

**Beschreibung der
Austenitkorngrößenentwicklung in
der Grobblecherzeugung mit Hilfe
physikalischer Prozesssimulation**

Dissertation

zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität des Saarlandes

von

Lena Susanne Eisenhut

Saarbrücken

2018

Tag des Kolloquiums: 05.03.2019
Dekan: Prof. Dr. rer. nat. Guido Kickelbick
Berichterstatter: Prof. Dr. mont. Christian Motz
Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich
Vorsitz: Prof. Dr.-Ing. Dirk Bähre
Akad. Mitarbeiter: Dr.-Ing. Joachim Schmitt

Meiner Mutter Hildegard

Kurzfassung

Die herausragenden mechanischen Eigenschaften von Grobblechen werden maßgeblich von ihrer Mikrostruktur bestimmt, weshalb ein detailliertes Verständnis der Einflüsse von Legierungszusammensetzung und Prozessparametern auf die Mikrostrukturentwicklung notwendig ist. Grundsätzlich gilt: Je feiner das resultierende Endgefüge des Grobblechs, desto besser die mechanischen Eigenschaften. Ziel ist es daher, schon vor der Phasenumwandlung ein möglichst feines Austenitkorngefüge einzustellen. Während der Abkühlung wirkt dann jede Austenitkorngrenze als Keimbildungsstelle für die Phasenumwandlung. Durch die Untersuchung der mikrostrukturellen Prozesse während des Herstellungsprozesses ist es möglich, neue und optimale Prozessfenster zu finden, um zukünftig gezielt Mikrostrukturen mit herausragenden mechanischen Eigenschaften einzustellen. Diese Untersuchungen werden in dieser Arbeit mit Hilfe der Prozesssimulation im Labormaßstab durchgeführt. Der Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die Mikrostrukturentwicklung wird durch die Verwendung von vier verschiedenen Legierungskonzepten verdeutlicht. Die experimentellen Ergebnisse werden zudem mit begleitenden Simulationen mit MatCalc und Modellen der Literatur verglichen. Zukünftig sollen die Erkenntnisse dieser Arbeit als Grundlage der modellhaften Beschreibung der Mikrostrukturentwicklung in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung und den Prozessparametern dienen.

Abstract

The mechanical properties of heavy plates are essentially determined by the microstructure of the heavy plates. For a targeted adjustment of this microstructure, a detailed understanding of the influences and interactions of chemical compositions and processing parameters is necessary. As a general rule, with a decrease in grain size, the mechanical properties will be better. Therefore, the aim is to produce a fine-grained austenitic microstructure already before the phase transformation during the accelerated cooling takes place. During the following phase transformation, every austenitic grain boundary acts as a nucleation site for the phase transformation. By investigating the microstructural processes considering the chemical composition it is possible to develop new and optimised process windows for the heavy plate production. Thereby, microstructures with excellent mechanical properties can be produced. The investigations of this work are made by using process simulations of different process steps in laboratory scale. The influence of the chemical compositions is clarified by using four different steel grades. The results of this process simulations are combined with simulations with MatCalc and compared to different models from the literature. The results of this work could be used as the basis for future modelling of the microstructure evolution depending on the chemical composition and the process parameters.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich meinen besonderen Dank den Personen entgegen bringen, deren Mithilfe und Unterstützung maßgeblich zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein Dank gilt zunächst meinem Doktorvater Prof. Dr. Christian Motz, der mir in den vergangenen dreieinhalb Jahren die Möglichkeit gegeben hat, meine Promotion an seinem Lehrstuhl durchzuführen. Die zahlreichen fachlichen Diskussionen und der konstruktive Austausch über die Herangehensweise und Durchführung dieser Arbeit eröffneten mir stets einen kritischen Zugang zur Thematik. Ich habe unsere sowohl fachlichen als auch persönlichen Dialoge und die daraus entstandenen Denkanstöße stets als Ermutigung und Motivation empfunden.

Ich danke Herrn Prof. Dr. Mücklich für die hilfsbereite Betreuung der Promotion als wissenschaftlicher Begleiter und Förderer der Kooperation zwischen Universität und Dillinger.

Mein außerordentlicher Dank gilt Isabelle Wagner für die vielen gemeinsamen Gespräche und ihren Beistand, sowohl in persönlicher als auch fachlicher Hinsicht. Die Präsentation der Ergebnisse dieser Arbeit während der vergangenen drei Jahre wäre ohne deine stets liebevoll und lehrreich gestalteten Korrekturen so mancher sprachlicher Fehler nicht möglich gewesen. Ebenso danken möchte ich Peter Limbach, Rita Maron, Andreas Kirsch und Peter Schmitz für ihre stets hilfsbereite Art und Unterstützung in der Durchführung dieser Arbeit.

Meinen Kollegen Matthias Thielen, Florian Schäfer und Dominic Rathmann danke ich für die freundschaftliche Zusammenarbeit und die enge Unterstützung in den vergangenen drei Jahren. Insbesondere danke ich den Kollegen des Kooperationsprojekts mit Dillinger, Jessica Pauly, Frederik Scherff, Andreas Hegetschweiler und Dominik Britz für die vielen Stunden des gegenseitigen fachlichen Austauschs und der Diskussion. Eure Freundschaft, gemeinsame Abende und Aktivitäten sowie so manche Dienstreisen haben die vergangenen drei Jahre auch in persönlicher Hinsicht zu etwas ganz Besonderem gemacht.

Diese Dissertation in Zusammenarbeit mit Dillinger wäre nicht möglich gewesen ohne die umfassende Unterstützung durch die Betreuung durch Dr. Eric Detemple, Dr. Daniel Rupp und Dr. Bastian Philippi. Eure zielstrebige Art und eure Visionen haben zu den außerordentlich umfassenden Ergebnissen und Erkenntnissen dieser Arbeit entscheidend beigetragen. Mein ganz besonderer Dank gilt den beiden Gleeble-Technikern von Dillinger, Andreas Hoffmann und Rüdiger Scherer, welche viele Stunden mit der Durchführung der Gleeble-Experimente dieser Arbeit verbracht haben. Durch eure offene und herzliche Art konnten die vielen langen Versuchstage zu kurzweiligen und produktiven Stunden werden.

Lionel Germain möchte ich herzlich für die kostenlose Zurverfügungstellung seiner Software Merengue 2 danken. Für den damit einhergehenden fachlichen Austausch und die nicht selbstverständliche, aber in diesen drei Jahren jederzeit mögliche Unterstützung deinerseits möchte

ich mich ganz besonders bedanken.

Zudem möchte ich mich ganz herzlich bei meiner Familie bedanken, die mich in den letzten Jahren durch ihr großes Interesse an meiner Arbeit und ihr, auch in stressigen Zeiten stets für mich vorhandenes Verständnis, unterstützt haben. Ganz besonders möchte ich mich außerdem bei meiner Schwester Johanna für ihre umfassende Unterstützung und Hilfe bei der sprachlichen Korrektur dieser Arbeit bedanken.

Tief verbunden und dankbar bin ich meinem Freund Jonas, für seine unglaublich hilfreiche, fachliche und persönliche Unterstützung bei der Anfertigung dieser Doktorarbeit. Dein Verständnis und die gemeinsamen Auszeiten abseits der Promotion haben mir stets viel Kraft gegeben.

Mein größter Dank gilt meiner Mutter Hildegard, welche mich in den Jahren der Schule, des Studiums und der Promotion stets gefördert und gefordert hat. Die durch dich gewonnene Unterstützung, die Inspiration und das durch dich vorgelebte Durchhaltevermögen haben den größten Anteil daran, dass ich zu der Person geworden bin, die ich heute bin und damit auch an dieser Arbeit.

Am Ziele deiner Wünsche wirst du jedenfalls eines vermissen: dein Wandern zum Ziel.
(Marie von Ebner-Eschenbach, österreichische Schriftstellerin, 1830 – 1916)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	1
1.2	Zielsetzung	2
2	Theorie	4
2.1	TM-Stähle - Herstellung und Eigenschaften	4
2.2	Kornwachstumsmechanismen	7
2.3	Wirkungsweise von Mikrolegierungselementen auf das Kornwachstum	11
2.3.1	Ausscheidungsbildung im TM-Stahl	12
2.3.2	Zener-Pinning	13
2.3.3	Solute-Drag Effekt	16
2.4	Normales und Abnormales Kornwachstum	19
2.5	Verformungsmechanismen in Vielkristallen	21
2.5.1	Gleitung	22
2.5.2	Mechanische Zwillingsbildung	25
2.5.3	Vielkristallplastizität	26
2.5.4	Gespeicherte Verformungsenergie	28
2.6	Entfestigungsmechanismen	30
2.6.1	Statische Erholung	30
2.6.2	Primäre Rekristallisation	31
2.7	Wirkungsweise von Mikrolegierungselementen auf die Rekrystallisation	37
3	Material und Methoden	43
3.1	Auswahl der Teststähle	43
3.1.1	TM-Stähle	43
3.1.2	Austenitischer Stahl V2a	44
3.2	Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur	44
3.2.1	Ätzverfahren	44
3.2.2	EBSD und Rekonstruktionsverfahren	47
3.3	Physikalische Prozesssimulation - Kornwachstumskinetik	57
3.4	Physikalische Prozesssimulation - Rekristallisationskinetik	57
3.4.1	Warmumformsimulator Gleeble	58
3.4.2	Der Doppelschlagversuch	59
3.4.3	Fließkurvenextrapolation und Bestimmung des rekristallisierten Anteils	60
3.4.4	Versuchsdurchführung zur T_{nr} -Bestimmung	64
3.4.5	Versuchsdurchführung des Doppelschlagversuchs zur Bestimmung von Rekristallisationskinetiken	66
3.4.6	Versuchsdurchführung zur $SRCT$ -Bestimmung	68
3.4.7	GOS -Methode zur Bestimmung von Rekristallisationskinetiken	68
3.5	Methoden der Partikelanalyse	73
3.5.1	Automatische Partikelanalyse an Schliffen und Kohlenstoffreplika	74
3.5.2	Matrix-Auflösung	77

3.6	MatCalc Simulationsprogramm	77
3.6.1	Klassische Nukleationstheorie für Multikomponentensysteme	78
3.6.2	Wachstum und Vergrößerung - das SFFK-Modell	79
3.6.3	Numerische Integration der Entwicklungsgleichungen	80
3.6.4	Berechnung der Grenzflächenenergie	80
3.6.5	Kornwachstum	82
3.6.6	Rekristallisation	83
3.6.7	Ausscheidungskinetik	86
3.7	Validierung der <i>GOS</i> -Methode am austenitischen Stahl V2a	87
3.7.1	Versuchsdurchführung des <i>in-situ</i> Zugversuchs	87
3.7.2	Digitale Bildkorrelation	89
4	Ergebnisse und Diskussion	93
4.1	Anwendung und Weiterentwicklung metallographischer Methoden zur Austenitkornrekonstruktion in martensitischen Gefügen	93
4.1.1	Metallografische Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur	93
4.1.2	Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur aus Orientierungsinformationen	96
4.1.3	Vergleich der metallographischen Methoden mit der Rekonstruktion aus Orientierungsbeziehungen	100
4.2	Brammenerwärmung	101
4.2.1	Vergleich von Bramme und Blech als Ausgangsmaterial für die physikalische Prozesssimulation	101
4.2.2	Korngrößenentwicklung während des Austenitisierens	102
4.2.3	Vergleich der experimentellen Ergebnisse des Kornwachstums mit Modellen der Literatur	105
4.2.4	Partikelanalysen	108
4.2.5	MatCalc Simulationen	111
4.2.6	Modellbildung	119
4.3	Warmumformung	121
4.3.1	<i>T_{nr}</i> -Bestimmungen	121
4.3.2	Korngrößenentwicklung durch Warmumformung ohne Rekristallisation	124
4.3.3	Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels Doppelschlagversuch	124
4.3.4	Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels <i>GOS</i> -Methode	129
4.3.5	<i>SRCT</i> -Bestimmungen	131
4.3.6	Vergleich der experimentellen Ergebnisse der Rekristallisationskinetiken mit Modellen der Literatur	132
4.3.7	MatCalc Simulationen	133
4.3.8	Modellbildung	140
4.4	Validierung der <i>GOS</i> -Methode am austenitischen Stahl V2a	142
4.4.1	Bestimmung lokaler Dehnungen mittels digitaler Bildkorrelation	144
4.4.2	Analyse des Verformungszustandes durch Korrelation von EBSD und DIC	147
4.4.3	Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels <i>GOS</i> -Methode	150

5	Zusammenfassung und Ausblick	154
5.1	Zusammenfassung	154
5.2	Ausblick	156

Abbildungsverzeichnis

2.1	Vom Erz zum Grobblech [DILLINGER, Abgerufen: 07.05.2018].	4
2.2	Schema der Prozessschritte und der Mikrostrukturentwicklung während des thermomechanischen Prozesses der Grobblechherstellung [BAE et al., 2004].	5
2.3	Auswirkungen von Verformung, Erholung und Rekristallisation auf das Austenitgefüge eines warmgewalzten Bleches [BRÜHL et al., 2010].	6
2.4	Konkurrierende Prozesse des Schneidens und Umgehens von Ausscheidungen [HORNBOGEN und WARLIMONT, 2006].	7
2.5	Darstellung unterschiedlicher Korngrenzengeometrien (zweidimensional). (a) Gleichgewicht am Tripelpunkt, (b) ebene Korngrenzen an Körnern mit sechs Ecken, (c) konkav gekrümmte Korngrenzen an Körnern mit mehr als sechs Ecken, (d) konvex gekrümmte Korngrenzen an Körnern mit weniger als sechs Ecken [GOTTSTEIN, 2013].	9
2.6	Einfluss verschiedener Mikrolegierungselemente auf das Austenitkornwachstum [GLADMAN, 1997].	11
2.7	Löslichkeitsprodukte von Mikrolegierungs-Karbiden und -Nitriden [GLODOWSKI, 2000].	13
2.8	Entwicklung des Durchmessers, des Volumenanteils und des Partikelabstands während des Ausscheidungsprozesses [BÜRCEL, 1998].	14
2.9	Zener-Pinning: Behinderung der Bewegung einer Großwinkelkorngrenze durch Teilchen einer zweiten Phase: (a) reale Struktur, (b) schematisch [GOTTSTEIN, 2013].	15
2.10	Schematische Korrelation von Partikeln und Korngrenzen, abhängig von der Korngröße: (a) die Korngröße ist deutlich kleiner als der Partikelabstand, (b) Partikelabstand und Korngröße sind ungefähr gleich groß, (c) die Korngröße ist deutlich größer, (d) inhomogene Verteilung der Partikel auf den Korngrenzen [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].	16
2.11	Effekt der Korngröße auf die Zener-Pinning-Kraft [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].	17
2.12	Einfluss von Titan-Nitriden auf das isotherme Austenitkornwachstumsverhalten [MOON et al., 2007].	17
2.13	Anreicherung von Fremdatomen an einer Korngrenze [BÜRCEL, 1998].	18
2.14	Schematische Darstellung der Änderung der Korngrenzenenergie abhängig von der Misorientierung aufgrund von gelösten Atomen, mit und ohne Segregation an den Korngrenzen [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].	19
2.15	Entstehung von abnormalem Kornwachstum abhängig von der mittleren Korngröße und der wirkenden Zener-Kraft [HUMPHREYS, 1997].	20
2.16	Vergleich des Kornwachstumsverhaltens eines mikrolegierten Stahls mit Ausscheidungen und abnormalem Kornwachstum mit einem nicht mikrolegierten Stahl ohne das Auftreten von abnormalem Kornwachstum [GLADMAN, 1992], abhängig von der Haltetemperatur isothermer Kornwachstumsexperimente.	21
2.17	Korrelation von Korngröße und Zeit bezüglich normalem und abnormalem Kornwachstum bei 1150°C und 1300°C Austenitisierungstemperatur [FERNÁNDEZ et al., 2007].	22
2.18	Energie- und Spannungsverlauf bei starrer Abgleitung [GOTTSTEIN, 2013].	23
2.19	Formänderung eines Kristalls bei Bewegung einer Versetzung [GOTTSTEIN, 2013].	24
2.20	Gleitsysteme der wichtigsten Gittertypen [GOTTSTEIN, 2013].	25
2.21	Hierarchie der Mikrostruktur in einem, durch Gleitung verformten, polykristallinen Metall, (a-d) zeigen eine steigende Größenskala [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].	26
2.22	Atomistische Anordnung in Matrix und Zwilling eines kfz-Gitters [GOTTSTEIN, 2013].	27
2.23	Ein Versetzungsaufstau in Korn 1 aktiviert eine Versetzungsquelle S2 in Korn 2 [GOTTSTEIN, 2013].	28
2.24	Formänderung der Körner eines Vielkristalls bei Einfachgleitung, Entstehung von Lücken und Überlappungen [GOTTSTEIN, 2013].	28

2.25	Schematische Änderungen der Kornform und -größe sowie der Versetzungsdichte und -verteilung bei der Verformung, Erholung und Rekristallisation im Vergleich zum weichgeglühten Ausgangszustand [BÜRGELE, 1998].	29
2.26	Prinzip der Annihilation (a) und der Dipolbildung (b) von Stufenversetzungen [GOTTSTEIN, 2013].	30
2.27	Energetisch günstige Versetzungsanordnung in Form einer Kleinwinkelkorngrenze [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].	31
2.28	Verschiedene Stadien der Erholung im plastisch verformten Material [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].	32
2.29	Zeitlicher Verlauf der Rekristallisation mit schematischen Gefügebildern in den verschiedenen Stadien (X_R : rekristallisierter Gefügeanteil) [BÜRGELE, 1998].	33
2.30	Einfluss der Dehnung auf den Entfestigungsprozess I: statische Rekristallisation, II: statische, dynamische und metadynamische Rekristallisation, III: dynamische und metadynamische Rekristallisation [URANGA et al., 2003].	35
2.31	Änderung des zeitlichen Rekristallisationsverlaufes mit verschiedenen Parametern (\uparrow Wert nimmt zu; \downarrow Wert nimmt ab) [BÜRGELE, 1998].	36
2.32	Solute-Retardation-Parameter unterschiedlicher Elemente bei Zugabe von 0,1 At.-% des Elements zu einem CMn-Referenzstahl [GLODOWSKI, 2002].	37
2.33	Zeitlicher Verlauf der rücktreibenden Zener-Kraft und der Triebkraft der primären Rekristallisation nach Verformung eines Nb-mikrolegierten CMn-Stahls bei 1000 °C [VERVYNCKT et al., 2011].	38
2.34	Dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung abhängig von Zeit, Temperatur und Zusammensetzung [GLADMAN, 1997].	39
2.35	Rekristallisationskinetiken: (a) CMn-Stahl, (b) Nb-mikrolegierter CMn-Stahl [VERVYNCKT et al., 2011].	39
2.36	(a) Bestimmung der <i>SRCT</i> (Parameter $t_{0,5}$ gegen $1/T$ (b) der Aktivierungsenergie der Rekristallisation (unter <i>SRCT</i> berechnet, über <i>SRCT</i> experimentell bestimmt) [MEDINA und FABREGUE, 1991]	41
2.37	Einfluss verschiedener (Mikro-) Legierungselemente und gelöster Gehalte auf die T_{nr} [CUDDY, 1982].	42
3.1	Das Kräftegleichgewicht von Oberflächen- und Korngrenzenspannung führt zur Ausbildung einer Ätzfurche durch thermisches Ätzen [GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001].	45
3.2	Aufbau einer Ionenstrahlanlage, "Flat-Milling" [HITACHI, Abgerufen: 18.04.2018].	46
3.3	(a) Stich einer ganzen thermisch geätzten Probe, Durchmesser 8 mm, (b) händische Segmentierung der ehemaligen Austenitkorngrenzen, (c) Auswertung der ehemaligen Austenitkorngröße.	47
3.4	Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops, mögliche Wechselwirkungen einfallender Elektronen mit dem Material [SUTTON et al., 2007].	48
3.5	Prinzip der Bildung von Kikuchi-Bändern bei der Beugung rückgestreuter Elektronen (EBSD) [GOTTSTEIN, 2013].	49
3.6	Kikuchi-Pattern (EBSP) [OXFORD INSTRUMENTS, Abgerufen: 07.05.2018].	50
3.7	Bain'sches Modell der martensitischen Umwandlung.	50
3.8	Kristallographische Orientierungsbeziehungen zwischen Martensit und Austenit [VERBEKEN et al., 2009].	51
3.9	Schema des Versuchsprogramms inklusive der Rekonstruktion ehemaliger Austenitkornstrukturen aus den Orientierungsinformationen (EBSD) des Martensitgefüges.	52

3.10	Ablauf einer Rekonstruktion mit ARPGE 1.7: Austenit = Viereck, Martensit = Dreieck, (a) Berechnung von Varianten und Operatoren, (b) Grupoid Tabelle, (c) Varianten der inversen Transformation, (d) automatische Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkörner mit Hilfe der Grupoid Tabelle, (e) Berechnung der Austenitkornorientierungen, (f) Berechnung der Orientierungsunterschiede zwischen den theoretischen Varianten und den experimentellen Körnern [CAYRON, 2014].	53
3.11	Schritte zur Identifizierung sicherer Fragmente von Mutterkörnern in Merengue 2: (a) EBSD mit nummerierten Domänen, (b) entsprechende graphische Darstellung, (c) vererbte Domäne D1 und alle seine Nachbarn führen zu Fragment F1. Domäne D9 und alle seine Nachbarn führen zu Fragment F2. D5 wird nicht F2 zugeordnet, da die Orientierung innerhalb der definierten Toleranz ω_0 nicht zu der des berechneten Mutterkorns liegt, (d) F3 und F4 geht aus D11 und D12 und deren Nachbarn hervor. D12 wird sowohl zu F3 als auch F4 zugeordnet, welche eine unterschiedliche Orientierung haben. D12 ist somit eine Mehrdeutigkeit und wird als solche gespeichert [GERMAIN et al., 2012b].	54
3.12	Darstellung der Berechnung der wahrscheinlichsten Mutterkornorientierung mit der höchsten Anzahl an ausgewählten Varianten. P ist die Wahrscheinlichkeit der potentiellen Mutterkornorientierung die wahre Orientierung innerhalb der Toleranz ω_0 zu sein. Hier: $PR = 4/2$ [GERMAIN et al., 2012b].	55
3.13	Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf der Kornwachstumsversuche.	57
3.14	Warmumformsimulator Gleeble 3800 [DSI, Abgerufen: 18.04.2018].	59
3.15	Probenpositionierung in der Gleeble 3800 zur Durchführung eines Doppelschlagversuchs: (a) laufender Versuch [DSI, Abgerufen: 18.04.2018], (b) Schemazeichnung [KRÄMER, 2016].	59
3.16	(a) Bewegungsrichtung des einen Stempels während des Doppelschlagversuchs, (b) Veränderung der Probengeometrie durch den Doppelschlagversuch (nach [EVANS und SCHARNING, 2001]).	60
3.17	Schematische Darstellung der Fließkurven im Fall von vollständiger (grün), teilweiser (orange) und keiner statischen Rekristallisation (rot).	61
3.18	Bestimmung der Spannungswerte aus Fließkurven von Doppelschlagversuchen zur Berechnung des Entfestigungsanteils: (a) 0.2 % Offset-, 2 % Offset-, Back-Extrapolation- und 5 %- Total Strain Methode, (b) Mean Flow Stress-Methode [FERNÁNDEZ et al., 1999].	63
3.19	Vergleich verschiedener Möglichkeiten zur Fließkurvenextrapolation [BLUMBACH, 2006]	64
3.20	Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf der Doppelschlagversuche zur Bestimmung der T_{nr} .	65
3.21	Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils durch Doppelschlagversuche.	66
3.22	Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils aus Orientierungsmessungen (EBSD).	69
3.23	(a) Schema der Zerteilung der Gleebleproben, (b) Positionierung des EBSD-Messfelds auf der zerteilten Gleebleprobe.	69
3.24	(a) Festlegung des <i>GOS</i> -Schwellwerts bei einer <i>GOS</i> -Verteilung einer 100 % rekristallisierten Probe, (b) Vergleich der <i>GOS</i> -Verteilungen einer 100 %, ~ 50 % und ~ 0 % rekristallisierten Probe.	73
3.25	Schwellwert-Definition zur Segmentierung der Partikel bei der automatischen Partikelanalyse am Schlift im REM.	75
3.26	Schematische Darstellung der Kohlenstoffreplika-Herstellung.	76
3.27	Positionierung und Wechselwirkungen bei STEM-Messungen an Kohlenstoff-Replika im REM.	76
3.28	Schritte der Matrix-Auflösung [HEGETSCHWEILER et al., 2017].	77

3.29	Typisches Schema für die numerische Integration der Entwicklungsgleichungen für Ausscheidungs- nukleation und -wachstum entsprechend des Kampmann-Wagner Modells [KAMP- MANN und WAGNER, 1984].	81
3.30	Zweidimensionale Grenzfläche mit "nearest-neighbor broken bonds" [JANSSENS et al., 2010].	82
3.31	Kinetik des Austenitkornwachstums für verschiedene Austenitisierungstemperaturen [RATH und KOZESCHNIK, 2013].	82
3.32	Berechnete und experimentelle Rekrystallisationskinetik für einen Nb-mikrolegierten Stahl [BUKEN et al., 2017].	85
3.33	Schema zur Festlegung der Auswertung der Werte T_{max} , T_{min} und T_{lsg} aus den Simulati- onsergebnissen der Ausscheidungskinetik.	86
3.34	<i>In-situ</i> Zug-/Druckmodul von Kammrath & Weiss [KAMMRATH + WEISS, Abgerufen: 23.05.2018].	88
3.35	Probenabmessungen der Probe des <i>in-situ</i> Zugversuchs	88
3.36	Darstellung der Verschiebung zweier Punkte O und P [KIRUGULIGE et al., 2007]	90
4.1	Molybdänsäure-Ätzung der ehemaligen austenitischen Mikrostruktur im CMn-Stahl nach unterschiedlicher Anlassbehandlung: (a) 500 °C, 24 h, (b) 600 °C, 24 h, (c) 700 °C, 24 h. .	94
4.2	Modifizierte Béchet-Beaujard-Ätzung der ehemaligen austenitischen Mikrostruktur: (a) un- verformte Probe des CMn-Stahls, (b) 1 mal unterhalb und 4 mal oberhalb der T_{nr} ver- formte Probe des NbTi-Stahls.	95
4.3	(a) Ergebnis der thermischen Ätzung und (b) Ergebnis der optimierten Ionenätzung. . . .	95
4.4	Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur einer unverformten Probe aus Ori- entierungsbeziehungen, (a) EBSD-Map, (b) Rekonstruktion mit ARPGE 1.7, (c) Rekon- struktion mit Merengue 2.	96
4.5	Vergleich der Rekonstruktion der Austenitkorngröße des NbTi-mikrolegierten Stahls mit Hilfe von ARPGE 1.7 und Merengue 2 (mit und ohne Zwillinge ausgewertet) für verschie- dene Austenitisierungstemperaturen.	97
4.6	Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur einer verformten Probe ($\epsilon = 0,3$) aus Orientierungsbeziehungen, (a) EBSD-Map, (b) Rekonstruktion mit ARPGE 1.7, (c) Rekonstruktion mit Merengue 2.	98
4.7	Entwicklung der Rekonstruktionsqualität bei Erhöhung des Umformgrades.	99
4.8	Entwicklung des rekonstruierten Anteils bei Erhöhung des Umformgrades, (a) Vergleich zweier Umformtemperaturen, (b) Vergleich ARPGE 1.7 und Merengue 2.	100
4.9	Vergleich der Austenitkorngröße des CMn-Stahls für verschiedene Austenitisierungszeiten bei 1200 °C Austenitisierungstemperatur, ermittelt durch metallographische Methoden und der Rekonstruktion aus EBSD-Aufnahmen mit Merengue 2.	101
4.10	Vergleich der resultierenden mittleren Korngrößen für Brammen- und Blechmaterial des Nb-Stahls als Ausgangsmaterial der Prozesssimulation für verschiedene Austenitisierungs- temperaturen und 1800 s Austenitisierungszeit [FELL, 2016].	102
4.11	Entwicklung der Austenitkorngröße abhängig von der Austenitisierungstemperatur und dem Mikrolegierungskonzept, Austenitisierungszeit=1800 s.	103
4.12	Entwicklung der Austenitkorngröße der verschiedenen Stahlsorten abhängig von der Aus- tenitisierungsdauer für unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen.	104
4.13	Rekonstruierte Maps des Ti-Stahls mit stark ausgeprägtem abnormalem Wachstum ein- zelner Körner (a) $T_a=1000$ °C, $t_a=3600$ s und (b) $T_a=1200$ °C, $t_a=3600$ s.	105
4.14	Rekonstruierte Maps des Ti-Stahls mit normalem Wachstum (a) $T_a=1000$ °C, $t_a=600$ s und (b) $T_a=1200$ °C, $t_a=600$ s.	106

4.15	Vergleich der experimentellen Kornwachstumsergebnisse mit Modellen der Literatur: (a) zeitabhängige Kornwachstumskinetik des CMn-Stahls, (b) temperaturabhängige Kornwachstumskinetik des CMn- und des Ti-Stahls [SELLARS und WHITEMAN, 1979, HODGSON und GIBBS, 1992].	107
4.16	Häufigkeitsverteilungen der mit automatischer Partikelanalyse gemessenen Titan- und Niob-Ausscheidungen des Nb-Stahls für verschiedene Austenitisierungstemperaturen bei 30 Minuten Austenitisierungszeit [ROTH, 2016].	108
4.17	Entwicklung von Mittelwert und Median der Ausscheidungsklassen im Nb-Stahl abhängig von der Austenitisierungstemperatur [ROTH, 2016].	109
4.18	TEM-Aufnahmen extrahierter Stahl-Ausscheidungen: (a) NbTi-Ausscheidung, (b) Nb-Ausscheidung, (c) Ti-Ausscheidung. ⁶	110
4.19	Vergleich der Größenverteilung der Ausscheidungen im Ti-Stahl (a) und Nb-Stahl (b): automatische Partikelanalyse an Kohlenstoff-Replika vs. Analyse von Suspensionen von aus dem Stahl durch Matrixauflösung extrahierter Ausscheidungen mittels Feld-Fluss-Fraktionierung und analytischer Ultrazentrifuge. ⁸	111
4.20	Vergleich experimentell bestimmter und simulierter Entwicklung der Austenitkorngröße aller Stahlsorten abhängig von der Austenitisierungsdauer für unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen.	115
4.21	Entwicklung des Phasenteils (a) und des mittleren Partikelradius (b) von Niob-Karbiden und Titan-Nitriden im NbTi-mikrolegierten Stahl abhängig vom simulierten Temperatur-Zeit-Verlauf.	116
4.22	Häufigkeitsverteilung des Partikelradius der Niob-Karbide (a) und Titan-Nitride (b) im NbTi-mikrolegierten Stahl für unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen.	118
4.23	(a) Abhängigkeit der T_{lsg} der Titan-Nitride von den hinzu legierten gew.-% Stickstoff und Titan, (b) Abhängigkeit der T_{max} , T_{min} und T_{lsg} der Titan-Nitride von den hinzu legierten gew.-% Stickstoff und Titan sowie der Austenitisierungstemperatur.	119
4.24	Verlauf der simulierten Bildungsgeschwindigkeit der TiN-Ausscheidungen des Ti-Stahls.	120
4.25	Flow-Chart zur Abbildung der Funktionsweise des entwickelten Modells zur Beschreibung der Austenitkorngrößenentwicklung während der Brammenerwärmung.	121
4.26	(a) Experimentell bestimmte Korngrößenverteilung für den CMn-Stahl und (b) simulierte Korngröße, wärmebehandelt bei $T_a = 1000$ °C für $t_a = 14400$ s.	122
4.27	T_{nr} -Bestimmung für den Ti-mikrolegierten Stahl.	123
4.28	(a) Abhängigkeit der T_{nr} vom Mikrolegierungskonzept bzw. dem Gehalt an gelöstem Niob, (b) Vergleich der experimentell bestimmten T_{nr} mit berechneten Werten nach den Modellen nach Borrato et al. [BORRATO et al., 1988] und Bai et al. [BAI et al., 1993].	124
4.29	Abhängigkeit der T_{nr} von der Ausgangs-Austenitkorngröße nach der Brammenerwärmung.	125
4.30	Austenitkorngrößenentwicklung des NbTi-Stahls durch Erhöhung des Umformgrades.	126
4.31	Änderung der Fließkurve des Doppelschlagversuchs durch Erhöhung der Zwischenstichzeit [KRÄMER et al., 2018].	127
4.32	Vergleich der Rekristallisationskinetiken von CMn und NbTi-Stahl für zwei verschiedene Umformtemperaturen.	128
4.33	(a) Experimentell bestimmte Rekristallisationskinetiken des Ti-mikrolegierten Stahls und (b) des Nb-mikrolegierten Stahls für jeweils drei verschiedene Umformtemperaturen.	129
4.34	Änderung des experimentell bestimmten rekristallisierten Anteils bei einer Änderung der Umformtemperatur T_U um ± 4 °C.	130
4.35	(a) Abhängigkeit des rekristallisierten Anteils vom Umformgrad und (b) der Umformgeschwindigkeit.	131

4.36	Vergleich der mittels Doppelschlagversuch ermittelten Rekristallisationskinetik des Nb-mikrolegierten Stahls mit dem rekristallisierten Anteil bestimmt durch EBSD-Messungen und Rekonstruktion.	132
4.37	Vergleich der mittels Doppelschlagversuch ermittelten Rekristallisationskinetik des nicht mikrolegierten Stahls mit dem rekristallisierten Anteil bestimmt durch EBSD-Messungen und Rekonstruktion [KRÄMER et al., 2018].	133
4.38	Vergleich des mittels Doppelschlagversuch ermittelten rekristallisierten Anteils aller Mikrolegierungskonzepte und Umformtemperaturen mit dem rekristallisierten Anteil bestimmt durch EBSD-Messungen und Rekonstruktion.	134
4.39	Rekristallisationskinetiken des NbTi-mikrolegierten Stahls als Grundlage der <i>SRCT</i> -Bestimmung.	135
4.40	(a) Bestimmung der <i>SRCT</i> durch einen linearen Fit der Datenpunkte und (b) Bestimmung der Aktivierungsenergie oberhalb und unterhalb der <i>SRCT</i>	136
4.41	Vergleich der experimentell bestimmten Rekristallisationskinetik des Ti-Stahls mit berechneten Werten mit dem Modell von Medina [MEDINA und MANCILLA, 1996].	137
4.42	Vergleich experimentell bestimmter und simulierter Entwicklung der Rekristallisationskinetik aller Stahlsorten abhängig für jeweils drei verschiedene Umformtemperaturen.	138
4.43	(a) Simulierte und experimentell bestimmte Rekristallisationskinetik aus [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017], (b) mit Angaben aus [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017] mit MatCalc nachsimulierte Rekristallisationskinetiken.	138
4.44	Mittlerer Kornradius des NbTi-Stahls unter Verformungseinfluss.	139
4.45	(a) Mittlerer Partikelradius von NbC und TiN des NbTi-Stahls und (b) resultierende Häufigkeitsverteilung der dehnungsinduzierten NbC des NbTi-Stahls.	140
4.46	Flow-Chart zur Abbildung der Funktionsweise des entwickelten Modells zur Beschreibung der Rekristallisationskinetik während der Warmumformung.	141
4.47	Auswertung des EBSD der unverformten Probe: (a) EBSD-Map, (b) <i>GOS</i> -Map.	142
4.48	Festlegung des <i>GOS</i> -Schwellwerts anhand der unverformten Probe.	143
4.49	Spannungs-Dehnungskurve des <i>in-situ</i> Zugversuchs.	144
4.50	Aus der DIC des <i>in-situ</i> Zugversuchs resultierende Verteilung des Korrelationskoeffizienten.	145
4.51	Aus der DIC des <i>in-situ</i> Zugversuchs resultierende Verteilung lokalen Dehnungen.	145
4.52	Histogramm der durch DIC bestimmten mittleren Dehnungen pro Korn für verschiedene Dehnungszustände.	146
4.53	Auswertung der EBSD-Messung der verformten Probe: (a) EBSD-Map, (b) <i>GOS</i> -Map, (c) <i>GROD</i> -Map, (d) <i>KAM</i> -Map.	147
4.54	Graphische Korrelation von <i>GOS</i> und lokalen Dehnungen der DIC.	148
4.55	(a) Korrelation von <i>GOS</i> und lokalen Dehnungen pro Korn und (b) Vergleich der Verteilung für Dehnungs-, <i>GOS</i> -, <i>GROD</i> - und <i>KAM</i> -Werte der <i>in-situ</i> verformten Probe.	149
4.56	Auswertung der EBSD-Messung der verformten Probe nach einer Wärmebehandlung von 90 min bei 800 °C: (a) EBSD-Map, (b) <i>GOS</i> -Map, (c) <i>GROD</i> -Map, (d) <i>KAM</i> -Map.	150
4.57	Vergleich der <i>GOS</i> -Verteilungen ausgewählter Probenzustände.	151
4.58	Kumulierte <i>GOS</i> -Verteilungen für alle Probenzustände.	152
4.59	Vergleich der IPF-Maps (a) der verformten und (b) der zu 63 % rekristallisierten Mikrostruktur.	153
5.1	Ergebnis der Korrelation von, mit AFM detektierten Ausscheidungen und rekonstruierten PAGs.	157

Tabellenverzeichnis

3	Zusammenfassung verschiedener Kornwachstumsmodelle.	10
4	Zusammensetzungen der verwendeten TM-Stähle.	43
5	Probenpräparation für metallographische Rekonstruktionsmethoden.	45
6	Schritte des Ionenätzens.	46
7	Probenpräparation für EBSD-Aufnahmen.	48
8	Parameter der EBSD-Aufnahmen.	49
9	Vergleich der Rekonstruktionsprogramme ARPGE 1.7 und Merengue 2.	56
10	Versuchsparameter der Kornwachstumsversuche im Laborofen.	58
11	Variation der Versuchsparameter zur T_{nr} -Bestimmung ¹	65
12	Variation der Versuchsparameter zur Bestimmung von Rekristallisationskinetiken mittels DSV ²	67
13	Varierte Versuchsparameter zur Bestimmung des Einflusses von Umformgrad, Umformgeschwindigkeit und Schwankungen der Umformtemperatur auf die Rekristallisationskinetik	67
14	Variation der Versuchsparameter zur Bestimmung der Rekristallisationskinetiken für die <i>SRCT</i> -Bestimmung ³	68
15	Variation der Versuchsparameter zur Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels <i>GOS</i> -Methode ⁴	70
16	Schrittweiten und Messfeldeinstellungen für die EBSD-Aufnahmen	71
17	Aufnahmeparameter der automatischen Partikelanalyse	75
18	Wichtige Input-Parameter für Simulationen zum Kornwachstum in MatCalc	84
19	Probenpräparation für EBSD-Aufnahmen.	89
20	Verwendete Input-Parameter der digitalen Bildkorrelation mit Veddac.	92
21	Zusammensetzung der chemischen Ätzrezepte.	93
22	Halbwertsbreiten der lokalen Dehnungsverteilungen pro Korn für verschiedene globale Dehnungszustände.	146
23	Rekristallisierte Anteile der verschiedenen Wärmebehandlungsstufen der V2a-Probe.	152

Mathematische Symbole

$[M]$	Konzentration des Metalls
$[X]$	Konzentration der Zwischengitteratome
$[Y]$	Konzentration des Elements Y
α	Tochterphase
α	Konstante
α_j	Dihedralwinkel im Korn j
α_i	Pinning-Faktor der Ausscheidung i
β	Konstante
β^*	Anlagerungsrate
β_i	Pinning-Exponent der Ausscheidung i
$\Delta\tau$	Festigkeitssteigerung
ΔE_{sol}	Lösungsenthalpie
ΔG	Änderung der gibbsschen freien Energie bei der Keimbildung
δ	Subkorngröße
$\dot{\epsilon}$	Dehnrate
ϵ	Dehnung
ϵ^*	lineare Misfit-Dehnung
ϵ_p	plastische Dehnung
ϵ_T	plastische Dehnung, ab der metadynamische Rekristallisation stattfindet
ϵ_c	kritische Dehnung
η	Kaltverformungsgrad
η_H	Skalierungsfaktor
γ	Korngrenzenenergie
γ_{ges}	Gesamtscherung eines Kristalls
γ_{HA}	Grenzflächenenergie
γ_i	Variante der Mutterphase
γ_{ij}	Grenzflächenenergie zwischen Korn i und Korn j
γ_z	Betrag der Scherung in kubischen Systemen
λ	Elektronenwellenlänge
λ_k	elastische Dehnungsenergie durch Gitterfehlpassung
μ	Reibungszahl

μ_{0i}	chemisches Potential der Komponente i in der Matrix
μ_{ki}	chemisches Potential der Komponente i in der Ausscheidung k
Ω	molares Volumen
ω_0	Toleranzwinkel
ω_1	vergrößerter Toleranzwinkel
ρ	Versetzungsdichte
ρ^*	kritischer Keimradius
$\dot{\rho}_k^e$	Vergrößerungsrate der Ausscheidung
$\dot{\rho}_k = \partial\rho/\partial t$	Grenzflächengeschwindigkeit bzw. Wachstumsrate der Ausscheidung
σ_0	kritische Spannung zur Verformung eines Einkristalls, Fließgrenze
$\sigma_{w,\mu=0}$	wahre Spannung
$\sigma_{w,Hill}$	wahre Spannung nach Hill
$\sigma_{w,Hockett}$	wahre Spannung nach Hockett
$\sigma_{w,Ludwik}$	wahre Spannung nach Ludwik
σ_y	untere Streckgrenze
σ_m	Spannungswert der Fließkurvenextrapolation bei 5% der zweiten Verformung
σ_r	Spannungswert der zweiten Fließkurve bei 5% der zweiten Verformung
τ	Spannung
τ_i	Inkubationszeit
τ_{max}	maximale Spannung
τ_p	Peierls-Spannung
τ_{th}	theoretische Festigkeit
θ	Braggwinkel
v	Korngrenzengeschwindigkeit
v^*	Poisson-Zahl
φ	Umformgrad
ϑ	kritischer Misorientierungswinkel
A	spezifischer Messpunkt im Korn
a	atomarer Abstand, Gitterkonstante, Gitterparameter
A	Konstante
A'	Konstante
A_0	Ausgangsfläche der zylindrischen Probe

A_{ges}	Gesamtfläche der EBSD-Aufnahme
A_R	Fläche aller rekristallisierten Körner
A_x	Probenfläche während des Versuchs
\mathbf{b}	Burgersvektor
B	Konstante
c	Konzentration der gelösten Atome in der Korngrenze
C	Konstante
c_0	Gleichgewichtskonzentration
c_{0i}	Konzentration des Elements i in der Matrix
C_1	Streckgrenze
C_2	Sättigungsspannung
c_i	Solute-Konzentration auf der Korngrenze
c_{ki}	Konzentration des Elements i in Ausscheidung k
D	Korndurchmesser
d	Partikeldurchmesser
D_{0i}	Diffusionskoeffizient des Elements in der Matrix
dA	Flächeninkrement
d_c	kritischer Partikeldurchmesser
D_c	kritischer Korndurchmesser
D_{CB}	Korngrenzendiffusionskoeffizient
D_{eff}	effektiver Diffusionskoeffizient
D_i	Korngröße der Klasse i
D_i	Domäne
D_{ki}	Diffusionskonstante der Komponente i in der Ausscheidung
d_{KR}	mittlere primäre Rekristallisationskorngröße
D_m	mittlere Korngröße
D_{Area}	mittlere Korngröße, flächengewichtet
d_n	Netzebenenabstand
dV	Volumen
d_x	Probendurchmesser während des Versuchs
dx	Strecke
E	E-Modul

E_{dis}	Energie pro Längeneinheit einer Versetzung
E_i	Korngrenzen/Solute-Wechselwirkungsenergie
E_{Va}	Lehrstellenentstehungs-Energie
f	Kraft eines Fremdatoms auf die Korngrenze
F	aufgebrachten Kraft der Umformung
$f_{i,j}$	Phasenanteil der Klasse j der Ausscheidungen des Typs i
F_i	Fragment
f_i	Phasenanteil der Ausscheidungen des Typs i
F_{max}	maximale Kraft eines Teilchens auf eine Korngrenze
F_R	treibende Kraft der Rekristallisation
F_{ref}	Grauwerte der Referenzaufnahme
f_{tw}	Volumentanteil der Zwillinge
f_V	Volumenanteil der Ausscheidungen
F_Z	Zener-Kraft
G	freie Enthalpie
G'	Schubmodul
G^*	kritische Energie zur Keimbildung
g_A	Orientierung im Messpunkt A
g_{ave}	durchschnittliche Orientierung des Korns
G_{def}	Grauwerte der verformten Aufnahme
G_i	Körner der Tochterphase
GOS	Grain Orientation Spread
$GS_{abnormal}$	mittlere Korngröße beim Auftreten von abnormalem Kornwachstum
GS_{normal}	mittlere Korngröße ohne abnormales Kornwachstum
h_0	Ausgangshöhe der Probe
h_1	Probenhöhe während des Versuchs
h_i	Symmetrieelement für kubische Systeme
J	Keimbildungsrate
j_{ki}	Strom der Komponente i in der Ausscheidung
k	Konstante
K	Korrelationskoeffizient
\mathbf{K}	Peach-Koehler Kraft

k_2	Konstante
k_B	Boltzmann-Konstante
k_d	Skalierungsfaktor der treibenden Kraft
k_O	Konstante
k_S	Konstante
k_s	Gleichgewichtskonstante, bzw. Löslichkeitsprodukt
k_r	Skalierungsfaktor der pinnenden Kraft
k_y	Hall-Petch-Konstante
L	Partikelabstand
M	Mobilität
m	Beugungsordnung
M	Taylor-Faktor
M_0	Pre-Mobilitätsfaktor (Konstante)
M_{eff}	effektive Mobilität einer Korngrenze
M_k	Grenzflächenmobilität
M_{prec}	Mobilität unter Einfluss pinnender Ausscheidungen
M_{sd}	Mobilität unter Einfluss des Solute-Drag Effekts
n	Anzahl der Fremdatome pro Einheitsvolumen
N	Häufigkeit
N_A	Avogadro-Konstante
n_A	Avrami-Exponent
n_{At}	Anzahl der Atome im Keim
n^*	kritischer Keimradius
N_0	Anzahl der Keimbildungsstellen
N_{ges}	Gesamtzahl aller Messpunkte im Korn
N_S	Anzahl der Partikel, die eine Korngrenze schneiden
n_s	Anzahl der Oberflächenatome pro Fläche in der Oberflächenebene
N_V	Anzahl der Partikel pro Einheitsvolumen
P	Druck auf die Korngrenze
p	Konstante
P_d	treibende Kraft der Korngrenzenbewegung
P_{SD}	rücktreibende Kraft durch den Solute-Drag Effekt

P_Z	Zener-Pinning-Kraft
P'_Z	Zener-Pinning-Kraft unter D_c
P''_Z	Zener-Pinning-Kraft über D_c
Q	Aktivierungsenergie
q	Konstante
Q_{diss}	Dissipation
r	Partikelradius
R	universelle Gaskonstante
R_c	kritischer maximaler Kornradius
$r_{i,j}$	mittlerer Radius der Klasse j der Ausscheidungen des Typs i
RD	Kriterium zur Unterscheidung von abnormalem und normalem Kornwachstum
ρ_{eq}	Gleichgewichts-Versetzungsdichte
s	Konstante
$SRCT$	Static Recrystallization Critical Temperature
T	Temperatur
t	Zeit
$t_{0,5}$	Zeit, nach der 50% des Gefüges rekristallisiert sind
T_a	Austenitisierungstemperatur
t_a	Austenitisierungszeit
t_{ip}	Zwischenstichzeit
T_{nr}	Rekristallisationsstoptemperatur
t_{ref}	Startzeit der statischen Rekristallisation eines Referenzstahls ohne Einfluss des Elements Y
T_u	Umformtemperatur
t_Y	Startzeit der statischen Rekristallisation unter Einfluss des Elements Y
V_{mol}^M	molares Volumen der Matrix
V_{mol}^P	molares Volumen der Ausscheidung
X_R	rekristallisierter Gefügeanteil
Z	Zehner-Hollomon Parameter
Z	Zeldovich-Faktor
$z_{L,eff}$	Anzahl der Nachbarn eines Atoms
$z_{S,eff}$	Anzahl von "broken-bonds" entlang der Grenzfläche pro Atom

Abkürzungen

ACC	Accelerated Cooling
AFM	Atomic Force Microscope
AUZ	Analytische Ultrazentrifugation
CLS-Modell	Cahn-Lücke-Stüwe-Modell
DC	Direct Quenching
DIC	Digital Image Correlation
DSV	Doppelschlagversuch
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
EBSP	Electron Backscatter Pattern
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
FFF	Feld-Fluss-Fraktionierung
GNDs	Geometrically Necessary Dislocations
GOS	Grain Orientation Spread
GROD	Grain Reference Orientation Deviation
GT	Greninger-Troiano
GWKG	Großwinkelkorngrenzen
HSLA	High Strength Low Alloy
IPF-Map	Inverse Pole Figure - Map
JMAK-Gleichung	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov - Gleichung
KAM	Kernal Average Misorientation
kfz	kubisch-flächenzentriert
krz	kubisch-raumzentriert
KS	Kurdjumov-Sachs
KWKG	Kleinwinkelkorngrenzen
MAD	Mean Angular Deviation
MLE	Mikrolegierungselemente
NbC	Niob-Karbide
NbN	Niob-Nitride
NNBB-Modell	Nearest-Neighbor Broken-Bond-Modell
NW	Nishiyama-Wassermann
OIM	Orientation Imaging Microscopy

OR	Orientation Relationship
PAG	Prior Austenite Grains
PE	Primärelektronen
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SFE	Stapelfehlerenergie
SFFK-Modell	Svoboda-Fischer-Fratzl-Kozeschnik - Modell
SRCT	Static Recrystallization Critical Temperature
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy
SRP	Solute-Retardation-Parameter
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TiC	Titan-Karbide
TiN	Titan-Nitride
TM-Walzen	Thermomechanisches Walzen
UGC-Map	Unique Grain Color - Map
VC	Vanadium-Karbide
VN	Vanadium-Nitride

1 Einleitung

1.1 Motivation

Das Wort "Innovation" beschreibt im wirtschaftlichen Sinne die Realisierung einer neuartigen, fortschrittlichen Lösung für ein bestimmtes Problem, besonders die Einführung eines neuen Produkts oder die Anwendung eines neuen Verfahrens [DUDENREDAKTION, 2017]. Innovationen sind in der Industrie und somit auch in der Stahlproduktion und Stahlforschung ein gleichbleibend bedeutsamer und notwendiger Begleiter. Insbesondere in den Bereichen der Herstellungsverfahren, der Beschichtungen von Oberflächen oder bezüglich der Materialstruktur und verwendeter Legierungen konnten in der Vergangenheit zahlreiche Innovationen erzielt werden. Diese wirken sich auch auf die weiterverarbeitenden Anwendungsbereiche, wie den Fahrzeugbau, den Bau von Windkraftanlagen, den Kraftwerksbau sowie den Hochbau aus. Die dort verwendeten, hochbelastete Bauteile müssen zuverlässig den immer weiter wachsenden Anforderungen der heutigen Zeit standhalten [ROTERING et al., 2012].

