Das vorliegende Modell wurde genutzt, um die Variantenselektion einzelner Ferritorientierungen und die vollständige Texturentwicklung während eines α - γ - α Umwandlungszyklus eines mikrolegierten Stahls vorherzusagen. Unter Annahme einer regellosen Verteilung der Korngrenzebenen wurde eine erfolgreiche Vorhersage der Variantenselektion und der jeweiligen Produkttextur erreicht.

Literaturverzeichnis

- [Ameyama 1986] K. Ameyama, T. Maki and I. Tamura: J. Jpn. Inst. Met. 50 (1986), pp. 602.
- [Bäro 1972] G. Bäro, H. Gleiter: Z. Metallkunde 63 (1972) pp. 661.
- [Bauch 2007] J. Bauch: http://tu-dresden.de/die_tu_dresden/fakultaeten/fakultaet-maschinenwesen/ifww/professuren/pd_fuer_physikalische_werkstoff-diagnostik/forschung/ebsd.
- [Becker 1989] R. Becker, S. Panchanadeeswaran: Textures and Microstructures (1989) 10 (3) pp. 167-195.
- [Bhadeshia 2008] H. K. D. H. Bhadeshia, H. Abreu, S. Kundu: Int. J. Mat. Res. 99 (2008) 4.
- [Bokros 1963] J. C. Bokros, E. R. Parker: Acta Metal. Vol 11 (1963) pp. 1291-1301.
- [Brückner 1998] G. Brückner, F. R. Reher, G. Gottstein: Textures and Microstructures 30 (1998) pp. 125-132.
- [Brückner 2000] G. Brückner: Dissertation 2000, RTWH-Aachen, Shaker Verlag, ISBN 3-8265-8028-1.
- [Brückner 2001] G. Brückner, G. Gottstein: ISIJ International, Vol. 41 (2001), No. 5, pp. 468-477.
- [Bunge 1982] H. J. Bunge: (1982) Texture Analysis in Materials Science.
- [Bunge 2003] H. J. Bunge, W. Weiss, H. Klein, L. Weislak, U. Garbe, J. R. Schneider: Journal of Applied Crystallography (2003), 36, 137-140.
- [Butron-Guillen 1994] M. P. Butron-Guillen, J. J. Jonas, R. K. Ray: Acta Metall. Mater. 42 (1994) pp. 3615-3627.

- [Butron-Guillen 1997] M. P. Butron.Guillen, C. S. da Costa Viana, J. J. Jonas: *Met. Mat. Trans. A*, (1997) Vol. 28A, pp. 1755-1768.
- [Chan 1956] J. W. Chan: *Acta Met.* (1956) pp 449.
- [Chapellier 1990] Ph. Chapellier, R. K. Ray, J. J. Jonas: *Acta Metal. Mat.* 38 (1990) pp. 1475-1490.
- [Cheng 2003] Wei-Chun Cheng, Hsin-Yu Lin: *Mater. Sci. Eng. A* 341 (2003) 106-111.
- [Cho 2002] J-Y. Cho, D-W. Suh, J-H. Kang, H-C. Lee: *ISIJ International*, Vol. 42 (2002), No. 11, pp. 1321-1323.
- [Dahms 1989] M. Dahms, H. J. Bunge: *J. Appl. Cryst.* 22 (1989) pp. 439.
- [Davies 1976] G. J. Davies, J. S. Kallend, P. P. Morris: *Acta Met.* 24 (1976) pp. 159-172.
- [Davies 1981] G. J. Davies, R. M. Bateman: *Proc. ICOTOM 6*, Tokyo (1981) pp.132-148.
- [Field 1995] D. P. Field: *Scripta Met. Mat.* Vol. 32, No. 1 (1995) pp. 67-70.
- [Furubayashi 1987] E. Furubayashi, H. Miyaji, M. Nobuki: *Trans. ISIJ* Vol.27 (1987) pp. 513-519.
- [Furuhara 2001] T. Furuvara, T. Maki: *Mat. Sci. Eng. A*312 (2001) 145-154.
- [Gottstein 2001] G. Gottstein: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag (2001) 2. Auflage, pp. 55, ISBN 3-540-41961-6.
- [Hashimoto 1983] O. Hashimoto, S. Satoh, T. Tanaka: *Trans. ISIJ* 23 (1983) pp. 1028.
- [Hashimoto 1987] O. Hashimoto, S. Satoh, T. Tanaka: *Trans. ISIJ* 27 (1987) pp. 746.