Doch nicht nur die steigenden Anforderungen an die Qualität der Stahlprodukte und ihrer Weiterverarbeitungen, sondern auch die billigeren Konkurrenzprodukte aus dem Ausland, welche den deutschen Stahlmarkt überschwemmen, stellen die Stahlerzeuger vor immer neue Herausforderungen. So hat sich beispielsweise der Anteil der weltweiten Stahlproduktion in China von 1990 bis 2017 auf über 40 % der gesamten Stahlproduktion erhöht, wohingegen der Gesamtanteil europäischer Stahlproduktion auf 9,9 % gesunken ist [STAHL-ONLINE, Abgerufen: 08.05.2018]. Um konkurrenzfähig zu bleiben, ist es daher umso wichtiger, durch fortschreitende Forschung im Bereich Grundlagenforschung, Produktion und Weiterverarbeitung die Erzeugung konkurrenzfähiger, qualitativ hochwertiger aber auch zugleich preisoptimierter Produkte sicherzustellen.

Die gezielte Einstellung der Mikrostruktur von Grobblechen, welche die finalen Eigenschaften maßgeblich mitbestimmt, ist dabei ein Hauptforschungsschwerpunkt, um neue Stähle zu entwickeln und bestehende Konzepte weiterentwickeln zu können. Die komplex in der Mikrostruktur ablaufenden Prozesse während des Herstellungsverfahrens des thermomechanischen Walzens (TM-Walzen) müssen zum vollständigen Verständnis nicht nur charakterisiert und analysiert werden. Eine daran anschließende modellhafte Beschreibung bringt die beobachteten Phänomene in einen gemeinsamen Zusammenhang mit den realen Prozessparametern des TM-Walzens. Solche modellhaften Beschreibungen der Mikrostrukturentwicklung während der Grobblechherstellung ermöglichen so zukünftig die gezielte Einstellung der Mikrostruktur und damit der mechanischen Eigenschaften der Grobbleche unter Berücksichtigung der Prozessparameter und der Legierungszusammensetzung.

Untersuchungen zur Mikrostrukturentwicklung während des TM-Walzens wurden bereits ab Mitte der 80-er Jahre durchgeführt und erste Modelle für die Phase der Brammenerwärmung und der Warmumformung entwickelt [DUTTA und SELLARS, 1987, SELLARS, 1990]. Neuere Arbeiten widmen sich immer öfter statt empirischer Modellbildungsansätze der Entwicklung physikalisch-basierter Modelle [BÄCKE, 2009]. Trotz bekannter Grundzusammenhänge zwischen den mi-

strukturellen Prozessen und den Prozessparametern, muss jedes Modell für jeden Prozess und für jede Stahlsorte erneut angepasst und präzisiert werden. Dies stellt auch die Grundlage für die Motivation der vorliegenden Arbeit dar.

Der Legierungszusammensetzung kann dabei eine ganz besondere Rolle zugeordnet werden. Besondere, sogenannte Mikrolegierungselemente wie Niob, Titan und Vanadium und die daraus entstehenden Karbide und Nitride beeinflussen ablaufende Prozesse, wie das Kornwachstum während der Brammenerwärmung oder die Rekristallisation durch dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung in erheblichem Ausmaß [DUTTA et al., 2001]. Die gezielt nutzbaren Prozesse haben alle das gemeinsame Ziel, das Ausgangsgefüge im Austenitbereich möglichst feinkörnig einzustellen. Da die Korngrenzen des Ausgangsgefüges als Keimstellen für die Umwandlung dienen, stellt dieses Ausgangsgefüge die Grundlage für die Ausbildung eines feinkörnigen Endgefüges nach dem Abkühlen des Bleches und somit die Eigenschaften des Endprodukts dar.

Die gezielte Einstellung einer gewünschten Mikrostruktur der Hochtemperaturphase Austenit wird jedoch erschwert, da diese nicht direkt im Prozess und bei den hohen Temperaturen charakterisiert und analysiert werden kann. Eine Möglichkeit außerhalb der Produktion gezielte Mikrostrukturen abhängig von Prozessparametern und Zusammensetzung einzustellen, ist daher die physikalische Prozesssimulation. Sie ermöglicht es, den Prozess mit all seinen mikrostrukturellen Vorgängen mit Hilfe von Laboröfen und Warmumformsimulatoren im Labormaßstab nachzusimulieren. Da eine *in-situ*-Beobachtung der Gefügeentwicklung bei den hohen Temperaturen des TM-Walzens schwierig ist, wird das Gefüge durch schnelles Abkühlen auf Raumtemperatur "eingefroren" und anschließend für die Charakterisierung durch verschiedene Methoden wieder rekonstruiert [BARRACLOUGH, 1973, CAYRON, 2014, GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001, GERMAIN et al., 2012b].

1.2 Zielsetzung

Das Hauptziel der vorliegenden Arbeit ist die experimentelle Untersuchung der Mikrostrukturentwicklung, insbesondere der Austenitkornstruktur während der ersten beiden Phasen des TM-Walzens, der Brammenerwärmung und des Warmwalzens.

Die physikalische Prozesssimulation wird dabei als Tool genutzt, um gezielt Gefüge einzustellen, welche anschließend durch verschiedene Methoden charakterisiert und mit den verwendeten Prozessparametern zur Herstellung der Gefüge in Zusammenhang gebracht werden. Die vorliegende Arbeit lässt sich in die drei Bereiche Methodenentwicklung und Methodenweiterentwicklung, physikalische Prozesssimulation der Brammenerwärmung sowie physikalische Prozesssimulation des Warmwalzens untergliedern. Die Methodenentwicklung und Methodenweiterentwicklung beinhaltet dabei verschiedene Herangehensweisen für die schwierige Rekonstruktion der Mikrostruktur der Hochtemperaturphase und deren gegenseitiger Vergleich. Für die mit Hilfe der entwickelten Methodik rekonstruierten Austenitkornstrukturen des TM-Stahls werden dann die Einflüsse der Legierungszusammensetzung und der Prozessparameter auf das Kornwachstum, die Verformung der Mikrostruktur, die Rekristallisationskinetik sowie die Ausscheidungsbildung und

-auflösung ausgewertet. Rekristallisierte Gefügeanteile werden sowohl aus Orientierungsinformationen mit Hilfe der *GOS*-Methode als auch mit der klassischen Methode der Doppelschlagversuche bestimmt und verglichen. Zur Validierung und Erweiterung der Methodik zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils aus Orientierungsinformationen werden in dieser Arbeit außerdem Versuche an einem austenitischen Stahl durchgeführt. Der Einfluss einer Rekonstruktion des Austenitgefüges auf die Anwendung der *GOS*-Methode soll somit ausgeschlossen werden. Die Verknüpfung lokaler Dehnungen mit Werten aus EBSD-Aufnahmen, welche das Verformungs- und Rekristallisationsverhalten durch die Darstellung der Versetzungsdichte beschreiben, liefert zudem wichtige Informationen für die physikalisch basierte Modellbildung der untersuchten TM-Stähle.

Um die Ergebnisse der physikalischen Prozesssimulation zu validieren, werden an mehreren Stellen dieser Arbeit Vergleiche mit Simulationen mit dem Programm MatCalc sowie Vergleiche mit bestehenden Modellen der Literatur herangezogen. Das Zusammenbringen physikalischer Experimente mit Simulationen der Kornwachstums- und Rekristallisationskinetik sowie der eigenen, auf die verwendeten Stähle zugeschnittenen Modellbildung zur Beschreibung der Mikrostrukturentwicklung soll zukünftig ermöglichen, ohne erheblichen Aufwand und auch für andere Prozessparameter und Zusammensetzungen, Aussagen über die Mikrostrukturentwicklung während des TM-Walzens treffen zu können und somit das Gefüge und die dadurch resultierenden mechanischen Eigenschaften von Grobblechen gezielt einzustellen.

2 Theorie

In diesem Teil der Arbeit werden zunächst die Grundlagen der Herstellung und Eigenschaften der TM-Stähle erläutert. Anschließend werden die Mechanismen des Kornwachstums und der Rekristallisation beschrieben, welche für die Einstellung der Eigenschaften während der Grobblechherstellung entscheidend sind. Ein besonderes Augenmerk liegt dabei jeweils auf der Rolle der Mikrolegierungselemente und ihrem Einfluss auf die erklärten Mechanismen der Korngrößenentwicklung.

2.1 TM-Stähle - Herstellung und Eigenschaften

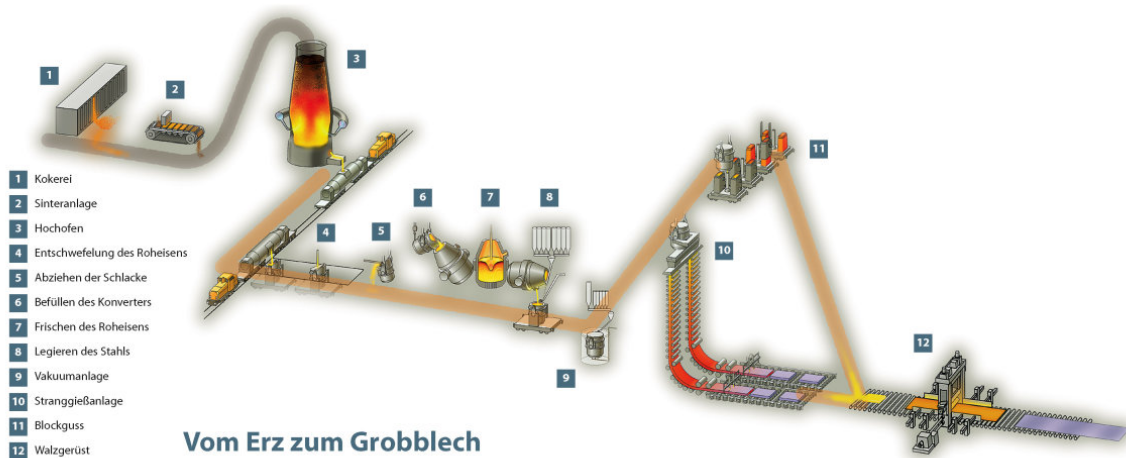


Abb. 2.1: Vom Erz zum Grobblech [DILLINGER, Abgerufen: 07.05.2018].

Die Grobblecherzeugung von Dillinger findet in einem integrierten Hüttenwerk statt. Dies bedeutet, dass alle Produktionsschritte vom Erz bis zum Endprodukt Grobblech am gleichen Standort stattfinden (Abbildung 2.1). Das Erz wird durch den Hochofenprozess in Roheisen umgewandelt, welches anschließend im Stahlwerk metallurgisch behandelt wird. Dabei wird der Kohlenstoffgehalt reduziert und die gewünschte Legierungszusammensetzung eingestellt. Aus dem flüssigen Stahl werden anschließend die Brammen in Stranggießanlagen oder im Blockguss vergossen. Diese Brammen sind das Ausgangsmaterial für den anschließenden Walzprozess im Walzwerk.

Zum Zweck der Homogenisierung des Brammenmaterials wird die Bramme zu Beginn des thermomechanischen Walzprozesses (TM-Walzen) zunächst in großen Öfen austenitisiert. Abbildung 2.2 verdeutlicht die während des TM-Walzens ablaufenden Prozesse in der Mikrostruktur. Bereits ausgeschiedene Mikrolegierungselemente gehen dabei wieder in Lösung, um später wieder gezielt während des Prozesses Ausscheidungen zu bilden. Außerdem findet Austenitkornwachstum abhängig von der Temperatur (zwischen 1050 - 1200 °C) und der Dauer der Wärmebehandlung statt.

Nach der Brammenerwärmung folgt das Warmwalzen der Brammen zu Blechen. Dabei wird so-

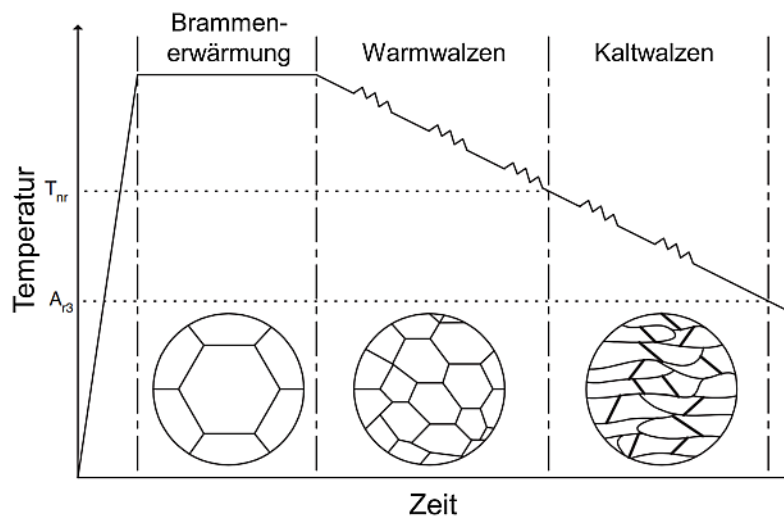


Abb. 2.2: Schema der Prozessschritte und der Mikrostrukturentwicklung während des thermomechanischen Prozesses der Grobblechherstellung [BAE et al., 2004].

wohl die Geometrie des Blechs als auch die Mikrostruktur gezielt eingestellt. Diese Mikrostruktur bestimmt im fertigen Grobblech maßgeblich die resultierenden mechanischen Eigenschaften. Der Prozess des Warmwalzens ist bestimmt durch diverse mikrostrukturell ablaufende Prozesse (z.B. dynamische Erholung und Rekristallisation), welche in Abbildung 2.3 schematisch dargestellt sind und in Kapitel 2.5 näher erläutert werden. Die beiden Walzschritte des Warm- und Kaltwalzens sind durch die Definition der Rekristallisationsstoptemperatur T_{nr} voneinander getrennt. Oberhalb der T_{nr} , im Temperaturbereich des Warmwalzens, findet keine Hemmung der statischen Rekristallisation statt. Durch die statische Rekristallisation kommt es im Gefüge zu Kornfeinung mit anschließendem Kornwachstum.

Das anschließende Kaltwalzen findet entweder im nicht-rekristallisierenden Austenitbereich oder im α - γ -Zweiphasengebiet statt. Statt der statischen Rekristallisation ist nun das sogenannte Pancaking, das zeilenförmige Strecken der Austenitkörner der maßgebliche Mechanismus in der Entwicklung der Mikrostruktur in dieser Prozessphase. Dadurch bilden sich viele potentielle Keimbildungsstellen für die Phasenumwandlung und somit ein feinkörniges Endgefüge während des anschließenden Prozessschritts der beschleunigten Abkühlung der Bleche in den bainitischen Bereich (ACC: engl., Accelerated Cooling). Mit steigender Abkühlgeschwindigkeit bilden sich ferritisch-perlitische, ferritisch-bainitische oder martensitische Gefüge. Neben dem ACC sind auch die einfache Abkühlung an Luft oder das schnellstmögliche Abschrecken in den Martensitbereich mit Wasser (DC: engl., Direct Quenching) technisch relevante Prozesse.

Die wichtigsten, technologisch relevanten Parameter des TM-Walzens sind

- Legierungszusammensetzung
- Austenitisierungstemperatur T_a

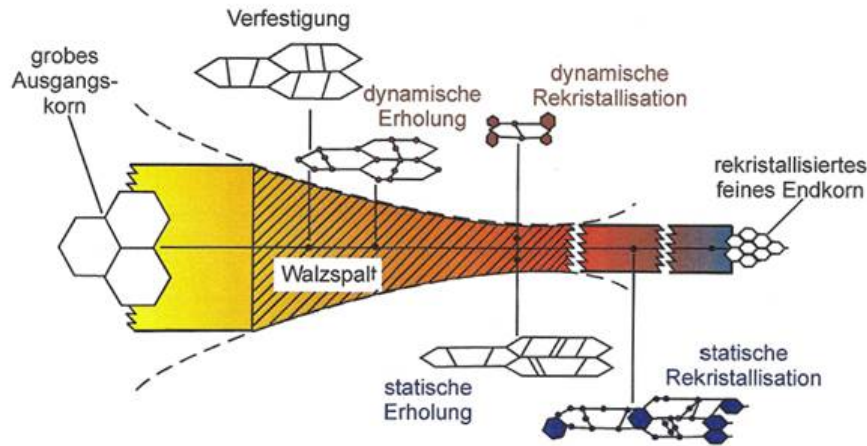


Abb. 2.3: Auswirkungen von Verformung, Erholung und Rekristallisation auf das Austenitgefüge eines warmgewalzten Bleches [BRÜHL et al., 2010].

- Austenitisierungszeit t_a
- Umformtemperaturen T_u
- Umformgrade ϵ
- Umformgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}$
- Anzahl Stiche
- Zwischenstichzeiten t_{ip}

Die Basis der außergewöhnlich guten Eigenschaften mikrolegierter TM-Stähle sind die Prozesse der Feinkornhärtung und der Ausscheidungshärtung [BERNS und THEISEN, 2008]. Während die Ausscheidungshärtung die Versetzungsbewegung durch Ausscheidungen behindert, resultiert aus der Feinkornhärtung durch die Reduktion der Korngröße eine hohe Festigkeit, Zähigkeit, Duktilität und Umformbarkeit des Stahls.

Der Zusammenhang zwischen Korngröße und Festigkeit wurde durch Hall und Petch beschrieben [HALL, 1951, PETCH, 1953]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (1)$$

mit σ_y : untere Streckgrenze, D : Korngröße, σ_0 : kritische Spannung zur Verformung eines Einkristalls, k_y : Hall-Petch-Konstante.

Abhängig von der Größe vorhandener Ausscheidungen kann die schubspannungsinduzierte Versetzungsbewegung durch zwei konkurrierende Wechselwirkungen behindert und die Festigkeit somit um $\Delta\tau$ gesteigert werden:

- $d < d_c$: Die Ausscheidung wird geschnitten (kohärente Ausscheidungen).

$$\Delta\tau_S = k_S \sqrt{f_V d} \quad (2)$$

mit k_S : Konstante, f_V : Volumenanteil der Ausscheidungen, d : Durchmesser der Ausscheidungen.

- $d > d_c$: Die Ausscheidung wird umgangen, Orowan-Mechanismus [OROWAN, 1947].

$$\Delta\tau_O = k_O \frac{\sqrt{f_V}}{d} \quad (3)$$

mit k_O : Konstante.

Die Abhängigkeit dieser beiden Mechanismen vom Durchmesser der Ausscheidungen ist in Abbildung 2.4 dargestellt. Zunächst nimmt der Verfestigungsanteil mit steigendem Durchmesser d zu, bis der kritische Durchmesser d_c erreicht wird. Ab dieser Partikelgröße ist es energetisch günstiger, die Ausscheidung zu umgehen und der Verfestigungsanteil nimmt mit weiter steigendem Durchmesser d wieder ab.

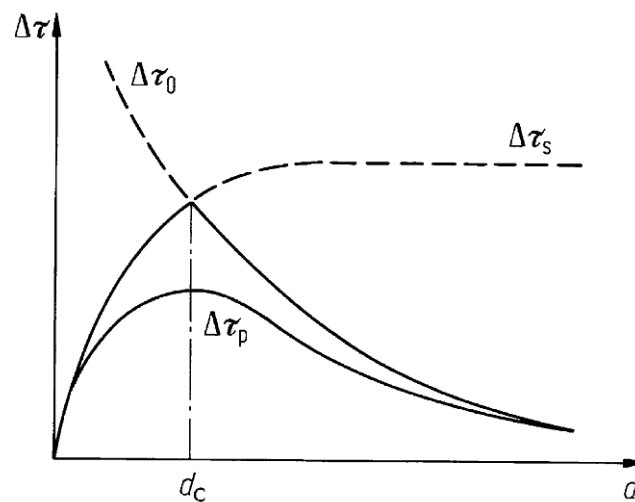


Abb. 2.4: Konkurrierende Prozesse des Schneidens und Umgehens von Ausscheidungen [HORNBOGEN und WARLIMONT, 2006].

2.2 Kornwachstumsmechanismen

Wie im vorherigen Abschnitt erläutert, ist die Korngröße der TM-Stähle mit verantwortlich für die herausragenden mechanischen Eigenschaften. Im Rahmen dieser Arbeit soll die Korngröße der Hochtemperaturphase für die verschiedenen Prozessschritte charakterisiert werden. Im folgenden Kapitel wird deshalb der theoretische Hintergrund des Kornwachstums und der Einfluss verschiedener Parameter, welche das Kornwachstum beeinflussen näher erläutert.

Die treibende Kraft des Kornwachstums ist bedingt durch die Reduktion der Grenzflächen der Körner. Wird ein Flächeninkrement dA einer Korngrenze um die Strecke dx verschoben, ändert

sich die freie Enthalpie G wie folgt:

$$dG = -P dA dx = -P dV. \quad (4)$$

Durch die Verschiebung der Fläche dA um dx wird ein Volumen dV aufgespannt. Als treibende Kraft bezeichnet man nun die Proportionalität P zwischen dG und dV . Diese treibende Kraft kann auch als Druck auf die Korngrenze bezeichnet werden. Als Ursache der treibenden Kraft für die Korngrenzenbewegung wird die Minimierung der Korngrenzenergie durch die Reduktion der Korngrenzenfläche angesehen.

Wirkt auf eine Korngrenze nun ein Druck P , folgt die Bewegung der Korngrenze um eine Strecke dx . Die Geschwindigkeit v dieser Bewegung ist abhängig von der Korngrenzenmobilität M und von dem Druck auf die Korngrenze:

$$v = MP. \quad (5)$$

Die Mobilität der Korngrenze kann durch die Form einer Arrhenius-Gleichung beschrieben werden:

$$M = M_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (6)$$

mit M_0 : Pre-Mobilitätsfaktor (Konstante), T : Temperatur, R : universelle Gaskonstante, Q : Aktivierungsenergie.

Unter der Annahme quadratischer Körner mit einer Kantenlänge d_Q und der Näherung, dass diese Kantenlänge dem Durchmesser D des Kornes entspricht, erhält man für die treibende Kraft P_d der Korngrenzenbewegung folgenden Zusammenhang:

$$P_d = \frac{3\gamma}{d_Q} \approx \frac{3\gamma}{D} \quad (7)$$

mit γ : Korngrenzenenergie.

In einphasigen Metallen mit zweidimensionalem Gefüge aus Körnern, welche sich an ihren Flächen, Kanten und Ecken berühren, entsteht nur dann ein Gleichgewicht der Korngrenzenanordnungen, wenn alle Körner sechseckig sind und ihr Korngrenzen-Innenwinkel genau 120° und gleichzeitig die Bedingung $\gamma_{ij} = \text{const.} = \gamma$ erfüllt ist (Abbildung 2.5 (a)). In allen anderen Fällen berechnet sich der Korngrenzenwinkel durch die folgende Gleichung [GOTTSTEIN, 2013]:

$$\frac{\gamma_{23}}{\sin \alpha_1} = \frac{\gamma_{13}}{\sin \alpha_2} = \frac{\gamma_{12}}{\sin \alpha_3} \quad (8)$$

wobei γ_{ij} : Grenzflächenenergie zwischen Korn i und Korn j , α_j : Dihedralwinkel im Korn j .

Im dreidimensionalen Fall kommt es nur dann zu einer vollständigen Raumfüllung und ebenen Korngrenzen, wenn je drei Körner an einer Kornkante unter einem Winkel von 120° und je vier Körner an einer Kornecke unter einem Winkel von 109° aufeinander treffen. Das Gleichgewicht

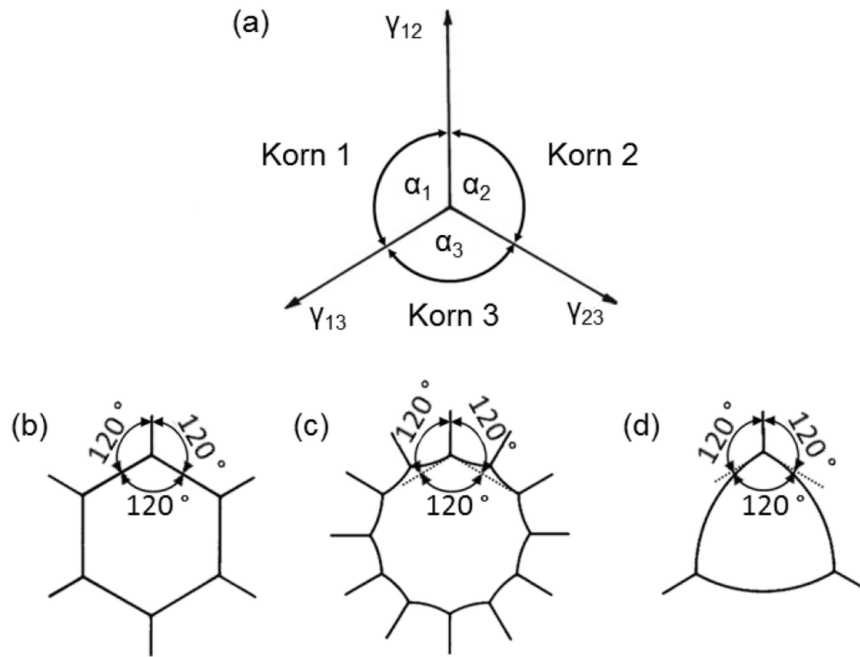


Abb. 2.5: Darstellung unterschiedlicher Korngrenzengeometrien (zweidimensional). (a) Gleichgewicht am Tripelpunkt, (b) ebene Korngrenzen an Körnern mit sechs Ecken, (c) konkav gekrümmte Korngrenzen an Körnern mit mehr als sechs Ecken, (d) konvex gekrümmte Korngrenzen an Körnern mit weniger als sechs Ecken [GOTTSTEIN, 2013].

kann also an einer Kornecke niemals eingestellt werden. Treten in mehrphasigen Gefügen Körner mit einer von sechs abweichenden Eckenzahl auf, so kann die Bedingung der Kräftegleichung nur dann erfüllt werden, wenn die Korngrenze sich in Richtung des Krümmungsmittelpunktes verschiebt. Diese Verschiebung hat wiederum die Veränderung der Winkel anderer Korngrenzenecken zur Folge, was weitere Korngrenzenbewegung bedingt. Morphologische Untersuchungen ergaben, dass konkav gekrümmte Korngrenzen überwiegend bei Körnern mit mehr als sechs Ecken auftreten und solche mit weniger als sechs Ecken konvex gekrümmte Korngrenzen aufweisen, um die 120° Bedingung erfüllen zu können (Abbildung 2.5 (b-d)). Durch das Bestreben der Korngrenze, sich in Richtung des Krümmungsmittelpunktes zu verschieben, kommt es dazu, dass bevorzugt Körner mit mehr als sechs Ecken, also große Körner, wachsen und die kleineren mit weniger als sechs Ecken auf deren Kosten schrumpfen. In Mehrphasenlegierungen sind die Abweichung des Gleichgewichtswinkels von 120° zum Teil beträchtlich.

Bei isothermen Wärmebehandlungen lässt sich die zeitabhängige Zunahme des mittleren Korndurchmessers nach Burke und Turnbull unter den Annahmen, dass die Korngrenzenenergie γ für alle Körner gleich ist und die Korngrenzengeschwindigkeit v proportional zur zeitlichen Änderung des Korndurchmessers ist, durch folgende Gleichungen beschreiben [BURKE, 1949, BURKE und TURNBULL, 1952]:

$$\frac{dD}{dt} = \frac{k}{D} \quad (9)$$

$$D = D_0 + k \cdot \sqrt{t} \quad (10)$$

mit D : mittlere Korngröße, D_0 : mittlere Anfangskorngröße, k : Konstante, welche die Mobilität M und die Korngrenzenenergie γ zusammenfasst, t : Zeit.

Nach Hillert [HILLERT, 1965] ergibt sich die Beschreibung der Korngrenzenentwicklung zu

$$\frac{dD}{dt} = k_2 M \gamma \left(\frac{1}{D_c} - \frac{1}{D} \right) \quad (11)$$

mit D : mittlere Korngröße, k_2 : Konstante, D_c : kritische Korngröße, welche zwischen Schrumpfen und Wachsen von Körnern unterscheidet. Tabelle 3 fasst die mathematische Beschreibung einiger unterschiedlicher Kornwachstumsmodelle der Literatur zusammen.

Tabelle 3: Zusammenfassung verschiedener Kornwachstumsmodelle.

Author	Kornwachstumsmodell
Beck [BECK et al., 1948, BECK et al., 1947]	$D = Kt^n$ $\frac{dD}{dt} = nkt^{n-1}$
Sellars [SELLARS und WHITEMAN, 1979]	$d^n - d_0^2 = Ct$ $C = A \exp\left(\frac{B}{RT}\right)$
Nishizawa [NISHIZAWA, 1984]	$d^n - d_0^n = Ct$ $C = \frac{\sigma V D_{gb}}{RT \delta}$
Anelli [ANELLI, 1992]	$d = Bt^m \exp(-Q/RT)$
Raghunathan [RAGHUNATHAN und SHEPPARD, 1989]	$d = d_0 + At^m \exp(-Q/RT)$

2.3 Wirkungsweise von Mikrolegierungselementen auf das Kornwachstum

Nachdem sich im vorherigen Kapitel mit den Mechanismen des Kornwachstums auseinander gesetzt wurde, sollen nun die Einflüsse durch Mikrolegierungselemente (kurz: MLE) im Stahl, welche das Kornwachstum behindern oder sogar zu abnormalem Kornwachstum führen können dargelegt werden. Dazu gehört die Ausscheidungsbildung, das durch Ausscheidungen verursachte Zener-Pinning von Korngrenzen und der sogenannte Solute-Drag Effekt, also die Beeinflussung der Korngrenzenenergie und -bewegung durch in der Korngrenze gelöste MLE.

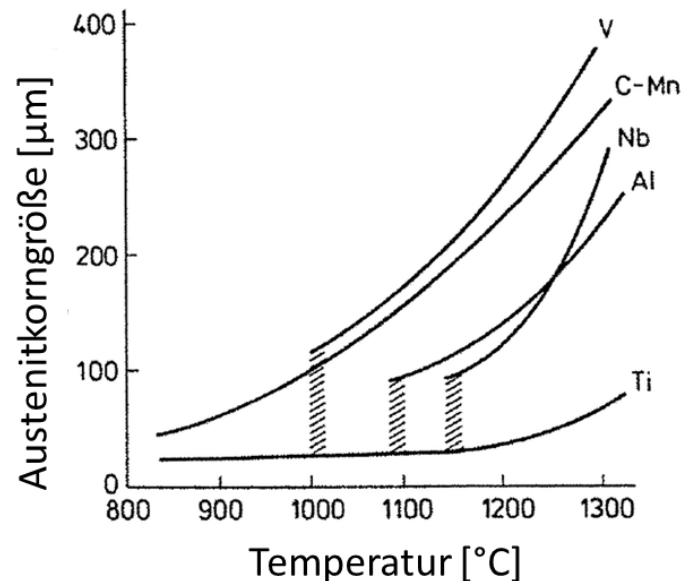


Abb. 2.6: Einfluss verschiedener Mikrolegierungselemente auf das Austenitkornwachstum [GLADMAN, 1997].

Wie Abbildung 2.6 verdeutlicht, hat das Hinzulegieren von sogenannten Mikrolegierungselementen einen deutlichen Einfluss auf das Kornwachstumsverhalten der Stähle bei isothermer Wärmebehandlung. Als Mikrolegierungselemente werden die Legierungszusätze bezeichnet, deren Gehalte 0,1 gew.-% nicht überschreiten [BERGMANN, 2008]. Sie werden gezielt dem Stahl hinzugegeben, um die mechanischen Eigenschaften des Endprodukts positiv zu beeinflussen. TM-Stähle werden vor allem mit Titan, Niob, Aluminium und Vanadium mikrolegiert. Durch ihre hohe Affinität zu Stickstoff und Kohlenstoff bilden sich in unterschiedlichsten Kombinationen Karbide und Nitride, je nach Zusammensetzung und Temperaturbereich.

Niob ist ein bevorzugtes MLE, da es im Vergleich zu anderen MLEs wie Titan und Vanadium vor allem die Festigkeit eines Stahls durch Kornfeinung erhöht, ohne die Duktilität negativ zu beeinflussen [HULKA, 2003, HULKA und KLINKENBERG, 2005]. Durch den sogenannten Solute-Drag Effekt, also durch gelöste Atome in der Korngrenze wird das Kornwachstum in Niob-mikrolegierten Stählen je nach Gehalt unterschiedlich stark gehemmt. Den größten Effekt zeigt eine Niob-Mikrolegierung aber durch die Verzögerung der Rekristallisation während des Prozessschrittes des Warmwalzens. Dies geschieht einerseits durch den Solute-Drag Effekt [BHADSHIA, 1983] und andererseits durch fein verteilte, dehnungsinduzierte Niob-Karbide (kurz: NbC). Die

Bildung von NbC-Ausscheidungen sorgt dadurch für eine Erhöhung der Keimbildungsstellen für die Austenit-Ferrit-Umwandlung und somit für ein feinkörniges Endgefüge. Da die Ausscheidungsbildung im Austenitbereich aber nicht vollständig abläuft, bilden sich auch bei der Umwandlung und Abkühlung im Ferrit-Bereich weitere Ausscheidungen, welche vor allem die Festigkeit des Blechs durch Ausscheidungshärtung positiv beeinflussen [BÉREŠ et al., 2004, KLIN-KENBERG et al., 2004].

Titan-Nitride (kurz: TiN) bilden sich aufgrund der geringen Löslichkeit im Stahl nur direkt während oder nach der Erstarrung. Sie liefern einen großen Anteil an der Behinderung des Kornwachstums im Austenit [GLADMAN, 1997] und bei der Ausscheidungshärtung im Ferrit [MOON et al., 2008]. Außerdem können die stabilen TiN-Ausscheidungen als Keimbildungsstellen für die Ausscheidungsbildung bei niedrigeren Lösungstemperaturen wirken. Dadurch bilden sich sogenannte core/shell Gebilde aus, welche aus einem Kern aus TiN und einer Hülle eines anderen MLE-Karbids oder -Nitrids bestehen [ACEVEDO et al., 2008, SHANMUGAM et al., 2005, SHIRAIWA et al., 1970]. Im Gegensatz zu den meist runden NbC liegen reine TiN oder Titan-reiche Ausscheidungen meist quaderförmig oder kubisch in den hochfesten Stählen vor [BAI et al., 2006, KEJIAN und BAKER, 1993].

2.3.1 Ausscheidungsbildung im TM-Stahl

Zur Bildung von Ausscheidungen kommt es dann, wenn der Gehalt eines Mikrolegierungselementes die maximale Löslichkeit in der Matrix überschreitet [HIGGINS, 1993]. Damit hat die temperaturabhängige Löslichkeit der MLE im Stahl einen entscheidenden Einfluss auf die Wirkungsweise der Ausscheidungen in der Mikrostruktur und damit auf die Eigenschaften des Endprodukts. Betrachtet man das Löslichkeitsprodukt

$$\log(k_s) = \log([M] \cdot [X]) \quad (12)$$

wobei k_s : Gleichgewichtskonstante, bzw. Löslichkeitsprodukt, $[M]$: Konzentration des Metalls (MLE-Element) in gew-%, $[X]$: Konzentration der Zwischengitteratome (Kohlenstoff und/oder Stickstoff) in gew-%, der verschiedenen Mikrolegierungselemente in Abhängigkeit der Temperatur (Abbildung 2.7), so können folgende Schlussfolgerungen festgehalten werden [GLADMAN, 1997]:

- MLE-Nitride sind im Austenitgebiet stabiler als die entsprechenden Karbide. Dabei zeigen vor allem TiN und Titan-Karbide (kurz: TiC) sowie Vanadium-Nitride (kurz: VN) und Vanadium-Karbide (kurz: VC) im Vergleich größere Unterschiede in ihrer Löslichkeit als Niob-Nitride (kurz: NbN) und NbC.
- Die Löslichkeiten der Nitride und Karbide zeigen im Austenitgebiet allgemein ähnliche Werte. Ausnahmen bilden dabei TiN, welche bis zu 1000 mal stabiler und damit schwerer löslich sind als die anderen Ausscheidungen und VC, welche vergleichsweise deutlich leichter gelöst werden.
- Die Löslichkeit von TiN in der Schmelze bei bis zu 1600 °C ist vergleichbar mit der Löslichkeit der meisten anderen MLE-Karbide und Nitride bei 1200 °C.

- Alle Karbide und Nitride zeigen einen Sprung in der Löslichkeit beim Phasenübergang von Austenit zu Ferrit. Dabei ist die Löslichkeit im Ferrit um etwa eine Größenordnung geringer als im Austenit (in Abbildung 2.7 nicht mehr dargestellt $T < 1000$ °C).

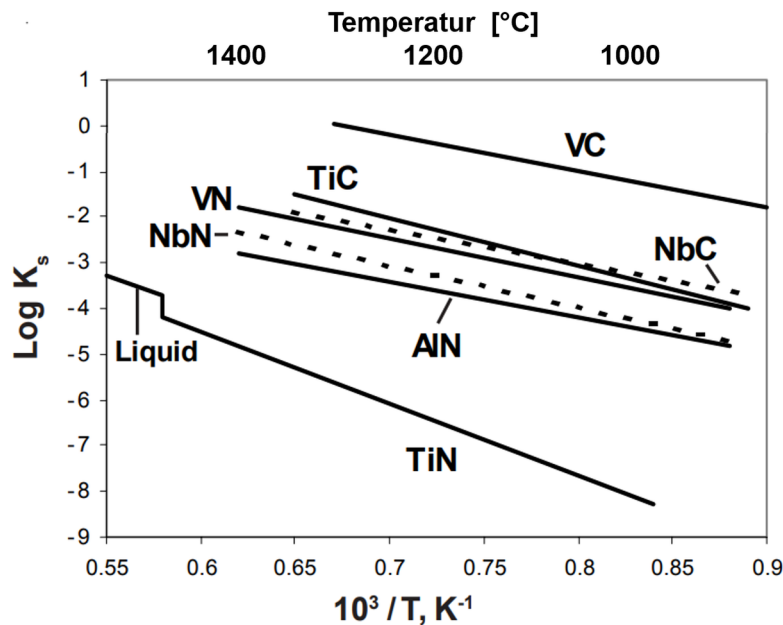


Abb. 2.7: Löslichkeitsprodukte von Mikrolegierungs-Karbiden und -Nitriden [GŁODOWSKI, 2000].

Der Ausscheidungsprozess an sich kann in drei Stadien unterteilt werden (Abbildung 2.8) [JANSSENS et al., 2010]:

- Keimbildung: Die Keimbildung von Ausscheidungen einer kritischen Größe d^* ist ein zufälliger Prozess, welcher durch mikroskopische Unterschiede der Temperatur und Zusammensetzung bestimmt ist.
- Wachstum: Die Wachstumsphase ist geprägt durch Diffusion und die anschließende kontrollierte Anlagerung von Atomen an den Ausscheidungskeim. Im Gegensatz zur Keimbildung ist das Wachstum ein durch chemische oder mechanische Triebkräfte gesteuerter Prozess. Während der Wachstumsphase steigt der Durchmesser d und damit der Volumenanteil f_V der Ausscheidungen an, wohingegen sich der Abstand zwischen den Partikeln L verringert.
- Vergrößerung: Größere Ausscheidungen wachsen auf Kosten kleinerer Ausscheidungen unter Beibehaltung des Gesamtvolumenanteils f_V . Die Triebkraft dieses Prozesses ist die Minimierung der Grenzflächenenergie zwischen Ausscheidung und Matrix. Während der Vergrößerung nimmt der Teilchenabstand L wieder zu. Dieser Prozess wird auch als Ostwald-Reifung bezeichnet.

2.3.2 Zener-Pinning

Trifft eine Korngrenze mit der Grenzflächenenergie γ unter einem Winkel β auf eine Ausscheidung mit dem Radius r , so entsteht eine unter $\beta = 45^\circ$ maximal werdende Kraft F auf die

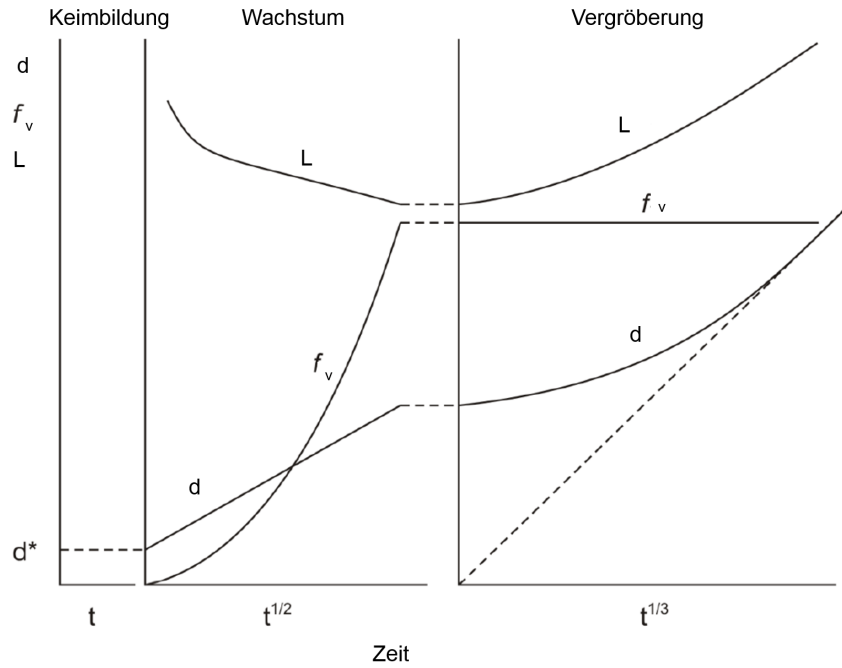


Abb. 2.8: Entwicklung des Durchmessers, des Volumenanteils und des Partikelabstands während des Ausscheidungsprozesses [BÜRCEL, 1998].

Korngrenze. Diese resultiert aus der Minimierung der Grenzflächenenergie der Korngrenze durch Kontakt mit der Ausscheidung (Abbildung 2.9 (b)), welche bei Losreißen des Teilchens zuerst durch Neubildung von Korngrenzenfläche aufgebracht werden muss [GLADMAN, 1997].

Diese maximale Kraft auf die Korngrenze ergibt sich zu

$$F_{max} = \pi r \gamma. \quad (13)$$

Mit der Anzahl der Partikel, die eine Korngrenze schneidet

$$N_S = 2r N_V = \frac{3f_V}{2\pi r^2} \quad (14)$$

wobei N_V : Anzahl der Partikel pro Einheitsvolumen, f_V : Volumenanteil der Partikel, ergibt sich unter der Annahme, dass alle Partikel die gleiche Form und Größe besitzen, ihre gesamte rücktreibende Kraft zu

$$P_Z = N_S F_{max} = \frac{3f_V \gamma}{2r}. \quad (15)$$

Diese Kraft wird allgemein als Zener-Pinning-Kraft [SMITH, 1948] bezeichnet und wurde das erste Mal von 1949 von Zener in [ZENER, 1949] in Betracht gezogen.

Bei dieser grundlegenden Betrachtung von Zener ergibt sich der kritische, maximale Radius R_c ,

bis zu welchem das Zener-Pinning wirksam ist zu

$$R_c = \frac{4r}{3f_V}. \quad (16)$$

Die Annahme einer ebenen Korngrenze in der Herleitung der Zener-Pinning-Kraft führt zu dem Kritikpunkt, dass sich bei statistisch verteilten Partikeln auf jeder Seite der Korngrenze genau gleich viele Partikel befinden müssten und sich die Zener-Kraft somit zu Null ergeben würde. In der Realität geht man jedoch davon aus, dass die Korngrenze lokal relaxiert und somit die Nettokraft, welche auf die Korngrenze wirkt nicht Null ist [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012]. Dieser Kritikpunkt führte zu der Entwicklung weiterer Modelle durch Nes et al. (1985) [NES et al., 1985], Hillert (1988) [HILLERT, 1988] und Doherty et al. (1989) [DOHERTY und RAJAB, 1989, RAJAB und DOHERTY, 1989], welche sich aber nicht in großem Ausmaß von Gleichung 15 unterscheiden. Deshalb wird diese Formulierung auch weiterhin genutzt. Computer-Simulationen von Miodownik et al. bestätigten zudem diese Formulierung der Zener-Gleichung [MIODOWNIK et al., 2000].

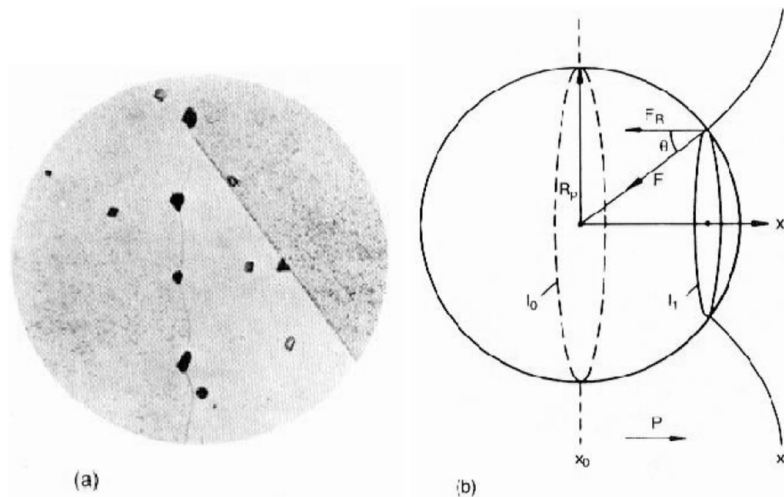


Abb. 2.9: Zener-Pinning: Behinderung der Bewegung einer Großwinkelkorngrenze durch Teilchen einer zweiten Phase: (a) reale Struktur, (b) schematisch [GOTTSTEIN, 2013].

Bei der Betrachtung der Zener-Kraft als rücktreibende Kraft, die der treibenden Kraft des Kornwachstums entgegengesetzt ist, ist es essentiell, die Verteilung der Partikel und Korngrenzen abhängig von der vorliegenden Korngröße zu korrelieren (Abbildung 2.10). Dabei kann man von vier unterschiedlichen Fällen ausgehen: (a) die Korngröße ist deutlich kleiner als der Partikelabstand, (b) Partikelabstand und Korngröße sind ungefähr gleich groß, (c) die Korngröße ist deutlich größer als der Partikelabstand und (d) es liegt eine inhomogene Verteilung der Partikel auf den Korngrenzen vor [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012]. Für die Fälle (a) und (b) ergibt sich im Falle inkohärenter Partikel und einer Kantenlänge der Körner D eine Pinning-Kraft von

$$P'_Z = \frac{3Df_V\gamma}{4r^2}. \quad (17)$$

Diese Gleichung gilt, solange der Abstand der Partikel L maximal so groß ist wie die kritische

Korngröße D_c . Wenn $L = D_c$, dann ergibt sich die maximale Pinning-Kraft zu

$$P'_{Z,max} \approx \frac{1,2\gamma f_V^{2/3}}{r}. \quad (18)$$

Übersteigt die Korngröße den kritischen Wert D_c , so ergibt sich die Zener-Pinning-Kraft als

$$P''_Z = \pi r \gamma \left(\frac{1}{D^2} + \left(1 - \frac{1}{N_V D^3} \right) 2N_V r \right). \quad (19)$$

Die Zener-Pinning Kraft in Abhängigkeit der Korngröße ist entsprechend der Gleichungen 17 und 19 in Abbildung 2.11 abgebildet.