- [He 2006] Y. He, S. Godet, P. J. Jacques, J. J. Jonas: *Met. Mat. Trans. A*, (2006) Vol. 37A, pp. 2641-2653.
- [Higo 1974] Y. Higo, F. Lecroisey, T. Mori: *Acta Metall.* 22 (1974) pp. 313
- [Hirsch 1984] J. Hirsch, M. Loeck, L. Loof, K. Lücke: *Proc. ICOTOM 7*, Noordwijkerhout, Nederlande 1984 pp. 765.
- [HKL 2006] HKL Technology A/S: *Project Manager 5.0.9.0*, 09.11.2006, Help Topics.
- [Howe 2000] J. M. Howe, H. I. Aaronson, J. P. Hirth: *Acta Mater.* 48 (2000) 3977-3984.
- [Hu 1981] H. Hu, J. S. Kallend: *Proc. ICOTOM 6*, Tokyo (1981) pp.164.
- [Humbert 1988] M. Humbert, F. Wagner, W. P. Liu, C. Esling, H. J. Bunge: *Proc. ICOTOM 8*, Santa Fe, USA, 1988 pp.743.
- [Humbert 2002] M. Humbert, B. Gardiola, C. Esling, G. Flemming, K. E. Hensger: *Acta Mat.* 50 (2002) 1741-1747.
- [Humphreys 1996] F. J. Humphreys, M. Ferry, I. Brough and C. P. Johnson: *Textures and Microstructures*, 1996, Vol. 26-27, pp. 281-301.
- [Humphreys 1996] F. J. Humphreys, M. Ferry: *Materials Science Forum Vols. 217-222* (1996) pp. 529-534.
- [Hutchinson 1997] B. Hutchinson, L. Ryde, E. Lindh: *Proc. Intern. Conf. On Crystal. Texture and Mechanic. Anisotropy*, Hyannis (USA), *Material Science and Engineering* 1997.
- [Inagaki 1977] H. Inagaki: *Trans. ISIJ* 17 (1977) pp. 166-173.
- [Inagaki 1981] H. Inagaki: *Proc. ICOTOM 6*, Tokyo (1981) pp. 149-163.
- [Inagaki 1983a] H. Inagaki: *Z. Metallkunde* 74 (1983) pp. 716.
- [Inagaki 1983b] H. Inagaki: *Trans. ISIJ* 23 (1983) pp. 1059.

- [Inagaki 1984] H. Inagaki: Z. Metallkunde 75 (1984) pp. 510-516.
- [Inagaki 1985] H. Inagaki: Z. Metallkunde 76 (1985) pp. 560.
- [Inagaki 1987] H. Inagaki: Z. Metallkunde 78 (1987) pp. 87-96.
- [Inagaki 1988] H. Inagaki: Z. Metallkunde 79 (1988) pp. 716.
- [Jonas 2005] J. J. Jonas, Y. He, S. Godet: Scripta Mat. 52 (2005) 175-179.
- [Karlsen 2008] M. Karlsen, J. Hjelen, Ø. Grong, G. Rørvik, R. Chiron, U. Schubert, E. Nilson: Mat. Sci. Tech. (2008) Vol. 24, No1, 64-72.
- [Kempen 2002] A. T. W. Kempen, F. Sommer, E. J. Mittemeijer: Acta Mat. 50 (2002) 3545-3555.
- [Kestens 2003] L. Kestens, R. Petrov, Y. Houbaert: ISIJ International, Vol. 43 (2003), No. 9, pp. 1444-1452.
- [Kirch 2008] D. M. Kirch: Dissertation 2008, RTWH-Aachen, Cuvillier Verlag Göttingen, ISBN 978-3-86727-576-7.
- [Konrad 2006] J. Konrad, S. Zaefferer, D. Raabe: Acta Materialia 54 (2006) 1369-1380.
- [Kundu 2006] S. Kundu, H. K. D. H. Bhadeshia: Scripta Mat. 55 (2006) 779-781.
- [Kundu 2007] S. Kundu, H. K. D. H. Bhadeshia: Scripta Mat. 57 (2007) 869-872.
- [Liu 1988a] W.P. Liu, L. J. Sun, H. J. Bunge: Proc. ICOTOM 8, Santa Fe, USA (1988) pp. 749
- [Liu 1988b] W.P. Liu, H. J. Bunge: Proc. ICOTOM 8, Santa Fe, USA (1988) pp. 755.
- [Miyaji 1993] H. Miyaji, E. Furubayashi: Textures and Microstructures 22 (1993) pp. 43-51.

- [Morawiec 1995] A. Morawiec: J. Appl. Cryst. (1995) 28 pp. 289-293.
- [Morawiec 1996] A. Morawiec: Philosop. Mag. A (1996) Vol. 73, No. 4, pp. 1113-1130.
- [Morawiec 1996b] A. Morawiec: J. Appl. Cryst. (1996) 29 pp. 164-169.
- [Nagano 2006] T. Nagano, M. Enomoto: Met. Mat. Trans. Vol. 37A, No3A, 929-937..
- [Nolze 2004] G. Nolze: Z. Metallkunde 95 (2004) 9 744-755.
- [Nolze 2006] G. Nolze: Cryst. Res. Technol. 41, No. 1, 72-77 (2006).
- [Novillo 2004] E. Novillo, D. Hernández, I. Gutiérrez, B. López: Mater. Sci. Eng. A 385 (2004) 83-90.
- [Patel 1953] J. R. Patel, M. Cohen: Acta Metallurgica, Vol. 1, Sept. 1953.
- [Porter 1992] D. A. Porter, K. E. Easterling: Phase Trans. in Metals and Alloys, Second Edition, Chapman & Hall (1992).
- [Randle 1993] V. Randle, A. Day: Mat. Sci. Tech. (1993) Vol.9 pp. 1069-1078.
- [Ray 1990] R. K. Ray, J. J. Jonas: Int. Mat. Reviews 35 (1990) pp. 1-36.
- [Ray 1994] R. K. Ray, J. J. Jonas, M. P. Butron-Guillen, J. Savoie: ISIJ Internat. 12 (1994) pp. 927-942.
- [Rigsbee 1979] J. M. Rigsbee, H. I. Aaronson: Acta Met. Vol. 27, pp. 351-363.
- [Ryder 1966] P. L. Ryder, W. Pitsch: Acta Metall. 14 (1966) pp.1437.
- [Ryder 1967] P. L. Ryder, W. Pitsch, R. F. Mehl: Acta Metall. 15 (1967) pp.1431.
- [Sankaran 2009] A. Sankaran, E. Bouzy, M. Humbert, A. Hazotte: Acta Mat. 57 (2009) 1230-1242.

- [Savoie 1994] J. Savoie, R. K. Ray, M. P. Butron, Guillen, J. J. Jonas : Acta Metall. Mater. 42 (1994) pp. 2511-2523.
- [Schranz 2008] J. Schranz, D. Aeschlimann: mechanic.nerosch.ch/waermebehandlung.html.
- [Seward 2002] G. G. E. Seward, D. J. Prior, J. Wheeler, S. Celotto, D. J. M. Halliday, R. S. Paden, M. R. Tye: Scanning Vol. 24, 232-240 (2002).
- [Seward 2004] G. G. E. Seward, S. Celotto, D. J. Prior, J. Wheeler, R. C. Pond: Acta Materialia 52 (2004) 821-832.
- [Shu 2001] D-W. Shu, J-H. Kang, K. H. Oh, H-C. Lee: Scripta Mat. 46 (2002) pp. 375-378.
- [Sum 1998] M. Sum, J. J. Jonas: Textures and Microstructures 31 (1998) pp. 187-215.
- [Tomida 2008] T. Tomida, M. Wakita, M. Yoshida, N. Imai: Proc. ICOTOM 15 June 1–6, 2008 Pittsburgh, Pennsylvania, ISBN: 978-1-57498-296-1.
- [Tong 2004] M. Tong, D. Li, Y. Li: Acta Mat. Vol. 52, Iss.5, pp. 1155-1162.
- [Wenk 2007] H.-R. Wenk, I. Huensche, L. Kestens: Metal. Mat. Trans. A, (2007) 10.1007/s11661-006-9033-1.
- [Wittridge 2001] N. J. Wittridge, J. J. Jonas, J. H. Root: Metall. Mat. Trans. A, Vol. 32A (2001) 889-901.
- [Wynne 2007] B. Wynne, B. Hutchinson, L. Ryde: Scripta Mat. 57 (2007) 473-476.
- [Yasuda 1999] H. Y. Yasuda, T. Sakata, Y. Umakoshi: Acta Mater. 47 (1999) pp. 1923-1933.