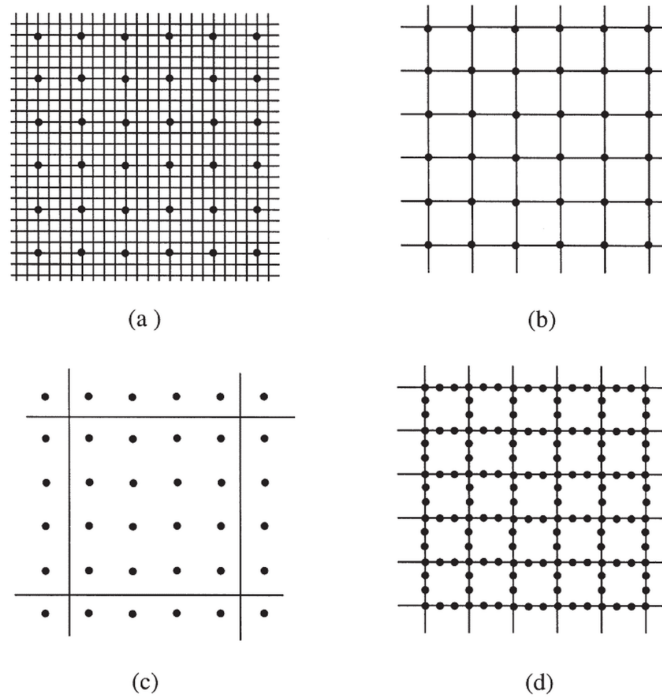


Abb. 2.10: Schematische Korrelation von Partikeln und Korngrenzen, abhängig von der Korngröße: (a) die Korngröße ist deutlich kleiner als der Partikelabstand, (b) Partikelabstand und Korngröße sind ungefähr gleich groß, (c) die Korngröße ist deutlich größer, (d) inhomogene Verteilung der Partikel auf den Korngrenzen [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].

Moon et al. [MOON et al., 2007] haben den Einfluss von TiN auf das isotherme Austenitkornwachstum im Vergleich zu einer Stahlsorte ohne TiN untersucht und den Effekt des Zener-Pinnings auf die Korngrößenentwicklung experimentell bestätigt. Durch diese Untersuchungen konnte eine modellhafte Pinning-Effektivität der Ausscheidungen bestimmt werden (Abbildung 2.12). Experimente dieser Art bilden die Grundlage der Versuchsreihe der isothermen Kornwachstumsexperimente dieser Arbeit unter Berücksichtigung unterschiedlicher Legierungskonzepte.

2.3.3 Solute-Drag Effekt

Die meisten Modelle zur Beschreibung des Solute-Drag Effekts, also des Einflusses gelöster Fremdatome auf die Korngrenzenmobilität, beruhen auf dem Modell von Lücke und Detert [LÜCKE und DETERT, 1957] für kleine Verunreinigungen. Es wird angenommen, dass eine Wechselwirkung zwischen Korngrenze und Fremdatomen stattfindet, bei der die Korngrenze (entsprechend

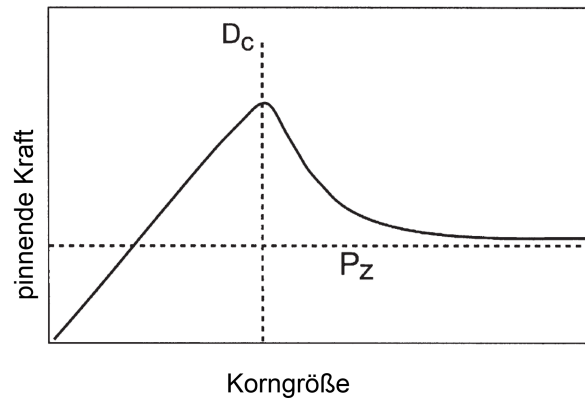


Abb. 2.11: Effekt der Korngröße auf die Zener-Pinning-Kraft [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].

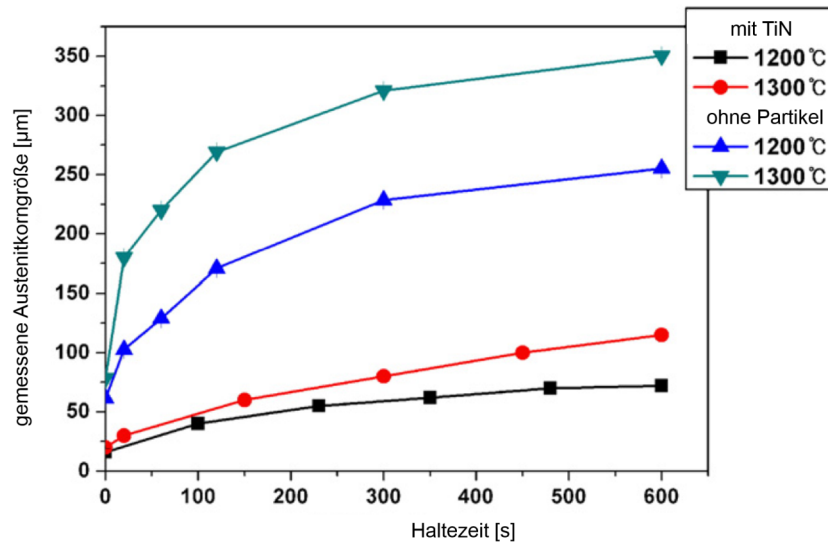


Abb. 2.12: Einfluss von Titan-Nitriden auf das isotherme Austenitkornwachstumsverhalten [MOON et al., 2007].

Abbildung 2.13) mit Fremdatomen angereichert wird. Durch diese Atome kommt es zu einer Verringerung der Korngrenzengeschwindigkeit, welche durch die Diffusionsgeschwindigkeit der Fremdatome bestimmt ist. Dieser Effekt ist um so stärker, je geringer die Temperatur und je höher die Konzentration an gelösten Fremdatomen ist. Auch nimmt der Einfluss auf die Verzögerung der Rekristallisation mit steigendem Radius der Fremdatome zu.

Auf Basis dieses Modells gab es unabhängige Weiterentwicklungen des Modells durch Cahn [CAHN, 1962] und eine Erweiterung des Modells von Lücke und Stüwe, welche auch höhere Konzentrationen an Fremdatomen berücksichtigt [LÜCKE und STÜWE, 1971]. Weitere Modelle wurden von Bauer [BAUER, 1974], Hillert und Sundman [HILLERT und SUNDMAN, 1976] und Hillert [HILLERT, 1979] entwickelt. Das sogenannte Cahn-Lücke-Stüwe (kurz: CLS)-Modell wird dennoch als Basis vieler heutiger Untersuchungen und modellhafter Beschreibungen genutzt.

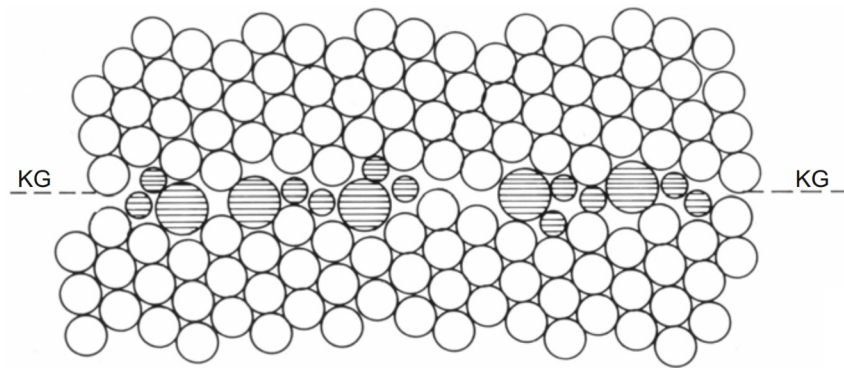


Abb. 2.13: Anreicherung von Fremdatomen an einer Korngrenze [BÜRCEL, 1998].

Grundlage des Modells ist die Annahme, dass durch die Wechselwirkungsenergie zwischen Korngrenze und Fremdatomen E eine Kraft zwischen Korngrenze und Fremdatomen entsteht, welche die Korngrenzenenergie abhängig von der vorliegenden Korngrenzenkonfiguration beeinflusst. Abbildung 2.14 zeigt die Veränderung der Korngrenzenenergie in Abhängigkeit von der Misorientierung der Korngrenze unter dem Einfluss gelöster Atome in der Korngrenze basierend auf dem Modell von Sauter et al. [SAUTTER et al., 1977]. Die Gesamtkraft ergibt sich als die Summe aller Kräfte zwischen der Korngrenze und den Fremdatomen $P = \sum dU/dx$. Diese Kraft beeinflusst auch die Konzentration der gelösten Atome in der Korngrenze

$$c = c_0 \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \quad (20)$$

wobei c_0 : Gleichgewichtskonzentration.

Die rücktreibende Kraft, welche durch die Fremdatome auf die Korngrenze ausgeübt wird kann also beschrieben werden durch

$$P_{SD} = nCf \quad (21)$$

mit n : Anzahl der Fremdatome pro Einheitsvolumen, f : Kraft eines Fremdatoms auf die Korngrenze [MENDELEV und SROLOVITZ, 2002].

Der Solute-Drag Effekt ist bestimmt durch die Korngrenzengeschwindigkeit im Vergleich zu der Diffusivität der gelösten Fremdatome sowie deren Wechselwirkungsenergie mit der Korngrenze. Diese Wechselwirkungsenergie ΔG kann nach Hillert und Sundman [HILLERT und SUNDMAN, 1976] als Dissipation der freien Energie durch Diffusion bezeichnet werden, wenn sich eine Korngrenze durch ein Volumen mit einem Mol an Atomen hindurch bewegt. Nach Bäcke [BÄCKE, 2010] kann die Verringerung der Korngrenzenmobilität durch den Einfluss gelöster Atome abhängig von ihrer Konzentration und ihrer Diffusionsgeschwindigkeit für mikrolegierte Stähle durch die folgende Gleichung beschrieben werden:

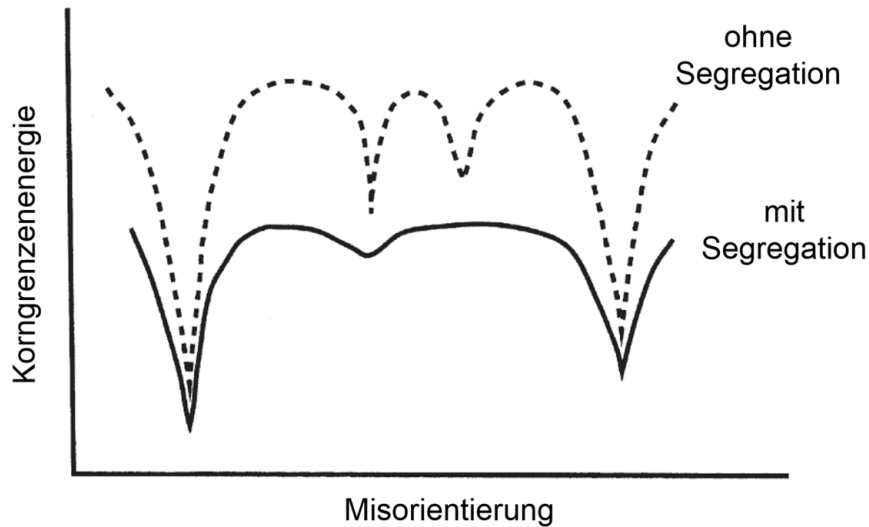


Abb. 2.14: Schematische Darstellung der Änderung der Korngrenzenenergie abhängig von der Misorientierung aufgrund von gelösten Atomen, mit und ohne Segregation an den Korngrenzen [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].

$$M = \frac{M_0}{\left(1 + \frac{k_m D_s x_s}{D_m T^2}\right)} \quad (22)$$

mit k_m : Konstante ($\sim 1 \cdot 10^{10}$), D_s : Diffusionskoeffizient des gelösten Elements, x_s : Konzentration des gelösten Elements, T : Temperatur, D_m : Selbst-Diffusionskoeffizient der Matrix.

Zusammenfassend kann für den Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die Kornwachstumsprozesse festgehalten werden, dass sich die treibende Kraft der Korngrenzenbewegung also insgesamt um den Anteil des Zener-Pinnings und den Anteil der rücktreibenden Kraft des Solute-Drageffekts reduziert und sich die gesamte treibende Kraft ergibt zu:

$$P_{ges} = Pd - (P_Z + P_{SD}). \quad (23)$$

2.4 Normales und Abnormales Kornwachstum

Neben der Betrachtung der bereits beschriebenen Kornwachstumsmechanismen, muss man außerdem zwischen kontinuierlichem und diskontinuierlichem Kornwachstum unterscheiden. Diskontinuierliches Kornwachstum führt demnach zu abnormalem Kornwachstum und einer bimodalen Korngrößenverteilung, da einige Körner ein bevorzugtes Kornwachstum gegenüber anderen zeigen.

Um die Entstehung des abnormalen Kornwachstums zu beschreiben, existieren verschiedene Ansätze. Nach Hillert [HILLERT, 1965] tritt abnormales Kornwachstum auf, wenn gleichzeitig folgende Bedingungen erfüllt sind:

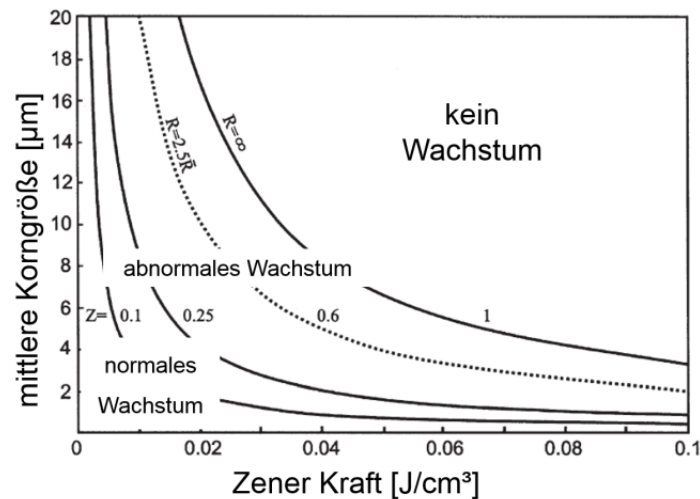


Abb. 2.15: Entstehung von abnormalem Kornwachstum abhängig von der mittleren Korngröße und der wirkenden Zener-Kraft [HUMPHREYS, 1997].

- Normales Kornwachstum wird durch Partikeleinfluss (Zener-Pinning) verhindert.
- Die mittlere Korngröße liegt unter dem kritischen Wert R_c .
- Es muss mindestens ein Korn geben, dass deutlich größer als der mittlere Korndurchmesser ist.

Nach Humphreys [HUMPHREYS, 1997] tritt abnormales Kornwachstum auf, wenn ein einzelnes Korn eine deutlich größere Wachstumsgeschwindigkeit aufweist, als die mittlere Wachstumsgeschwindigkeit des Gefüges. Abbildung 2.15 zeigt die Abhängigkeit des Kornwachstums von der mittleren Korngröße und der Zener-Pinning-Kraft. Bei kleinen Korngrößen und kleinen Pinning-Kräften kommt es demnach zu normalem Kornwachstum, bei steigender Korngröße und Zener-Kraft zu abnormalem Kornwachstum abhängig von verschiedenen mittleren Korngrößen. Bei hohen Pinning-Kräften oder einer großen mittleren Korngröße verringert sich die Triebkraft des Kornwachstums soweit, dass kein weiteres Kornwachstum mehr stattfindet. Abbildung 2.16 zeigt schematisch den Vergleich der Korngrößenentwicklung abhängig von der Temperatur von einem Stahl ohne MLE und einem mikrolegierten Stahl. Die pinnende Wirkung der Mikrolegierungselemente im TiN-Stahl hemmt das Kornwachstum zunächst deutlich und führt zu einem feinkörnigen Gefüge. Werden die MLE-Ausscheidungen jedoch bei höheren Temperaturen aufgelöst oder vergrößern deutlich, so kommt es zunächst zu einer Mischform des Kornwachstums, bei der es durch lokale Inhomogenitäten in der Kornstruktur zu einer Verbreiterung der Korngrößenverteilung durch normales Kornwachstum mancher und abnormales Kornwachstum anderer Körner kommt. Schließlich kommt es bei noch höheren Temperaturen zu reinem abnormalem Kornwachstum, bei dem exzessives Kornwachstum großer Körner auf Kosten kleinerer stattfindet [GLADMAN, 1966].

Fernández et al. [FERNÁNDEZ et al., 2007] haben durch Kornwachstumsversuche bei zwei verschiedenen Temperaturen den Einfluss von Karbonitriden auf die Entstehung von abnormalem

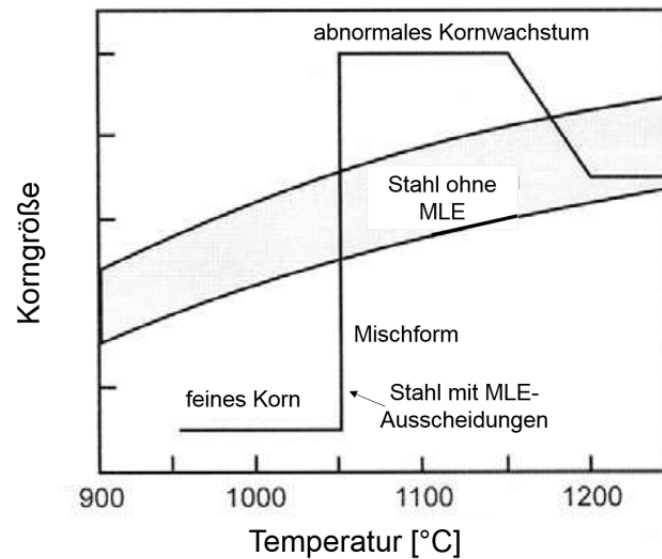


Abb. 2.16: Vergleich des Kornwachstumsverhaltens eines mikrolegierten Stahls mit Ausscheidungen und abnormalem Kornwachstum mit einem nicht mikrolegierten Stahl ohne das Auftreten von abnormalem Kornwachstum [GLADMAN, 1992], abhängig von der Haltezeit isothermer Kornwachstumsexperimente.

und normalem Kornwachstum in hochfesten niedriglegierten HSLA-Stählen (HSLA, engl.: High Strength Low Alloy) untersucht und experimentell bestätigt (Abbildung 2.17). Dabei wurde außerdem das Kriterium $RD=0.9$ definiert, mit welchem das Auftreten von abnormalem Kornwachstum klassifiziert werden kann:

$$RD = \left[\frac{GS_{abnormal} - GS_{normal}}{GS_{normal}} \right] \quad (24)$$

mit $GS_{abnormal}$: mittlere Korngröße beim Auftreten von abnormalem Kornwachstum, GS_{normal} : mittlere Korngröße ohne abnormales Kornwachstum.

2.5 Verformungsmechanismen in Vielkristallen

Neben der Phase der Brammenerwärmung, welche durch die Kornwachstumsmechanismen bestimmt ist, wird in dieser Arbeit auch der Prozessschritt des Warmwalzens simuliert, in welchem die Verformung des Materials die Korngrößenentwicklung maßgeblich beeinflusst. Im Folgenden sollen daher die verschiedenen Mechanismen der Verformung und die damit verbundenen mikrostrukturellen Vorgänge in Vielkristallen umrissen werden.

Bei der plastischen Verformung eines Werkstoffes müssen die Atome im Kristallgitter aufgrund der Gestaltänderung durch die Verformung ihre Position verändern. Dies kann durch unterschiedliche Verformungsmechanismen, wie die Versetzungsbewegung, das Gleiten von Korngrenzen und durch Zwillingsbildung geschehen. Gleitung und Zwillingsbildung sind dabei in kubischen Materialien die zwei grundlegenden Mechanismen der Verformung. Dabei spielt vor allem der Wert der materialabhängigen Stapelfehlerenergie (kurz: SFE) eine große Rolle. Eine geringe Stapelfehlerenergie eines Materials bedeutet, dass die Formänderung bei plastischer Deformation nicht mehr

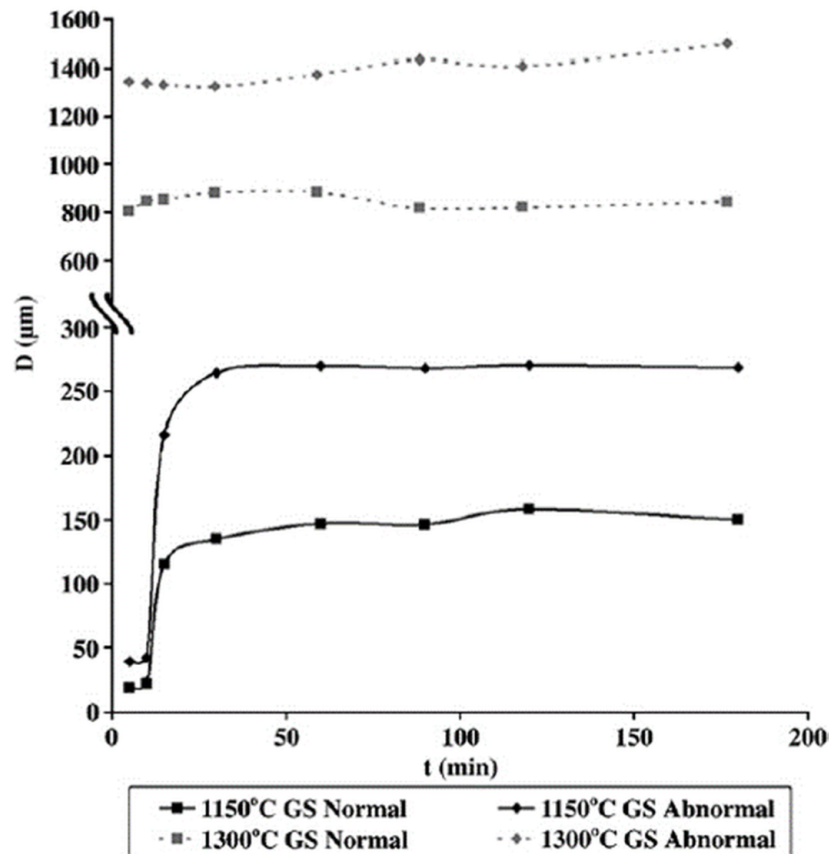


Abb. 2.17: Korrelation von Korngröße und Zeit bezüglich normalem und abnormalem Kornwachstum bei 1150°C und 1300°C Austenitisierungstemperatur [FERNÁNDEZ et al., 2007].

hauptsächlich über Gleitprozesse passieren kann und stattdessen Zwillingsbildung erfolgen kann. Generell kann man sagen, dass kubisch-raumzentrierte (kurz: krz) und kubisch-flächenzentrierte (kurz: kfz) Metalle mit hoher Stapelfehlerenergie vor allem durch Gleitung verformen. Die Tendenz zur Zwillingsbildung nimmt bei niedrigerer Temperatur und höherer Dehnrage vor allem bei kfz Metallen mit geringer SFE zu. Im folgenden Kapitel werden die verschiedenen Verformungsmechanismen sowie durch die Verformung entstehende Verformungsstrukturen im Polykristall näher erläutert [GOTTSTEIN, 2013].

2.5.1 Gleitung

Theoretische Festigkeit

Um zwei Kristallteile auf einer kristallographischen Ebene gegeneinander um den Atomabstand b abgleiten zu lassen, ist die Schubspannung τ_{max} notwendig. Bei dieser Verschiebung x zweier Atomebenen nimmt die Spannung τ zu und erreicht das Maximum τ_{max} , wenn die zwei Atomreihen um circa die Hälfte des Atomabstandes verschoben sind. Die Spannung fällt bei $x = b$, also bei Erreichen der Gleichgewichtslage des Kristallgitters dann wieder auf Null ab. Der daraus resultierende Verlauf der Spannung (Abbildung 2.18) kann durch folgende Gleichung beschrieben werden:

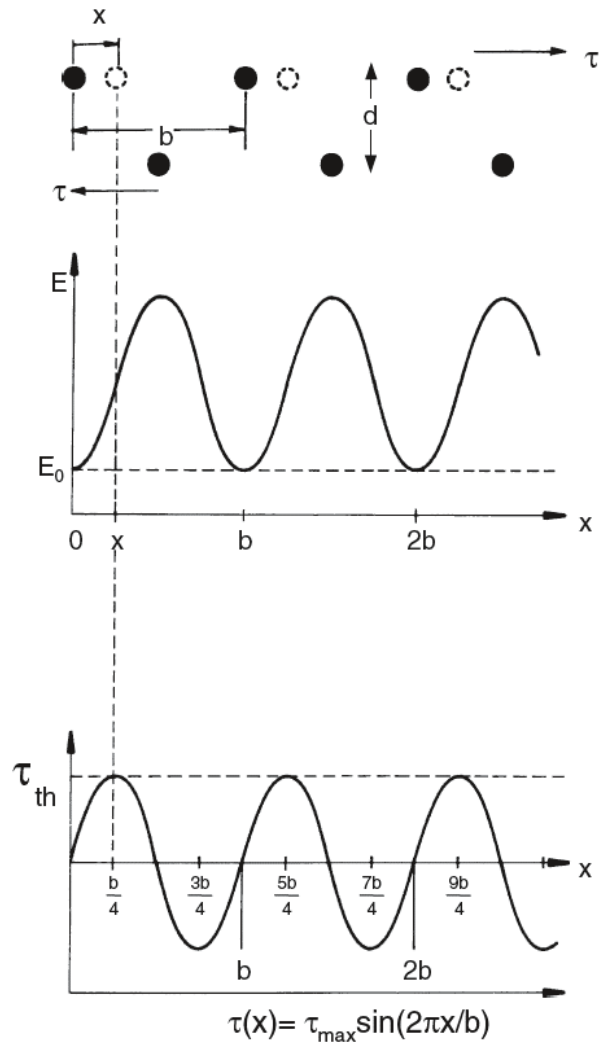


Abb. 2.18: Energie- und Spannungsverlauf bei starrer Abgleitung [GOTTSTEIN, 2013].

$$\tau = \tau_{\max} \sin\left(\frac{2\pi x}{b}\right) = \tau_{\max} \frac{2\pi x}{b} \text{ für } x \ll b. \quad (25)$$

Für kleine Auslenkungen gilt das Hookesche Gesetz:

$$\tau = G' \gamma = G' \cdot \frac{x}{d}. \quad (26)$$

Durch diese beiden Gleichungen ergibt sich:

$$\tau_{\max} \cdot \frac{2\pi x}{b} = G' \cdot \frac{x}{d} \quad (27)$$

und daraus

$$\tau_{\max} = \frac{G'}{2\pi} \cdot \frac{b}{d}. \quad (28)$$

Diese maximale Spannung wird auch als theoretische Festigkeit $\tau_{th} = \tau_{\max}$ bezeichnet. Bei Me-

tallen und deren Legierungen ist die reale Festigkeit jedoch meist um Größenordnungen geringer. Der Grund dafür, dass die theoretische Festigkeit meist nicht erreicht wird, sind Versetzungen, durch die die Bindungen in einer Ebene nicht gleichzeitig, sondern immer nur eine nach der anderen aufgebrochen wird.

Versetzungsbewegung

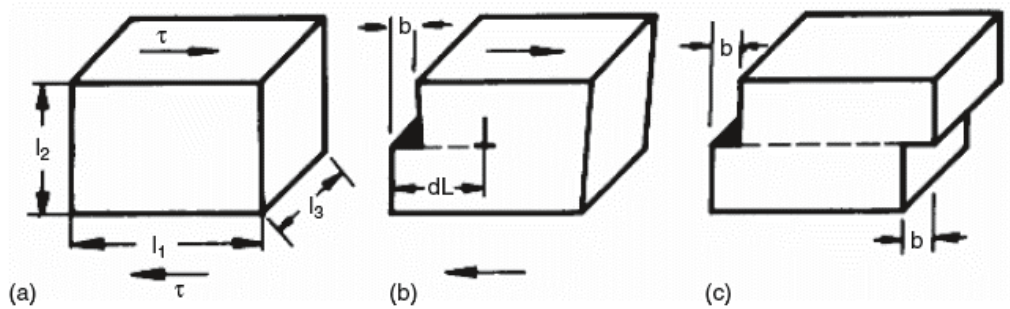


Abb. 2.19: Formänderung eines Kristalls bei Bewegung einer Versetzung [GOTTSTEIN, 2013].

Bei der Formänderung eines Kristalls aufgrund der Bewegung von Versetzungen (Abbildung 2.19) muss auf die Versetzungen eine Kraft wirken, welche mit der von außen angelegten Spannung τ (Abbildung 2.19 (a)) durch Betrachtung der verrichteten Arbeit A der Ableitung der oberen Kristallhälfte um b unter der Kraft $\tau l_1 l_3$ in folgenden Zusammenhang gebracht werden kann (Abbildung 2.19 (b)):

$$A = \tau l_1 l_3 b. \quad (29)$$

Die gleiche Verformung erhält man aber auch durch die Bewegung einer Versetzung um die Strecke l_1 , wobei die Kraft pro Längeneinheit K auf die Versetzung der Länge l_3 wirkt (Abbildung 2.19 (c)). Die verrichtete Arbeit A ergibt sich dadurch zu

$$A = K l_3 l_1. \quad (30)$$

Der Vergleich beider Ansätze liefert

$$K = \tau b. \quad (31)$$

Als verallgemeinerte Form ergibt sich die sogenannte Peach-Koehler-Kraft, die Kraft pro Längeneinheit mit beliebigem Spannungszustand σ auf eine Versetzung mit Burgers-Vektor \mathbf{b} und Linienelement s zu

$$\mathbf{K} = (\sigma \cdot \mathbf{b}) \times s. \quad (32)$$

Bei der Versetzungsbewegung auf einer Gleitebene muss diese eine kleine Energiebarriere, das sogenannte Peierls-Potential bzw. die dazugehörige Peierls-Spannung überwinden. Diese kann näherungsweise berechnet werden zu:

$$\tau_p \approx \frac{2G'}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi}{1-\nu} \frac{d}{b}\right). \quad (33)$$

Diese Spannung ist exponentiell abhängig von dem Gleitebenenabstand d , welcher für zwei benachbarte Ebenen mit den Miller-Indizes $\{h\ k\ l\}$ und kubischer Kristallsymmetrie mit dem Gitterparameter a gegeben ist durch

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (34)$$

Die Energiebarriere wird also dann minimal, wenn d am größten und b am kleinsten wird. Gleitebenen sind daher immer niedrig indizierte Ebenen und Gleitrichtungen die dichtest gepackten Richtungen in denen sich Atome "berühren". Für kfz-Kristalle ergeben sich daher die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen als bevorzugte Gleitrichtungen mit Burgers-Vektoren $b = a/2 \langle 110 \rangle$ auf den $\{111\}$ -Ebenen.

In Abbildung 2.20 sind die Gleitsysteme der wichtigsten Gittertypen tabellarisch zusammengefasst.

Kristall-Struktur	Gleit-ebene	Gleit-richtung	Anzahl der nicht parallelen Ebenen	Gleit-richtungen pro Ebene	Anzahl der Gleit-systeme
kfz	$\{111\}$	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	4	3	$12 = (4 \times 3)$
krz	$\{110\}$	$\langle \bar{1}11 \rangle$	6	2	$12 = (6 \times 2)$
	$\{112\}$	$\langle 11\bar{1} \rangle$	12	1	$12 = (12 \times 1)$
	$\{123\}$	$\langle 11\bar{1} \rangle$	24	1	$24 = (24 \times 1)$
	hex	$\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	1	3
	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	1	$3 = (3 \times 1)$
	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	1	$6 = (6 \times 1)$
	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle \bar{2}113 \rangle$	6	2	$12 = (6 \times 2)$

Abb. 2.20: Gleitsysteme der wichtigsten Gittertypen [GOTTSTEIN, 2013].

Abbildung 2.21 zeigt die Hierarchie der Mikrostruktur eines Polykristalls, welcher unter Gleitung verformt. Gerade bei grobkörnigen Materialien kommt es dabei, neben der Bildung von Versetzungen und Versetzungsgrenzen, zur Ausbildung von Versetzungsbändern innerhalb der Körner, welche ein Gleitband umfassen. Außerdem kann es durch plastische Instabilität zur Ausbildung von Scherbändern über mehrere Körner hinweg kommen.

2.5.2 Mechanische Zwillingsbildung

Neben der Gleitung ist der Verformungsprozess der mechanischen Zwillingsbildung eine Möglichkeit der plastischen Verformung insbesondere bei tiefen Temperaturen und hohen Dehnraten. Die Zwillingsbildung entspricht dabei einer Scherverformung, durch die ein Kristallbereich in eine spiegelsymmetrische Anordnung überführt wird. Die Spiegelebene wird als Zwillingslebene

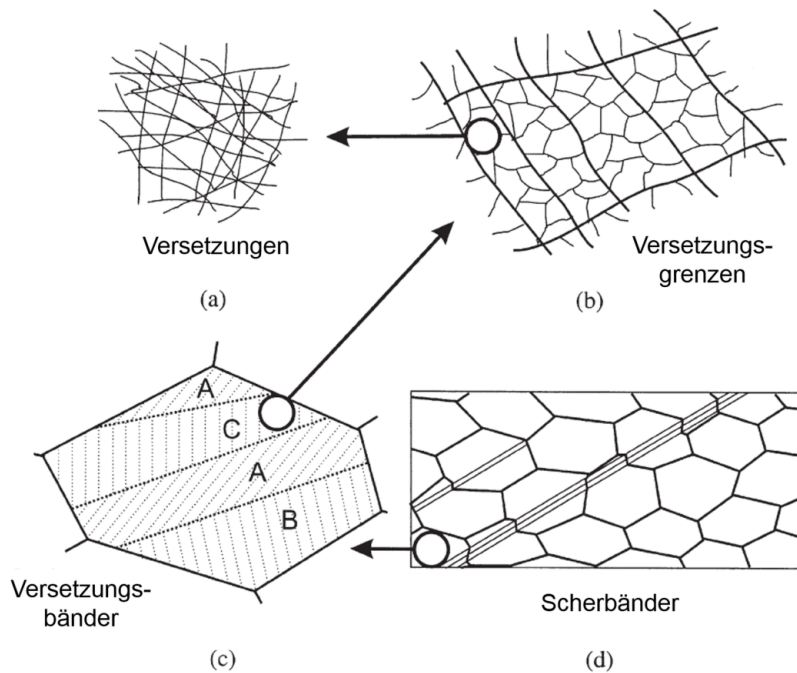


Abb. 2.21: Hierarchie der Mikrostruktur in einem, durch Gleitung verformten, polykristallinen Metall, (a-d) zeigen eine steigende Größenskala [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].

bezeichnet und gehört sowohl dem Zwillings als auch der Matrix an (Abbildung 2.22).

Die Geometrie der mechanischen Zwillingsbildung wird durch die Zwillingsene $\{h k l\}$ und die Richtung der Scherung $\langle u v w \rangle$ beschrieben. Der Betrag der Scherung ergibt sich in kubischen Systemen zu $\gamma_z = \sqrt{2}/2$. Die Gesamtscherung des Kristalls ergibt sich dann entsprechend des Volumenanteils der Zwillinge f_{tw} zu

$$\gamma_{ges} = f_{tw} \cdot \gamma_z. \quad (35)$$

Im Gegensatz zur kristallographischen Gleitung kann die Scherbewegung zur Zwillingsbildung nur in eine Richtung auf einem Zwillingsystem stattfinden. Damit ergibt sich die Einschränkung für Zwillingsysteme, dass diese nur dann betätigt werden können, wenn sie die von außen aufgezwungene Formänderung begünstigen, also die Probe bei Zugbelastung beispielsweise in Zugrichtung verlängern. Für kubische Kristalle ergeben sich insgesamt 12 Zwillingsysteme, wodurch einer von außen aufgezwungenen Formänderung leicht nachgegangen werden kann. Bei Systemen mit niedrigeren Symmetrien, wie in hexagonalen Kristallstrukturen, kann dies erschwert sein.

2.5.3 Vielkristallplastizität

In einer polykristallinen Mikrostruktur müssen alle Körner an einer aufgebrachten Verformung teilnehmen, damit die Mikrostruktur als Ganzes der äußeren Formänderung folgen kann, ohne in einzelne Kristallite zu zerfallen. Diese Defekte können laut Ashby durch die Bildung geometrisch notwendiger Versetzungen (kurz: GNDs, engl. geometrically necessary dislocations) ausgeglichen

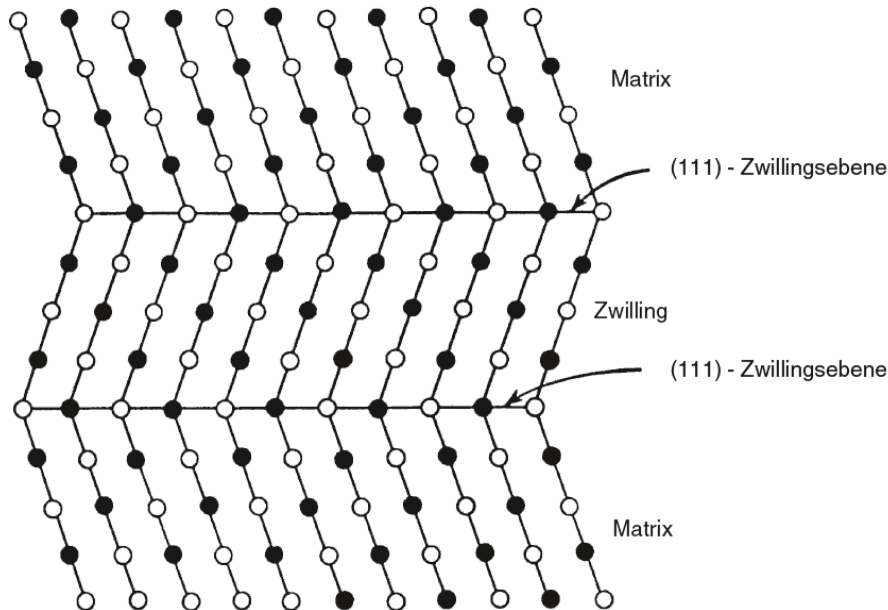


Abb. 2.22: Atomistische Anordnung in Matrix und Zwilling eines kfz-Gitters [GOTTSTEIN, 2013].

werden. Die Körner mit einem hohen Schmid-Faktor, welche günstig zur äußeren Last orientierte Gleitsysteme haben, verformen in der Kornstruktur zuerst. Erst wenn alle Kristallite sich plastisch verformen, ist die Streckgrenze des Materials erreicht.

Bei der Verformung beeinflussen sich die Verformungsstrukturen der verschiedenen Körner gegenseitig. Die Korngrenze zu einem Nachbarkorn stellt dabei für die Versetzungen aufgrund der Orientierungsunterschiede beider Körner ein Hindernis dar, welches bei Aktivierung eines Gleitsystems einen Versetzungsaufstau an der Korngrenze in Korn 1 zur Folge hat (Abbildung 2.23). Durch die Rückspannung wird dadurch in Korn 2 eine weitere Versetzungsquelle aktiviert und das Korn verformt sich plastisch. Es müssen also verschiedene Gleitsysteme im Polykristall aktiviert werden, damit sich das makroskopische Material plastisch verformen kann. So kommt es durch die Verformung von Körnern mit höherem Schmid-Faktor zu einer Aktivierung von Gleitsystemen in Körnern mit niedrigerem Schmid-Faktor und zu deren Verformung.

Grundsätzlich gibt es zwei makroskopische Modelle, die die Verformung in Polykristallen beschreiben. Das Sachs-Modell (Sachs 1928) basiert auf der Annahme, dass jedes Korn den selben makroskopischen Spannungszustand sieht und sich entsprechend verformt. Die Gleitung findet dabei auf dem Gleitsystem mit der größten Schubspannung statt. Durch die Annahmen dieses Modells muss es allerdings zu Lücken und Überlappungen der Kristallite kommen (Abbildung 2.24). Vorteil dieses Modells ist, dass ein Spannungsgleichgewicht immer gegeben ist. Das Taylor-Modell (Taylor 1938) geht dagegen davon aus, dass alle Körner die gleiche Dehnung wie die makroskopische Probe erfahren. Daher kommt es zu keinen Lücken zwischen den Körnern oder zu Überlappungen. Es werden mindestens fünf Gleitsysteme in jedem Korn aktiviert, um der aufgebrachten Dehnung zu folgen. In der Realität erfolgt die Verformung meist aus einer Mischung beider Modelle.

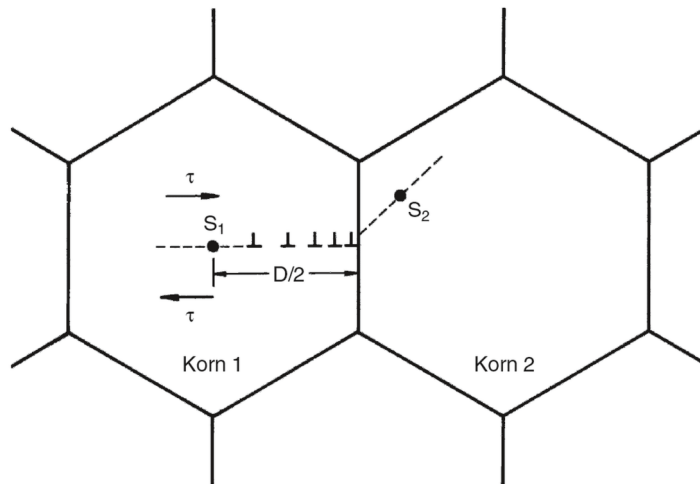


Abb. 2.23: Ein Versetzungsaufstau in Korn 1 aktiviert eine Versetzungsquelle S_2 in Korn 2 [GOTTSTEIN, 2013].

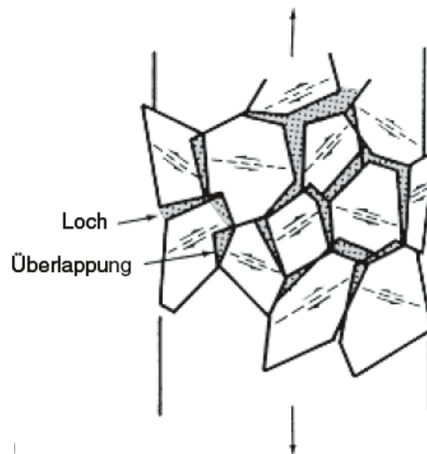


Abb. 2.24: Formänderung der Körner eines Vielkristalls bei Einfachgleitung, Entstehung von Lücken und Überlappungen [GOTTSTEIN, 2013].

2.5.4 Gespeicherte Verformungsenergie

Durch die Verformung eines Metalls kommt es zu einer deutlichen Erhöhung der Versetzungsdichte und der gespeicherten Verformungsenergie, welche die Grundlage für die sich anschließenden Entfestigungsmechanismen der Erholung und Rekristallisation bilden. Abbildung 2.25 verdeutlicht die Abnahme der erhöhten Versetzungsdichte im Anschluss an die Verformung durch Erholung und Rekristallisation.

Nur ein geringer Anteil der bei Verformung eingebrachten Arbeit bzw. Energie wird dabei im Material gespeichert. Der meiste Teil wird dagegen als Wärme an die Umwelt abgegeben. Die gespeicherte Verformungsenergie liegt zum größten Teil in Form von elastischer Energie in den Spannungsfeldern von Gitterdefekten wie Leerstellen und Versetzungen sowie Stapelfehlern vor.

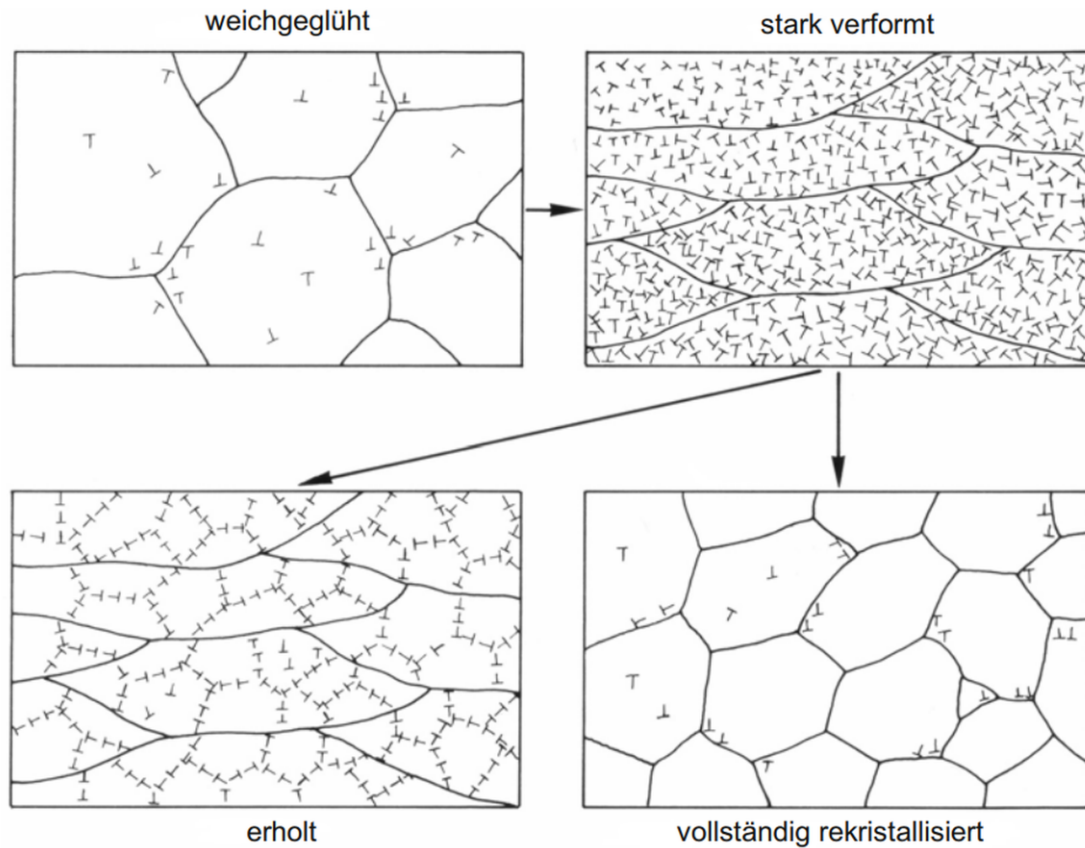


Abb. 2.25: Schematische Änderungen der Kornform und -größe sowie der Versetzungsdichte und -verteilung bei der Verformung, Erholung und Rekristallisation im Vergleich zum weichgeglühten Ausgangszustand [BÜRCEL, 1998].

Die Höhe der gespeicherten Verformungsenergie hängt dabei sowohl von dem Anteil an Verunreinigungen und der chemischen Zusammensetzung als auch von der Art und Höhe der Verformung sowie der Korngröße und der Umformgeschwindigkeit ab [SINHA, 2003].

Unter der Annahme isotroper Elastizität, kann die Energie pro Längeneinheit einer Versetzung mit folgender Gleichung beschrieben werden:

$$E_{dis} \approx \frac{1}{2} G' \mathbf{b}^2 \quad (36)$$

wobei G' : Schubmodul, \mathbf{b} : Burgersvektor.

Die gespeicherte Verformungsenergie und damit die treibende Kraft für Rekristallisations- und Erholungsmechanismen ergibt sich für eine Versetzungsdichte ρ dann zu

$$P_d = \rho E_{dis} = \frac{1}{2} \rho G' \mathbf{b}^2. \quad (37)$$

2.6 Entfestigungsmechanismen

Nachdem die Mechanismen der Verformung und Verfestigung im Polykristall und damit die treibenden Kräfte der Entfestigungsmechanismen erläutert wurden, werden in den folgenden Abschnitten nun die verschiedenen Entfestigungsmechanismen detailliert beschrieben. Dabei wird insbesondere die Rolle der Mikrolegierungselemente auf die Entfestigung dargestellt.

Grundsätzlich unterscheidet man bei den Entfestigungsmechanismen den Prozess der Erholung und der Rekristallisation. Die Erholung umfasst alle Vorgänge bei denen sich Versetzungen gegenseitig auslöschen oder eine Versetzungsumordnung stattfindet. Die Rekristallisation lässt sich weiterhin unterteilen in die primäre Rekristallisation, welche die Beseitigung der Verformungsstruktur durch Bildung und Bewegung von Großwinkelkorngrenzen (kurz: GWKKG) beinhaltet, und die sekundäre Rekristallisation, welche auch Kornvergrößerung genannt wird. Außerdem wird bei der Rekristallisation und der Erholung unterschieden, ob es sich um Prozesse während der Verformung handelt (dynamisch) oder im Anschluss daran während einer Wärmebehandlung (statisch).