- [Yoshinaga 1994] N. Yoshinaga, K. Ushioda, A. Itami, O. Akisue: ISIJ Intern. 34 (1994) pp. 33.
- [Yoshinaga 1998] N. Yoshinaga, K. Kawasaki, H. Inoue, B. C. D. Cooman, J. Dilewijns: Proc. 15th Annual ACM, Aachen (Mainz Verlag) 1998 pp. 569.
- [Zhao 2010] B. Zhao, J.Ch. Verhasselt, L.S. Shvindlerman, G. Gottstein: Acta Mater. eingereicht Oktober 2009.

Summary

The different steps of the flat steel production process leads to a change of phase composition, texture and microstructure. These changes influence strongly the material properties. A cold rolling is often prevented; therefore hot rolling becomes the most important process step to control the material properties of the steel sheet. During hot rolling of low carbon microalloyed steel at high temperatures, the ferrite-austenite-ferrite phase transformation takes place, and furthermore recrystallization and plastic deformation. This phase transformation is reversible and results in a change of texture, crystal- and microstructure. The crystallographic mechanism of the phase transformation can be described by a specific orientation relationship. This specific orientation relationship can be used to predict the product texture. Due to variant selection an accurate prediction of the product texture is not possible. The material properties are strongly influenced by the texture, therefore a good understanding of variant selection and all related parameters are important.

The goal of this work was to analyze all important factors that cause a texture change and variant selection during the α - γ - α phase transformation in a recrystallized microalloyed steel. Because variant selection was also observed in recrystallized steels, a further improvement of the existing variant selection models is needed. Hence the necessary local information of the starting and product orientation was established and analysed by performing EBSD measurements. These results were used to clarify the mechanism of variant selection by establishing a physical approach. To verify this approach it was then applied to the results of the measurement.

It was shown that the variant selection takes place during nucleation. The product texture is therefore determined by the nucleation. Furthermore it was shown that variant selection is a function of crystallographic texture and microstructure. A good coherency of the phase boundaries, because of the development of the Kurdjumov-Sachs orientation relationship (K-S) to both neighbouring grains, leads to a minimizing of interfacial energy and therefore to the preferred nucleation. Variant selection arises, because each product orientation has a specific probability to get in contact with a second mother grain which holds the K-S relationship, too.

The local variant selection at a triple junction can be better defined by taking into account the disorientation information of the grain boundary plane. A small disorientation between the

crystallographic growth plane and the grain boundary plane leads to a further reduction of the interfacial energy, because of an additional increase in coherency. In this context a new nucleation model for a near triple junction nucleation at a grain boundary was developed. It was assumed, that triple junctions have a higher nucleation rate compared to grain boundaries. Therefore nucleation starts preferentially at triple junctions of the microstructure. The real nucleation takes place near the triple junction at a grain boundary. That grain boundary is preferred which reduces the interfacial energy of the nuclei as much as possible.

The presented model was used to predict the variant selection of different ferrite orientations and the complete texture development during the α - γ - α phase transformation in microalloyed steel. By assuming a random grain boundary distribution a successful prediction of variant selection and the respective product texture was achieved.

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Ingo Lischewski
Geburtsort: Gelsenkirchen
Geburtsdatum: 06.02.1973
Staatsangehörigkeit: deutsch
Familienstand: verheiratet

Ausbildung

Schule:
08/1983 - 06/1992 Allgemeine Hochschulreife an der Gesamtschule
Ückendorf in Gelsenkirchen
Studium:
10/1993 - 09/1996 Chemie an der RWTH Aachen
10/1996 - 02/2003 Mineralogie an der RWTH Aachen (Diplom)

Berufstätigkeit

07/2003 – 08/2010 wissenschaftlicher Angestellter am Institut für
Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen
ab 09/2010 wissenschaftlicher Mitarbeiter am
Kompetenzzentrum von Vallourec&Mannesmann
Tubes