2.6.1 Statische Erholung

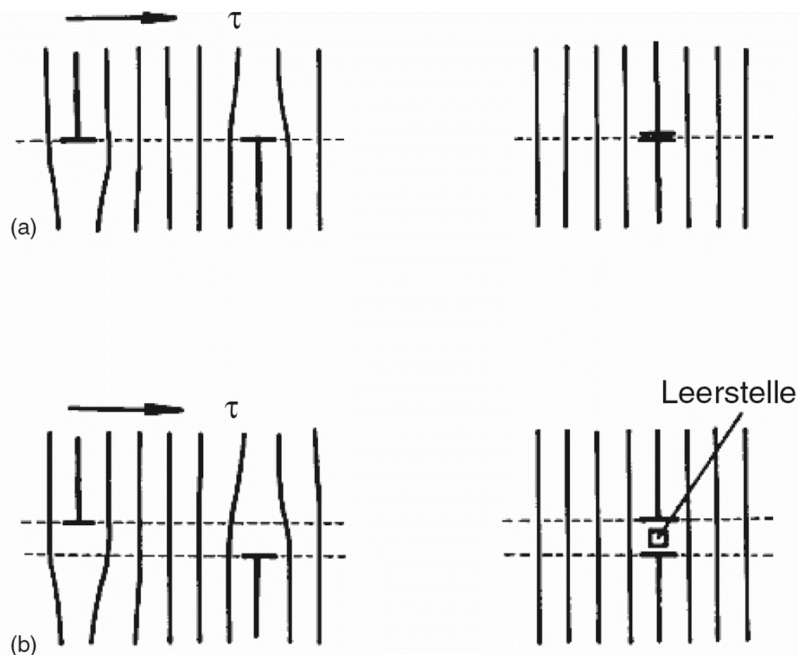


Abb. 2.26: Prinzip der Annihilation (a) und der Dipolbildung (b) von Stufenversetzungen [GOTTSTEIN, 2013].

Die Erholung beruht auf der gegenseitigen Wechselwirkung mehrerer Versetzungen miteinander. Bei einer Erhöhung der Temperatur kann erhöhte Versetzungsbewegung durch Quergleiten von Schraubenversetzungen und Klettern von Stufenversetzungen stattfinden. In Folge der Versetzungsbewegung kommt es zu verschiedenen Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander. Grundlage dieser Wechselwirkungen sind die langreichweitigen Spannungsfelder der Versetzungen. Treffen zwei Versetzungen entgegengesetzter Vorzeichen auf der selben Gleitebene aufein-

ander, so kommt es zur Annihilation und damit Auslöschung beider Versetzungen entsprechend Abbildung 2.26 (a). Befinden sich zwei antiparallele Versetzungen auf benachbarten Gleitebenen, so kommt es statt zur Auslöschung zur Dipolbildung (Abbildung 2.26 (b)). Durch Klettern einer Versetzung um einen Gleitebenenabstand kann es anschließend noch zur Auslöschung der entstandenen Leerstelle kommen. Durch beide Möglichkeiten der Versetzungswechselwirkung wird die Versetzungsdichte reduziert.

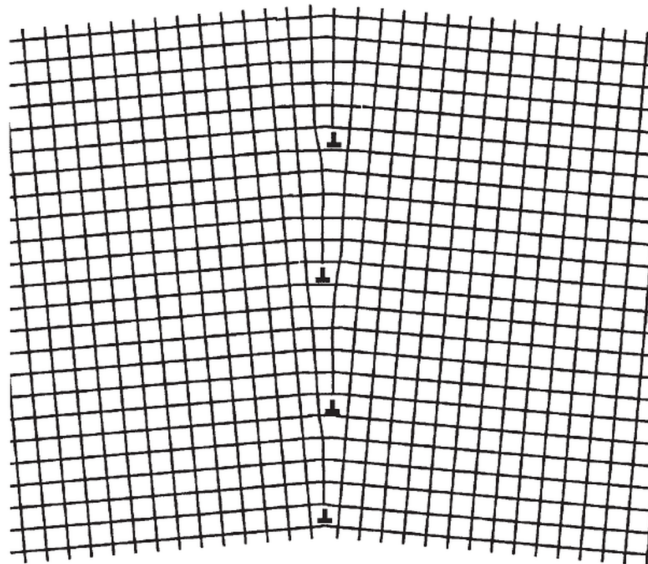
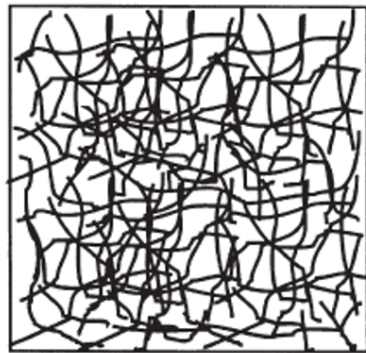


Abb. 2.27: Energetisch günstige Versetzungsanordnung in Form einer Kleinwinkelkorngrenze [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].

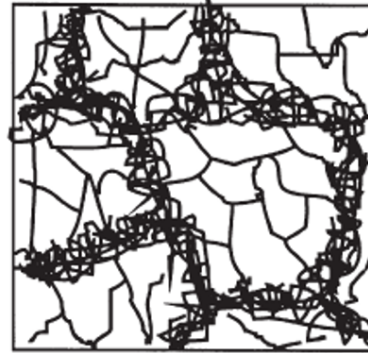
Die im Polykristall verbleibenden, gleich ausgerichteten Versetzungen können sich außerdem so anordnen, dass sich das eine Zugspannungsfeld mit dem Druckspannungsfeld der anderen Versetzung überlagert und sich die Spannungsfelder damit teilweise selbst kompensieren. Diese energetisch deutlich günstigere Anordnung von gleichgerichteten Versetzungen übereinander führt zur Entstehung von Kleinwinkelkorngrenzen (kurz: KWKG) (Abbildung 2.27). Durch die Entstehung eines Netzwerks aus KWKG wird das Korn in mehrere Subkörner unterteilt. Durch die Vereinigung mehrerer KWKG kann es außerdem sogar zur Entstehung neuer Großwinkelkorngrenzen kommen. Abbildung 2.28 fasst nochmal alle Stadien der Erholung im plastisch verformten Material zusammen.

2.6.2 Primäre Rekrystallisation

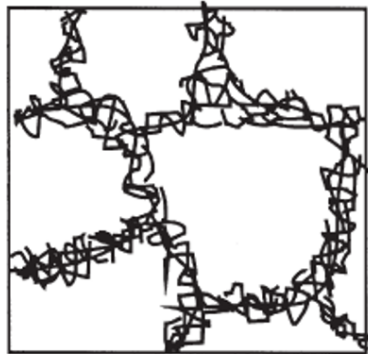
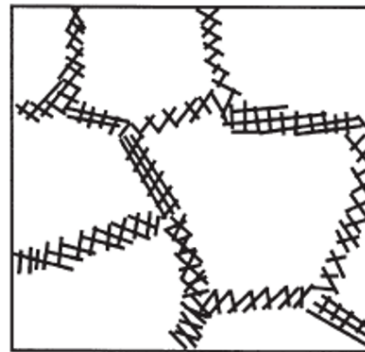
Im Gegensatz zu dem bereits beschriebenen, sehr homogen im Gefüge und kontinuierlich ablaufenden Prozess der Erholung, besteht die Rekrystallisation verformter Gefüge aus der Bildung neuer, verformungsfreier Körner in bestimmten Bereichen des verformten Gefüges [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012]. Die Rekrystallisation ist also ein diskontinuierlicher Prozess, dessen Grundlage die Bildung neuer Keime nach einer gewissen Inkubationszeit ist. Die resultierende Mikrostruktur kann also zu jedem Zeitpunkt in nicht rekrystallisierte und rekrystallisierte Bereiche unterteilt werden.



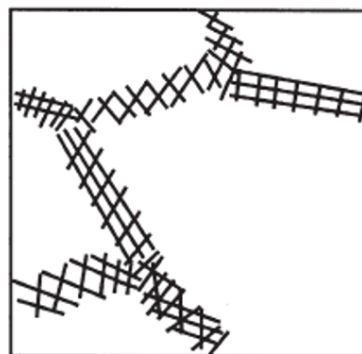
(a) Versetzungsknäuel



(b) Versetzungszellen

(c) Verset-
tungs-
annihilation

(d) Subkornbildung



(e) Subkornwachstum

Abb. 2.28: Verschiedene Stadien der Erholung im plastisch verformten Material [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012].

Statische Rekristallisation

Die Kinetik der statischen Rekristallisation (Abbildung 2.29) lässt sich in mehrere Bereiche einteilen. Sie beginnt mit der Bildung von Rekristallisationskeimen, also einem Kristallit mit geringer Energie, welcher in das verformte Material wächst und von dem verformten Material durch eine GWKG getrennt ist. Darauf folgt das Wachstum dieser Keime aufgrund der treibenden Kraft P_d (Gleichung 2.5.4).

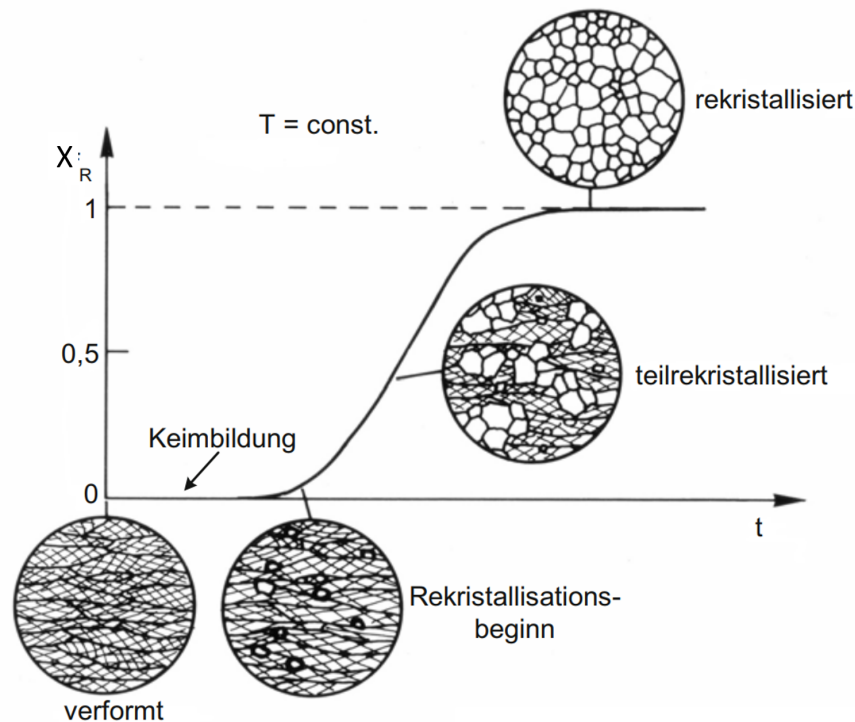


Abb. 2.29: Zeitlicher Verlauf der Rekristallisation mit schematischen Gefügebildern in den verschiedenen Stadien (X_R : rekrystallisierter Gefügeanteil) [BÜRGELE, 1998].

Durch Mehl [MEHL, 1948] und Burke und Turnbull [BURKE und TURNBULL, 1952] wurden die sogenannten "Regeln der Rekristallisation" verfasst, welche den Einfluss der Anfangskorngröße und verschiedener Prozessparameter auf den Verlauf der Rekristallisation beschreiben:

- Ein Minimum an Verformung wird benötigt um Rekristallisationsprozesse zu initiieren.
- Die Temperatur, bei der die Rekristallisation beginnt, wird kleiner, je größer die Zeit der Glühung.
- Die Temperatur, bei der die Rekristallisation beginnt, wird kleiner, je größer die aufgebraachte Dehnung.
- Die rekrystallisierte Korngröße hängt hauptsächlich von dem Umformgrad ab und wird kleiner, je größer der Umformgrad ist.
- Für einen gegebenen Umformgrad steigt die Rekristallisationstemperatur durch eine größere Ausgangskorngröße und eine höhere Umformtemperatur.

Für die Bildung von Rekristallisationskeimen ist die Voraussetzung, dass es zu einer lokalen Umordnung von Versetzungen kommen kann. Die Keimbildung ist also immer mit Erholungsvorgängen verknüpft, welche sich in der Inkubationszeit der Rekristallisation zeigen. Im Gegensatz dazu stellen die Prozesse der Erholung und Rekristallisation aber auch konkurrierende Prozesse dar, da durch Erholungsvorgänge vor dem Beginn der Rekristallisation die treibende Kraft der Rekristallisation durch die Reduktion der Versetzungsdichte herabgesetzt wird. So kann die Rekristallisation insbesondere bei Materialien mit hoher Stapelfehlerenergie durch starke Erholung erschwert oder sogar unterdrückt werden.

Der typische zeitliche Verlauf der statischen Rekristallisation (Abbildung 2.29) kann, wie viele andere Umwandlungsprozesse, durch die sogenannte JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov)-Gleichung allgemein beschrieben werden [AVRAMI, 1939, JOHNSON und MEHL, 1939, KOLMOGOROV, 1937].

$$X_R = 1 - \exp(-Bt^2) \quad (38)$$

wobei X_R : rekristallisierter Gefügeanteil, t : Zeit, B : Konstante.

Dieses grundlegende Modell kann für die Rekristallisation in mikrolegierten Stählen erweitert werden zu [MEDINA und FABREGUE, 1991]

$$X_R = 1 - \exp\left(-0,693 \left(\frac{t}{t_{0,5}}\right)^{n_A}\right) \quad (39)$$

mit n_A : Avrami-Exponent und $t_{0,5}$: Zeit, nach der 50% des Gefüges rekristallisiert sind:

$$t_{0,5} = A\epsilon^p \dot{\epsilon}^q D^s \exp\left(\frac{Q}{RT_u}\right) \quad (40)$$

mit ϵ : wahre Dehnung, $\dot{\epsilon}$: Dehnrate, Q : Aktivierungsenergie, T_u : Umformtemperatur, R : universelle Gaskonstante, D : Korngröße, A, p, q, s : Konstanten.

Das Hauptaugenmerk vieler Untersuchungen zur Rekristallisationskinetik liegt lediglich auf der statischen Rekristallisation, welche bei geringen Dehnungen der dominierende Prozess ist [BEYNON und SELLARS, 1992, KWON und DEARDO, 1991, MEDINA und MANCILLA, 1996, SELLARS und DAVIES, 1980, SUN und HAWBOLT, 1995].

Dynamische und Metadynamische Rekristallisation

Neben der statischen Rekristallisation kann es, insbesondere bei sehr kurzen Zwischenstichzeiten, auch zu dynamischer Rekristallisation aufgrund von Dehnungsakkumulation kommen [MUOJEKWU et al., 1995, PUSSEGODA et al., 1990, YUE et al., 1990, YUE et al., 1995]. Sie tritt dann auf, wenn eine kritische Dehnung ϵ_c überschritten wird und ist abhängig von der Dehnrate $\dot{\epsilon}$ und der Temperatur T . Diese Abhängigkeit kann im Zener-Hollomon Parameter wie folgt zusammengefasst werden:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp \frac{Q}{RT} \quad (41)$$

Dynamische Rekristallisation tritt also dann auf, wenn sowohl die Dehnung die kritische Dehnung ϵ_c überschreitet als auch Z kleiner als der kritische Wert Z_{lim} ist [KOWALSKI und PIETRZYK, 2000, SUN und HAWBOLT, 1997]. Uranga et al. [URANGA et al., 2003] unterscheiden außerdem dynamische und metadynamische Rekristallisation durch die Definition eines weiteren Dehnungswertes $\epsilon_T = 1,7\epsilon_p$ (plastische Dehnung). Die metadynamische Rekristallisation ist dabei charakterisiert durch ihre Dehnungsunabhängigkeit. Sie steht für das Wachstum von Rekristallisationskeimen, welche bei der Umformung durch dynamische Rekristallisation entstanden sind und bei Beendigung der Dehnung durch die Glühbehandlung in die verformte und teilweise dynamische rekristallisierte Mikrostruktur hinein wachsen.

Abhängig von der aufgebrachtten Dehnung können somit drei verschiedene Stadien der Entfestigung nach der Umformung definiert werden (Abbildung 2.30). Unter ϵ_c ist die Entfestigung durch die statische Rekristallisation bestimmt (I). Bei $\epsilon > \epsilon_T$ findet metadynamische und dynamische Rekristallisation statt (III). Zwischen ϵ_c und ϵ_T finden alle Prozesse gleichzeitig statt und der rekristallisierte Anteil berechnet sich aus der Summe der Anteile aus statischer, dynamischer und metadynamischer Rekristallisation (II).

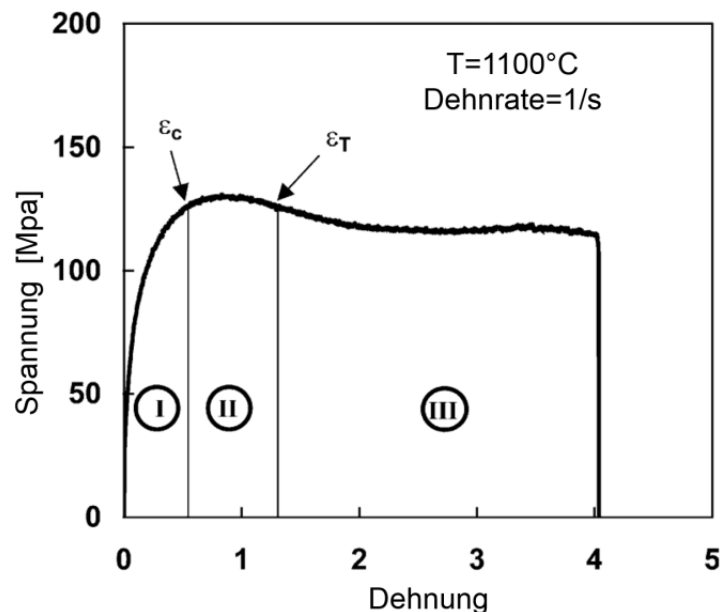


Abb. 2.30: Einfluss der Dehnung auf den Entfestigungsprozess I: statische Rekristallisation, II: statische, dynamische und metadynamische Rekristallisation, III: dynamische und metadynamische Rekristallisation [URANGA et al., 2003].

Einflüsse auf die primäre Rekristallisation

Prinzipiell beeinflussen folgende Parameter den Ablauf der primären Rekristallisation, welche in Abbildung 2.31 zusätzlich graphisch dargestellt sind:

- (Mindest-) Umformgrad η

- Temperatur T
- Zeit t
- Ausgangskorngröße d_{K0}
- gelöste Fremdelemente der Konzentration c
- zweite Phasen mit dem Teilchendurchmesser d und Teilchenabstand L

Im Folgenden wird nur auf die ersten vier Punkte eingegangen. Der Einfluss der MLE und ihrer Ausscheidungen werden im Kapitel 2.7 näher erläutert.

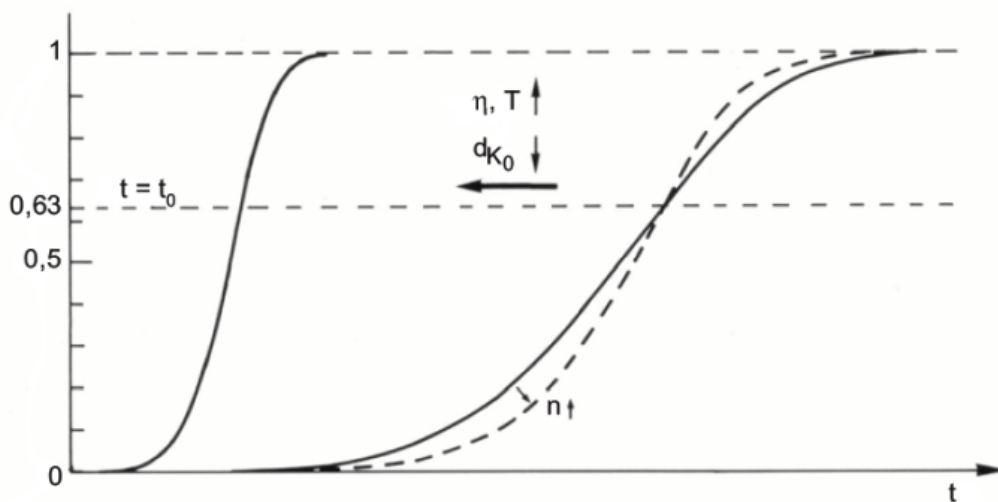


Abb. 2.31: Änderung des zeitlichen Rekrystallisationsverlaufes mit verschiedenen Parametern (\uparrow Wert nimmt zu; \downarrow Wert nimmt ab) [BÜRGELE, 1998].

Der Umformungsgrad beeinflusst die resultierende Korngröße maßgeblich. Unterhalb eines kritischen Verformungsgrades laufen nur Erholungs- und keine Rekrystallisationsprozesse ab. Ab einem material- und temperaturabhängigen kritischen Umformungsgrad von 1-15 % plastischer Dehnung können sich neue Körner bilden. Die Anzahl der Rekrystallisationskeime nimmt dabei mit dem Verformungsgrad durch die Erhöhung der Versetzungsdichte zu. Dadurch sinkt die resultierende Korngröße und die Rekrystallisationszeit wird verkürzt. Aufgrund des feineren Kornes ist die resultierende Festigkeit deutlich erhöht.

Da die Prozesse der Keimbildung und des Keimwachstums thermisch aktivierte Prozesse sind, hat auch die Umformtemperatur einen großen Einfluss auf das resultierende Gefüge. Das Klettern von Stufenversetzungen ist diffusionskontrolliert und beim Wandern von GWKG werden Atome durch thermische Aktivierung von der einen Korngrenze abgelöst, um sich an einer anderen Korngrenze wieder anzulagern. Beschrieben ist die Temperaturabhängigkeit der Rekrystallisationszeit über eine Arrhenius-Gleichung der Art $e^{(Q/(RT))}$. Somit sind vor allem die Aktivierungsenergie Q für die Rekrystallisation als auch die Rekrystallisationsdauer von der Temperatur abhängig.

Die aus der Rekristallisation resultierende Korngröße dagegen ist nur wenig von der Umformtemperatur abhängig.

Die Ausgangskorngröße wirkt sich einerseits auf die Rekristallisationskorngröße aber auch auf die Rekristallisationszeit und die Rekristallisationsstoptemperatur (T_{nr}) aus. Dies liegt an der vergleichsweise höheren Versetzungsdichte in einem kleineren Korn bei gleichem Verformungsgrad und der höheren Anzahl an Versetzungen, die im feinkörnigen Material für die gleiche Umformung benötigt werden. Durch eine geringere Ausgangskorngröße steigt somit die Keimbildungsrate der Rekristallisation an.

Die sekundäre Rekristallisation wird auch als Kornvergrößerung bezeichnet und umfasst den Mechanismus des diskontinuierlichen Kornwachstums aufgrund der Behinderung des kontinuierlichen Wachstums durch Ausscheidungen. Die Mechanismen entsprechen denen in Kapitel 2.4 erläuterten Mechanismen des abnormalen Kornwachstums.

2.7 Wirkungsweise von Mikrolegierungselementen auf die Rekrisallisation

Der Verlauf der Entfestigungsmechanismen nach der Umformung ist, wie auch das Kornwachstum, bestimmt von den Mikrolegierungselementen und ihren Ausscheidungen. Im folgenden Kapitel werden die beiden Mechanismen des Solute-Drag Effekts und der dehnungsinduzierten Ausscheidungen auf die Rekristallisation erläutert.

Der Solute-Retardation Parameter

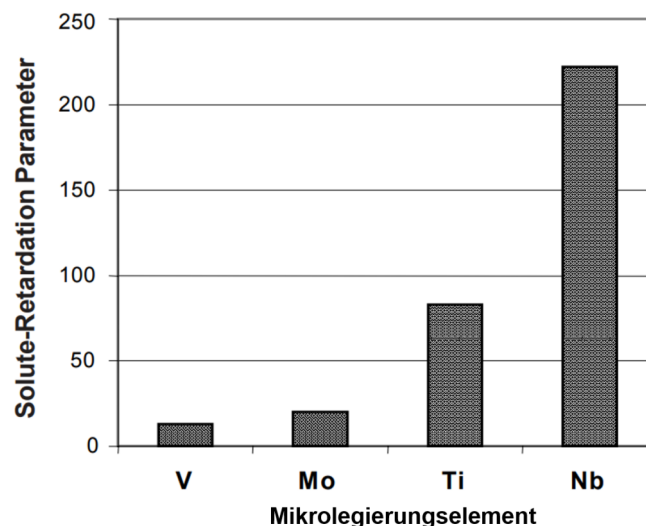


Abb. 2.32: Solute-Retardation-Parameter unterschiedlicher Elemente bei Zugabe von 0,1 At.-% des Elements zu einem CMn-Referenzstahl [GŁODOWSKI, 2002].

Durch den Solute-Drag Effekt wird die Beweglichkeit der Korngrenzen durch die rücktreibende Kraft P_{SD} reduziert. Außerdem können einzelne Versetzungen durch das Pinning gelöster Atome an ihrer Bewegung gehindert werden. Der sogenannte Solute-Retardation-Parameter (kurz: SRP,

engl.) beschreibt die Größe des Einflusses des Solute-Drag Effekts eines MLE auf die Verzögerung der statischen Rekristallisation, abhängig von der Konzentration des Elements $[Y]$ (in at-%). Der SRP kann wie folgt berechnet werden durch:

$$\text{SRP} = \frac{10}{[Y]} \log \left(\frac{t_Y}{t_{ref}} \right) \quad (42)$$

mit t_Y : Startzeit der statischen Rekristallisation unter Einfluss des Elements Y, t_{ref} : Startzeit der statischen Rekristallisation eines Referenzstahls ohne Einfluss des Elements Y [ANDRADE et al., 1983]. Abbildung 2.32 zeigt die SRP verschiedener Mikrolegierungselemente. Mit einem SRP von 222 zeigt Niob demnach den größten und Vanadium mit einem SRP von 13 den kleinsten Effekt auf die Verzögerung des statischen Rekristallisationsbeginns [FERNÁNDEZ et al., 2000, GLADMAN, 1997].

Dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung

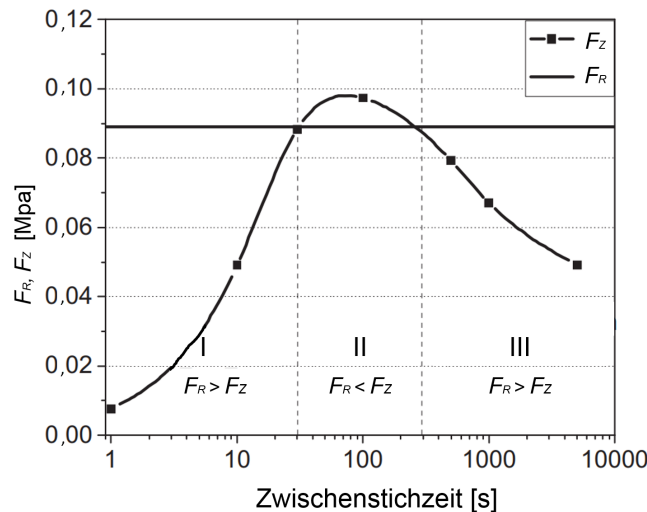


Abb. 2.33: Zeitlicher Verlauf der rücktreibenden Zener-Kraft und der Triebkraft der primären Rekristallisation nach Verformung eines Nb-mikrolegierten CMn-Stahls bei 1000 °C [VERVYNCKT et al., 2011].

Durch die erhöhte Versetzungsdichte wird bei hohen Umformgraden die Ausscheidung von MLE-Karbiden und -Nitriden beschleunigt. Die Versetzungen dienen dabei sowohl als Keimbildungsstellen der Ausscheidungen als auch als Leerstellenkanäle, welche die Diffusion vereinfachen. Vergleichbar zum Prozess des Kornwachstums wirkt durch die dehnungsinduzierten Ausscheidungen eine Zener-Kraft F_Z an den Korngrenzen. Die treibende Kraft der Rekristallisation F_R und die Zener-Kraft stellen zwei konkurrierende Prozesse dar (Abbildung 2.33). Die kleinen Ausscheidungen zu Beginn der Zwischenstichzeit nach der Verformung reichen von ihrer Anzahl und Größe zunächst nicht aus, um die Rekristallisation zu stoppen (Bereich I). Im Folgenden wachsen die Partikel jedoch und ihr Volumenanteil nimmt zu. Folglich steigt die Zener-Kraft an. Übersteigt die Zener-Kraft die Triebkraft der Rekristallisation, so wird diese gehemmt (Bereich II) und erst dann fortgesetzt, wenn die Ausscheidungen soweit vergrößert sind, dass sie umgangen werden können (Bereich III) [VERVYNCKT et al., 2011]. Den größten Anteil an den dehnungs-

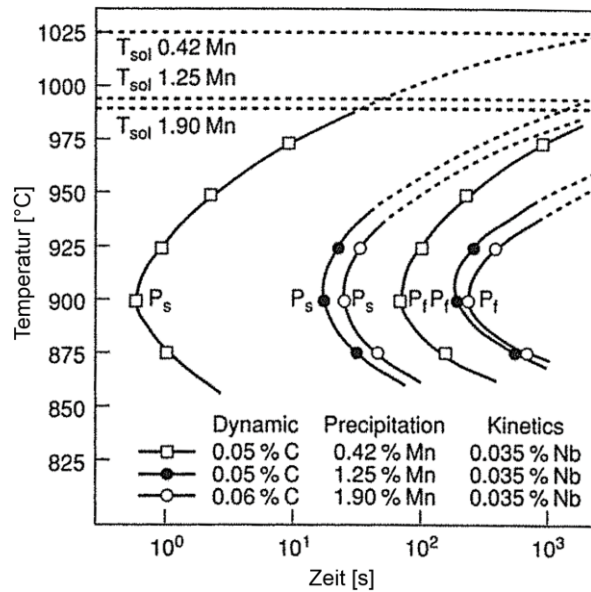


Abb. 2.34: Dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung abhängig von Zeit, Temperatur und Zusammensetzung [GLADMAN, 1997].

duzierten Ausscheidungen haben die Niob-Karbide. Abbildung 2.34 zeigt die Abhängigkeit der Bildung der NbC von der Temperatur und der Zeit für drei verschiedene Zusammensetzungen.

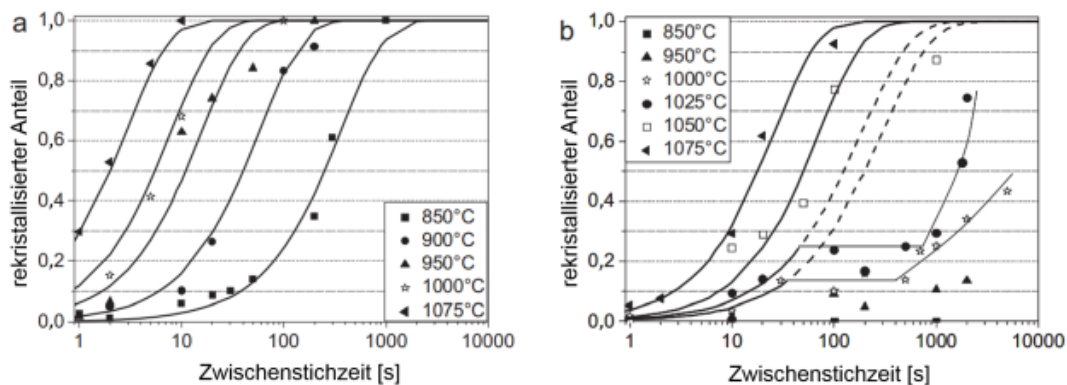


Abb. 2.35: Rekrystallisationskinetiken: (a) CMn-Stahl, (b) Nb-mikrolegierter CMn-Stahl [VERVYNCKT et al., 2011].

Abbildung 2.35 zeigt den Vergleich von Rekrystallisationskinetiken bei verschiedenen Umformtemperaturen für zwei verschiedene Stähle. Dabei ist die Rekrystallisation des Nb-mikrolegierten Stahls bei den niedrigeren Umformtemperaturen deutlich gehemmt. Dies zeigt sich in den sich ausbildenden Plateaus (b) im Vergleich zu (a) ohne Plateaubildung. Vergleicht man absolute Werte für die Zwischenstichzeiten bei entsprechenden Temperaturen, so ist aber auch die allgemeine Verzögerung der Rekrystallisationskinetik durch gelöste Nb-Atome deutlich zu erkennen [VERVYNCKT et al., 2011].

Bestimmung der Aktivierungsenergie der Rekristallisation

Nach Gleichung 40 ist die statische Rekristallisationskinetik natürlich auch abhängig von der Aktivierungsenergie der Rekristallisation. Experimentell lässt sich die Aktivierungsenergie bestimmen, in dem man $t_{0,5}$ der Rekristallisationskinetiken verschiedener Umformtemperaturen gegen $1/T_u$ aufträgt und die Aktivierungsenergie aus der Steigung der resultierenden Kurven ermittelt. Im Zeitraum von 1991 bis 2013 haben Medina und Gomez et al. durch diese Methode verschiedene Gleichungen für die Aktivierungsenergie, abhängig von den Legierungselementen der Stähle, entwickelt und stetig zu folgender Gleichung verfeinert [GÓMEZ et al., 2002, MEDINA und FABREGUE, 1991, MEDINA und MANCILLA, 1994a, MEDINA und MANCILLA, 1994b, MEDINA und QUISPE, 2001, MEDINA et al., 2014, MEDINA et al., 1999].

$$Q(J/mol) = 267000 - 2535[C] + 1010[Mn] + 33.620[Si] + 70.729[Nb]^{0,565} + 31.673[V] + 93.680[Ti]^{0,5919} \quad (43)$$

1993 führte Medina die kritische Temperatur *SRCT* (engl., Static Recrystallization Critical Temperature) ein, unter welcher es zu dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung kommt [MEDINA und MANCILLA, 1993]. Aufgrund der dehnungsinduzierten Ausscheidung kommt es zu einem sprunghaften Anstieg der Aktivierungsenergie und zur Hemmung der Rekristallisation. Die in 43 dargestellte Gleichung zur Berechnung der Aktivierungsenergie gilt somit nur oberhalb der kritischen Temperatur *SRCT*. Darunter kann die Aktivierungsenergie experimentell bestimmt werden. Die *SRCT* ergibt sich ebenfalls durch die Auftragung von $t_{0,5}$ der Rekristallisationskinetiken verschiedener Umformtemperaturen gegen $1/T_u$. Für Niob-mikrolegierte Stähle zeigt sich bei *SRCT* ein Knick in der resultierenden Kurve (siehe Abbildung 2.36). Abbildung 2.36 zeigt außerdem den Verlauf der unter *SRCT* experimentell und über *SRCT* berechneten Aktivierungsenergie. Die *SRCT* selbst sowie ihre Abhängigkeit von der Umformtemperatur T_u , der Korngröße D und der Dehnung ϵ kann durch folgende Gleichung berechnet werden [MEDINA und MANCILLA, 1996]:

$$SRCT = T_u - 1,05 \cdot 10^3 D^{-0,35} \epsilon^\beta \quad (44)$$

mit β : Konstante.

Erhöhung der Rekristallisations-Stop-Temperatur

Die Kombination von dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung und Solute-Drag Effekt ermöglicht es, die Rekristallisations-Stop-Temperatur T_{nr} zu erhöhen. Dies ist erstrebenswert, da das Warmwalzen dadurch in einem höheren Temperaturbereich stattfinden kann, wodurch geringere Kräfte für die Umformung benötigt werden. Abbildung 2.37 zeigt die T_{nr} , abhängig von dem hinzu legierten MLE und dessen Gehalt. Dabei fällt besonders die starke Wirkung von Niob auf. In der Literatur gibt es mehrere Ansätze, um die T_{nr} in Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung, aber auch unter Berücksichtigung der Umformbedingungen zu errechnen. Borrato et al. [BORATTO et al., 1988] leiten die T_{nr} nur in Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung her:

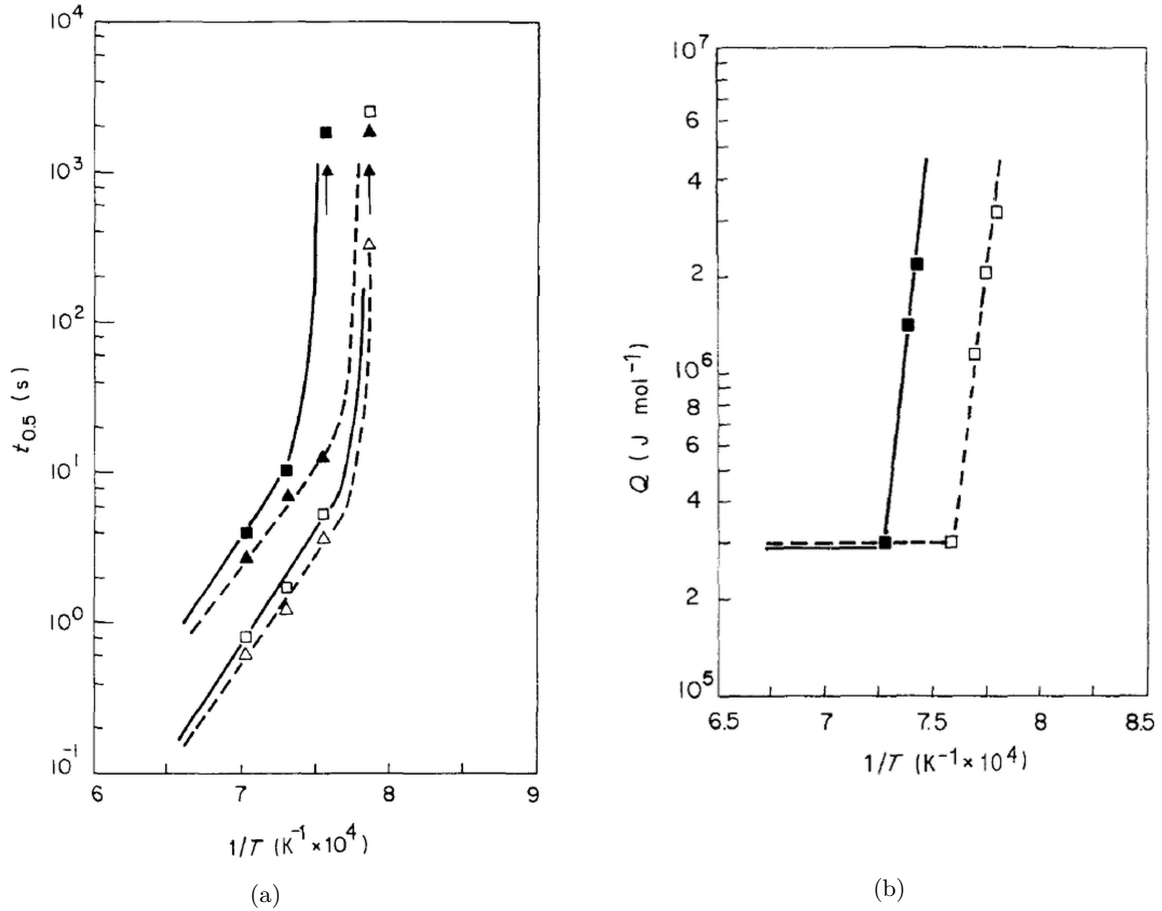


Abb. 2.36: (a) Bestimmung der *SRCT* (Parameter $t_{0,5}$ gegen $1/T$)
 (b) der Aktivierungsenergie der Rekristallisation (unter *SRCT* berechnet, über *SRCT* experimentell bestimmt) [MEDINA und FABREGUE, 1991].

$$\begin{aligned}
 T_{nr} = & 887 + 464[C] + (6445[Nb] - 644\sqrt{[Nb]}) \\
 & +(732[V] - 230\sqrt{[V]} + 890[Ti] + 363[Al] - 357[Si]).
 \end{aligned}
 \tag{45}$$

Die Berechnung nach Bai et al. [BAI et al., 1993, YUE et al., 1996] basiert auf der Definition der T_{nr} als die Temperatur, unterhalb derer keine vollständige Rekristallisation stattfindet. Bai et al. berücksichtigen außerdem die Verformungsbedingungen und liefern zwei Gleichungen für zwei Bereiche der Zwischenstichzeit t_{ip} :

- $t_{ip} \leq 12,5s$:

$$T_{nr} = (88,1 \log([Nb] + 0,31[Ti] + 0,15[Al]) + 1156) \epsilon^{-0,12} \dot{\epsilon}^{-0,01} t_{ip}^{-0,1}.
 \tag{46}$$

- $12,5s \leq t_{ip} \leq 30s$:

$$T_{nr} = (63,5 \log([Nb] \cdot [C]) + 885) \epsilon^{-0,12} \dot{\epsilon}^{-0,01} t_{ip}^{0,04}.
 \tag{47}$$

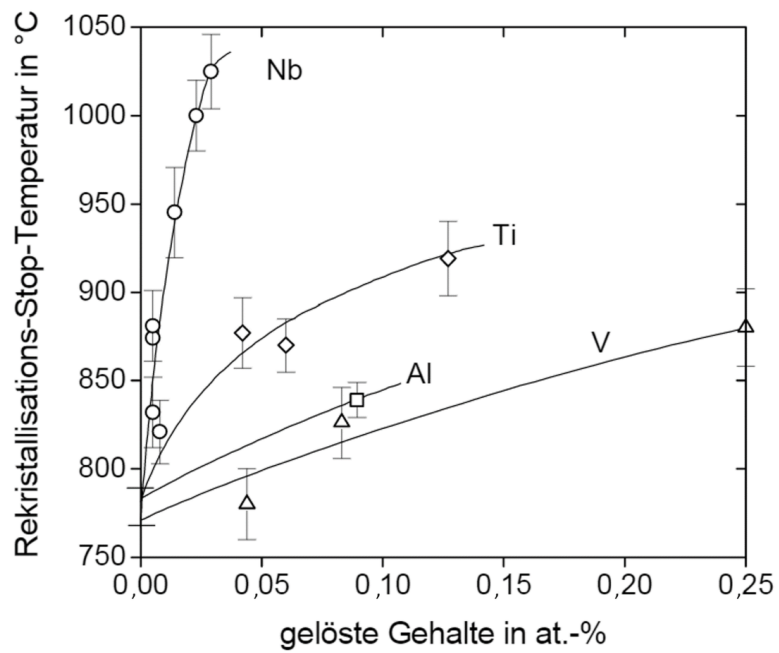


Abb. 2.37: Einfluss verschiedener (Mikro-) Legierungselemente und gelöster Gehalte auf die T_{nr} [CUDDY, 1982].

Die T_{nr} nimmt also bei $t_{ip} \leq 12,5s$ mit der Zeit ab, da durch längere Zwischenstichzeiten mehr Gefügebereiche rekristallisieren können. Bei höheren Zwischenstichzeiten ($12,5s \leq t_{ip} \leq 30s$) nimmt die T_{nr} dagegen mit größeren Zeiten zu, da die dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung nun die Rekristallisationskinetik dominiert.

3 Material und Methoden

Das folgende Kapitel befasst sich zunächst mit der Auswahl der in dieser Arbeit verwendeten Materialien, den vier verschiedenen TM-Stählen und dem austenitischen V2a-Stahl. Anschließend werden die verschiedenen Methoden erläutert, welche für die Charakterisierung der Stähle bezüglich ihrer Mikrostruktur in dieser Arbeit verwendet wurden. Diese beinhalten unter anderem die Rekonstruktionsmethoden zur Sichtbarmachung der ehemaligen Austenitkornstruktur, die Grundlagen der physikalischen Prozesssimulation aber auch die Grundlagen des verwendeten Simulationsprogramms MatCalc.

3.1 Auswahl der Teststähle

3.1.1 TM-Stähle

Für die Versuche werden insgesamt vier verschiedene TM-Stähle genutzt (Tabelle 4). Alle Stähle sind kohlenstoffarme Manganstähle. Bei der Auswahl der Teststähle wird darauf geachtet, dass der Legierungsgehalt aller Elemente in einem ähnlichen Bereich liegt. Die Stähle unterscheiden sich vor allem in dem Gehalt der Mikrolegierungselemente Niob und Titan, welche, wie im theoretischen Teil der Arbeit erläutert, eine ganz besondere Rolle bezüglich der Mikrostrukturentwicklung während des thermomechanischen Prozesses einnehmen. Es ergeben sich demnach vier Kombinationen der Elemente Niob und Titan. Der erste Stahl, im Folgenden CMn-Stahl genannt, ist weder mit Niob noch mit Titan legiert. Der zweite Stahl beinhaltet nur Titan, der Dritte sowohl Niob als auch Titan und der vierte Stahl wiederum nur Niob als MLE. Diese Stähle werden im Folgenden als Ti-, NbTi- und Nb-Stahl bezeichnet.

Tabelle 4: Zusammensetzungen der verwendeten TM-Stähle.

MLE-Konzept	C [gew-%]	Mn [gew-%]	Nb [gew-%]	Ti [gew-%]
CMn	0,088	1,17	-	-
Ti	0,055	1,6	-	0,008
NbTi	0,058	1,63	0,038	0,015
Nb	0,051	1,59	0,02	-

Durch die Auswahl dieser vier Stähle soll der Einfluss und die Art des Einflusses der entstehenden Titan-Nitride und/oder Niob-Karbide auf die Mikrostrukturentwicklung voneinander getrennt werden. So wird davon ausgegangen, dass das Austenitkornwachstum im Ti-Stahl durch das Zener-Pinning der Titan-Nitride erheblich gehemmt wird. In den Niob-legierten Stählen NbTi- und Nb-Stahl wird andererseits erwartet, dass vor allem das Rekristallisationsverhalten durch dehnungsinduzierte Niob-Karbid-Ausscheidungen beeinflusst wird. Auch der gelöste Anteil von Niob bei höheren Temperaturen hat durch den Solute-Drag Effekt einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf die Korngrößenentwicklung des Austenits.

Die Proben der Teststähle liegen vor den Versuchen als Material aus bereits fertig gewalztem Blechmaterial (Blech-Viertel) vor. Die Gründe für die Verwendung des Blechmaterials als Aus-

gangsmaterial der Prozesssimulation liegen in der hohen Homogenität bezüglich des Ausscheidungs Zustands und der Korngröße sowie in der prozessbedingt einfacheren Probenentnahme im Vergleich zu Brammenmaterial.

3.1.2 Austenitischer Stahl V2a

Die Kennzeichnung V2a bezeichnet den kommerziellen, nichtrostenden Stahl X5CrNi18-10. Er ist der am häufigsten eingesetzte nichtrostende Stahl, dessen austenitische Mikrostruktur aufgrund des niedrigen Kohlenstoffgehaltes auch nach Wärmebehandlungen stabil bleibt. V2a ist gegen Wasser, Wasserdampf, Luftfeuchtigkeit, Speisesäuren sowie schwache organische und anorganische Säuren beständig und hat daher sehr vielfältige Verwendungsmöglichkeiten, wie beispielsweise im Maschinenbau.

Wegen seiner Austenitstruktur bei Raumtemperatur und hohen Temperaturen wurde diese Stahlsorte für die Versuche der Korrelation von Verformungs- und Rekristallisationsverhalten mit lokalen Dehnungen aufgrund von Verformung der Proben ausgewählt. Im Gegensatz zu den sonst verwendeten TM-Stählen kann hier der Schritt der Rekonstruktion des Austenitgefüges aus der, bei Raumtemperatur vorliegenden Martensitstruktur somit ausgelassen werden. Dadurch werden eventuelle Rekonstruktionsfehler vermieden, welche die anschließenden Auswertungen beeinflussen könnten. Die Erkenntnisse der Versuche mit V2a sollen helfen das physikalisch-basierte Modell für die ausgewählten TM-Stähle bezüglich der Rekristallisationskinetik in Kornstrukturen zu ergänzen, die ablaufenden Mechanismen vollständig zu erfassen und die bei den TM-Stählen angewendete *GOS*-Methode zu validieren.

3.2 Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur

3.2.1 Ätzverfahren

Zur Sichtbarmachung der Korngrenzen ehemaliger Austenitkörner (engl. Prior Austenite Grains, PAG) werden in [EURO-NORM, November 1971] folgende Verfahren empfohlen und beschrieben:

- Verfahren nach Béchet-Beaujard (Ätzung mit konzentrierter Pikrinsäure — Ermittlung der „Abschreckkorngröße“)
- Verfahren der gelenkten Oxydation nach Kohn
- Aufkohlungsverfahren nach McQuaid-Ehn.

Das Verfahren des chemischen Ätzens zählt zu den gängigen Verfahren zur Darstellung ehemaliger Austenitkorngrenzen in martensitischen Gefügen [BECHET und BEAUJARD, 1955, GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001, WIEDERMANN et al., 1988]. Vorteilhaft an dieser Methode ist, dass durch eine Ätzung bereits sehr große Oberflächenbereiche untersucht und anschließend ausgewertet werden können. In der Durchführung ist diese Methode jedoch aufwendig, je nach verwendeten Chemikalien gefährlich und gerade für sehr niedrig legierte Stähle oft nur unzureichend oder nicht zuverlässig reproduzierbar anwendbar. Auch für die in dieser Arbeit verwendeten Stähle ist die, in [EURO-NORM, November 1971] beschriebene, klassische Pikrinsäure-Ätzung nicht ausreichend. Daher wird im Rahmen der Arbeit sowohl an alternativen Ätzrezepten als

auch an vor dem Ätzen durchgeführten Anlass-Wärmebehandlungen zur besseren Darstellung der Austenitkorn Grenzen gearbeitet.

Um eine Verbesserung der Qualität der chemischen Ätzung zu erreichen, werden die Proben vor der Ätzung angelassen. Dafür werden jeweils drei Proben bei 500 °C, 600 °C und 700 °C für 24 Stunden im Laborofen wärmebehandelt. Durch den Anlassprozess diffundieren Elemente wie Kohlenstoff, Schwefel und Phosphor zu ehemaligen Austenitkorn Grenzen und ermöglichen bei der darauffolgenden Ätzung einen stärkeren selektiven Ätzangriff an der Korngrenze. Anschließend an die Wärmebehandlung wird die Probe wie folgt für die Ätzung metallografisch präpariert:

Tabelle 5: Probenpräparation für metallographische Rekonstruktionsmethoden.

Präparationsschritt		Körnung	Dauer [min]
Schleifen	SiC-Schleifpapier	1200, 2500, 4000	-
Polieren	Diamantsuspension	6, 3, 1 µm	5

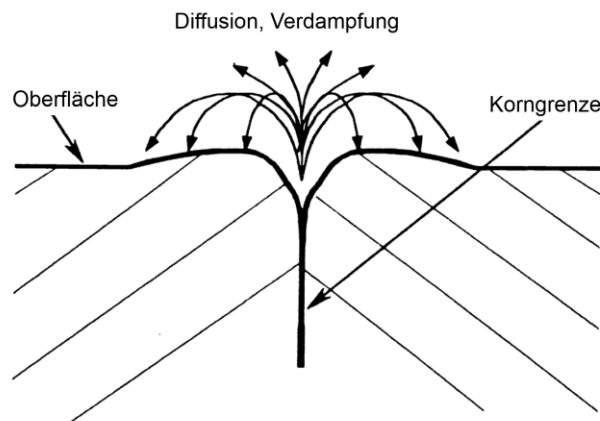


Abb. 3.1: Das Kräftegleichgewicht von Oberflächen- und Korngrenzenspannung führt zur Ausbildung einer Ätzfurche durch thermisches Ätzen [GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001].

Neben der Methode des chemischen Ätzens hat sich auch das thermische Ätzen bewährt, um PAG-Grenzen im martensitischen Gefüge sichtbar zu machen. Mit Hilfe dieser Methode konnte das Austenitkornwachstum verschiedener mikrolegierter Stähle abhängig von der Temperatur, aber auch verformte Austenitkornstrukturen zuverlässig rekonstruiert werden [GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001, GARCIA DE ANDRÉS et al., 2002, SOSHINA et al., 2013]. Während des thermischen Ätzens bei hohen Temperaturen bildet sich, wie in Abbildung 3.1 gezeigt, durch Diffusion und Verdampfung an der Korngrenze eine Ätzfurche. Diese Vertiefung ist nach der Ätzung durch lichtmikroskopische Abbildung in Kontrastunterschieden erkennbar. Vorteilhaft ist bei dieser Methode, dass in einem Versuch die Wärmebehandlung und die gleichzeitige Sichtbarmachung der Mikrostruktur der Hochtemperaturphase durchgeführt werden kann. Außerdem ist keine schnelle Abkühlung und ein unbedingt vollständig martensitisches Gefüge für die Charakterisierung nötig. Auch der Vergleich zu anderen metallografischen Methoden, wie dem chemischen Ätzen, zeigt, dass das thermische Ätzen auch in Fällen, in denen andere Methoden versagen,

sehr gute Ergebnisse bringt [GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001]. Die vorherige Probenpräparation entspricht der, der chemisch zu ätzenden Proben (Tabelle 5). Durchgeführt wird die thermische Ätzung in einem Vakuumofen, in dem ein Vakuum von bis zu 10^{-5} mbar erreicht werden kann. Um Oxidation zu vermeiden, wird die Wärmebehandlung des thermischen Ätzens erst dann gestartet, wenn jeglicher Sauerstoff aus dem Ofen entwichen und der gewünschte Druck erreicht ist.

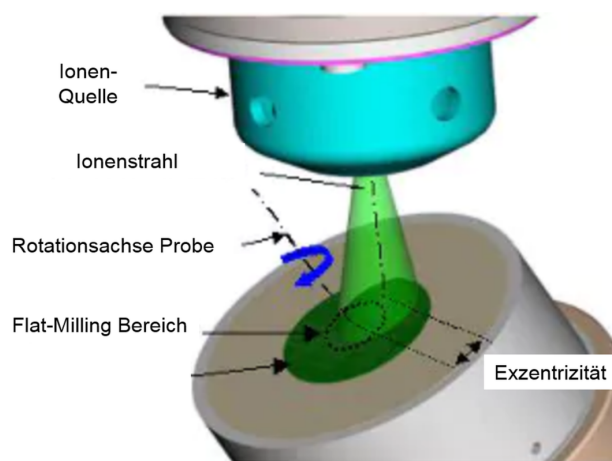


Abb. 3.2: Aufbau einer Ionenstrahlanlage, "Flat-Milling" [HITACHI, Abgerufen: 18.04.2018].

Das Einsetzen einer Ionenstrahlanlage zum Sichtbarmachen von Austenitkorgrenzen ist eine, im Vergleich zum chemischen und thermischen Ätzen, sehr selten eingesetzte Methode. In der Ionenstrahlanlage kann entweder mittels "Cross-Sectioning" oder "Flat-Milling" Material von der Oberfläche abgetragen werden. Variiert man die Parameter des "Flat-Millings" (Abbildung 3.2), wie Exzentrizität, Kippwinkel der Probe, Spannung und Strom oder die Dauer des Prozesses, so kann man die Wechselwirkungen der Ionen mit der Oberfläche bestimmen und somit zwischen einem Polier- und einem Ätzschritt unterscheiden. Durch die Kombination dieser Prozesse wird ein selektiver Abtrag von Korngrenze und Korninnerem erreicht. Mit den Parametern aus Tabelle 6 und der vorherigen Probenpräparation nach Tabelle 5 kann die ehemalige Austenitkornstruktur sichtbar gemacht und anschließend händisch ausgewertet werden.

Tabelle 6: Schritte des Ionenätzens.

	Kippwinkel	Exzentrizität	Strom	Dauer
Ionenpolieren	80°	-	6 kV	15 min
Ionenätzen	60°	-	4 kV	20 min

Um die Korngrößenverteilung aus den lichtmikroskopischen Aufnahmen der verschiedenen Ätzmethoden zu bestimmen, wird zunächst eine Aufnahme für die gesamte Probenoberfläche aus mehreren Aufnahmen zusammengesetzt (a). Die Korngrenzen dieses "Stiches" werden dann händisch segmentiert (b) und anschließend die Korngrößenverteilung der segmentierten Fläche auto-

matisch ausgewertet (c). Die drei Schritte dieser Auswertung sind in Abbildung 3.3 dargestellt. Die durch die händische Segmentierung nicht geschlossenen Körner oder Körner am Rand der Probe werden bei der automatischen Auswertung der Kornfläche nicht berücksichtigt. Es werden nur die Körner durch eine einfarbige Färbung der Kornfläche gekennzeichnet, welche in die Auswertung mit einfließen. Aufgrund der Form der Körner können Zwillinge ebenfalls automatisch ein- oder ausgeschlossen werden, wie dies im vorliegenden Beispiel der Fall ist (c).

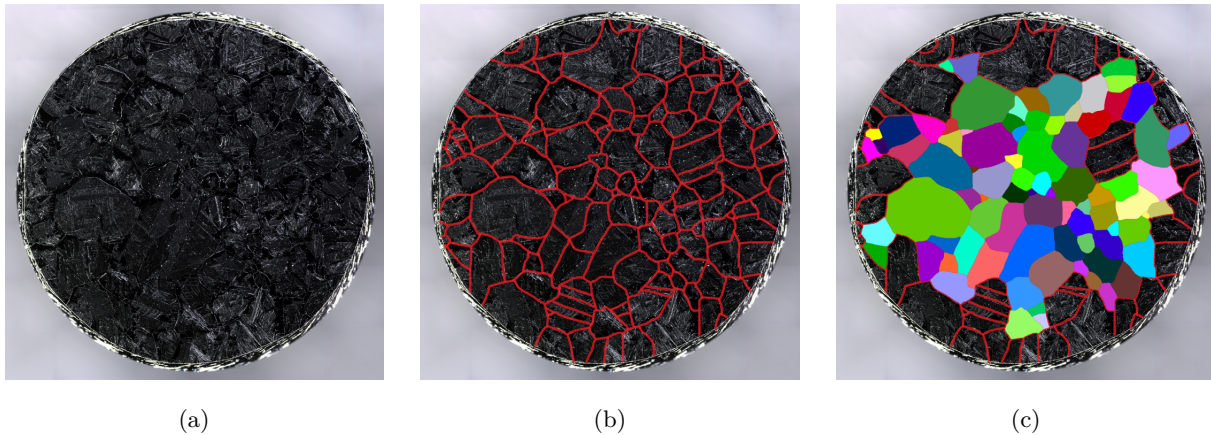


Abb. 3.3: (a) Stich einer ganzen thermisch geätzten Probe, Durchmesser 8 mm, (b) händische Segmentierung der ehemaligen Austenitkorn Grenzen, (c) Auswertung der ehemaligen Austenitkorngröße.

3.2.2 EBSD und Rekonstruktionsverfahren

Rasterelektronenmikroskop (kurz: REM)

Als Rasterelektronenmikroskopie bezeichnet man die Abbildung mit Hilfe eines Primärelektronenstrahls, welcher über die Probe rastert (Abbildung 3.4). Unter Verwendung verschiedener Detektoren und Ausnutzung verschiedener möglicher Wechselwirkungen mit dem untersuchten Material sind sowohl topografische, chemische als auch Orientierungsunterschiede abbildbar.

Rückstreuelektronenbeugung (kurz: EBSD)

Die Rückstreuelektronenbeugung (engl. Electron Backscatter Diffraction, EBSD) stellt eine Spezialmethode der Rasterelektronenmikroskopie dar. Durch diese Methode ist es möglich, die kristallographischen Orientierungen innerhalb eines Kornes durch die Beugung quasi elastisch gestreuter Primärelektronen (kurz: PE) an den parallelen Netzebenen zu bestimmen. Durch OIM (engl. Orientation Imaging Microscopy), die EBSD-Messung größerer Flächen, können so Orientierungskarten ganzer Kornstrukturen erstellt werden.

Vor der Messung wird die Probe mit dem Ziel einer möglichst verformungsfreien Oberfläche metallografisch präpariert (Tabelle 7). Die EBSD-Messung wird anschließend mit den in Tabelle 8 zusammengefassten Parametern durchgeführt.

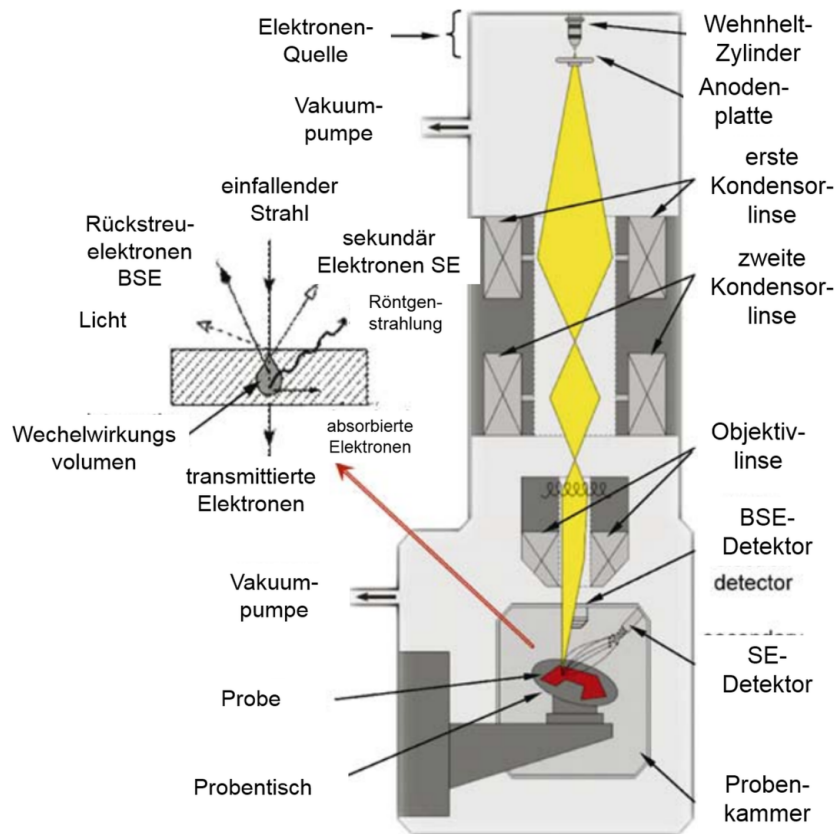


Abb. 3.4: Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops, mögliche Wechselwirkungen einfallender Elektronen mit dem Material [SUTTON et al., 2007].

Wird nun der Primärelektronenstrahl über die Probe gerastert, so kommt es im Inneren einer Probe durch diffuse Streuung des PE-Strahls zur Ausbildung einer punktförmigen Elektronenquelle. Diese Elektronen werden auf dem Rückweg zur Oberfläche genau dann an den parallelen Netzebenen gebeugt, wenn die sogenannte Bragg-Bedingung erfüllt ist.

$$m\lambda = 2d_n \sin(\theta) \quad (48)$$

wobei m die Beugungsordnung, λ die Elektronenwellenlänge, d_n der Netzebenenabstand und θ der Braggwinkel sind.

Da die Elektronen diffus gestreut werden und daher aus allen Richtungen auf die Netzebene

Tabelle 7: Probenpräparation für EBSD-Aufnahmen.

Präparationsschritt		Körnung	Dauer
Schleifen	SiC-Schleifpapier	1200, 2500, 4000	-
Polieren	Diamantsuspension	6, 3, 1 μm	5 min
Endpolitur	oxidische Diamantsuspension (OPS)	0.05 μm	1 min

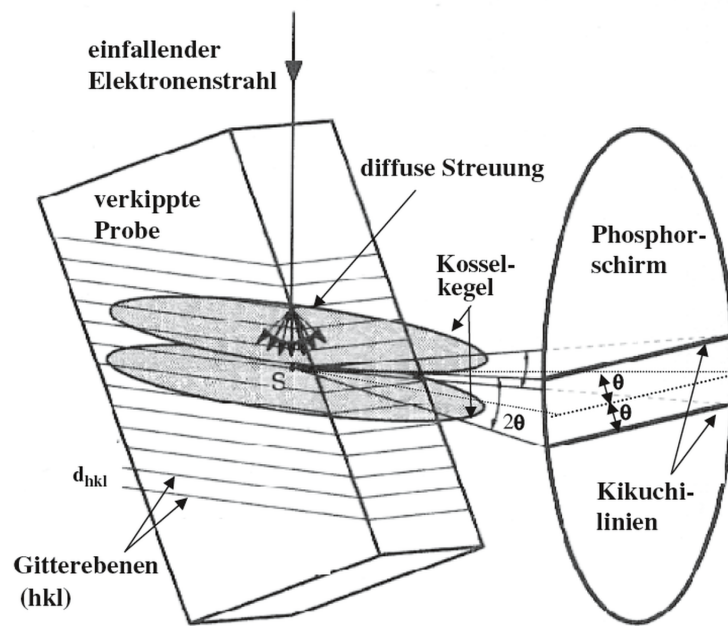


Abb. 3.5: Prinzip der Bildung von Kikuchi-Bändern bei der Beugung rückgestreuter Elektronen (EBSD) [GOTTSTEIN, 2013].

treffen, bildet sich bei Beugung auf beiden Seiten der Netzebene ein Beugungskegel. Die Beugungskegel besitzen einen Öffnungswinkel von $180^\circ - 2\theta$. Da der Braggwinkel θ üblicherweise sehr klein ist ($0,5 - 1^\circ$), beträgt der Öffnungswinkel beider Kegel nahezu 180° . Der EBSD-Detektor, üblicherweise ein Phosphorschirm, welcher beim Auftreffen eines Elektrons Licht emittiert, befindet sich 2 bis 3 cm von der Probenoberfläche entfernt und ist parallel zum Primärelektronenstrahl ausgerichtet. Aufgrund der großen Kegelöffnungswinkel und der verhältnismäßig weiten Entfernung des Phosphorschirms von der Probenoberfläche erscheinen die eigentlich hyperbolischen Kegelschnitte als gerade Linien auf dem Phosphorschirm (Abbildung 3.5). Zwei dieser sogenannten Kikuchi-Linien werden als Kikuchi-Band zusammengefasst. Abbildung 3.6 zeigt ein charakteristisches Kikuchi-Pattern (EBSP), welches aus den Kikuchi-Bändern mehrerer Netzebenen scharen zusammengesetzt ist. Für das aufgenommene Kikuchi-Pattern jedes Messpunktes

Tabelle 8: Parameter der EBSD-Aufnahmen.

Parameter	Wert
Kippwinkel	70°
Beschleunigungsspannung	20 kV
Vergrößerung	100
Binning	8x16
Schrittweite	$0,6 \mu\text{m}$
Messfeldgröße	$500 \times 500 \mu\text{m}^2$ bis $1500 \times 1500 \mu\text{m}^2$
dynamischer Fokus	15°

kann durch die Hough-Transformation die Orientierung berechnet und schließlich zur OIM genutzt werden. Messpunkte gleicher Orientierung werden hierbei im gleichen Farbton dargestellt.

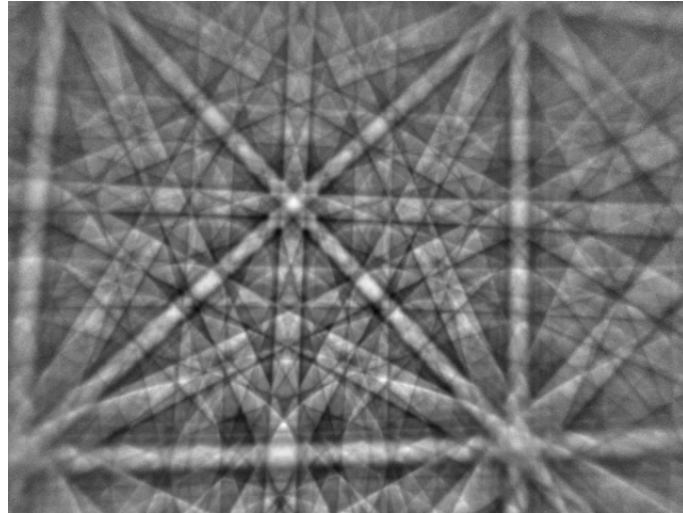


Abb. 3.6: Kikuchi-Pattern (EBSP) [OXFORD INSTRUMENTS, Abgerufen: 07.05.2018].

Rekonstruktion aus Orientierungsinformationen

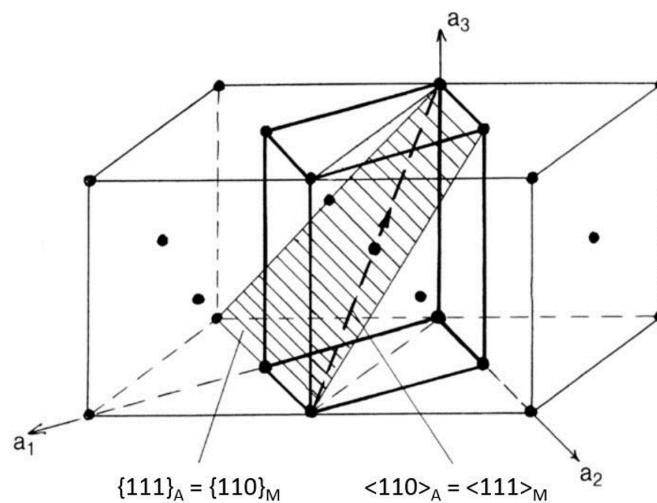


Abb. 3.7: Bain'sches Modell der martensitischen Umwandlung.

Ausgangspunkt für die Rekonstruktion ehemaliger Austenitkörner aus den Orientierungsinformationen der EBSD-Maps abgeschreckter, martensitischer Proben stellt die feste Orientierungsbeziehung (kurz: OR, engl. Orientation Relationship) zwischen austenitischer und martensitischer Gitterstruktur dar. Grundlage der festen Orientierungsbeziehung zwischen Ausgangs- und Endgefüge bildet das Bain'sche Modell (Abbildung 3.7) der diffusionslosen Umwandlung von Austenit in Martensit bei ausreichend schneller Abkühlung. Diese Orientierungsbeziehung wurde durch Kurdjumov-Sachs (kurz: KS), Nishiyama-Wassermann (kurz: NW) und Greninger-Troiano (kurz: GT) zur Beschreibung verschiedener Orientierungszusammenhänge und abhängig vom betrachteten Werkstoff weiterentwickelt [GRENINGER und TROIANO, 1949, KURDJUMOW

Name	Orientation relationship	Number of variants	$\langle uvw \rangle_{\omega_{\min}}$
Bain (B) [1]	$\{100\}_{\gamma} // \{100\}_{\alpha}$ $\langle 100 \rangle_{\gamma} // \langle 110 \rangle_{\alpha}$	3	$\langle 1 0 0 \rangle_{45}$
Kurdjumov-Sachs (KS) [2]	$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha}$ $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 111 \rangle_{\alpha}$	24	$\langle 0.97 0.18 0.18 \rangle_{42.85}$
Nishiyama-Wasserman (NW) [3, 4]	$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha}$ $\langle 112 \rangle_{\gamma} // \langle 110 \rangle_{\alpha}$	12	$\langle 0.98 0.08 0.20 \rangle_{45.98}$
Pitsch (P) [5]	$\{100\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha}$ $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 111 \rangle_{\alpha}$	12	$\langle 0.08 0.20 0.98 \rangle_{45.98}$
Greninger-Troiano (GT) [6]	$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha}$ $\langle 123 \rangle_{\gamma} // \langle 133 \rangle_{\alpha}$	24	$\langle 0.97 0.19 0.13 \rangle_{44.23}$
Greninger-Troiano' (GT') [6]	$\{110\}_{\gamma} // \{111\}_{\alpha}$ $\langle 133 \rangle_{\gamma} // \langle 123 \rangle_{\alpha}$	24	$\langle 0.19 0.97 0.13 \rangle_{44.23}$

Abb. 3.8: Kristallographische Orientierungsbeziehungen zwischen Martensit und Austenit [VERBEKEN et al., 2009].

und SACHS, 1930, NISHIYAMA, 1934].

Bei der Entstehung der einfachsten Martensitvariante nach KS bildet sich aus der $\{111\}_{\gamma}$ -Ebene des Austenits die $\{110\}_{\alpha}$ -Ebene des Martensits. Die Gitterrichtung $\langle 110 \rangle_{\gamma}$ im Austenit wird in die $\langle 111 \rangle_{\alpha}$ -Richtung des Martensits überführt. Die angegebene Zahl der Invarianten (engl. number of variants) gibt an, wie viele verschiedene Möglichkeiten der Umwandlung bei einer Phasentransformation existieren. Bei der OR nach KS existieren vier verschiedene $\{111\}_{\gamma}$ -Ebenen, die jeweils parallel zur $\{110\}_{\alpha}$ -Ebene sind. Eine dieser Ebenen wiederum besitzt drei verschiedene $\langle 110 \rangle_{\gamma}$ -Richtungen, die parallel zu zwei Richtungen der $\langle 111 \rangle_{\alpha}$ -Richtungen sind. Daraus ergeben sich insgesamt 24 Varianten.

Neben diesen, in Abbildung 3.8 detailliert dargestellten ORs existieren weitere Orientierungsbeziehungen, wie die nach Kelly oder Miyamoto [KELLY et al., 1990, MIYAMOTO et al., 2009]. Ein Schema des Versuchsprogramms inklusive der Rekonstruktion aus Orientierungsinformationen ist in Abbildung 3.9 veranschaulicht.

Rekonstruktion mit ARPGE 1.7

Zur vereinfachten Erläuterung des theoretischen Hintergrunds der Mutterphasenrekonstruktion mit dem Programm ARPGE 1.7 (engl. Automatic Reconstruction of Parent Grains from EBSD data) ist in Abbildung 3.10 ein theoretisches Beispiel dargestellt. Grundlage ist die Annahme,

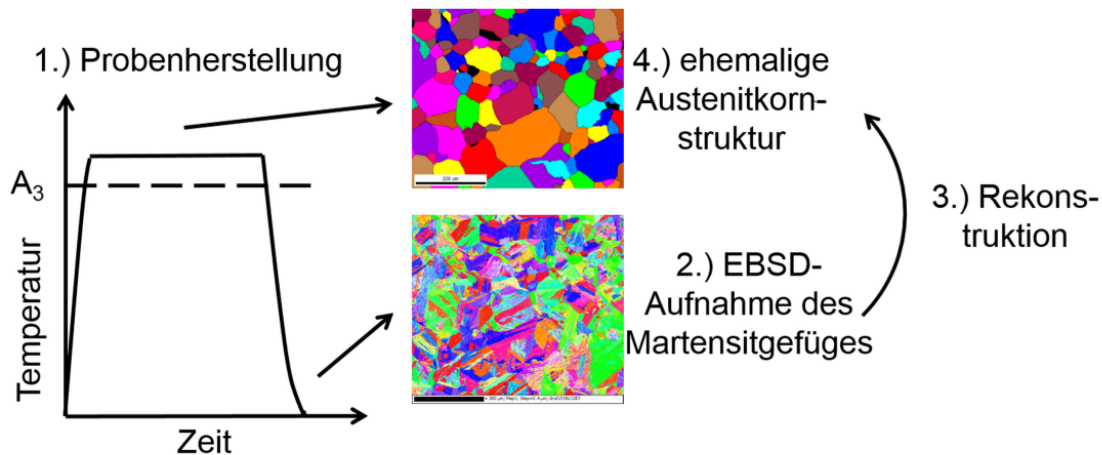


Abb. 3.9: Schema des Versuchsprogramms inklusive der Rekonstruktion ehemaliger Austenitkornstrukturen aus den Orientierungsinformationen (EBSD) des Martensitgefüges.

dass aus einem Mutterkorn γ unterschiedliche Varianten der Tochterphase α_1 - α_4 entstehen können. Durch verschiedene Operatoren O können die verschiedenen Varianten der Tochterphase ineinander überführt werden [CAYRON, 2014]. Je nach gewählter OR der Rekonstruktion, werden aus den OR mit den dazugehörigen Varianten von ARPGE 1.7 sogenannte Groupoide generiert, welche in sogenannten theoretischen Grupoid-Tabellen (Abbildung 3.10 (b), engl. groupoid composition tables) zusammengefasst werden können [CAYRON, 2007b]. Die inverse Transformation (Abbildung 3.10 (c)) beschreibt, welche Varianten der Mutterphase γ_1 - γ_3 aus der Tochterphase α entstehen können. Mit Hilfe der Grupoid-Tabelle wird dann bestimmt, ob die Körner der Tochterphase $G_1 - G_5$ einer gemeinsamen Orientierungsbeziehung zum Mutterkorn zugeordnet werden können. Korn $G_1 - G_4$ erfüllen diese Bedingung und werden somit einem gemeinsamen Mutterkorn zugeordnet, wohingegen Korn G_5 diese Bedingung nicht erfüllt und somit aus einem anderen Mutterkorn entstanden sein muss (Abbildung 3.10 (d)). Durch Anwendung der inversen Transformation (Abbildung 3.10 (e)) kann nun die gemeinsame Mutterkornorientierung der Körner $G_1 - G_4$ berechnet werden. Dabei wird von jedem Tochterkorn jedes potentielle Mutterkorn γ bestimmt und das gemeinsame aller vier Tochterkörner ausgewählt. Im Anschluss daran werden die Orientierungsunterschiede der nun theoretisch bestimmten Varianten α_1 - α_4 und der experimentellen Körnern $G_1 - G_4$ berechnet.

Zusammengefasst kann die Rekonstruktion mit ARPGE 1.7 in zwei separate Schritte unterteilt werden. Zunächst wird in einem Nukleationsschritt ein Triplet benachbarter Körner gesucht, welche vom selben Mutterkorn abstammen. Dies geschieht durch das Vergleichen von Kohärenzbedingungen mit zunehmender Winkeltoleranz von 3-5°. Das gefundene Triplet wird als Nukleus angesehen, welcher im zweiten Schritt unter bestimmten Bedingungen wachsen kann. Dabei werden die benachbarten Körner auf Kohärenz mit dem Nukleus überprüft. Steigende Winkeltoleranzen von 10-15° für ein ausreichendes Rekonstruktionsergebnis werden hierbei nötig, da aufgrund der intragranularen Deformation des Martensits bei geringen Winkeltoleranzen schlechte Rekonstruktionsergebnisse erzielt werden. Übersteigt die Abweichung zweier angren-

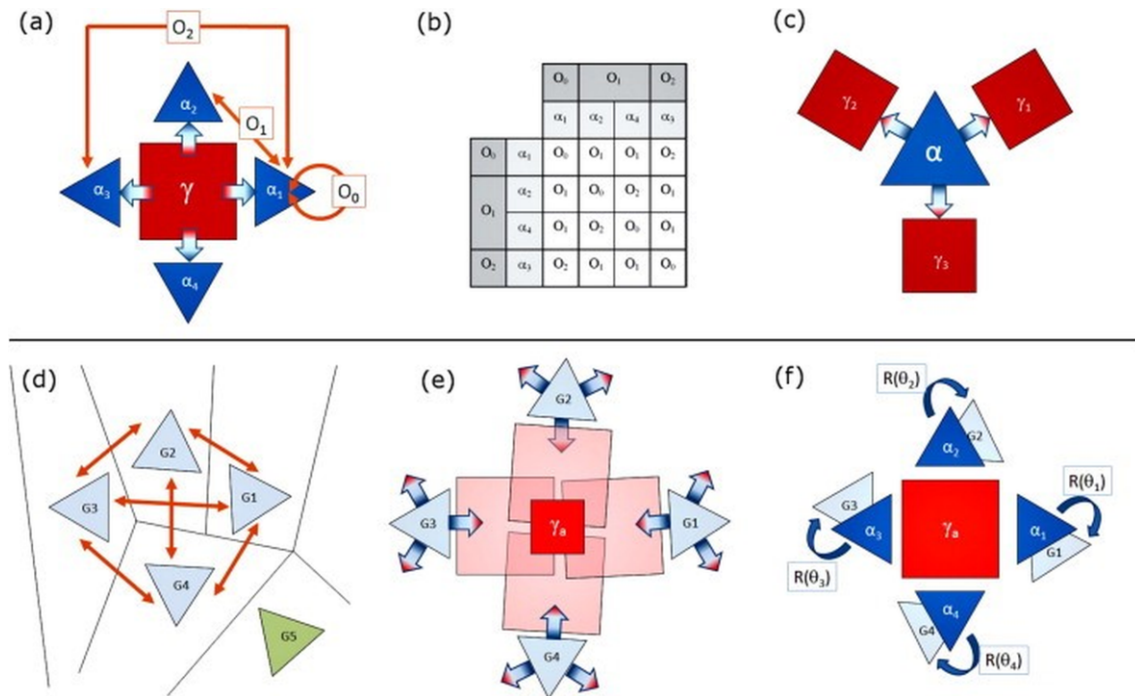


Abb. 3.10: Ablauf einer Rekonstruktion mit ARPGE 1.7:

Austenit = Viereck, Martensit = Dreieck, (a) Berechnung von Varianten und Operatoren, (b) Grupoid Tabelle, (c) Varianten der inversen Transformation, (d) automatische Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkörner mit Hilfe der Grupoid Tabelle, (e) Berechnung der Austenitkornorientierungen, (f) Berechnung der Orientierungsunterschiede zwischen den theoretischen Varianten und den experimentellen Körnern [CAYRON, 2014].

zender Körner die angegebenen Toleranzwinkel, so wird der Wachstumsschritt beendet und an dieser Stelle eine ehemalige Austenitkorngrenze definiert [CAYRON et al., 2006, CAYRON, 2007a].

Rekonstruktion mit Merengue 2

Grundlage der Rekonstruktion mit dem Programm Merengue 2 ist die Identifizierung von Domänen aus den EBSD-Daten des Martensits. Eine Domäne ist dabei eine Gruppe von Pixeln, deren Misorientierung zwischen ihren jeweiligen benachbarten Pixeln unterhalb eines kritischen Winkels ϑ liegt. Diese Detektion entspricht der Korndetektion in kommerziellen Programmen zur Nachbearbeitung von EBSD-Aufnahmen. Liegen diese Domänen räumlich nah beieinander und besitzen alle die gleiche OR, so gehören sie zu dem selben Mutterkorn. Unter Berücksichtigung dieser Annahme ist das Prinzip der Rekonstruktion benachbarte Gruppen von Domänen zu finden, welche alle zu demselben Mutterkorn gehören. Für die Rekonstruktion wird unter Berücksichtigung eines Toleranzwinkels ω_0 ein iterativer Vergleich aller benachbarten kristallographischen Domänen durchgeführt und bestimmt, ob diese unzweideutig zu dem selben Mutterkorn gehören. Durch die Definition des Toleranzwinkels ω_0 kann es sein, dass nicht 100 % der Domänen einer Mutterkornorientierung zugeordnet werden können. In einem weiteren Schritt wird daher überprüft, ob diese einer benachbarten Domäne innerhalb eines größeren Toleranzwinkels ω_1 zugeordnet werden können. Die Erweiterung des Toleranzbereiches ermöglicht es auch, streuende Orientierungsinformationen zu rekonstruieren und somit auch Rekonstruktionen verformter Mikrostrukturen durchzuführen [GERMAIN et al., 2012b]. Reichen die möglichen

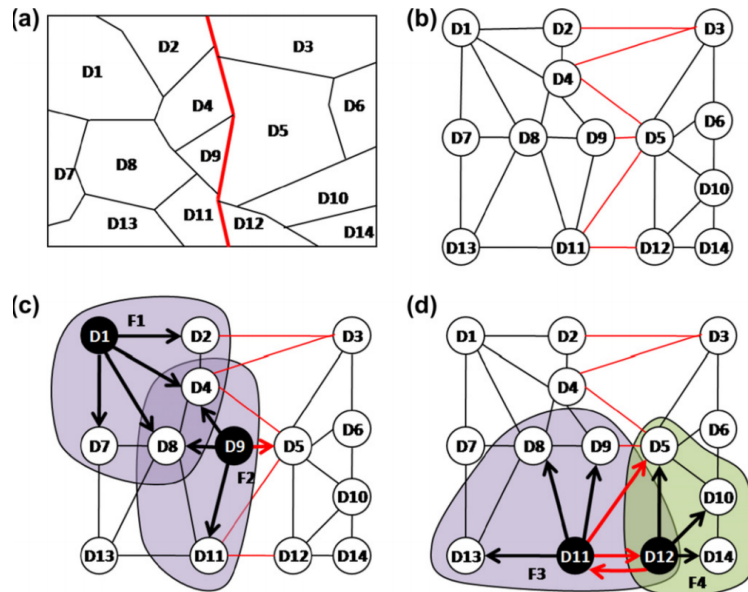


Abb. 3.11: Schritte zur Identifizierung sicherer Fragmente von Mutterkörnern in Merengue 2: (a) EBSD mit nummerierten Domänen, (b) entsprechende graphische Darstellung, (c) vererbte Domäne D1 und alle seine Nachbarn führen zu Fragment F1. Domäne D9 und alle seine Nachbarn führen zu Fragment F2. D5 wird nicht F2 zugeordnet, da die Orientierung innerhalb der definierten Toleranz ω_0 nicht zu der des berechneten Mutterkorns liegt, (d) F3 und F4 geht aus D11 und D12 und deren Nachbarn hervor. D12 wird sowohl zu F3 als auch F4 zugeordnet, welche eine unterschiedliche Orientierung haben. D12 ist somit eine Mehrdeutigkeit und wird als solche gespeichert [GERMAIN et al., 2012b].

Orientierungen einer gegebenen Mutterkornorientierung nicht aus, kann es aber trotzdem dazu kommen, dass bestimmte Bereiche der EBSD-Map nicht rekonstruiert werden können [HUMBERT et al., 1995].

Abbildung 3.11 zeigt die Schritte der iterativen Bestimmung sicherer Fragmente von Mutterkörnern. Zunächst wird aus der realen EBSD-Map (Abbildung 3.11 (a)) eine Grafik (Abbildung 3.11 (b)) gebildet, um die Rekonstruktion zu beschleunigen. Nun wird iterativ gesucht, ob eine Domäne und ihre benachbarten Domänen einem einzigen Mutterkorn zugeordnet werden können. In Abbildung 3.11 (c) wird im ersten iterativen Schritt die Domäne D_1 und ihre Nachbarn betrachtet und festgestellt, dass sie und ihre Nachbarn D_2 , D_4 , D_7 und D_8 die selbe Mutterkornorientierung teilen und somit das Fragment F_1 festgelegt. Dieser Schritt wird für alle Domänen der Map wiederholt und festgestellt, dass die benachbarte Domäne D_5 von Domäne D_9 einem anderen Mutterkorn zugehören muss. Die Domänen D_4 , D_8 , D_9 und D_{11} werden jedoch dem Fragment F_2 zugeordnet. Für überlappende Fragmente wird für jede Domäne jede potentielle Mutterkornorientierung und das entsprechende Fragment gespeichert. Für Fälle, in denen Domänen wie die Domäne D_{12} ebenfalls zwei Fragmenten (F_3 und F_4) zugeordnet werden können, welche jedoch eine unterschiedliche Orientierung besitzen, wird diese Domäne als eine Mehrdeutigkeit (engl. ambiguity) gespeichert. Für den Fall, dass Domänen mehreren Fragmenten zugeordnet werden können, ist es nötig die richtige Mutterkornorientierung zu finden. Um lokal die einzig richtige Mutterkornorientierung zu finden, ist eine Mindestanzahl an Varianten nötig [HUMBERT et al., 1994]. Die Wahrscheinlichkeit eine nicht mehrdeutige Orientierung zu finden steigt mit der Anzahl an verfügbaren Varianten und erreicht bei einer Anzahl von 4 einer

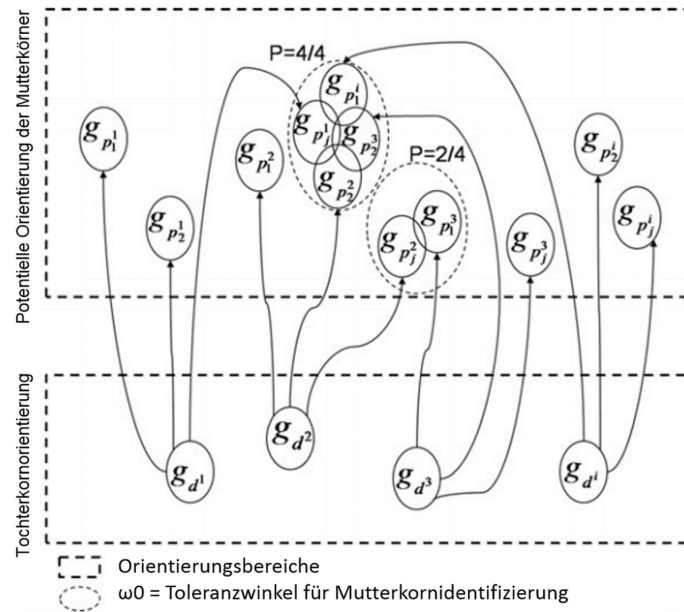


Abb. 3.12: Darstellung der Berechnung der wahrscheinlichsten Mutterkornorientierung mit der höchsten Anzahl an ausgewählten Varianten. P ist die Wahrscheinlichkeit der potentiellen Mutterkornorientierung die wahre Orientierung innerhalb der Toleranz ω_0 zu sein. Hier: $PR = 4/2$ [GERMAIN et al., 2012b].

Wahrscheinlichkeit von $> 99\%$.

Die Berechnung der ehemaligen Austenitkörner kann wie folgt beschrieben werden (Abbildung 3.12). Für alle Tochter-Varianten werden die möglichen Mutterkornorientierungen berechnet. Alle möglichen Mutterkörner werden abhängig von ihrer Wahrscheinlichkeit ein wirkliches Mutterkorn zu sein sortiert. Diese Wahrscheinlichkeit wird bestimmt durch die Anzahl der zugehörigen Tochter-Varianten innerhalb der Winkeltoleranz ω_0 . Das Mutterkorn mit der höchsten Wahrscheinlichkeit wird als wahre Lösung angesehen, wenn folgende Bedingungen erfüllt sind:

- Eine strikte OR zwischen Mutterkorn und Tochterkörnern muss bei einer definierten Mindestanzahl an Varianten vorhanden sein.
- Die Wahrscheinlichkeit anderer Mutterkörner, die richtige Lösung zu sein, muss geringer ausfallen.

Zusammenfassend kann die Rekonstruktion mit Merengue 2 ebenfalls in zwei Schritte unterteilt werden. Nach der Definition einer OR und der Möglichkeit der Verfeinerung dieser OR, angepasst an das Material, schließt sich der erste Schritt der Zusammenfassung von jeweils mindestens drei Domänen zu Fragmenten innerhalb der definierten Toleranz ω_0 an. Darauf folgt, ausgehend von den Fragmenten, eine rekursive Suche nach benachbarten Fragmenten, welche die selbe Mutterkornorientierung besitzen.

In Tabelle 9 sind beide in dieser Arbeit genutzten Programme bezüglich ihrer Funktionsweise und Praktikabilität gegenübergestellt.

Tabelle 9: Vergleich der Rekonstruktionsprogramme ARPGE 1.7 und Merengue 2.

	ARPGE 1.7	Merengue 2
Datenmenge	<1,8 Mio. Pixel	unbegrenzt
Automatisierungsgrad	Es können alle Rekonstruktions-schritte sowohl manuell als auch automatisch durchgeführt werden.	Die Rekonstruktion wird semi-automatisch durchgeführt. Die Parameter werden vor jedem Schritt angepasst. Somit ist ein großer Einfluss auf das Ergebnis der Rekonstruktion durch den Bediener möglich.
OR	Annahme einer festen OR (KS, NW oder GT)	Eine anfänglich festgelegte OR (z.B. GT) kann im Laufe der Rekonstruktion verfeinert und neu berechnet und somit dem Material und seiner Historie angepasst werden. Hierzu werden lokale Misorientierungen zwischen einzelnen Varianten ausgenutzt [HUMBERT et al., 2015].
Ergebnis	PAG-Map ohne Beibehaltung von Tochterkorninformationen, jedem PAG-Korn wird eine einheitliche Orientierung zugewiesen.	PAG-Map unter Beibehaltung von Tochterkorninformationen, lokale Orientierungsunterschiede innerhalb eines PAGs, z.B. durch Verformung, bleiben erhalten.
Auswertungen	Korngrößenbestimmungen bei sinnvollen Kornformen nach der Rekonstruktionen unverformter Gefüge sind möglich.	Neben Korngrößenbestimmungen sind durch den Erhalt von Tochterkorninformationen der ursprünglichen EBSD-Aufnahme auch komplexere Auswertungen (z.B. <i>GOS</i> -Verteilung, <i>KAM</i> , <i>GROD</i>) möglich. Die Kornform wird auch bei hochverformten Gefügen sinnvoll rekonstruiert.
Zusatzfunktionen		Anti-Leak Grain Identification (ALGrid) zum Schließen von Korngrenzen und Verbesserung der Tochterkorndetektion [GERMAIN et al., 2014], "deformed parent option" für verformte Mikrostrukturen [GERMAIN, 2014].

3.3 Physikalische Prozesssimulation - Kornwachstumskinetik

Die folgenden Erläuterungen befassen sich mit der Beschreibung der physikalischen Prozesssimulation der Kornwachstumsversuche, deren resultierende Mikrostrukturen anschließend mit den vorher beschriebenen Methoden ausgewertet werden können.

Die Wärmebehandlungen der Kornwachstumsversuche in dieser Arbeit werden entsprechend der Darstellung in Abbildung 3.13 in einem gängigen Laborofen durchgeführt. Die Probe wird dabei zunächst in dem schon vorgeheizten Ofen auf Austenitierungstemperatur T_a , also über A_3 erhitzt und dort für eine festgelegte Austenitierungszeit t_a gehalten. Anschließend wird die Probe in Wasser abgeschreckt, so dass die austenitische Mikrostruktur der Hochtemperaturphase schnell und diffusionslos in Martensit umwandelt. Die Mikrostruktur bei Austenitierungstemperatur wird somit quasi "eingefroren". Für die Versuche werden die Austenitierungszeit und Austenitierungstemperatur, wie in Tabelle 10 dargestellt, basierend auf in der Literatur angegebenen Wertebereichen für alle 4 Stahlzusammensetzungen variiert.

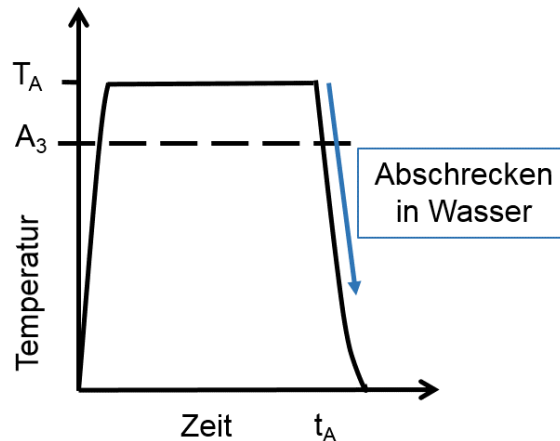


Abb. 3.13: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf der Kornwachstumsversuche.

Nach der gezielten Einstellung der verschiedenen Gefüge wird zunächst die verzünderte Schicht von den Proben entfernt, diese mittig zerteilt und anschließend die Probenpräparation für die EBSD-Messung durchgeführt (Tabelle 7). Anschließend werden die PAGs aus den in der Probenmitte aufgenommenen EBSD-Aufnahmen sowohl mit ARPGE 1.7 als auch Merengue 2 rekonstruiert und deren Korngrößenverteilung ausgewertet. Die Auswertung und Mittelwertbildung der Korngröße erfolgt auf die Fläche bezogen. Neben dieser Auswertung wird außerdem die gesamte Korngrößenverteilung auf Bimodalität und damit das Auftreten von abnormalem Kornwachstum hin untersucht und auch die rekonstruierten Maps daraufhin verglichen.

3.4 Physikalische Prozesssimulation - Rekristallisationskinetik

Im Anschluss an die Beschreibung der relativ simplen physikalischen Prozesssimulation der Brammenerwärmung folgen in diesem Kapitel nun die Erläuterungen zu der physikalischen Pro-

Tabelle 10: Versuchsparameter der Kornwachstumsversuche im Laborofen.

Material	Austenitierungs- temperatur [°C]	Austenitierungs- zeit [min]
CMn	1000	10, 30, 60, 120, 240
	1100	30, 240
	1200	10, 30, 60, 120, 240
Ti	1000	10, 30, 60, 120, 240
	1100	30, 240
	1200	10, 30, 60, 120, 240
NbTi	1000	30, 240
	1100	30, 240
	1200	30, 240
Nb	1000	30, 240
	1100	30, 240
	1200	30, 240

zesssimulation des Warmwalzens. Neben der Erläuterung der Doppelschlagversuche wird auch auf deren Auswertemethodik näher eingegangen.

3.4.1 Warmumformsimulator Gleeble

Mit Hilfe eines Warmumformsimulators Gleeble 3800 (Abbildung 3.14) ist es möglich den Prozess des TM-Walzens, aber auch andere thermische, mechanische oder thermomechanische Prozesse im Labormaßstab zu simulieren und zu untersuchen. Zu den industriellen Prozessen, welche mit der Gleeble simuliert werden können, zählen Walzen, Schmieden oder auch das Schweißen von Werkstoffen. Thermische Prozesse, die durch die Gleeble untersucht werden können, sind beispielsweise das Kornwachstumsverhalten, das Rekristallisationsverhalten oder das Zeit-Temperatur-Umwandlungsverhalten verschiedener Werkstoffe. Für jede Simulation kann ein eigenes Versuchsprogramm mit Parametern wie Auf- und Abkühlraten, Zeiten, Umformgraden, Umformgeschwindigkeiten sowie entsprechende Regelungsparametern eingestellt werden.

Geheizt wird die Probe mittels Widerstandsheizung, bei der elektrischer Strom durch die Probe geleitet wird und diese aufgrund ihres elektrischen Widerstands erhitzt. Überwacht und geregelt wird die Temperatur durch die Aufzeichnung von Thermoelementen, welche zuvor an die Probe angeschweißt werden.

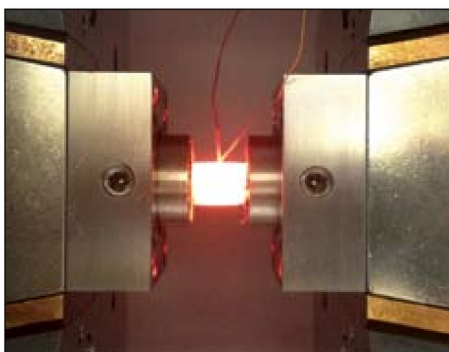
Die mechanische Regelung kann entweder kraft- oder weggeregt oder aus einer Kombination der beiden Regelungen durch Umschalten erfolgen. Die Probe wird in horizontaler Richtung durch Aufbringung mechanischer Belastung über ein servo-hydraulisches System zwischen einem festen und einem beweglichen Stempel umgeformt [DSI, GLEEBLE 3800, 2010].



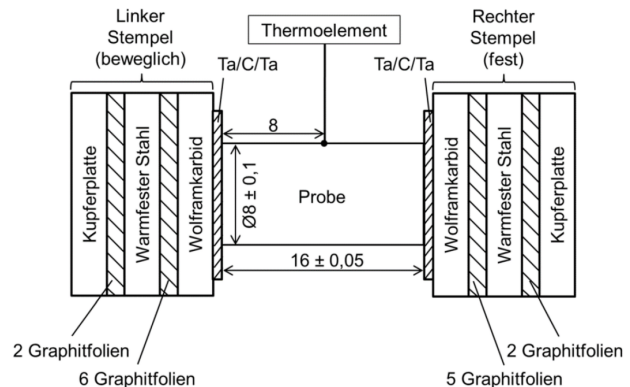
Abb. 3.14: Warmumformsimulator Gleeble 3800 [DSI, Abgerufen: 18.04.2018].

3.4.2 Der Doppelschlagversuch

Sogenannte Doppelschlagversuche (kurz: DSV) werden in der physikalischen Prozesssimulation genutzt, um die Warmumformung von Stählen während des Warmwalzens und die dabei stattfindenden Prozesse zu simulieren. Durch die zweifache Umformung einer zylindrischen Probe erhält man zwei Fließkurven, welche anschließend die Basis der Auswertung eines rekristallisierten Anteils bilden. Durch die Durchführung von Versuchsreihen, bestehend aus Doppelschlagversuchen mit unterschiedlichen Parametern, können so vollständige Rekristallisationskinetiken aber auch andere Versuche, wie beispielsweise die *SCRT*-Bestimmung realisiert werden. Im Folgenden werden die experimentellen Grundlagen des Doppelschlagversuchs und die Hintergründe Auswertemethoden dieser Arbeit erläutert.



(a)



(b)

Abb. 3.15: Probenpositionierung in der Gleeble 3800 zur Durchführung eines Doppelschlagversuchs: (a) laufender Versuch [DSI, Abgerufen: 18.04.2018], (b) Schemazeichnung [KRÄMER, 2016].

Die Doppelschlagversuche dieser Arbeit werden an horizontal zwischen den Druckstempeln der

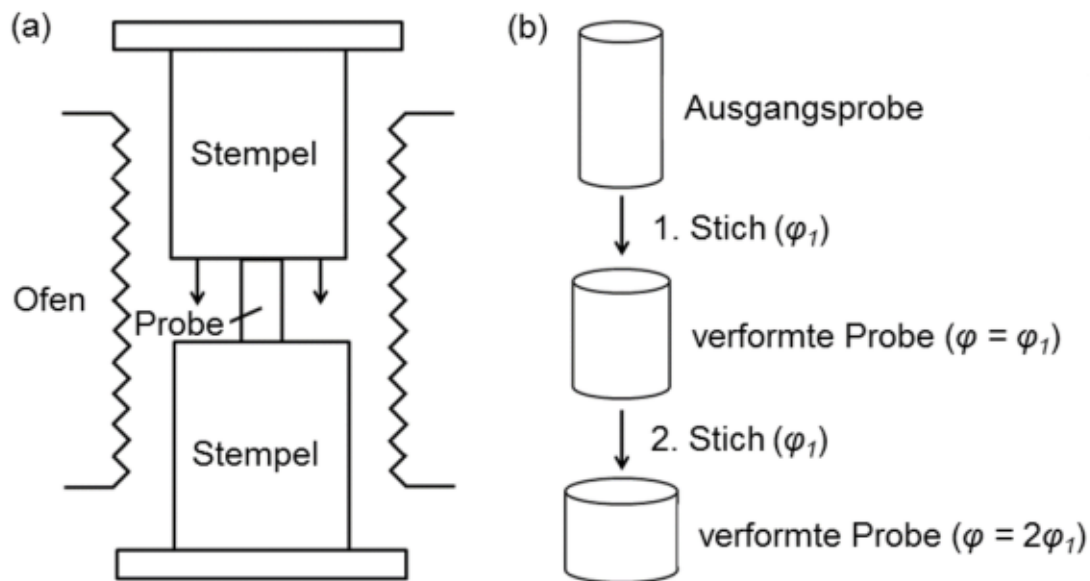


Abb. 3.16: (a) Bewegungsrichtung des einen Stempels während des Doppelschlagversuchs, (b) Veränderung der Probengeometrie durch den Doppelschlagversuch (nach [EVANS und SCHARNING, 2001]).

Gleeble eingespannten Zylinderproben durchgeführt. Die Probenpositionierung, die Probenabmessung und der Aufbau der Druckstempel sind für einen realen Versuch (a) und zum Vergleich auch schematisch (b) in Abbildung 3.15 dargestellt. Die Druckstempel sind aus einer Kupferplatte, Graphitfolien, warmfestem Stahl und Wolframkarbid aufgebaut. Zwischen der Probe und den Stempeln werden Graphitfolien zur Reduktion der Reibung und Tantalfolien als Diffusionsbarriere für den Kohlenstoff eingesetzt. Um außerdem die Verzunderung der Proben durch den Luftsauerstoff zu verhindern, werden die Versuche unter Vakuum durchgeführt. Abbildung 3.16 veranschaulicht die Bewegungsrichtung des einen Stempels während des Doppelschlagversuches (a) und die Veränderung der Probengeometrie durch zweifache Stauchung der Probe (b).

3.4.3 Fließkurvenextrapolation und Bestimmung des rekristallisierten Anteils

Um die Bestimmung des rekristallisierten Anteils aus den Fließkurven des Doppelschlagversuchs zu erklären, kann eine theoretische Darstellung von vollständiger, teilweiser und keiner statischen Rekristallisation wie in Abbildung 3.17 herangezogen werden. Trägt man die Fließkurven von Versuchen unterschiedlicher Zwischenstichzeiten bei gleicher Umformtemperatur in ein Diagramm ein, so sieht man unterschiedliche Fließkurven der zweiten Verformung, abhängig davon, wie lange die Probe zwischen den Stichen gehalten wurde und wie hoch die Umformtemperatur liegt.

Wird eine Probe vergleichsweise lange oder bei sehr hohen Temperaturen gehalten, so hat das Gefüge genug Zeit, um vor der zweiten Umformung wieder vollkommen zu rekristallisieren. In diesem Fall ergibt sich die grüne Kurve als Fließkurve der zweiten Umformung, welche theoretisch der ersten entspricht. Findet die zweite Umformung direkt nach der ersten Umformung statt, so bleibt keine Zeit für das Gefüge, um zu rekristallisieren und die Fließkurve der zweiten

Mit Hilfe der aufgebrachten Kraft F und der Probenfläche während des Versuchs A_x kann dann die wahre Spannung $\sigma_{w,\mu=0}$ ermittelt werden, wobei A_0 die Ausgangsfläche der zylindrischen Probe ist.

$$\sigma_{w,\mu=0} = \frac{F}{A_x} = \frac{Fh_0}{A_0h_x} \quad (51)$$

Durch den Reibungskontakt zwischen den Probenstirnflächen und den Stempeln kommt es zur Ausbauchung der zylindrischen Proben. Die Höhe dieses Effekts kann durch den Barreling-Koeffizienten beschrieben [ROEBUCK et al., 2006] und je nachdem eine Reibungskorrektur angewandt werden. Entsprechend der Gleichung 52 nach [NESTER und POHLANDT, 1982] und unter Verwendung eines Reibungskoeffizienten von 0,3 kann eine Reibungskorrektur durchgeführt werden.

$$\sigma_w = \frac{\sigma_{w,\mu=0}}{1 + \left(\frac{\mu}{3}\right) \left(\frac{d_x}{h_x}\right)} \quad (52)$$

wobei σ_w : wahre Spannung mit Reibungskorrektur, $\sigma_{w,\mu=0}$: wahre Spannung ohne Reibungskorrektur, μ : Reibungszahl, d_x : Probendurchmesser während des Versuchs.

Der Entfestigungsanteil kann anschließend auf verschiedene Arten bestimmt werden. Fernandez et al. [FERNÁNDEZ et al., 1999] haben entsprechend Abbildung 3.18 insgesamt sechs verschiedene Methoden hierfür verglichen. Während der Doppelschlagversuche finden neben Rekristallisationsprozessen, auf denen das Hauptaugenmerk in dieser Arbeit liegt, auch Erholungs- und Kornvergrößerungsprozesse statt. Gerade der Einfluss der Erholung auf die bestimmten Werte für den Entfestigungs- bzw. rekristallisierten Anteil soll im Rahmen dieser Arbeit möglichst ausgeschlossen werden. Nach Fernandez et al. [FERNÁNDEZ et al., 1999] eignen sich die "2 % Offset"-Methode, die "5 % Total Strain"-Methode und die "Mean Flow Stress"-Methode am Besten, um den Einfluss der Erholung zu minimieren und die Rekristallisationskinetik zu beschreiben. Als Grundlage der Verwendung der "5 % Total Strain"-Methode in der vorliegenden Arbeit wurde der Vergleich der Methode mit metallografischen Untersuchungen von Perttula et al. [PERTTULA und KARJALAINEN, 1998] herangezogen. Diese zeigen den Vorteil der "5 % Total Strain"-Methode durch ihre hohe Genauigkeit und gleichzeitige Einfachheit in ihrer Anwendung.

Bei der "5 % Total Strain"-Methode werden bestimmte Werte der Fließkurven zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils herangezogen. Zunächst wird die Fließkurve der ersten Umformung durch eine Fließkurvenextrapolation künstlich verlängert. Für diese Extrapolation wird in [PERTTULA und KARJALAINEN, 1998] die Ludwik-Hollomon Gleichung genutzt.

$$\sigma_{w,Ludwik} = \sigma_0 + K\varphi^M \quad (53)$$

mit $\sigma_{w,Ludwik}$: wahre Spannung nach Ludwik, σ_0 : Fließgrenze bei $\varphi = 0$, φ : Umformgrad, K , M , Konstanten.

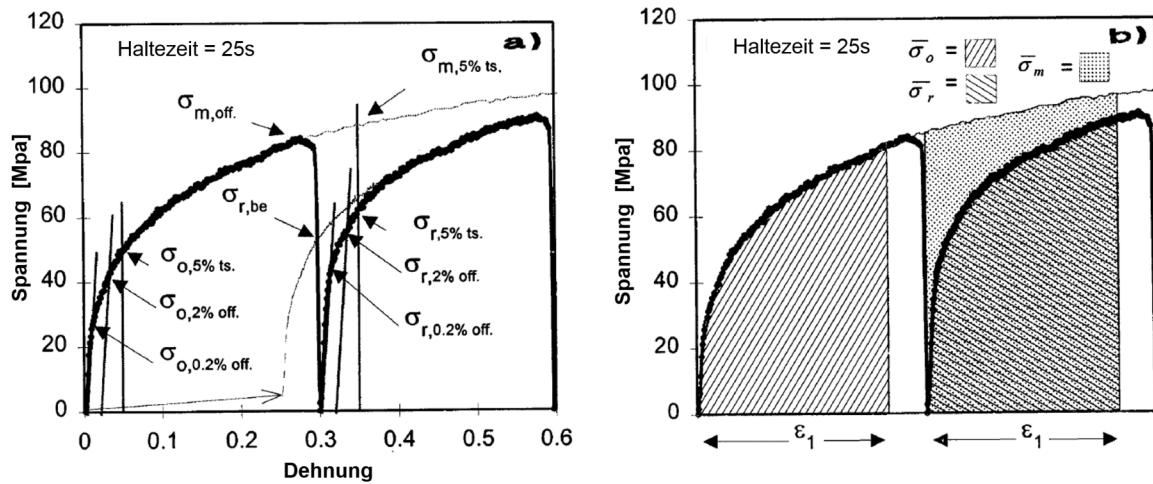


Abb. 3.18: Bestimmung der Spannungswerte aus Fließkurven von Doppelschlagversuchen zur Berechnung des Entfestigungsanteils:

(a) 0.2 % Offset-, 2 % Offset-, Back-Extrapolation- und 5 %- Total Strain Methode, (b) Mean Flow Stress-Methode [FERNÁNDEZ et al., 1999].

Blumbach [BLUMBACH, 2006] vergleicht in seiner Arbeit fünf verschiedene Möglichkeiten der Fließkurvenextrapolation miteinander (Abbildung 3.19) und die Hocket-Sherby Gleichung ergibt sich in der Anwendung der Modelle [DZIALLACH et al., 2007] auf experimentelle Daten als zuverlässigste Extrapolationsmethode.

$$\sigma_{w,Hocket} = C_2 - (C_2 - C_1) \exp\left(\frac{m\varphi}{n}\right) \quad (54)$$

mit C_1 : Streckgrenze; C_2 : Sättigungsspannung; m , n : Konstanten.

In der Abschlussarbeit von Koller [KOLLER, 2014] und einer Abschlussarbeit im Rahmen dieser Promotion von Krämer [KRÄMER, 2016] hat sich die Hill-Anpassung als die Methode mit der besten Extrapolationsgenauigkeit herausgestellt, weshalb diese Methode auch in der vorliegenden Arbeit Anwendung findet.

$$\sigma_{w,Hill} = K \left(\frac{\varphi^M}{B^M + \varphi^M} \right) \quad (55)$$

wobei $\sigma_{w,Hill}$: wahre Spannung nach Hill, φ : Umformgrad, B , K , M : Konstanten.

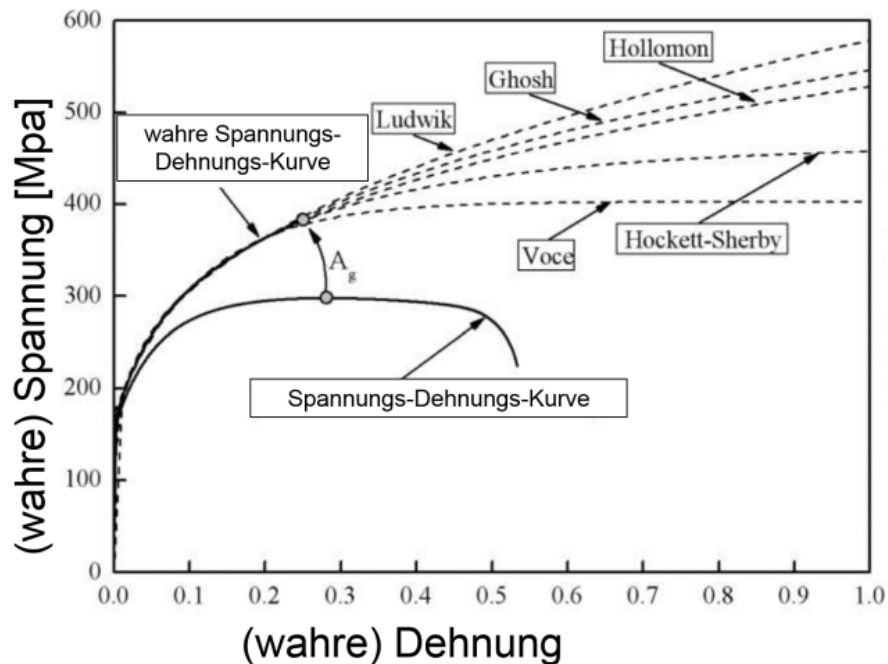


Abb. 3.19: Vergleich verschiedener Möglichkeiten zur Fließkurvenextrapolation [BLUMBACH, 2006]

3.4.4 Versuchsdurchführung zur T_{nr} -Bestimmung

In Abbildung 3.20 ist der Temperatur-Zeit-Verlauf der Doppelschlagversuche zur Bestimmung der Rekristallisationsstoptemperatur T_{nr} , welche die Grenze zwischen Kalt- und Warmwalzen bildet, dargestellt. Bei diesen Versuchen bleibt die Zwischenstichzeit, also die Wartezeit zwischen den zwei Umformschritten (t_{ip} , engl. interpass time) konstant und die Höhe der Umformtemperatur wird für jeden Versuch variiert. Die Schritte der Versuche zur Bestimmung der T_{nr} sind wie folgt:

- Aufheizen mit 5 °C/s auf Austenitisierungstemperatur $T_a = 1200\text{ °C}$
- Halten bei dieser Temperatur für eine festgelegte Austenitisierungszeit $t_a = 10\text{ min}$
- Abkühlen mit 5 °C/s auf unterschiedliche Umformtemperaturen T_u
- Halten bei dieser Temperatur für eine festgelegte Zeit von $t = 10\text{ s}$ zum Zweck der Temperaturhomogenisierung
- erste Umformung mit Umformgrad $\varphi_1 = 0,3$ und Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_1 = 1/s$
- Halten bei Umformtemperatur T_u zwischen den Stichen für eine festgelegte Zwischenstichzeit $t_{ip} = 15\text{ s}$
- zweite Umformung mit Umformgrad $\varphi_2 = 0,3$ und Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_2 = 1/s$
- Abkühlen auf Raumtemperatur

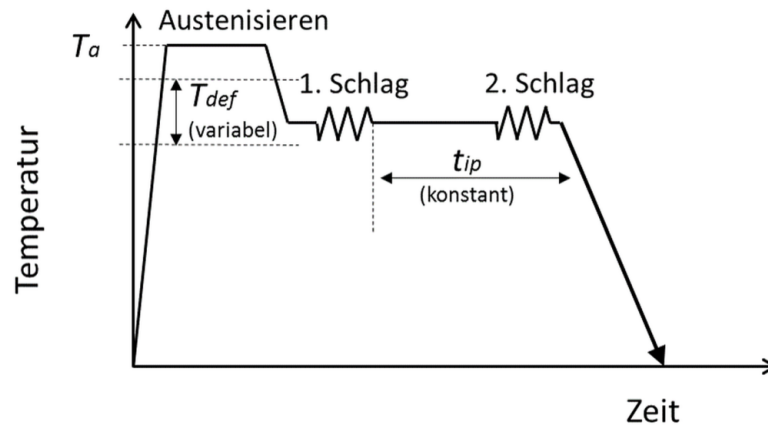


Abb. 3.20: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf der Doppelschlagversuche zur Bestimmung der T_{nr} .

Dieser Versuch zur T_{nr} -Bestimmung wird für alle 4 Mikrolegierungskonzepte durchgeführt. Für den CMn-Stahl werden außerdem zwei weitere Versuche mit Variation der Austenitisierungszeit t_a und -temperatur T_a vor der ersten Umformung durchgeführt, um den Einfluss der Austenitkorngröße auf die T_{nr} zu untersuchen (Tabelle 11).

Nach der Durchführung eines jeden Doppelschlagversuchs wird direkt der Entfestigungsanteil ausgewertet und für jede Versuchsreihe gegen die entsprechende Umformtemperatur aufgetragen. Die partielle Entfestigung nimmt hier mit der Erhöhung der Umformtemperatur immer weiter zu und kann durch die durchgezogene Linie durch Fit der experimentell bestimmten Werte beschrieben werden. Die T_{nr} wird nun als die Temperatur bei 20 % partieller Entfestigung definiert. Dadurch werden Einflüsse der Erholung und dynamischer Rekristallisation ausgeschlossen.

Tabelle 11: Variation der Versuchsparameter zur T_{nr} -Bestimmung ¹

Material	T_a [°C]	t_a [min]	Umformtemperaturen [°C]
CMn	1000	10	1100, 900, 875, 850, 825, 800, 775
	1200	10	1100, 1000, 950, 900, 875, 850, 825, 800
	1200	60	1000, 950, 900, 875, 825, 800
Ti	1200	10	1000, 950, 900, 850, 825, 800
NbTi	1200	10	1100, 1000, 975, 950, 925, 900, 800
Nb	1200	10	1000, 975, 950, 925, 900, 850, 800

¹Daten für CMn, 1200 °C, 10 min und NbTi, 1200 °C, 10 min aus der, im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Abschlussarbeit von Tim Krämer [KRÄMER, 2016].

3.4.5 Versuchsdurchführung des Doppelschlagversuchs zur Bestimmung von Rekrystallisationskinetiken

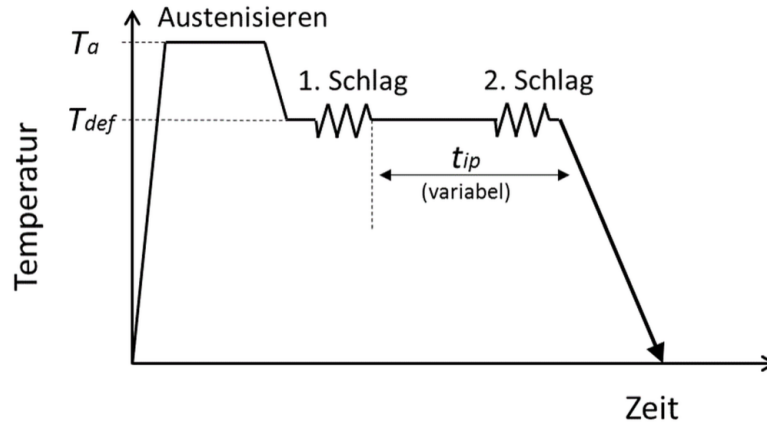


Abb. 3.21: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils durch Doppelschlagversuche.

In Abbildung 3.21 ist der Temperatur-Zeit-Verlauf der Doppelschlagversuche zur Bestimmung der isothermen Rekrystallisationskinetik dargestellt. Dabei bleibt die Umformtemperatur konstant und die Zwischenstichzeit t_{ip} wird variiert. Die einzelnen Schritte eines allgemeinen Versuchsprogramms zum Doppelschlagversuch sind entsprechend Abbildung 3.21 im Folgenden aufgelistet:

- Aufheizen mit 5 °C/s auf Austenitisierungstemperatur $T_a = 1200\text{ °C}$
- Halten bei dieser Temperatur für eine festgelegte Austenitisierungszeit $t_a = 10\text{ min}$
- Abkühlen mit 5 °C/s auf eine feste Umformtemperatur T_u zwischen T_{nr} und T_a
- Halten bei dieser Temperatur für eine festgelegte Zeit von $t = 10\text{ s}$ zum Zweck der Temperaturhomogenisierung
- erste Umformung mit Umformgrad φ_1 und Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_1$
- Halten bei Umformtemperatur T_u zwischen den Stichen für eine variiierende Zwischenstichzeit $t_{ip} = 0,1 - 18000\text{ s}$
- zweite Umformung mit Umformgrad φ_2 und Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_2$
- Abkühlen auf Raumtemperatur

Neben den aufgezählten Schritten sind weitere Umformschritte mit entsprechender Zwischenstichzeit zwischen den Umformungen möglich. Da die Rekrystallisationskinetik nicht nur von der Zusammensetzung des Material abhängig ist, sind neben der Bestimmung der Rekrystallisationskinetiken unter Variation der Umformtemperatur T_u für jedes Material (Tabelle 12) auch

Tabelle 12: Variation der Versuchsparameter zur Bestimmung von Rekristallisationskinetiken mittels DSV ²

Material	T_u [°C]	Zwischenstichzeiten [s]
CMn	1000	0,6, 1, 2, 5, 15
	915	1, 2, 5, 10, 30, 180
	815	1, 10, 30, 75, 150, 180, 1000
Ti	1000	0,1, 1, 2, 3, 5, 30, 360
	900	1, 3, 10, 30, 100
	825	1, 5, 30, 100, 180, 360, 1000
NbTi	1000	0,6, 1, 3, 5, 15, 30, 360
	940	1, 5, 10, 20, 30, 50, 100, 180, 360
	915	2, 5, 15, 30, 40, 60, 180, 360, 1000
Nb	1000	1, 5, 10, 20, 30, 100, 180, 360
	910	1, 5, 30, 50, 100, 180, 360, 1000, 3600
	890	10, 50, 180, 360, 600, 1000, 1800, 3600, 18000

Versuche zur Bestimmung des Einflusses anderer Umformgrade φ_1 , anderer Umformgeschwindigkeiten $\dot{\varphi}_1$ und Schwankungen der Umformtemperatur (Tabelle 13) sinnvoll.

Tabelle 13: Variierte Versuchsparameter zur Bestimmung des Einflusses von Umformgrad, Umformgeschwindigkeit und Schwankungen der Umformtemperatur auf die Rekristallisationskinetik

Material	T_u [°C]	$\varphi_1 + \varphi_2$	$\dot{\varphi}$ [1/s]	Zwischenstichzeit [s]
Ti	900	0,1 + 0,1	1	1, 10, 100, 1000
	900	0,3 + 0,3	1	1, 10, 100, 1000
	900	0,6 + 0,6	1	1, 10, 100, 1000
Ti	900	0,3 + 0,3	1	1, 10, 100, 1000
	900	0,3 + 0,3	5	1, 10, 100, 1000
	900	0,3 + 0,3	10	1, 10, 100, 1000
NbTi	936	0,3 + 0,3	1	10
	938	0,3 + 0,3	1	10
	940	0,3 + 0,3	1	10
	942	0,3 + 0,3	1	10
	944	0,3 + 0,3	1	10

²Daten für CMn und NbTi aus der, im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Abschlussarbeit von Tim Krämer [KRÄMER, 2016].

3.4.6 Versuchsdurchführung zur *SRCT*-Bestimmung

Um die *SRCT* mittels Doppelschlagversuchen bestimmen zu können, müssen Rekristallisationskinetiken für unterschiedliche Umformtemperaturen durchgeführt werden. Der programmierte Versuchsablauf entspricht bei konstanter Umformtemperatur der Abbildung 3.21. In Tabelle 14 sind die hierfür durchgeführten Versuche aufgelistet. Die Auswertung der *SRCT* basiert auf der Auswertung der $t_{0,5}$ für alle Rekristallisationskinetiken aller untersuchten Umformtemperaturen. Anschließend werden die Werte der $t_{0,5}$ über $1/T_U$ aufgetragen und die *SRCT* als Schnittpunkt zweier linearer Fits der Datenpunkte entsprechend der Vorgehensweise in der Literatur bestimmt (siehe Abbildung 2.36).

Tabelle 14: Variation der Versuchsparameter zur Bestimmung der Rekristallisationskinetiken für die *SRCT*-Bestimmung ³

Material	T_u [°C]	Zwischenstichzeiten [s]
NbTi	1100	0.3, 0.6, 1, 10, 30
	1000	0.6, 1, 3, 5, 15, 30, 360
	980	1, 5, 10, 100, 360
	960	5, 10, 30
	940	1, 5, 10, 20, 30, 50, 100, 180, 360
	915	2, 5, 15, 30, 40, 60, 180, 360, 1000

3.4.7 *GOS*-Methode zur Bestimmung von Rekristallisationskinetiken

In Abbildung 3.22 ist der Temperatur-Zeit-Verlauf der Versuche zur Bestimmung der isothermen Rekristallisationskinetik mittels *GOS* (engl., Grain Orientation Spread)-Methode dargestellt. Anders als bei der Durchführung von Doppelschlagversuchen wird dabei nach der Zwischenstichzeit kein zweiter Schlag durchgeführt. Stattdessen wird die Probe kontrolliert mit Helium abgeschreckt. Dabei wandelt sich das austenitische Gefüge in Martensit um. Dieser Schritt ist entscheidend, um den rekristallisierten Anteil anschließend mittels EBSD und Rekonstruktion bestimmen zu können. Gemeinsam ist den Versuchen des DSV und der *GOS*-Methode, dass die Umformtemperatur konstant und die Zwischenstichzeit t_{ip} variiert wird. Die einzelnen Schritte des Versuchsprogramms sind entsprechend Abbildung 3.22 im Folgenden aufgelistet:

- Aufheizen mit 5 °C/s auf Austenitisierungstemperatur $T_a = 1200$ °C
- Halten bei dieser Temperatur für eine festgelegte Austenitisierungszeit $t_a = 10$ min
- Abkühlen mit 5 °C/s auf eine feste Umformtemperatur T_u zwischen T_{nr} und T_a
- Halten bei dieser Temperatur für eine festgelegte Zeit von $t = 10$ s zum Zweck der Temperaturhomogenisierung

³Daten für NbTi für 1000°C, 940°C, 915°C aus der, im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Abschlussarbeit von Tim Krämer [KRÄMER, 2016].

- erste Umformung mit Umformgrad φ_1 und Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_1$
- Halten bei Umformtemperatur T_u zwischen den Stichen für eine variierende Zwischenstichzeit $t_{ip} = 0,1 - 18000$ s
- Abschrecken auf Raumtemperatur mittels Helium

Ziel der Versuchsführung ist es, aufgrund vorher bestimmter Rekristallisationskinetiken mittels DSV bestimmte rekristallisierte Gefüge einzustellen und anschließend mittels EBSD und Rekonstruktion und der *GOS*-Methode zu charakterisieren. Die durchgeführten Versuche sind in Tabelle 15 mit den gewählten Zwischenstichzeiten zur Bestimmung bestimmter Rekristallisationsanteile dargestellt.

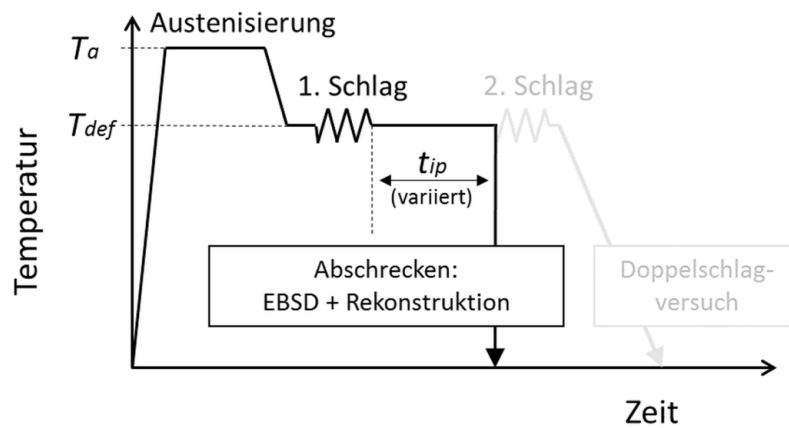


Abb. 3.22: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils aus Orientierungsmessungen (EBSD).

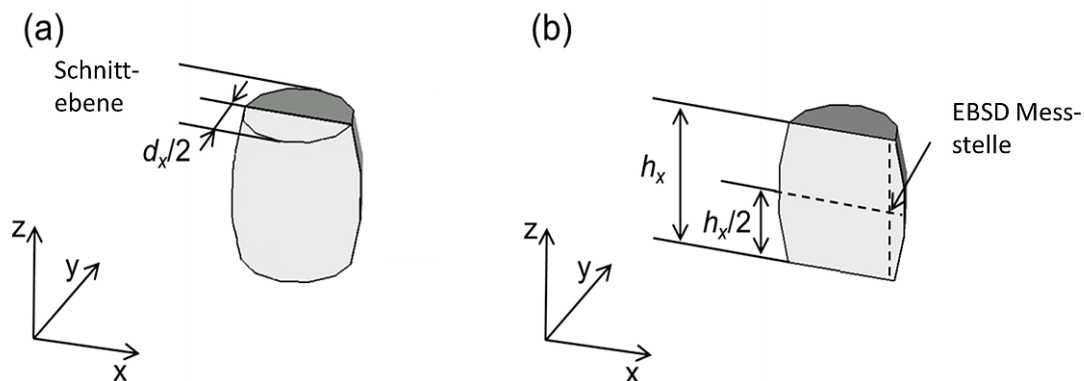


Abb. 3.23: (a) Schema der Zerteilung der Gleebleproben, (b) Positionierung des EBSD-Messfelds auf der zerteilten Gleebleprobe.

Tabelle 15: Variation der Versuchsparameter zur Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels *GOS*-Methode⁴

Material	T_u [°C]	Zwischenstichzeiten [s]	rekristallisierter Anteil DSV [%]
CMn	1000	0.4	19
		2	50
		100	100
	915	0.4	5
		8.5	50
		100	100
Ti	1000	0.4	10
		360	100
	900	0.4	10
		7	50
		9	80
		720	100
	825	1	10
		45	50
		1000	100
NbTi	1000	0.4	10
		4	50
		100	100
	915	0.4	2
		100	31
		988	50
Nb	1000	2	10
		5	50
		30	90
	910	50	50
		75	60
	890	1	10
		350	30
		600	35

⁴Daten für CMn und NbTi aus der, im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Abschlussarbeit von Tim Krämer [KRÄMER, 2016].

Im Anschluss an die Probenherstellung mit der Gleeble werden die Proben entsprechend Abbildung 3.23 (a) zerteilt und für die EBSD Messung entsprechend Tabelle 7 metallografisch präpariert. Die Probe wird im REM so positioniert, dass die EBSD-Messung für alle Proben an der gleichen, vorher festgelegten Stelle durchgeführt wird (Abbildung 3.23(b)). Die Verformung der Probe während der Gleeble-Versuche geschieht nicht homogen über die gesamte Probe verteilt. Diese Messstelle wird ausgewählt, da der lokale Verformungsgrad dort dem nominalen Verformungsgrad entspricht, wohingegen in der Probenmitte eine Umformgradüberhöhung stattfindet [KRÄMER, 2016]. Die Einstellungen für die EBSD-Aufnahmen sind in Tabelle 16 aufgelistet.

Tabelle 16: Schrittweiten und Messfeldeinstellungen für die EBSD-Aufnahmen

Einstellparameter	Wert
Kippwinkel der Probe	70°
Beschleunigungsspannung	20 kV
Vergrößerung	100 x
Binning	8 x 16
Schrittweite	0.4 μm
Messfeldgröße	$\geq 500 \times 500 \mu\text{m} \times \mu\text{m}$
dynamischer Fokus	15°

Nach der EBSD-Aufnahme werden die Daten mittels der Funktion "wild-spikes entfernen" bereinigt. Alle Körner, die aus weniger als drei zusammenhängenden Pixeln bestehen oder fälschlicherweise als Austenit identifiziert wurden werden gelöscht. Die dabei entstehenden Lücken in der Orientierungs-Map können mit Hilfe der Zero Solutions-Korrektur (Level: 2) geschlossen werden. Dabei können nicht identifizierte Datenpunkte iterativ entfernt und ihnen eine Nachbarpixelorientierung zugewiesen werden. Aus den exportierten Orientierungsdaten werden dann mittels Merengue 2 die ehemaligen Austenitkörner rekonstruiert.

Die eigentliche Anwendung der *GOS*-Methode zur Bestimmung des rekristallisierten Gefügeanteils geschieht nach der PAG-Rekonstruktion, ebenfalls mit Hilfe der Channel 5 Software. Dabei wird zunächst eine Austenitkorndetektion durch das Zusammenfassen von benachbarten Pixeln mit einer kleineren Misorientierung als 3° durchgeführt. Zwillingkorngrenzen werden dabei als normale Korngrenzen angesehen. Der Winkel von 3° resultiert aus dem entsprechenden Toleranzwinkel der Rekonstruktion von ebenfalls 3°. So werden eventuelle Subkörner ebenfalls detektiert. Bei höheren Winkeln würden diese Subkorngrenzen nicht mitbetrachtet, was einen deutlichen Anstieg der *GOS*-Werte und somit eine Reduktion des dadurch bestimmten rekristallisierten Anteils zufolge hätte. Diese Tatsache wurde anhand des Vergleichs von *GOS*- und *GROD*-Maps anhand einer vollständig rekristallisierten Map überprüft. Für die darauf folgenden Messungen festgelegt, dass der Misorientierungswinkel der Korndetektion maximal dem, in der Rekonstruktion verwendeten, Toleranzwinkel entsprechen darf. Wertet man nur den Einfluss der Verformung

ohne den rekristallisierten Anteil durch die *GOS*-Methode aus, so ist auch ein höherer Misorientierungswinkel der Korndetektion sinnvoll, wenn die, durch Verformung entstehenden, Subkörner in der Auswertung des mittleren Korndurchmessers nicht mit betrachtet werden sollen.

Der *GOS* wird allgemein definiert als die mittlere Abweichung zwischen der mittleren Kornorientierung und der Orientierungen aller Messpunkte in dem Korn [CAYRON, 2007a, FIELD et al., 2007] und berechnet sich wie folgt:

$$GOS = \frac{1}{N} \sum_{A=1}^N \left\{ \min_i \left[\cos^{-1} \left(\frac{(\text{trace}[g_{ave}(h_i g^A)^{-1}]^{-1})}{2} \right) \right] \right\} \quad (56)$$

mit *GOS*= Grain Orientation Spread, N_{ges} : Gesamtzahl aller Messpunkte im Korn, A : spezifischer Messpunkt im Korn, g_{ave} : durchschnittliche Orientierung des Korns, g_A : Orientierung im Messpunkt A , h_i : Symmetrieelement für kubische Systeme.

Ein hoher *GOS* deutet auf einen hohen Anteil von geometrisch notwendigen Versetzungen hin, welcher mit einem hohen Grad an plastischer Deformation einhergeht. Vollständig rekristallisierte Körner, also Körner mit geringer Versetzungsdichte, weisen hingegen einen sehr geringen *GOS*-Wert auf [CAYRON, 2007a, MIRZADEH et al., 2012].

Die Festsetzung eines *GOS*-Schwellwertes zur Unterscheidung von rekristallisierten und nicht rekristallisierten Körnern erfolgt durch den Vergleich von *GOS*-Verteilungen von unterschiedlich rekristallisierten Proben. Abbildung 3.24 zeigt eine *GOS*-Verteilung einer vollständig rekristallisierten Probe (a) und den Vergleich von einer nicht, einer teilweise und einer vollständig rekristallisierten Probe (b). Für jede vollständig rekristallisierte Probe gibt es einen charakteristischen Peak bei 2° , welcher typisch für rekristallisierte austenitische Mikrostrukturen ist. Somit entspricht der *GOS* rekristallisierter Körner nach der Rekonstruktion nicht dem Wert direkt nach der EBSD-Messung (normalerweise unter 1°). Die Orientierungsbeziehung zwischen Austenit und Martensit entspricht, sogar innerhalb einer Martensitlatte, nicht in jedem Fall der vorher definierten OR, sondern muss im Laufe der Rekonstruktion verfeinert werden. Dies führt zu einer Streuung des *GOS* zu höheren Werten. Trotzdem ist ein deutlicher Unterschied zwischen den *GOS*-Werten verformter und rekristallisierter Körner zu erkennen. Entsprechend der Abbildung 3.24 wird der Schwellwert für die Einteilung der Körner in "rekristallisiert" und "verformt" bei 3° definiert.

Nach der Definition eines Schwellwertes an einer vollständig rekristallisierten Probe kann durch den Vergleich der Fläche aller rekristallisierten Körner A_R zur Gesamtfläche der EBSD-Aufnahme A_{ges} der rekristallisierte Anteil $X_{R,GOS}$ bestimmt werden:

$$X_{R,GOS} = \frac{A_R}{A_{ges}}. \quad (57)$$

Neben der Auswertung des rekristallisierten Anteils bei einem Schwellwert von 3° wird dieser auch um $\pm 0,5^\circ$ variiert und der entsprechende rekristallisierte Anteil ausgewertet und als Fehlerbalken mit in die graphische Auswertung übernommen.

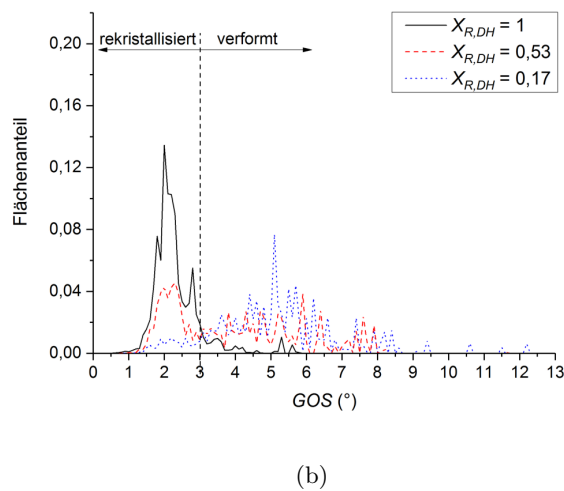
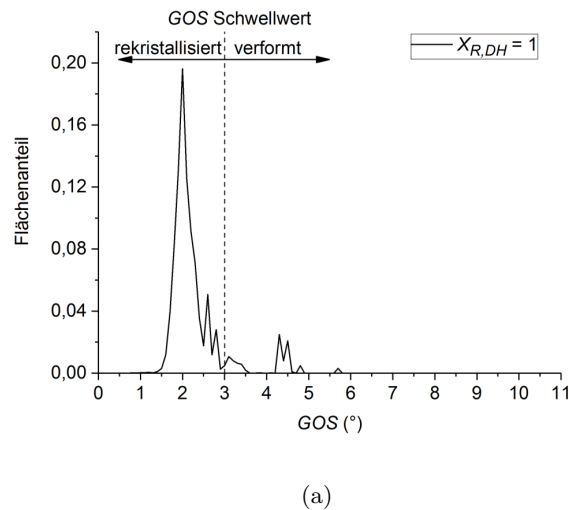


Abb. 3.24: (a) Festlegung des *GOS*-Schwellwerts bei einer *GOS*-Verteilung einer 100 % rekristallisierten Probe, (b) Vergleich der *GOS*-Verteilungen einer 100 %, ~ 50 % und ~ 0 % rekristallisierten Probe.

3.5 Methoden der Partikelanalyse

Die Wirkungsweise und Bedeutung von Mikrolegierungselementen und ihrer Ausscheidungen auf die mikrostrukturellen Prozesse des Kornwachstums und der Rekristallisation im Stahl wurden in den vorherigen Kapiteln bereits erläutert. Im Folgenden werden nun die Methode der automatischen Partikelanalyse an Schliff und Kohlenstoff-Replika sowie die Methode der Matrix-Auflösung vorgestellt. Mit Hilfe dieser Methoden ist es möglich den Ausscheidungszustand in wärmebehandelten, aber auch in verformten Proben zu charakterisieren. Durch die Anwendung dieser Methoden können Rückschlüsse auf die Anzahl und die Größenverteilung der Ausscheidungen in den untersuchten Stählen gezogen werden, welche anschließend zur Erklärung der beobachteten Phänomene während der Brammenerwärmungs- und Warmwalzphase genutzt werden können. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen und die dadurch gewonnenen Erkenntnisse sollen außerdem mit in die Entwicklung des eigenen physikalisch basierten Modells einfließen.

3.5.1 Automatische Partikelanalyse an Schlifflinien und Kohlenstoffreplika

Durch die automatische Partikelanalyse können Ausscheidungen verschiedener Größenordnungen analysiert und charakterisiert werden. Dafür unterscheidet man zwischen der Partikelanalyse am Schliff, bei der die Partikelgröße zwischen 0,1 - 45 μm liegt und der automatischen Partikelanalyse an Kohlenstoffreplika, bei der die Partikelgröße deutlich kleiner ist und im Bereich von 10-1000 nm liegt. Vorteil der automatischen Partikelanalyse ist die orts aufgelöste Charakterisierung der Ausscheidungen, bei der die Informationen über die Lage der Partikel in der Matrix erhalten bleibt und im Falle der Partikelanalyse am Schliff sogar mit der rekonstruierten Austenitkornstruktur korreliert werden kann. Nachteilig ist jedoch der große Aufwand der Probenpräparation und die lange Messzeit der Methode. Die Anzahl gemessener Partikel ist deutlich höher als die der konventionellen Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop, aber trotzdem noch deutlich geringer, als bei der im nächsten Kapitel beschriebenen Methode der Matrix-Auflösung. Die chemische Analyse der Partikel wird mittels EDX (engl. Energy Dispersive X-Ray Spektroskopie), der energiedispersiven Röntgenspektroskopie durchgeführt. Bei dieser Methode werden Atome in einer Probe durch einen Elektronenstrahl bestimmter Energie angeregt, wodurch diese dann eine, für jedes Element spezifische Röntgenstrahlung emittieren. Diese Röntgenstrahlung wird dann durch einen Detektor detektiert und anschließend analysiert.

Vor der automatischen Partikelanalyse am Schliff müssen die Proben zunächst bis auf 1 μm Diamantsuspension poliert werden, um die großen Ausscheidungen anschließend charakterisieren zu können. Die automatische Partikelanalyse am Schliff wird in einem Zeiss Supra Rasterelektronenmikroskop mit dem EDX-Detektor Apollo X der Firma EDAX im Rückstreukontrast durchgeführt. Die verwendeten Aufnahmeparameter sind in Tabelle 17 dargestellt.

Durch die Ausnutzung des Rückstreukontrastes werden Ausscheidungen und Matrix des Stahls unterschiedlich kontrastiert. Mit Hilfe der EDAX-Genesis Software für die automatische Partikelanalyse werden Ausscheidungen und Matrix anhand ihrer unterschiedlichen Grauwerte durch die Definition eines Schwellwerts segmentiert (Abbildung 3.25). Dadurch können für jede Ausscheidung Geometrieparameter, wie Durchmesser, Fläche oder das Aspektverhältnis, bestimmt werden. Die anschließend mittels EDX bestimmte chemische Zusammensetzung kann somit den jeweiligen Partikeln zugeordnet werden. Mit dieser Methode kann eine vergleichsweise große Fläche und eine vergleichsweise große Anzahl von Ausscheidungen detektiert und charakterisiert werden.

Die Herstellung von Kohlenstoffreplika (C-Replika) wird entsprechend der schematischen Abbildung 3.26 durchgeführt und ist deutlich aufwendiger als die Präparation der Schliffproben. Die Probe wird zunächst ebenfalls geschliffen und poliert (bis 1 μm). Dann wird die Probe für wenige Sekunden mit einer Nitallösung (2 %) geätzt. Anschließend wird die Probe mit einem Kohlenstofffilm besputtert, welcher im Anschluss mittels 5 %-tiger Nitallösung vorsichtig abgelöst wird. Mit dem Kohlenstofffilm werden außerdem die an der Oberfläche befindlichen Ausscheidungen mit abgelöst. Das Kohlenstoffreplika wird mit einem Kupfernetz aufgefangen und die darauf befindlichen Ausscheidungen können dann ebenfalls mittels automatischer Partikelanalyse im

Tabelle 17: Aufnahmeparameter der automatischen Partikelanalyse

Aufnahmeparameter	Schliff	C-Replika
Beschleunigungsspannung	15 kV	20 kV
Blende	30 μm	
Probenstrom		2000 nA
Arbeitsabstand	8,5 mm	5 mm
Vergrößerung	2000 x	50000 x
Auflösung	2048 x 1600	2048 x 1600
gemessene Partikelgröße	0,1 – 45 μm	10 – 1000 nm
Quantifizierungsmethode	ZAF Element wt%	MThin
EDX-Messzeit pro Partikel	10 s	10 s
gemessene Elemente	C, N, O, Mg, Al, Si, Nb, S, Ca, Ti, Mn, Fe	C, N, O, Al, Si, Nb, Ti, Cr, Mn, Fe
Anzahl Messpunkte		18
Anzahl Messfelder pro Messpunkt		16

REM charakterisiert werden.

Die automatische Partikelanalyse an Kohlenstoffreplika wird an einem Zeiss-Merlin REM durchgeführt. Die Kontrastierung der Partikel erfolgt durch die Verwendung eines STEM-Detektors (engl. Scanning Transmission Electron Microscopy) im Dunkelfeldkontrast. Probenpositionierung und Wechselwirkungen von Elektronenstrahl und Probe sind in Abbildung 3.27 schematisch dargestellt. Die verwendeten Aufnahmeparameter sind ebenfalls in Tabelle 17 dargestellt.

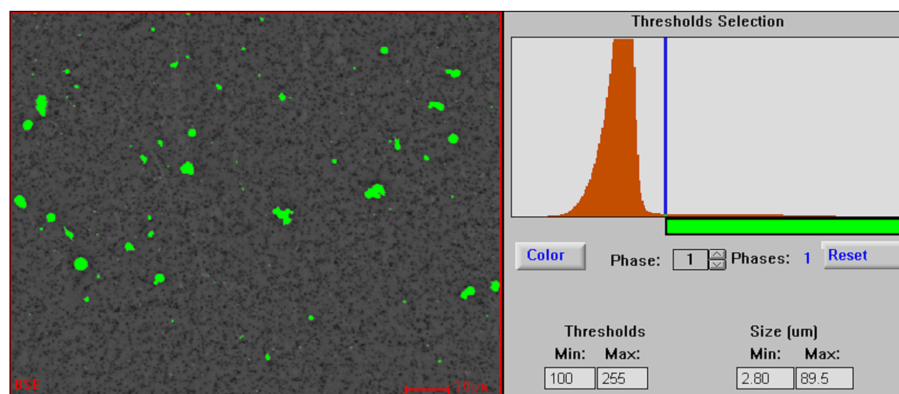


Abb. 3.25: Schwellwert-Definition zur Segmentierung der Partikel bei der automatischen Partikelanalyse am Schliff im REM.

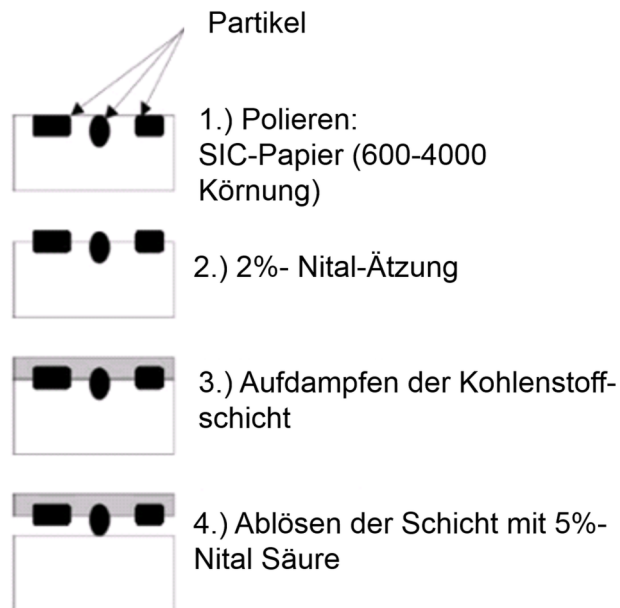


Abb. 3.26: Schematische Darstellung der Kohlenstoffreplika-Herstellung.

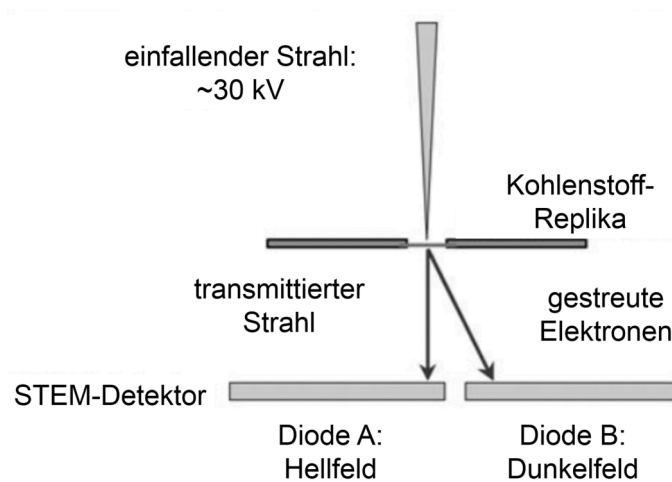


Abb. 3.27: Positionierung und Wechselwirkungen bei STEM-Messungen an Kohlenstoff-Replika im REM.

3.5.2 Matrix-Auflösung

Das Prinzip der Methode der Matrix-Auflösung besteht darin, die eisenhaltige Matrix einer zerkleinerten Stahlprobe (ca. 1 g) in Säure aufzulösen. Durch diese Methode verliert man also die Ortsauflösung des Ausscheidungszustandes. Übrig bleiben Partikel, welche anschließend durch mehrmalige (bis zu 15x) Zentrifugation und Aufreinigung der Suspension extrahiert werden können. Anschließend kann die Charakterisierung der Partikel entweder kolloidal (z.B. durch Feld-Fluss-Fraktionierung) oder ebenfalls durch die automatische Partikelanalyse im REM erfolgen. Das gesamte Schema der Methode der Matrix-Auflösung ist in Abbildung 3.28 dargestellt. Auf die detaillierte Beschreibung der Funktionsweise der kolloidalen Methoden wird in dieser Arbeit verzichtet, da lediglich die resultierenden Größenverteilungen mit denen der automatischen Partikelanalyse an Kohlenstoffreplika verglichen werden ⁵. Der Vorteil der Methode der Matrix-Auflösung besteht darin, dass viele tausend Partikel auf einmal extrahiert und analysiert werden können. Nachteilig ist, dass durch die Verwendung starker Säuren nicht nur die Matrix aufgelöst, sondern auch die MLE-Ausscheidungen an- oder aufgelöst und somit die aus den Messungen resultierende Größenverteilung verfälscht werden kann. Die verwendete Methode der Matrix-Auflösung wurde im Rahmen der Dissertation von Hegetschweiler am Leibniz-Institut für Neue Materialien entwickelt [HEGETSCHWEILER et al., 2017].

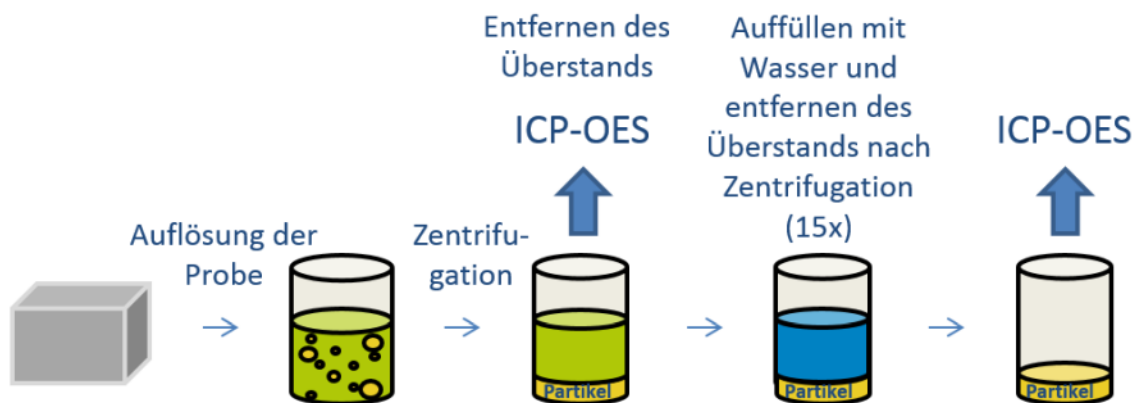


Abb. 3.28: Schritte der Matrix-Auflösung [HEGETSCHWEILER et al., 2017].

3.6 MatCalc Simulationsprogramm

Neben den Experimenten dieser Arbeit sollen deren Resultate für das bessere Verständnis der Mechanismen auch durch das Programm MatCalc nachsimuliert werden. Dadurch wird ebenfalls die Möglichkeit geschaffen, zukünftig weitere Zusammensetzungen und Wärmebehandlungen und ihren Einfluss auf die Mikrostruktur zu testen, ohne Experimente durchführen zu müssen. Auch die Bildungs- und Auflösungskinetik von Ausscheidungen, welche experimentell schwer be-

⁵Die Ergebnisse dieser Untersuchungen stammen aus der Abschlussarbeit von T. Roth [ROTH, 2016], welche im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführt wurde. Mein Dank gilt A.Hegetschweiler, welcher die in dieser Arbeit verwendeten Stahlsorten im Rahmen seiner Dissertation extrahiert und charakterisiert hat [HEGETSCHWEILER et al., 2017].

stimmbar sind, können mittels MatCalc berechnet werden.

MatCalc ist ein thermo-kinetisches Softwarepaket für die Simulation von Phasentransformationen, Gleichgewichtsrechnungen, Mikrostrukturentwicklungen und Ausscheidungskinetiken diverser metallischer Werkstoffe. Das Programm basiert auf dem thermodynamischen Extremalprinzip von Onsager [ONSAGER, 1931a, ONSAGER, 1931b] unter der Annahme, dass sich ein thermodynamisches System entlang des kinetischen Pfades entwickelt, an dem ein Entropiemaximum erreicht wird. Basierend auf dem Extremal-Prinzip wurden von Svoboda et al. [SVOBODA et al., 2004] Gleichungen für die Entwicklung einer Ausscheidungsmikrostruktur entwickelt, welche sowohl für Nukleations-, Wachstum- als auch Vergrößerungsprozesse genutzt werden können. Die Implementierung dieser Gleichungen in die Software MatCalc ist in [KOZESCHNIK et al., 2004] beschrieben. Calphad-Datenbanken dienen den MatCalc-Simulationen als Grundlage für die Berechnungen [LUKAS et al., 2007].

3.6.1 Klassische Nukleationstheorie für Multikomponentensysteme

Die Nukleation von Ausscheidungen in MatCalc wird nach der klassischen Nukleationstheorie berechnet [RUSSELL, 1980], welche für Multikomponenten erweitert wurde [JANSSENS et al., 2010, KOZESCHNIK et al., 2005, SVOBODA et al., 2004]. Danach kann die Keimbildungsrate folgendermaßen berechnet werden:

$$J = N_0 Z \beta^* \cdot \exp\left(\frac{-G^*}{k_B \cdot T}\right) \cdot \left(\frac{-\tau_i}{t}\right) \quad (58)$$

wobei N_0 : Anzahl der Keimbildungsstellen, Z : Zeldovich-Faktor nach [RUSSELL, 1980], β^* : Anlagerungsrate, G^* : kritische Energie zur Keimbildung, k_B : Boltzmann-Konstante, T : Temperatur, τ_i : Inkubationszeit, t : Zeit. Durch den Zeldovich-Faktor

$$Z = \left[\frac{-1}{2\pi k_B T} \frac{\partial^2 \Delta G}{\partial n_{At}^2} \Big|_{n^*} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (59)$$

mit ΔG : Änderung der gibbsschen freien Energie bei der Keimbildung, n_{At} : Anzahl der Atome im Keim, wird die Ableitung von ΔG an der Stelle des kritischen Keimradius n^* durchgeführt. Die Anlagerungsrate β^* berücksichtigt die Langstreckendiffusion von Atomen, welche im Fall der Keimbildung von im Vergleich zur Matrix chemisch unterschiedlichen Ausscheidungen benötigt wird. Nach [SVOBODA et al., 2004] wird β^* berechnet durch:

$$\beta^* = \frac{4\pi\rho^{*2}}{a^4\Omega} \left[\sum_{i=1}^n \frac{(c_{ki} - c_{0i})^2}{c_{0i}D_{0i}} \right]^{-1} \quad (60)$$

wobei ρ^* : kritischer Keimradius, a : atomarer Abstand, Ω : molares Volumen, c_{ki} : Konzentration des Elements i in Ausscheidung k , c_{0i} : Konzentration des Elements i in der Matrix, D_{0i} : Diffusionskoeffizient des Elements in der Matrix. Die Inkubationszeit τ_i ergibt sich nach [RUSSELL, 1980] zu

$$\tau_i = \frac{1}{2\beta^*Z^2} \quad (61)$$

und die kritische Keimbildungsenergie G^* zu

$$G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{(\Delta G_{vol} - \Delta G_s)^2} \quad (62)$$

mit γ : Grenzflächenenergie, ΔG_{vol} : Änderung der gibbsschen freien Energie durch Volumenänderung, ΔG_s : Änderung der gibbsschen freien Energie durch Misfit-Spannungen (engl. misfit = Fehlpassung). ΔG_s ist gegeben durch

$$\Delta G_s = \frac{E}{1 - \nu^*} \epsilon^{*2} \quad (63)$$

wobei E : E-Modul, ν^* : Poisson-Zahl und ϵ^* : lineare Misfit-Dehnung. ϵ^* ist gegeben durch

$$\epsilon^* = \frac{1}{3} \frac{V_{mol}^P - V_{mol}^M}{V_{mol}^M} \quad (64)$$

mit V_{mol}^P und V_{mol}^M : molare Volumina von Ausscheidung (P, engl. particles) und Matrix.

3.6.2 Wachstum und Vergrößerung - das SFFK-Modell

Nach der Keimbildung erfolgt das Wachstum der Ausscheidungen nach dem SFFK-Modell (nach Svoboda, Fischer, Fratzl und Kozeschnik [KOZESCHNIK et al., 2004, SVOBODA et al., 2004]) entsprechend des thermodynamischen Extremalprinzips. Man unterscheidet bei diesem Ansatz zwischen willkürlich verteilten Ausscheidungen und Ausscheidungen auf Korngrenzen.

Enthält ein System n chemische Elemente und m willkürlich verteilte Ausscheidungen verschiedener Größe, Zusammensetzung und Phase, so ergibt sich die gibbssche freie Energie des Systems nach [KOZESCHNIK et al., 2004, SVOBODA et al., 2004] zu

$$G = \sum_{i=1}^n N_{0i} \mu_{0i} + \sum_{k=1}^m \frac{4\pi \rho_k^3}{3} \left(\lambda_k + \sum_{i=1}^n c_{ki} \mu_{ki} \right) + \sum_{k=1}^m 4\pi \rho_k^2 \gamma_k \quad (65)$$

mit μ_{0i} : chemisches Potential der Komponente i in der Matrix, μ_{ki} : chemisches Potential der Komponente i in der Ausscheidung k , c_{ki} : Konzentration der Komponente i in der Ausscheidung k , γ : Grenzflächenenergie, λ_k : elastische Dehnungsenergie durch Gitterfehlpassung. Man unterscheidet drei verschiedene dissipative Prozesse zur Verminderung der gibbsschen freien Energie des Systems, wenn dieses in einen stabileren Zustand übergeht.

- Grenzflächenbewegung entsprechend ihrer Mobilität M_k

$$Q_1 = \sum_{k=1}^m \frac{4\pi \rho_k^2}{M_k} \dot{\rho}_k^2 \quad (66)$$

mit $\dot{\rho}_k = \partial \rho / \partial t$: Grenzflächengeschwindigkeit bzw. Wachstumsrate der Ausscheidung.

- Diffusion in die Ausscheidung

$$Q_2 = \sum_{k=1}^m \sum_{i=1}^n \int_0^{\rho_k} \frac{RT}{c_{ki} D_{ki}} 4\pi r^2 j_{ki}^2 dr \quad (67)$$

mit R : universelle Gaskonstante, c_{ki} : Konzentration der Komponente i in der Ausscheidung k , j_{ki} : Strom der Komponente i in der Ausscheidung, D_{ki} : Diffusionskonstante der Komponente i in der Ausscheidung, r : Partikelradius.

- Diffusion in die Matrix

$$Q_3 = \sum_{k=1}^m \sum_{i=1}^n \int_{\rho_k}^L \frac{RT}{c_{0i} D_{0i}} 4\pi r^2 J_{ki}^2 dr \quad (68)$$

mit L : charakteristische Länge zwischen zwei Ausscheidungen, J_{ki} : bestimmbar durch Anwendung des Massenerhaltungsgesetzes entlang der Grenzfläche.

Der gesamte Anteil der Dissipation Q_{diss} kann dann entsprechend folgender Gleichung berechnet werden:

$$Q_{diss} = Q_1 + Q_2 + Q_3 \quad (69)$$

Enthält das System keine willkürlich verteilten Ausscheidungen, sondern findet Ausscheidungs- bildung hauptsächlich an Korngrenzen statt, so muss der beschriebene Ansatz angepasst werden. Da die Diffusivität an der Korngrenze durch ihre Funktion als Keimbildungsstelle und wegen der vereinfachten Diffusion entlang der Korngrenze stark erhöht ist, müssen zwei verschiedene Diffusionskoeffizienten D_{gi} und D_{bi} betrachtet werden, welche für die Diffusivität der Komponente i an Korngrenzen bzw. im Bulk-Material stehen. Die Wachstumsrate $\dot{\rho}_k^g$ und die Vergrößerungs- rate $\dot{\rho}_k^e$ können dann unter der Annahme des thermodynamischen Extremalprinzips und der beiden Dissipationsmechanismen

- Dissipation durch Diffusion in die Korngrenze Q^g
- Dissipation durch Diffusion in das Korn Q^b

bestimmt werden [KOZESCHNIK et al., 2009].

3.6.3 Numerische Integration der Entwicklungsgleichungen

Mit der freien gibbsschen Energie und den damit verbundenen Dissipations-Gleichungen kann das thermodynamische Extremalprinzip angewandt werden und man erhält ein lineares Gleichungssystem für die Änderung des Radius und der chemischen Zusammensetzung jedes Partikels. Um die Entwicklung der gesamten Ausscheidungspopulation zu berechnen, werden die Entwicklungsgleichungen basierend auf dem numerischen Ansatz von Kampmann-Wagner unter der Bedingung der Massenerhaltung integriert (Abbildung 3.29) [KAMPMANN und WAGNER, 1984].

3.6.4 Berechnung der Grenzflächenenergie

Die Berechnung der Grenzflächenenergie geschieht auf Basis der Weiterentwicklung des sogenannten "Nearest-Neighbor Broken-Bond-Modells" (NNBB-Modell, Abbildung 3.30) zum sogenannten "Generalized Nearest-Neighbor Broken-Bond-Modell" durch Sonderegger und Kozeschnik [SONDEREGGER und KOZESCHNIK, 2009], welches auch die n -nächsten Nachbarn berücksich-

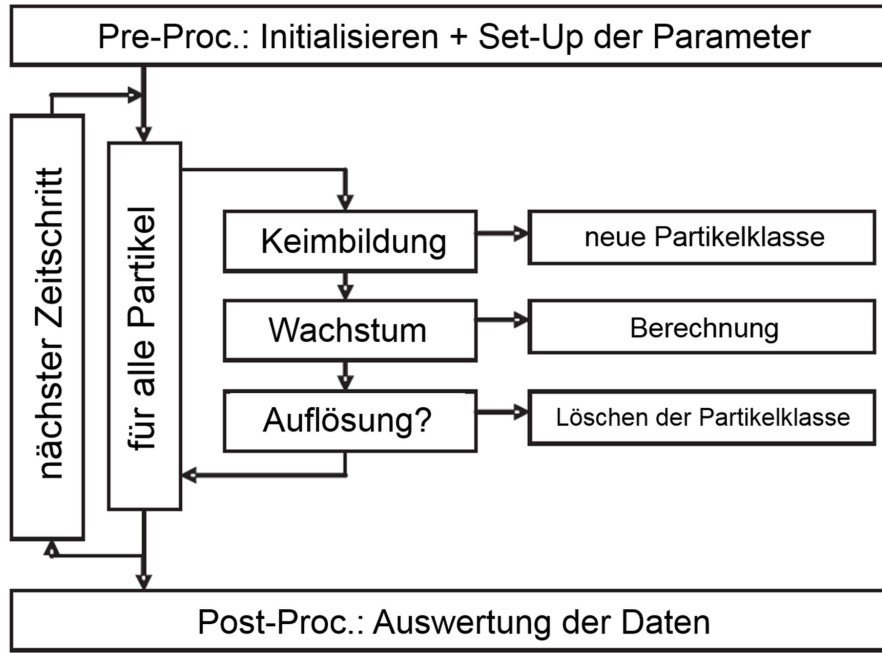


Abb. 3.29: Typisches Schema für die numerische Integration der Entwicklungsgleichungen für Ausscheidungs-nukleation und -wachstum entsprechend des Kampmann-Wagner Modells [KAMPMANN und WAGNER, 1984].

tigt. Durch diese Weiterentwicklung wird die Genauigkeit der Berechnung der Grenzflächenenergie deutlich erhöht [HOLZER et al., 2010, RADIS, 2010]. Unter der Annahme des NNBB-Modells berechnet sich die Grenzflächenenergie wie folgt:

$$\gamma_0 = \frac{n_s \cdot z_{S,eff}}{N_A \cdot z_{L,eff}} \Delta E_{sol} \quad (70)$$

mit ΔE_{sol} : Lösungsenthalpie, n_s : Anzahl der Oberflächenatome pro Fläche in der Oberflächenebene, N_A : Avogadro-Konstante, $z_{S,eff}$: Anzahl von "broken-bonds" entlang der Grenzfläche pro Atom, $z_{L,eff}$: Anzahl der Nachbarn eines Atoms. Die Bezeichnung "eff" steht dabei für die Einbindung der zweiten, dritten, ... n-nächsten Nachbarn in die Betrachtung. Wegen der Annahme von runden Partikeln und einer finiten Dicke der Grenzfläche, muss trotzdem eine Korrektur der Grenzflächenenergie durch einen Korrekturfaktor α vorgenommen werden. Die Grenzflächenenergie ergibt sich also zu

$$\gamma' = \alpha \cdot \gamma_0 \quad (71)$$

mit

$$\alpha = 1 - \frac{6}{11} \cdot \frac{r_1}{\rho} + 0,08921 \cdot \frac{r_1^2}{\rho^2} + 0,045 \cdot \ln \left(\frac{10}{3} \cdot \frac{\rho}{r_1} \right) \cdot \frac{r_1^2}{\rho^2} \quad (72)$$

wobei r_1 : Abstand zum nächsten Nachbar, ρ : Radius der Ausscheidung. Neben dieser Korrektur muss wegen des Entropie-Anteils der finiten Grenzfläche bei Temperaturen nahe der Lösungstemperatur ein weiterer Korrekturfaktor berücksichtigt werden [LEE und AARONSON, 1980, PUDAR et al., 2008]. Die Grenzflächenenergie ergibt sich somit als

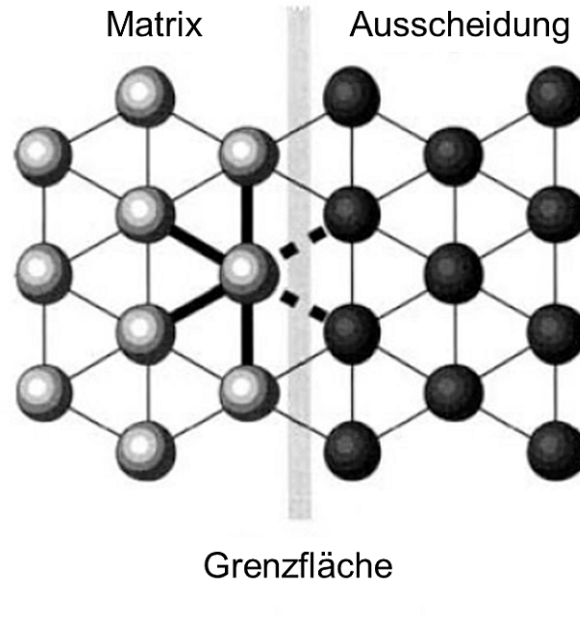


Abb. 3.30: Zweidimensionale Grenzfläche mit "nearest-neighbor broken bonds" [JANSSENS et al., 2010].

$$\gamma = \gamma_0 \cdot \alpha \cdot \beta. \quad (73)$$

3.6.5 Kornwachstum

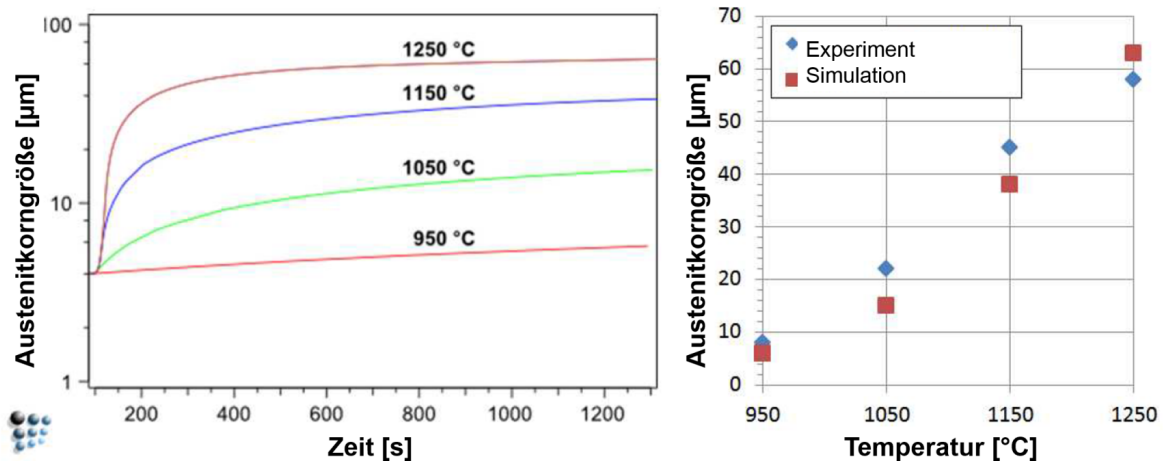


Abb. 3.31: Kinetik des Austenitkornwachstums für verschiedene Austenitisierungstemperaturen [RATH und KOZESCHNIK, 2013].

Durch Rath et al. [RATH und KOZESCHNIK, 2013] wurden bereits experimentell bestimmte Daten für das Austenitkornwachstum aus der Literatur mit Simulationen mit MatCalc verglichen. Abbildung 3.31 zeigt die simulierte zeitabhängige Austenitkorngrößenentwicklung für verschiedene Austenitisierungstemperaturen. Außerdem ist ein Vergleich der experimentellen und simulierten Austenitkorngröße in Abhängigkeit von der Austenitisierungstemperatur dargestellt. Das Zener-

Pinning durch die Ausscheidungen wurde in diesen Simulationen mit berücksichtigt. Folgende Gleichung beschreibt den Ansatz des in MatCalc implementierten Modells für das Kornwachstum unter Pinning-Einfluss nach [RATH und KOZESCHNIK, 2013]:

$$\frac{dD}{dt} = M_0 \cdot \exp(-Q/RT) \cdot \left(2\eta_H k_d \frac{\gamma_{HA}}{D_i - D_m} - \frac{k_r \gamma_{HA}}{2} \sum_i \left(\alpha_i f_i^{\beta_i - 1} \sum_j \frac{f_{i,j}}{r_{i,j}} \right) \right) \quad (74)$$

mit η_H : Skalierungsfaktor, k_d : Skalierungsfaktor treibende Kraft, γ_{HA} : Grenzflächenenergie, D_i : Korngröße der Klasse i , D_m : mittlere Korngröße, k_r : Skalierungsfaktor pinnende Kraft, α_i : Pinning-Faktor von Ausscheidung i , β_i : Pinning-Exponent von Ausscheidung i , f_i : Phasenananteil der Ausscheidungen des Typs i , $f_{i,j}$: Phasenananteil der Klasse j der Ausscheidungen des Typs i , $r_{i,j}$: mittlerer Radius der Klasse j der Ausscheidungen des Typs i .

Die effektive Mobilität einer Korngrenze M_{eff} setzt sich in MatCalc aus der Mobilität unter Einfluss pinnender Ausscheidungen M_{prec} und der Mobilität unter Einfluss des Solute-Drag Effekts M_{sd} zusammen.

$$M_{eff} = \frac{M_{prec} M_{sd}}{M_{prec} + M_{sd}} \quad (75)$$

M_{sd} ist in MatCalc implementiert als

$$M_{sd} = \sum_i (\alpha_i c_i)^{-1} \quad (76)$$

mit c_i : Solute-Konzentration auf der Korngrenze und der inversen Mobilität

$$\alpha_i = \frac{\omega(RT)^2}{E_i D_{CB} V_m} \left(\sinh\left(\frac{E_i}{RT}\right) - \left(\frac{E_i}{RT}\right) \right) \quad (77)$$

mit E_i : Korngrenzen/Solute-Wechselwirkungsenergie, D_{CB} Korngrenzendiffusionskoeffizient.

Als wichtige Parameter zur Anpassung der Simulationen in dieser Arbeit an die experimentellen Ergebnisse ergeben sich somit die in Tabelle 18 aufgelisteten Input-Parameter.

Ziel der Arbeit ist es, möglichst einen Parameter-Satz zu entwickeln, mit dem es möglich ist, das Kornwachstum aller vier in der Arbeit experimentell untersuchten Stähle zu simulieren.

3.6.6 Rekristallisation

Möchte man das Rekristallisationsverhalten mit MatCalc simulieren, so kommen im Vergleich zu den Kornwachstumssimulationen nochmal deutlich mehr Input-Parameter hinzu. Als Grundlage für die Simulationen der Rekristallisationskinetik dient, wie im Versuch, eine Wärmebehandlung bei einer Austenitisierungstemperatur $T_a = 1200$ °C für $t_a = 600$ s. Die Parameter für die Simulation basieren auf dem angepassten Parameter-Set der Kornwachstumssimulationen. Weitere wichtige Parameter finden sich in den Arbeiten von Buken et al. [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017, BUKEN et al., 2017]. In diesen Arbeiten wurde die experimentell bestimmte Rekristallisationskinetik von Vanadium-, Niob-, und Titan-mikrolegierten Stählen mit MatCalc simuliert

Tabelle 18: Wichtige Input-Parameter für Simulationen zum Kornwachstum in MatCalc

Input-Parameter	Bezeichnung in MatCalc
Ausgangskorngröße	type (Verteilungsart) mean (Mittelwert) min (Minimum) max (Maximum) Std. (Standardabweichung)
pre-exponentielle Mobilitätsfaktoren	intrinsic M_0 solute M_0 pinned M_0
Vorfaktor treibende Kraft	k_d (single class) bzw. sc/mc fact gg (multi class) = η_H
Vorfaktor pinnende Kraft	k_r
Pinning-Faktor	α_i
Pinning-Exponent	β_i
KG/Solute-WW-Energie	E_i
Korngrenzendiffusionskoeffizient	D_{CB}

und mit den experimentellen Daten verglichen. Beispielhaft für die Ergebnisse dieser Arbeit ist das Ergebnis eines Nb-mikrolegierten Stahls in Abbildung 3.32 dargestellt. Die Hemmung der Rekristallisation bei niedrigeren Umformtemperaturen, welche sich durch die Plateaubildung des experimentell bestimmten rekristallisierten Anteils zeigt, wird in diesem Fall auch durch die Simulationen mit MatCalc erreicht. Die Simulationen spiegeln dabei sowohl die Zeitpunkte der Plateauentstehung als auch die Ausprägung der rekristallisierten Anteile und Breite der Niveaus der Plateaus im Vergleich zu den experimentellen Daten bis auf geringe Abweichungen für alle dargestellten Umformtemperaturen wieder.

Die Grundlage der Anpassung der simulierten Rekristallisationskinetik an experimentelle Daten bildet das sogenannte ABC-Modell, bzw. ABCA'-Modell. Dieses Modell beschreibt die Entwicklung der Versetzungsdichte und der Subkorngröße im simulierten Material, abhängig von der aufgebrachten Verformung und den Verformungs- und Rekristallisationsparametern des simulierten Materials [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017]. Folgende Mechanismen spielen bei der Entwicklung der Versetzungsdichte eine Rolle:

- Verformung und Versetzungsentstehung:

$$\dot{\rho}_1 = \frac{M\dot{\epsilon}}{bA} \sqrt{\rho} \quad (78)$$

mit ρ : Versetzungsdichte, M : Taylor-Faktor, $\dot{\epsilon}$: Dehnrage, b : Burgersvektor, A : Konstante.

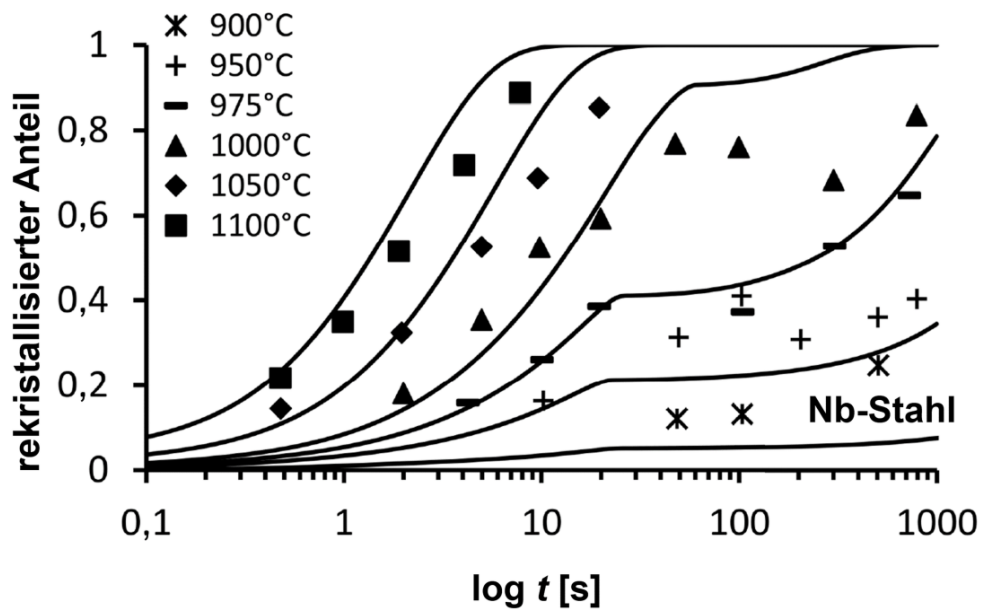


Abb. 3.32: Berechnete und experimentelle Rekristallisationskinetik für einen Nb-mikrolegierten Stahl [BUKEN et al., 2017].

- Versetzungsannihilation, dynamische Erholung:

$$\dot{\rho}_2 = \frac{2M\dot{\epsilon}d_{ann}B}{b}\rho \quad (79)$$

mit dem Annihilations-Abstand

$$d_{ann} = \frac{G'b^4N_A}{2\pi(1-\nu^*)E_{Va}} \quad (80)$$

mit G' : Schubmodul, ν^* : Poission-Zahl, E_{Va} : Lehrstellenentstehungs-Energie (aus thermodynamischer Datenbank), N_A : Avogadro-Konstante, B: Konstante.

- Versetzungsannihilation, statische Erholung:

$$\dot{\rho}_3 = \frac{2Gb^3D_{eff}C}{k_B T}(\rho - \rho_{eq})^2 \quad (81)$$

mit D_{eff} : Diffusionskoeffizient, k_B : Boltzmann-Faktor, T : Temperatur, ρ_{eq} : Gleichgewichts-Versetzungsdichte, C: Konstante.

Neben diesen drei Punkten spielt auch die Entwicklung der Subkorngröße eine wichtige Rolle. Unterschieden wird hierbei zwischen

- Subkornwachstum aufgrund der Minimierung der Subkorngrößenfläche und damit der Korngrenzenenergie:

$$\dot{\delta}_1 = MP_D. \quad (82)$$

Es gilt das selbe Wachstumsmodell wie für die Simulation des Austenitkornwachstums,

mit gleichen Einflüssen von Pinning durch Ausscheidungen und Solute-Drag Effekt.

- Subkornschrumpfen aufgrund steigender Versetzungsdichte:

$$\dot{\delta}_2 = \frac{\delta}{2(A')^2} \rho_1 \quad (83)$$

mit A': Konstante.

Die Subkorngrößenentwicklung ergibt sich aus beiden Anteilen als

$$\dot{\delta} = \dot{\delta}_1 - \dot{\delta}_2. \quad (84)$$

Aus den Formeln der Versetzungsdichteentwicklung und der Subkorngrößenentwicklung ergeben sich also vier Konstanten A, B, C und A', mit denen die Simulationen der Rekristallisationskinetik je nach Werkstoff angepasst werden kann. Neben diesen vier Parametern beeinflussen weitere Input-Parameter das Ergebnis der Simulation. Basierend auf [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017, BUKEN et al., 2017] werden weitere Einstellungen für Input-Parameter, wie γ_{HA} (Energie der Großwinkelkorngrenze) übernommen.

3.6.7 Ausscheidungskinetik

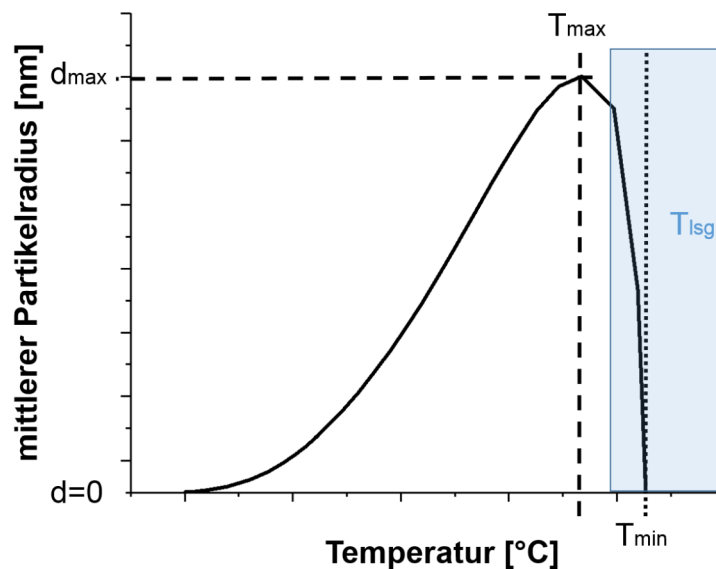


Abb. 3.33: Schema zur Festlegung der Auswertung der Werte T_{max} , T_{min} und T_{lsg} aus den Simulationsergebnissen der Ausscheidungskinetik.

Die Nukleation von Ausscheidungen, ihr Wachstum und die Vergrößerung sind entscheidende Prozesse in der Entwicklung der Mikrostruktur. Um diese Prozesse in der eigenen Modellbildung dieser Arbeit berücksichtigen zu können, muss das Auflösungs- und Bildungsverhalten der verschiedenen Ausscheidungstypen (NbC und TiN) abhängig von den hinzu legierten Gehalten

an Nb und C bzw. Ti und N simuliert werden. In Abbildung 3.33 sind schematisch drei besondere Temperaturen in der Bildungs- bzw. Auflösungskinetik von Ausscheidungen abgebildet, welche mittels MatCalc-Simulationen bestimmt werden können und im Rahmen dieser Arbeit ausgewertet und verglichen werden.

- T_{max} : die Temperatur, bei der der mittlere Partikelradius und das Wachstum der Ausscheidungen maximal wird. Wird diese Temperatur überschritten, beginnt die Auflösung der Ausscheidungen. Bei einer Wartezeit oberhalb dieser Temperatur von $t \rightarrow \infty$ werden alle Ausscheidungen aufgelöst.
- T_{min} : die Temperatur, bei der der mittlere Partikelradius 0 wird. Bei dieser Temperatur sind alle Ausscheidungen aufgelöst. Darunter kommt es zur Bildung und dem Wachstum von Ausscheidungen.
- T_{lsg} : die Temperatur, die bei Gleichgewichtsrechnungen in MatCalc als Lösungstemperatur angegeben wird. Je nach Legierungsgehalten und Auf- und Abkühlraten liegt diese Temperatur zwischen T_{max} und T_{min} oder oberhalb von T_{min} .

Zudem werden für die vier experimentell verwendeten Stahlsorten die Bildungsgeschwindigkeit der Ausscheidungen abhängig von der Temperatur durch Ableitung des Partikelradius über die Zeit bestimmt. Für diese Simulationen wurde ebenfalls der oben angegebene Wärmebehandlungsverlauf definiert.

3.7 Validierung der GOS-Methode am austenitischen Stahl V2a

3.7.1 Versuchsdurchführung des *in-situ* Zugversuchs

Für die Validierung der GOS-Methode und die Korrelation von GOS- und anderen Werten zur Beschreibung der Versetzungsdichte im Korn wird ein *in-situ*-Versuch an einer Zugprobe aus V2a im REM durchgeführt. Die Durchführung und die Auswertemethoden dieses Versuchs werden im Folgenden erläutert.

Für die *in-situ* Zugversuche wird die Probe im REM *in-situ* in einem Zug-/Druck-Modul von Kammrath & Weiss (Abbildung 3.34) schrittweise um mindestens 10 % verformt und nach jedem Verformungsschritt ein Bild zur anschließenden digitalen Bildkorrelation (DIC, engl. Digital Image Correlation) aufgenommen. Durch diesen Zugversuch soll eine orts aufgelöste Korrelation lokaler Dehnungen im Korn mit Werten zur Beschreibung von Versetzungsdichten wie GOS, KAM (engl. Kernel Average Misorientation) und GROD (engl. Grain Reference Orientation Deviation) (durch EBSD) ermöglicht werden. Die Bedeutung und Berechnung des GOS wurde bereits in vorherigen Kapiteln beschrieben. GROD-Maps zeigen die Winkelabweichung der Orientierung in jedem Punkt eines Korns im Vergleich zu einer Referenzorientierung. Der GROD bildet also lokal für jeden Pixel ein Maß dafür, wie hoch die Versetzungsdichte ist, wohingegen der GOS nur einen Wert pro Korn liefert. Ebenso wie der GROD beschreiben auch die KAM-Werte und ihre Verteilung in der Mikrostruktur, wo die Versetzungsdichte erhöht ist. Der KAM quantifiziert die mittlere Misorientierung um einen Messpunkt (in dem Fall einen Pixel

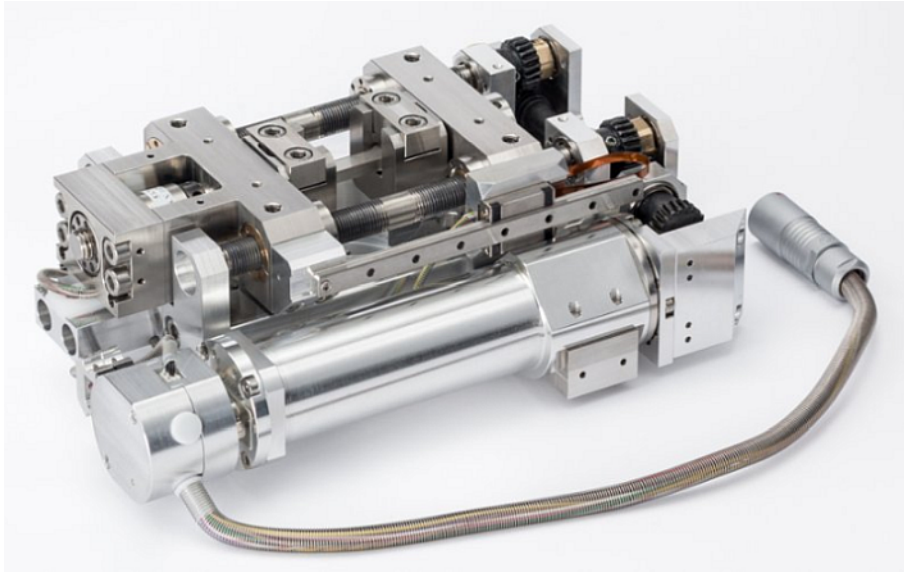


Abb. 3.34: *In-situ* Zug-/Druckmodul von Kammrath & Weiss [KAMMRATH + WEISS, Abgerufen: 23.05.2018].

der EBSD-Map) im Vergleich zu einem definierten Bereich benachbarter Punkte. In verformten Körnern ist der *KAM* aufgrund erhöhter Versetzungsdichte ebenfalls erhöht. Die verschiedenen Werte, welche sich für die lokale Dehnungs- und Verformungsanalyse aus EBSD-Messungen eignen, sowie Einflussparameter auf die Auswertung dieser Werte wurden durch Wright et al. zusammengefasst und erläutert [WRIGHT et al., 2011].

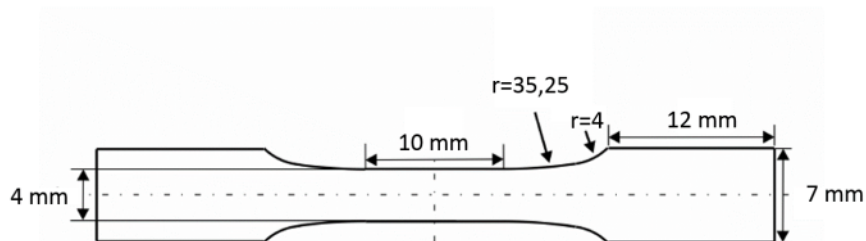


Abb. 3.35: Probenabmessungen der Probe des *in-situ* Zugversuchs

Vor dem eigentlichen Versuch muss die Probe zunächst einer Wärmebehandlung von 1050 °C für eine Stunde unterzogen werden, um den mittleren Korndurchmesser auf ca. 50 µm einzustellen. Anschließend muss die Probe sehr vorsichtig metallographisch präpariert werden, um verformungsinduzierte Martensitbildung während der Präparation zu verhindern und eine optimale EBSD-Qualität erzielen zu können. Die Zugprobe mit den in Abbildung 3.35 dargestellten Maßen wird daher, wie in Tabelle 19 zusammengefasst, präpariert. Dabei ist darauf zu achten, dass es durch die Präparation nicht zu verformungsinduzierter Martensitbildung durch zu kurze Präparationszeiten und zu starken Anpressdruck kommt.

Tabelle 19: Probenpräparation für EBSD-Aufnahmen.

Präparationsschritt		Details	Dauer/Schritt
Schleifen	SiC-Schleifpapier	1200, 2500, 4000 Körnung	-
Polieren	Diamantsuspension	∅ 6, 3, 1, 0,25 µm	30 min
Endpolitur	Masterprep (Buehler)	∅ 0.05 µm	30 min
Elektropolitur	A3 Elektrolyt	35 V, Flussrate 13	25 s

Außerdem wird vor dem *in-situ* Versuch ein Feld von $350 \times 350 \mu\text{m}^2$ durch Mikroindentation markiert. Anschließend wird von dem markierten Bereich ein EBSD-Scan aufgenommen. Danach erfolgt die schrittweise Verformung der Probe im *in-situ* Zugschisch im REM. Dabei werden die Schritte der Verformung auf Basis des Spannungs-Dehnungs-Diagramms eines makroskopischen Zugversuchs festgelegt. Nach jedem Schritt der Verformung wird ein SE-Bild aufgenommen, welches für die anschließende Analyse lokaler Dehnungen mittels digitaler Bildkorrelation benötigt wird. Dabei ist darauf zu achten, dass die Bilder im Vergleich ähnliche Kontrast- und Helligkeitswerte aufweisen, um Korrelationsartefakte zu vermeiden. Außerdem muss die Oberfläche der Probe durch das Eintrocknen von Partikeln einer oxydischen Diamantsuspension mit einem charakteristischen Muster versehen werden, dessen charakteristische Punkte dann in der digitalen Bildkorrelation von Bild zu Bild nachvollzogen werden können. Nach der Durchführung des *in-situ* Versuchs wird die Probenoberfläche gereinigt und erneut ein hochauflöser EBSD-Scan des markierten Bereichs aufgenommen. So kann der unverformte Ausgangszustand mit dem verformten, nicht rekristallisierten Zustand verglichen werden. Außerdem wird anhand dieses Scans überprüft, ob es durch die Verformung zu verformungsinduzierter Martensitbildung gekommen ist. In allen durchgeführten Versuchen stellte sich jedoch ein maximaler Anteil einer bcc-Phase von 1,5 % ein, welcher dem Anteil des Ferrits im V2a vor der Verformung entspricht. An diesen EBSD-Scan schließen sich mehrere Schritte einer vorher entwickelten Wärmebehandlung an, um gezielt teilrekristallisierte Gefüge einzustellen. Nach einer erneuten Elektropolitur der möglicherweise angelaufenen Probenoberfläche schließt sich an jeden Wärmebehandlungsschritt erneut die Aufnahme eines hochauflösten EBSD-Scans an, um den jeweiligen teilrekristallisierten Gefügestand mit den vorherigen Zuständen vergleichen zu können. Der Wärmebehandlungsprozess mit anschließendem EBSD-Scan wird wiederholt bis die Probe vollständig rekristallisiert ist. Aus diesen Daten kann dann eine vollständige Rekristallisationskinetik erstellt werden.

Die in diesem Versuch durch die EBSD-Scans ermittelten *KAM*, *GOS* und *GROD*-Werte der verformten Probe können außerdem mit den Ergebnissen der digitalen Bildkorrelation mittels VedDAC korreliert werden. Im folgenden Kapitel soll daher das Verfahren der digitalen Bildkorrelation und die Funktionsweise des dafür genutzten Programms VedDAC näher erläutert werden.

3.7.2 Digitale Bildkorrelation

Die digitale Bildkorrelation ist ein berührungsloses Verfahren, mit welchem aus den Graustufen von Bildern oder Bildsequenzen zweidimensional oder auch dreidimensional große Dehnungen

mit hoher Auflösung an Proben und Bauteilen gemessen werden können. Das Ergebnis der DIC ist eine lokale Dehnungsverteilung. Dabei wird die Oberfläche so präpariert, dass eine ausreichende Kontrastierung möglich ist. Anschließend wird eine Referenzaufnahme des unverformten Zustands aufgenommen. Dann wird die Probe oder das Bauteil durch Belastung verformt und dieser verformte Zustand ebenfalls aufgenommen. Daraufhin können im Bezug zur Referenz Oberflächenverschiebungen und -dehnungen berechnet und graphisch dargestellt werden. Dabei muss das zu korrelierende Muster auf der Oberfläche möglichst fein und nicht periodisch sondern stochastisch über die Oberfläche verteilt vorliegen. Außerdem ist darauf zu achten, dass es keine Kontraständerungen während der Messungen gibt. Aus den ermittelten Verschiebungsfeldern können dann die lokalen Dehnungen berechnet werden.

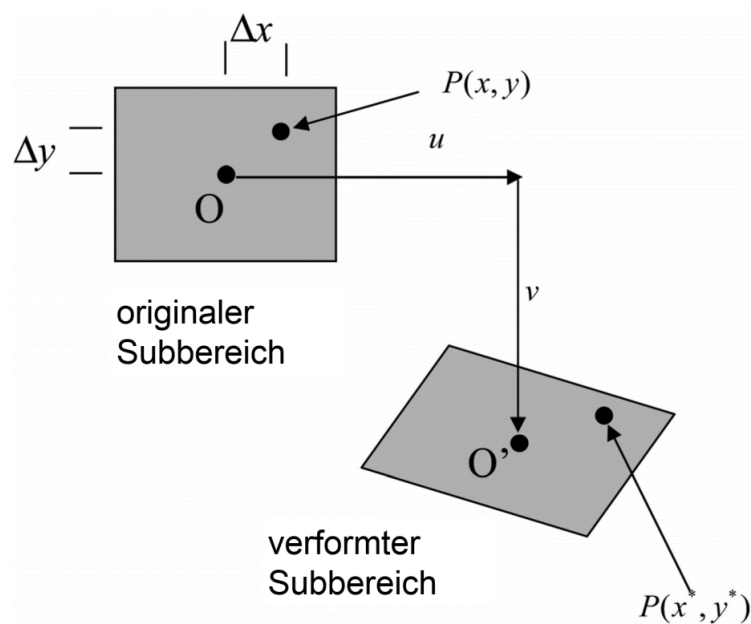


Abb. 3.36: Darstellung der Verschiebung zweier Punkte O und P [KIRUGULIGE et al., 2007]

Die Verschiebungen des Punktes O der Abbildung 3.36 ergeben sich zu:

$$x^* = x + u \quad (85)$$

$$y^* = y + v \quad (86)$$

Die Verschiebungen des Punktes P der Abbildung 3.36 ergeben sich zu:

$$x^* = x + u + \frac{\delta u}{\delta x} \Delta x + \frac{\delta u}{\delta y} \Delta y \quad (87)$$

$$y^* = y + v + \frac{\delta v}{\delta x} \Delta x + \frac{\delta v}{\delta y} \Delta y \quad (88)$$

Um die Berechnung durchführen zu können, werden die Aufnahmen in endlich viele Subbereiche unterteilt. Die Größe der Subsets soll dabei möglichst groß sein, um eine sichere Berechnung zu

gewährleisten. Für eine hohe Auflösung ist es dagegen sinnvoll, die Subset-Größe möglichst klein zu wählen. Außerdem ist dabei darauf zu achten, dass die Schrittweite der Subsets möglichst groß ist, um die Berechnung nicht unnötig zu verlangsamen. Gleichzeitig soll die Schrittweite möglichst klein sein, wenn eine hohe Auflösung der Berechnung gewünscht ist. Die Subset-Größe und Schrittweite müssen also für jede Berechnung bezüglich des Auflösungs-Rausch-Verhältnisses und des Auflösungs-Rechenzeit-Verhältnisses angepasst werden.

Sind die Subset-Größe und Schrittweite festgelegt, so wird jedem Pixel im Referenzbild ein Grauwert von 0 bis 255 zugeordnet und es ergeben sich sogenannte Grauwertmatrizen. In den Folgebildern wird dann nach ähnlichen Matrizen gesucht. Als Ähnlichkeitsmaß wird der aufwendig zu berechnende Korrelationskoeffizient K wie folgt bestimmt:

$$K_{i',j'} = 1 - \frac{\sum_i \sum_j [F_{ref}(x_i, y_i) - \overline{F_{ref}}][G_{def}(x_i, y_i) - \overline{G_{def}}]}{\sqrt{\sum_i \sum_j [F_{ref}(x_i, y_i) - \overline{F_{ref}}]^2 [G_{def}(x_i, y_i) - \overline{G_{def}}]^2}} \quad (89)$$

wobei F_{ref} die Grauwerte der Referenzaufnahme und G_{def} die Grauwerte der verformten Aufnahme sind. Wendet man diesen Algorithmus auf eine definierte Anzahl von Messpositionen an, liefert diese Methode das in-plane-Verschiebungsfeld.

Die Verschiebungsanalyse mittels des Programms Veddac 6 besteht aus folgenden Arbeitsschritten, welche gegebenenfalls teilweise mehrfach wiederholt werden müssen, um die Qualität des resultierenden Ergebnisses zu optimieren [CHEMNITZER WERKSTOFFMECHANIK, 2012]:

- Dateien (d. h. Dateinamen und Pfade) festlegen, die in die Berechnungen eines Projektes einbezogen werden sollen.
- Festlegen, zwischen welchen Bildern des Projektes und nach welchem Stapelverarbeitungsmodus die Berechnungen einer Bildsequenz erfolgen sollen.
- Berechnungsparameter eingeben.
- Berechnungsablauf in Stapelverarbeitung.
- Darstellung und Nachbearbeitung der Ergebnisse, z.B. Export von Text- und Grafikdateien für das Postprocessing oder Kompensation von Starrkörperverschiebungen, metrische Skalierung, Dehnungen/Scherungen, Glättung.

Vor der eigentlichen Berechnung müssen folgende Berechnungsparameter definiert werden:

- Festlegung der Bilder und Eigenschaften der Auswertesequenz.
- Festlegung der Korrelationsparameter Referenzfeld und Messfeld sowie Korrelationsalgorithmus und Subpixelalgorithmus und des x- und y-Shiftoffsets.
- Festlegung der Messpunktabstände in x- und y-Richtung.
- Festlegung der grafischen Parameter.

Anschließend kann die Lage der Messpunktmaske im Referenzbild festgelegt und die Berechnung gestartet werden. Nach Beendigung der Berechnung sind folgende Auswertungen möglich:

- Verschiebungskorrektur und damit verbundene Kompensation von Starrkörpertranslationen und -rotationen.
- Graphische Darstellung der Berechnungsergebnisse durch Vektoren, Gitter oder Farbverlauf und Bearbeitung dieser Darstellung.
- Anwendung von Medianfilter und Glättung.
- Darstellung lokaler Dehnungen und Scherung als Ableitung der Verschiebungen nach den Koordinaten.

Die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Parameter der Berechnungen zur Verschiebungsanalyse sind in Tabelle 20 zusammengefasst.

Tabelle 20: Verwendete Input-Parameter der digitalen Bildkorrelation mit Veddac.

	Input-Parameter
Erstellung einer Sequenz	Schritt = 1 Refresh = 1
Erstellung eines Messpunktmusters	X-Abstand = 50 Y-Abstand = 50 X-Offset = 0 Y-Offset = 0
Korrelationsparameter	Referenzfeld = 50 Messfeld = 200 X-Shiftoffset = 30 Y-Shiftoffset = 0 Korrelationsalgorithmus = Vollständige Korrelation Subpixelalgorithmus = Parabolisch

4 Ergebnisse und Diskussion

Im Fokus dieses Kapitels stehen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit. Die Ergebnisse der verschiedenen Methoden der Austenitkornrekonstruktion werden dargestellt und verglichen sowie Vor- und Nachteile der verschiedenen Methoden erläutert. Die Ergebnisse der Prozesssimulationen anhand der verschiedenen TM-Stähle werden diskutiert, mit den Simulationen mit MatCalc sowie mit Daten und Modellen der Literatur verglichen. Es werden zuletzt die Ergebnisse der *in-situ* Versuche am V2a-Stahl sowie die damit verbundene Korrelation von lokalen Dehnungen und der Anwendung der GOS-Methode dargestellt.

4.1 Anwendung und Weiterentwicklung metallographischer Methoden zur Austenitkornrekonstruktion in martensitischen Gefügen

4.1.1 Metallografische Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur

Chemisches Ätzen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zahlreiche, teilweise in der Literatur empfohlene, aber auch neue Ätzrezepte getestet. Die Versuche der Optimierung der modifizierten Béchet-Beaujard-Ätzung und der Molybdänsäure-Ätzung lieferten die erfolgsversprechendsten Ergebnisse. Optimierte wurden die Ätzungen bezüglich der hinzugegebenen Menge HCl und der Ätzdauer. In Tabelle 21 sind die finalen beiden Ätzrezepte mit den Zusammensetzungen der Ätzmittel sowie der Ätzparameter zusammengefasst.

Tabelle 21: Zusammensetzung der chemischen Ätzrezepte.

Bezeichnung	Zusammensetzung	Dauer, Temperatur
Béchet-Beaujard (modifiziert)	50 ml gesättigte, wässrig. Pikrinsäure 0,5 % Detergenz 10 Tropfen HCl	4 min, 22 °C
Molybdänsäure-Ätzung	50 ml MoO ₃ -Säure 10 Tropfen HCl	5 min, 22 °C

Abbildung 4.1 zeigt die Molybdänsäure-Ätzung der ehemaligen austenitischen Mikrostruktur nach unterschiedlicher Anlassbehandlung. Je eine Probe wurde für 24 Stunden bei 500 °C, 600 °C und 700 °C angelassen und anschließend mit der Molybdänsäure (Ätzrezept siehe Tabelle 21) geätzt. Anschließend an die Anlassbehandlung bei 500 °C konnte die ehemalige Austenitkornstruktur nicht durch die Ätzung rekonstruiert werden. Eine Anlassbehandlung bei 600 °C und 700 °C lieferte jedoch durch die anschließende Ätzung das ehemalige Austenitkorngefüge, welches die Auswertung einer Korngrößenverteilung ermöglicht. Das Anlassen bei 700 °C resultiert allerdings in einer Veränderung des Austenitgefüges, wobei sich die PAG entlang der ehemaligen Walztextur ausrichten und ihre Form und Größe deutlich verändern. Durch die vergleichsweise hohe Anlasstemperatur nahe der A_1 – Temperatur kommt es bereits zur Umwandlung der

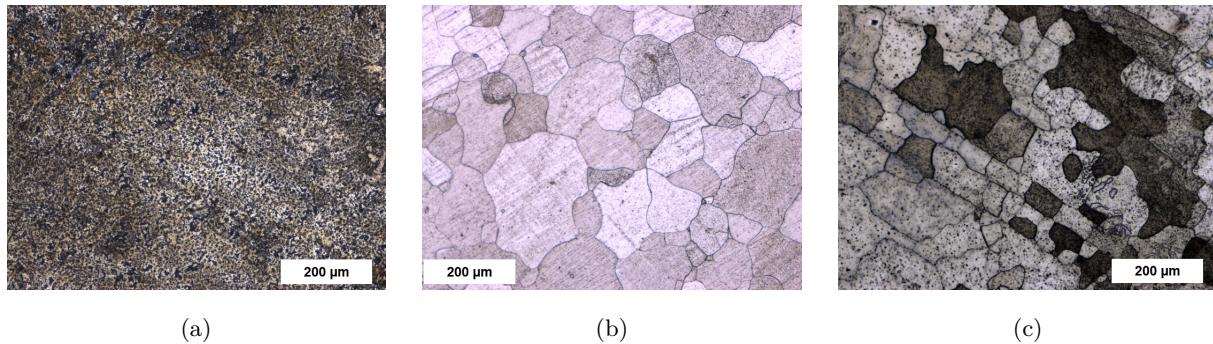


Abb. 4.1: Molybdänsäure-Ätzung der ehemaligen austenitischen Mikrostruktur im CMn-Stahl nach unterschiedlicher Anlassbehandlung: (a) 500 °C, 24 h, (b) 600 °C, 24 h, (c) 700 °C, 24 h.

abgeschreckten martensitischen Kornstruktur in Ferrit. Eine sinnvolle Ätzung der ehemaligen Austenitkorn Grenzen, welche bei Hochtemperatur vorlagen, ist somit nicht mehr möglich. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde die Anlassbehandlung der folgenden Proben auf 600 °C für 24 Stunden festgelegt.

Neben der Molybdänsäure-Ätzung wurde auch die modifizierte Béchet-Beaujard-Ätzung zur Darstellung ehemaliger Austenitkorn Grenzen erfolgreich eingesetzt. Dabei konnten neben unverformten Proben (Abbildung 4.2 (a)) auch verformte, teilweise rekristallisierte Kornstrukturen dargestellt werden (Abbildung 4.2 (b)).

Es zeigte sich, dass trotz guter optischer Ergebnisse der chemischen Ätzungen, die angestrebte automatische Auswertung der Korngrößenverteilung durch die Segmentierung der Korngrenzen aufgrund vieler Ätzartefakte weiterhin nicht möglich ist. Da die chemische Ätzung von Mikrostrukturen immer durch äußere Umwelteinflüsse, wie Umgebungstemperatur oder Luftfeuchtigkeit beeinflusst wird, konnten die dargestellten Ätzungen auch nicht reproduzierbar durchgeführt werden. Erfolgreiche Ätzungen wurden daher lediglich händisch ausgewertet und mit den Ergebnissen der anderen metallografischen Rekonstruktionsmethoden und der Rekonstruktion aus Orientierungsinformationen verglichen. Das Ergebnis dieser gegenseitigen Verifikation ist in Kapitel 4.1.3 detailliert beschrieben.

Thermisches Ätzen und ionisches Ätzen

Neben chemischen Ätzungen wurden auch thermische und ionische Ätzungen an verschiedenen Proben durchgeführt. Abbildung 4.3 zeigt jeweils ein Ergebnis für die thermischen Ätzungen (a) und ein Ergebnis der optimierten Ionenätzung (b).

Die thermischen Ätzungen liefern im REM und Lichtmikroskop gut auswertbare Mikrostrukturen mit wenigen Artefakten. Da der Versuchsaufbau jedoch relativ aufwendig ist, wurde diese Methode nur zur Verifizierung der anderen Methoden in dieser Arbeit verwendet. Ein weiterer Nachteil der Methode ist die Begrenzung der Anwendung auf nicht verformte Gefüge, da die verformte Kornstruktur durch die thermische Ätzbehandlung bei Austenitisierungstemperatur

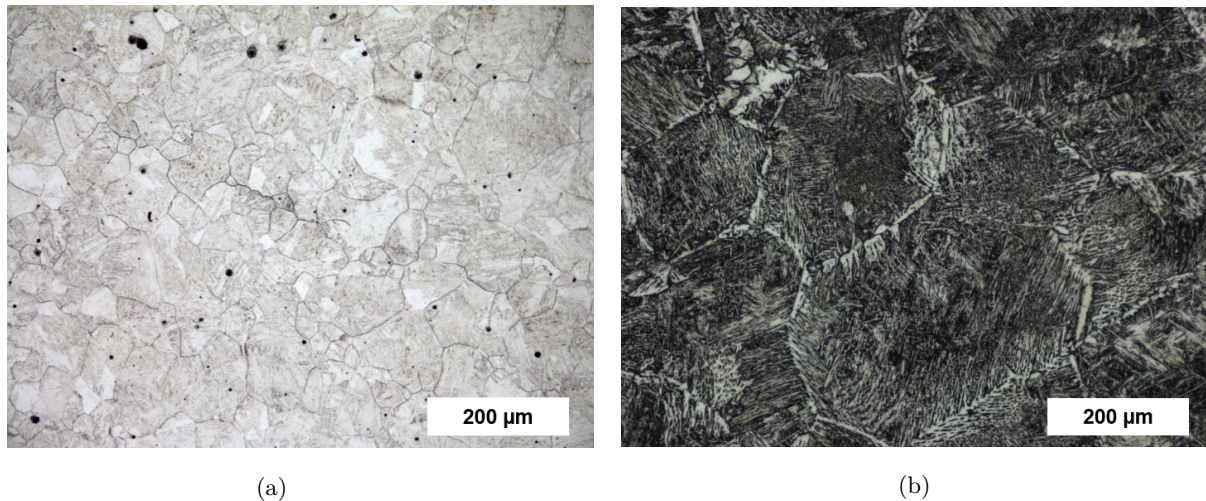


Abb. 4.2: Modifizierte Béchet-Beaujard-Ätzung der ehemaligen austenitischen Mikrostruktur: (a) unverformte Probe des CMn-Stahls, (b) 1 mal unterhalb und 4 mal oberhalb der T_{nr} verformte Probe des NbTi-Stahls.

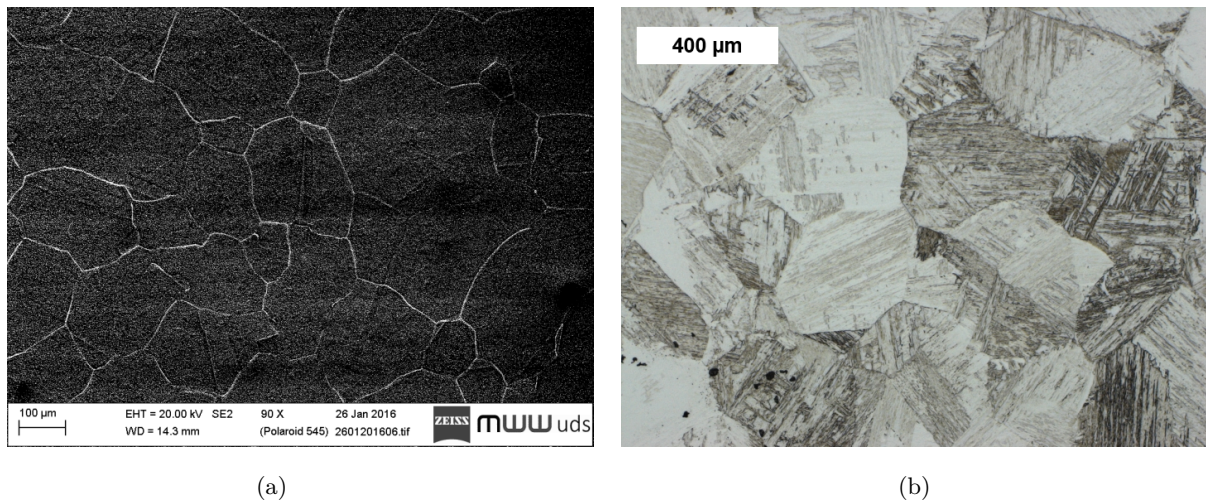


Abb. 4.3: (a) Ergebnis der thermischen Ätzung und (b) Ergebnis der optimierten Ionenätzung.

wieder verloren gehen würde.

Das Ionenätzen setzt sich aus den in der Theorie beschriebenen Schritten des Ionenpolierens und einem anschließenden Ätzschritt zusammen. Diese Methode liefert für alle Stähle ein zufriedenstellendes Ergebnis, welches aber ebenfalls nur händisch ausgewertet werden konnte. Exemplarisch ist in Abbildung 4.3 (rechts) ein Ergebnis für den NbTi-mikrolegierten Stahl dargestellt. Durch den hohen Präparationsaufwand und die Dauer der Methode bei vergleichsweise geringer, optimal geätzter Fläche, wurde dieses Verfahren auch nur für den Vergleich mit den anderen Methoden herangezogen.

4.1.2 Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur aus Orientierungsinformationen

Bei der Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur aus den Orientierungsinformationen der EBSD-Messung bestimmt die Qualität des EBSD-Scans, die Martensitlattenverteilung und die Einstellung der Toleranzwinkel während der Rekonstruktion maßgeblich das Rekonstruktionsergebnis. Abbildung 4.4 stellt den Ausgangspunkt der Rekonstruktion einer unverformten Probe, also die EBSD-Map (a) sowie die Rekonstruktion dieser Map mittels ARPGE 1.7 (b) und Merengue 2 (c) gegenüber. Die Qualität der EBSD-Map wird dabei bestimmt durch die Probenpräparation der Probenoberfläche. Der Aztec Qualitätsparameter MAD (engl., Mean Angular Deviation) ist dabei der bestimmende Parameter zur qualitativen Einordnung eines jeden Kikuchi-Patterns der Messung. Der MAD gibt an, wie groß die Abweichung zwischen theoretischem und berechnetem Winkel zwischen den Kikuchi-Bändern ist. Dabei werden Werte $< 1^\circ$ als verlässlich angesehen und Pixel mit Werten $> 1^\circ$ als Nulllösung identifiziert. Somit kann der Anteil indizierter Messwerte in % angegeben werden, wobei 100 % bedeuten, dass alle Messpunkte indiziert und somit die Orientierung in allen Messpunkten bestimmt werden kann [KATRAKOVA, 2002]. Den EBSD-Messungen dieser Arbeit wird eine minimale Indizierungsrate von 90 % in jeder Map als Qualitätsparameter zugrunde gelegt.



Abb. 4.4: Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur einer unverformten Probe aus Orientierungsbeziehungen, (a) EBSD-Map, (b) Rekonstruktion mit ARPGE 1.7, (c) Rekonstruktion mit Merengue 2.

Der eigentliche Rekonstruktionsschritt ist vor allem von der Mikrostruktur, der Einhaltung der Orientierungsbeziehung und der eingestellten Winkeltoleranz ω_0 abhängig. Durch extrem hohe Abkühlraten beim Abschrecken der Proben dieser Arbeit wurde sichergestellt, dass 100 % des Gefüges in Martensit umgewandelt werden. Andere Untersuchungen haben gezeigt, dass die Rekonstruktion umso sicherer ist, je mehr Varianten in der Mikrostruktur zur Verfügung stehen [BLAINEAU et al., 2010]. Neben der Mikrostruktur spielt auch die Wahl der Orientierungsbeziehung, welche der Rekonstruktion zugrunde gelegt wird, eine entscheidende Rolle. Je genauer die gewählte OR ist, desto schmaler kann der Toleranzwinkelbereich während der Rekonstruktion gewählt werden. Hierbei zeigt sich der erste bedeutende Unterschied zwischen den Programmen ARPGE 1.7 und Merengue 2. Während ARPGE 1.7 während der gesamten Rekonstruktion eine feste OR annimmt, so kann diese in Merengue 2 während der Rekonstruktion verfeinert und somit der Probe und ihrer thermomechanischen Historie angepasst werden. Diese

in [HUMBERT et al., 2011] beschriebene Methode vermeidet lokale Minima in den Orientierungsunterschieden und stellt somit eine sichere Wahl der OR dar, welche den realen Zustand am besten beschreibt. Die Winkeltoleranz zur Identifikation von Fragmenten und Körnern wird in der Rekonstruktion mit Merengue 2 auf 3° begrenzt. Diese Toleranz liegt damit deutlich unter der von anderen verwendeten Toleranz [BERNIER et al., 2014] und sichert das Rekonstruktionsergebnis somit zusätzlich ab. Bei ARPGE 1.7 wird der initiale Wert von 5° für die Kornidentifikation übernommen. Für den Nukleationsschritt von Mutterkörnern und deren Wachstum werden Winkel von 3° bzw. 6° in ARPGE 1.7 angenommen.

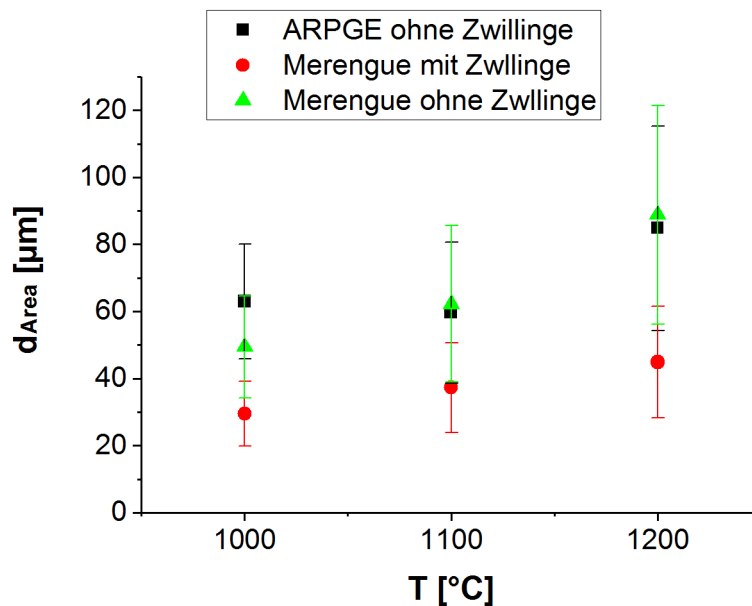


Abb. 4.5: Vergleich der Rekonstruktion der Austenitkorngröße des NbTi-mikrolegierten Stahls mit Hilfe von ARPGE 1.7 und Merengue 2 (mit und ohne Zwillinge ausgewertet) für verschiedene Austenitisierungstemperaturen.

Abbildung 4.5 zeigt den Vergleich der Korngrößenbewertung des NbTi-Stahls abhängig von der Temperatur für beide Rekonstruktionsprogramme. Dabei ist vor allem die Abweichung der Rekonstruktion mit ARPGE 1.7 bei 1000°C von dem Ergebnis mit Merengue 2 auffällig, welche auch nicht in den erwarteten Verlauf der Abhängigkeit der Korngröße von der Temperatur passt. Die Werte von ARPGE 1.7 und Merengue 2 welche ohne Zwillinge ausgewertet wurden stimmen aber für die beiden höheren Austenitisierungstemperaturen sehr gut überein. Wie zu erwarten ist, verringert sich durch die Berücksichtigung der rekonstruierten Zwillinge im Anschluss an die Rekonstruktion mit Merengue 2 die mittlere Korngröße deutlich. Somit kann festgehalten werden, dass sowohl mit ARPGE 1.7 als auch Merengue 2 eine zuverlässige Rekonstruktion unverformter Gefüge durchführbar ist, wobei das Ergebnis von ARPGE 1.7 deutlicher von der Qualität der EBSD-Messung abhängig ist. Rein optisch beinhaltet die rekonstruierte Map von Merengue 2 deutlich sinnvollere Korn- und Korngrenzengeometrien. Besonderheiten, wie Zwillinge innerhalb der Körner, werden durch Merengue 2 realistisch dargestellt. Zudem liefert die

Rekonstruktion mit ARPGE 1.7 lediglich eine Unique Grain Color-Map (kurz: UGC-Maps), bei der unterschiedlich orientierte Körner unabhängig von der Kornorientierung in unterschiedlichen Farben dargestellt werden. Durch die Rekonstruktion mit Merengue 2 allerdings können ehemalige Austenitkornstrukturen in Inverse Pole Figure-Maps (kurz: IPF-Maps) dargestellt werden, bei denen die Farben direkt Orientierungen zugeordnet werden können. Somit kann für verformte Proben auch der Orientierungsgradient innerhalb eines Kornes gemessen und dargestellt werden.

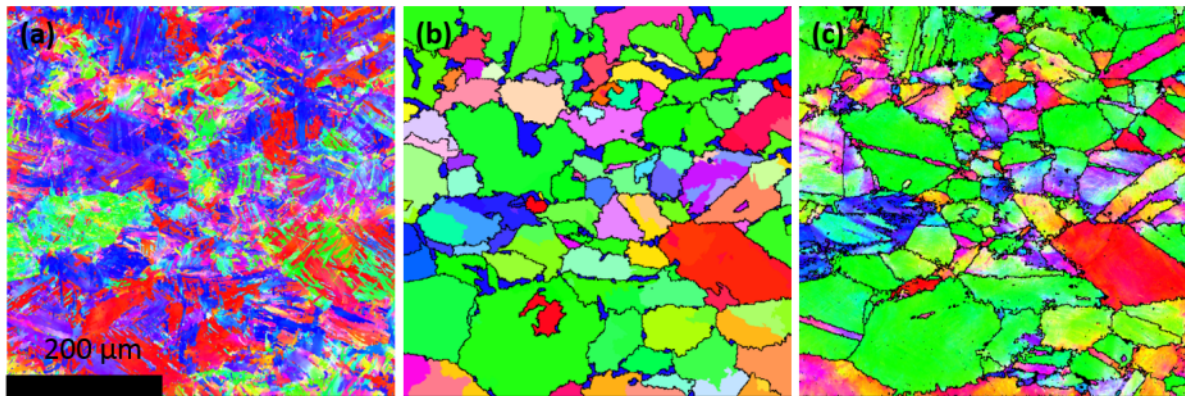


Abb. 4.6: Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornstruktur einer verformten Probe ($\epsilon = 0,3$) aus Orientierungsbeziehungen, (a) EBSD-Map, (b) Rekonstruktion mit ARPGE 1.7, (c) Rekonstruktion mit Merengue 2.

Die Unterschiede zwischen ARPGE 1.7 und Merengue 2 werden durch die Rekonstruktion verformter Gefüge noch verdeutlicht. Abbildung 4.6 stellt die EBSD-Map (a) und die beiden Rekonstruktionen (b) und (c) einer Probe gegenüber, welche diesmal mit $\epsilon = 0,3$ verformt wurde. Im Anschluss an die Verformung werden die Probe direkt mit Helium abgekühlt, um das Einsetzen der Rekristallisation zu verhindern und den Verformungszustand quasi einzufrieren. Während sich die Rekonstruktionen im unverformten Zustand fast nicht unterscheiden, zeigen sich bei der Rekonstruktion der verformten Probe nun deutliche Unterschiede. Die Kornformen, welche durch Merengue 2 rekonstruiert werden (c), spiegeln deutlich die in Verformungsrichtung gestauchten, polygonalen Körner wieder, während die gestauchte Kornform bei ARPGE 1.7 nur zu erahnen ist (b). In der Rekonstruktions-Map von ARPGE 1.7 fällt im Vergleich zu Merengue 2 auf, dass die Kornformen nicht realitätsnah dargestellt werden und die Korngrenzen zerklüftet aussehen. In der mit Merengue 2 rekonstruierten Map ist zusätzlich der bereits erwähnte Orientierungsgradient innerhalb der Körner zu erkennen, welcher durch die Rekonstruktion mit ARPGE 1.7 vollständig verloren geht oder durch zusätzliche Korngrenzen innerhalb der Körner mit starkem Orientierungsgradient kompensiert wird.

Die Grenzen der Rekonstruktion für beide Programme wurden durch den Vergleich von Rekonstruktionen verschieden stark umgeformter Proben ermittelt. Dafür wurde für 6 Proben ein Umformgrad zwischen 0,05 und 1 gewählt und die rekonstruierten Maps bezüglich ihrer Rekonstruktionsqualität verglichen (Abbildung 4.7). Ein gutes Maß, um die Qualität der Rekonstruktion zu bestimmen ist, neben der optischen Einschätzung der Map, auch der Prozentsatz an

rekonstruierter Fläche der gesamten Map. Steigt der Umformgrad an, so nimmt die Qualität der Rekonstruktion und die rekonstruierbare Fläche ab einem Umformgrad von 0,6 erstmals deutlich ab (Abbildung 4.8 (a)). Diese Abweichung liegt daran, dass die Missorientierung innerhalb der Körner durch hohe Umformung stark variiert und somit ebenfalls stark von der in der Rekonstruktion angenommenen Orientierungsbeziehung zwischen Austenit und Martensit abweicht. Auch eine Verfeinerung und Anpassung der Orientierungsbeziehung während der Rekonstruktion reicht nicht aus, um 100 % der Map zu rekonstruieren. Für die sichere Zuordnung eines Mutterkorns muss eine Mindestanzahl an unterschiedlichen, benachbarten Tochterkorn-Varianten zur Verfügung stehen [GERMAIN et al., 2012a]. Durch die Streckung und Feinung der Kornstruktur durch hohe Umformgrade kommt es allerdings zu ungünstigen Nachbarverhältnissen. Durch die Abschreckung werden nun nicht mehr die mindestens benötigten vier Varianten der Tochterphase gebildet, welche für eine eindeutige Rekonstruktion des Mutterkorns und die anschließende Rekonstruktion zur Verfügung stehen müssten [GERMAIN et al., 2012b]. Die Temperatur, bei der die Umformung durchgeführt wird, in diesem Fall bei 940 °C und 886 °C und damit einmal oberhalb und einmal unterhalb der T_{nr} , zeigt keinen signifikanten Einfluss auf das Rekonstruktionsergebnis. Dies liegt daran, dass durch die Abschreckung in beiden Fällen ein Einsetzen der Rekristallisation verhindert wird und die Verformung somit in einer ähnlichen Kornstruktur resultiert.

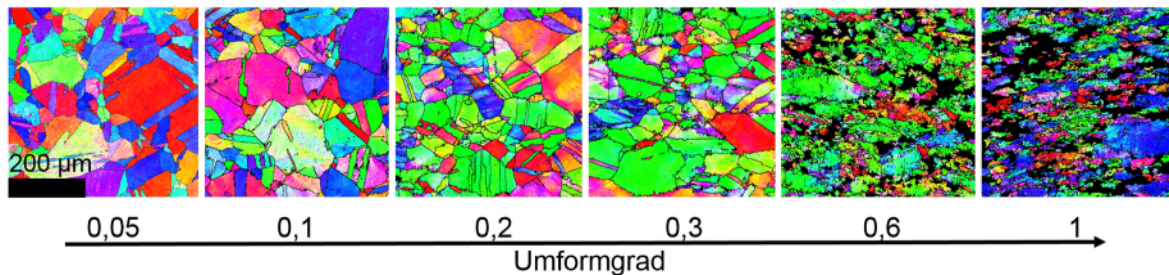


Abb. 4.7: Entwicklung der Rekonstruktionsqualität bei Erhöhung des Umformgrades.

Vergleicht man die Rekonstruktionen der verschiedenen Verformungsgrade von ARPGE 1.7 und Merengue, so fällt auf, dass durch ARPGE 1.7 sogar mehr Prozent der gesamten Map rekonstruiert werden können (Abbildung 4.8 (b)). Dies liegt daran, dass während der Rekonstruktion Toleranzwinkel für die Zuordnung zu einem gemeinsamen Mutterkorn von bis zu 15° angenommen werden. Jedoch nehmen die Kornformen durch die Rekonstruktion mit ARPGE 1.7 sinnlose Formen an und, wie in Abbildung 4.6 bereits bei einem Umformgrad von $\epsilon = 0,3$ ersichtlich, ist dann keine realistische Kornstruktur mehr erkennbar.

Festgehalten werden kann, dass diese Versuchsreihe und die Rekonstruktionsergebnisse geholfen haben, die beiden Programme für die Rekonstruktion der PAG Struktur besser zu verstehen und miteinander zu vergleichen. Auf Grundlage dieses Vergleichs wurden zwar, so wie in Abbildung 4.6 dargestellt, alle in dieser Arbeit erstellten EBSD-Maps mit beiden Programmen rekonstruiert und verglichen, in den folgenden Auswertungen der Korngrößen und rekristallisierten Anteilen werden aus Gründen der Zuverlässigkeit der Ergebnisse jedoch nur die Rekonstruktionen mit

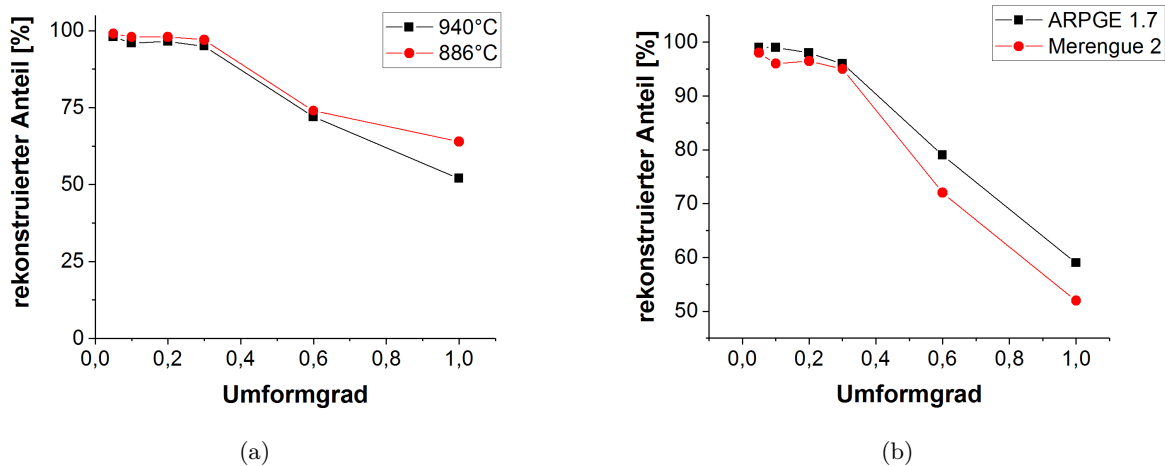


Abb. 4.8: Entwicklung des rekonstruierten Anteils bei Erhöhung des Umformgrades, (a) Vergleich zweier Umformtemperaturen, (b) Vergleich ARPGE 1.7 und Merengue 2.

Merengue 2 dargestellt und deren Auswertungen berücksichtigt.

4.1.3 Vergleich der metallographischen Methoden mit der Rekonstruktion aus Orientierungsbeziehungen

Neben dem Vergleich der beiden Rekonstruktionsprogramme wurden zur gegenseitigen Verifikation auch die metallografischen Methoden mit den Rekonstruktionen aus Orientierungsinformationen durch Merengue 2 verglichen (Abbildung 4.9). Dabei zeigt sich, dass vor allem für kurze Zeiten die aus der Wärmebehandlung resultierende mittlere Korngröße des CMn-Stahls für alle Methoden im selben Bereich liegt. Deutliche Abweichungen dagegen erhält man für längere Zeiten und damit höhere mittlere Austenitkorngrößen. Die Problematik liegt dabei in der geringen Statistik der EBSD und Rekonstruktions-Methode, da die Anzahl der ausgewerteten Körner pro Messfeld mit steigender Korngröße stetig abnimmt. Durch die metallografischen Methoden, hier repräsentiert durch Ergebnisse des thermischen Ätzens, können dagegen große Probenbereiche und ganze Probenoberflächen mit einem Durchmesser von 8 mm geätzt und ausgewertet werden. Im Vergleich dazu liegt ein EBSD-Messfeld nur im Bereich zwischen $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ bis maximal $1200 \times 1200 \mu\text{m}^2$ bei großen Korngrößen. Die Reproduzierbarkeit der chemischen Ätzungen, der Versuchsaufwand der thermischen Ätzungen, der ebenfalls kleine Ätzbereich der Ionenätzung sowie der Vorteil der weiteren Datenverarbeitung und Auswertung der Orientierungsinformation des EBSDs und der Rekonstruktion mittels Merengue 2 sind die Grundlage für die standardmäßige Auswertung der Korngrößenverteilung mittels EBSD und Rekonstruktionsmethode in der vorliegenden Arbeit.

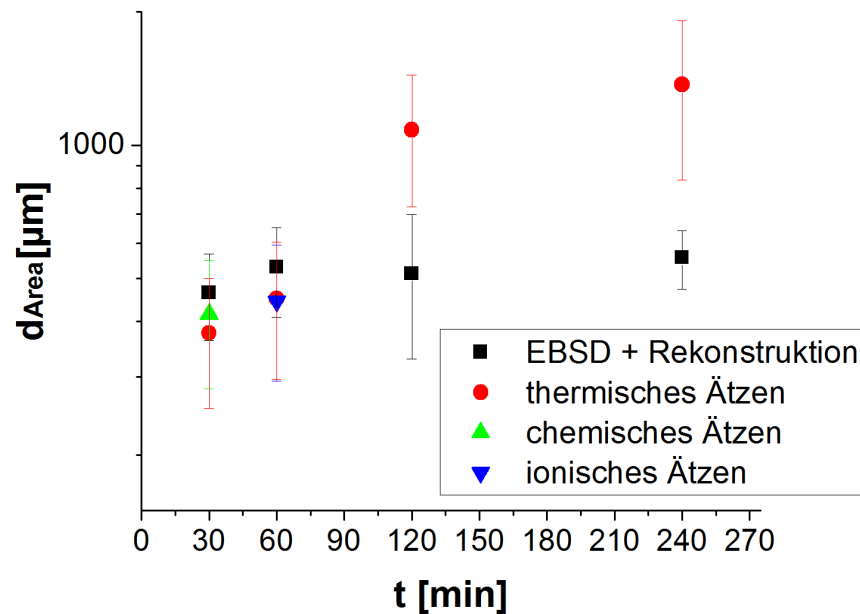


Abb. 4.9: Vergleich der Austenitkorngröße des CMn-Stahls für verschiedene Austenitisierungszeiten bei 1200 °C Austenitisierungstemperatur, ermittelt durch metallographische Methoden und der Rekonstruktion aus EBSD-Aufnahmen mit Merengue 2.

4.2 Brammenerwärmung

4.2.1 Vergleich von Bramme und Blech als Ausgangsmaterial für die physikalische Prozesssimulation

Im realen Produktionsprozess steht das Brammenmaterial des gegossenen Stahls als Ausgangsmaterial für die anschließende thermomechanische Behandlung zur Verfügung. Durch die schwierige Entnahme während des Prozesses und die große Inhomogenität des Brammenmaterials wird für die Prozesssimulation Material aus einem fertigen Grobblech verwendet. Zu Beginn der eigentlichen Prozesssimulation wurde durch den Vergleich der Korngrößenentwicklung einer Austenitisierungs-Wärmebehandlung an Brammen- und Blechmaterial sicher gestellt, dass das üblicherweise verwendete Blechmaterial als Ausgangsmaterial für die Prozesssimulation zulässig ist. Dafür wurden in der im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Bachelor Arbeit von Jonas Fell [FELL, 2016] verschiedene Austenitisierungszustände jeweils für das Blech- und Brammenmaterial bezüglich der resultierenden Austenitkornstruktur verglichen. In Abbildung 4.10 ist dieser Vergleich beispielhaft für den Nb-Stahl dargestellt. Innerhalb der Standardabweichung ergaben sich für die drei untersuchten Austenitisierungstemperaturen nur geringfügige Unterschiede in der ausgewerteten mittleren Korngröße beider Ausgangszustände. Die mittlere Korngröße wächst demnach für beide Fälle von ca. 35 μm auf 150 μm im Mittel an, wobei die Anzahl der rekonstruierten Körner pro Fläche mit steigendem Korndurchmesser abnimmt. Auf Basis dieser Untersuchungen wurde für alle weiteren Experimente in dieser Arbeit Blechmaterial als Ausgangsmaterial für die Prozesssimulation verwendet.

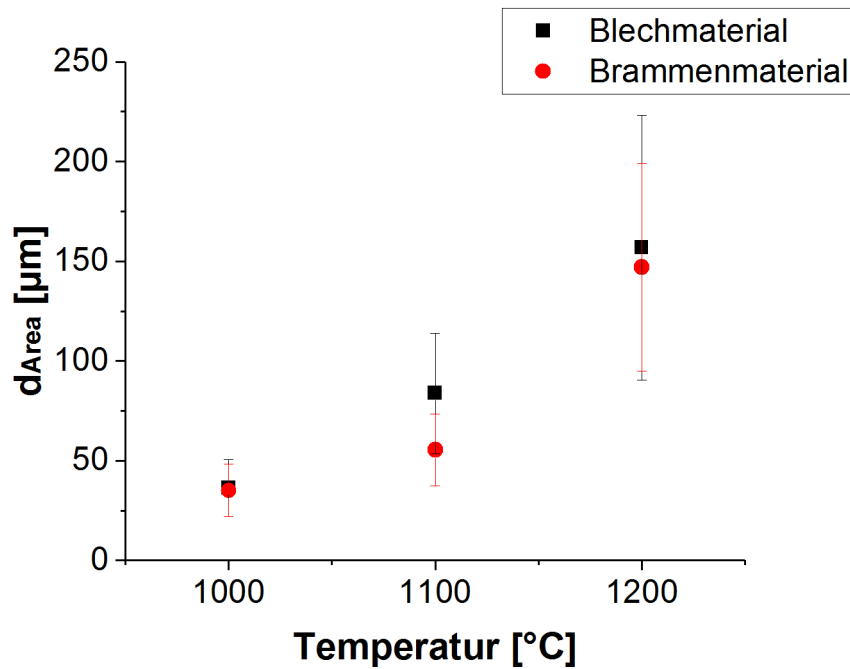


Abb. 4.10: Vergleich der resultierenden mittleren Korngrößen für Brammen- und Blechmaterial des Nb-Stahls als Ausgangsmaterial der Prozesssimulation für verschiedene Austenitisierungstemperaturen und 1800 s Austenitisierungszeit [FELL, 2016].

4.2.2 Korngrößenentwicklung während des Austenitisierens

Der Verlauf der Korngrößenentwicklung, abhängig von der Austenitisierungstemperatur (Abbildung 4.11), spiegelt das erwartete Kornwachstumsverhalten im Vergleich aller Stähle untereinander, aber auch abhängig von der Temperatur wieder. Betrachtet man den Verlauf für jeden Stahl getrennt, so folgen alle Stähle der erwarteten $\exp^{(T)}$ -Abhängigkeit, welche im theoretischen Teil dieser Arbeit durch Gladman [GLADMAN, 1997] durch Abbildung 2.6 dargestellt wurde. Auch der Einfluss der verschiedenen Mikrolegierungselemente auf das temperaturabhängige Kornwachstumsverhalten stimmt mit den, in der Literatur beschriebenen Abhängigkeiten überein. So zeigen die mit Ti-mikrolegierten Stähle ein deutlich geringeres Kornwachstum durch pinnende Ti-Nitride, als die Stähle, die nicht oder nur mit Niob mikrolegiert sind. Beide Titan-mikrolegierten Stähle zeigen nur geringfügige Unterschiede in den resultierenden mittleren Korngrößen. Das Kornwachstum des nur mit Nb-mikrolegierten Stähle ist aufgrund des Solute-Drag Effekts des Niobs trotzdem gehemmt, jedoch nicht so stark wie die Ti-mikrolegierten Stähle. Vergleicht man den NbTi und den Ti-Stahl, so fällt das Kornwachstum beider Stähle ähnlich aus, weshalb auch hier darauf geschlossen werden kann, dass das Pinning der TiN einen größeren Effekt auf die Mikrostrukturentwicklung hat als der Solute-Drag Effekt des Niobs.

Neben dieser Betrachtungsweise ist es auch möglich, das isotherme Kornwachstumsverhalten in Abhängigkeit von der Austenitisierungszeit zu betrachten (Abbildung 4.12). Dabei ergibt sich für den CMn-Stahl die, in der Theorie unter anderem durch Gleichung 10 beschriebene Abhängigkeit der Korngrößenentwicklung von der Zeit (a). Da für den Nb- und den NbTi-mikrolegierten Stahl nur zwei Versuche zur Zeitabhängigkeit durchgeführt wurden, ergeben sich deutlich weni-

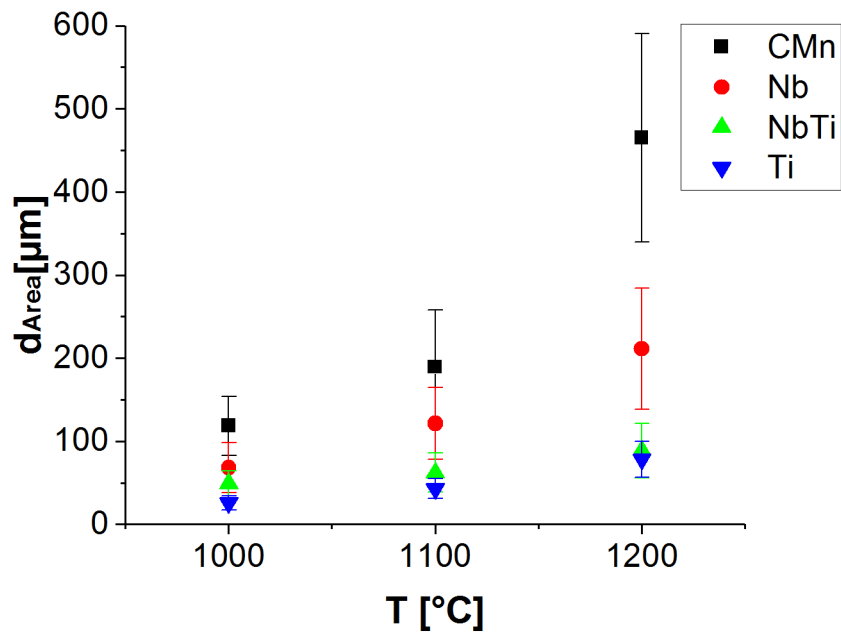


Abb. 4.11: Entwicklung der Austenitkorngröße abhängig von der Austenitisierungstemperatur und dem Mikrolegierungskonzept, Austenitisierungszeit=1800 s.

ger Datenpunkte zur Beschreibung des Kornwachstums (b) und (c). Auch wenn der funktionale Zusammenhang daher schwierig zu erkennen ist, liegen die resultierenden Werte in sinnvollen Bereichen.

Das Ergebnis des Titan-Stahls zeigt nicht für alle Temperaturen und Zeiten das erwartete Kornwachstumsverhalten (d). Entgegen des in der Literatur beschriebenen Zusammenhangs zwischen Austenitisierungszeit und Kornwachstum, scheinen in diesem Fall die resultierenden Korngrößen bei hohen Temperaturen und längerer Haltezeit kleiner zu sein, als die bei kurzen Zeiten. Auch übersteigt die Korngröße bei 1000 °C die Korngröße bei 1100 °C für 240 Minuten. Betrachtet man die gesamte Kurve der Wärmebehandlungen bei 1200 °C, erkennt man aber, dass die mittlere Korngröße auf einem Plateau zu liegen scheint. Das meiste Wachstum der Körner muss also schon zwischen 0 und 10 Minuten passiert sein. Die Variation der mittleren Korngröße liegt hier zwischen 60 und 80 μm, was im Vergleich zu den Korngrößenänderungen des CMn-Stahls minimale Unterschiede sind. Dieser Unterschied liegt auch im Bereich der Größenordnung der Standardabweichung der einzelnen Korngrößenmittelwerte. Das scheinbare Absinken der mittleren Korngröße trotz erhöhter Austenitisierungstemperatur oder verlängerter Austenitisierungszeit ist also nur bedingt durch das inhomogene Auftreten von abnormalem Kornwachstum abhängig vom Ausscheidungszustand. Die Inhomogenität dieses Effektes verstärkt sich für hohe Temperaturen, bei denen durch Auflösungs- und Anlösungsprozesse manche Bereiche der Probe frei von pinnenden Ausscheidungen sein können, wohingegen in anderen Bereichen das Pinning und das damit verbundene diskontinuierliche Kornwachstum dominiert. Dass die Ausscheidungsverteilung und damit die pinnende Wirkung der Ausscheidungen inhomogen über die Probe verteilt oder auch verschieden in unterschiedlichen Proben sein kann, könnte auch am Ausgangszustand

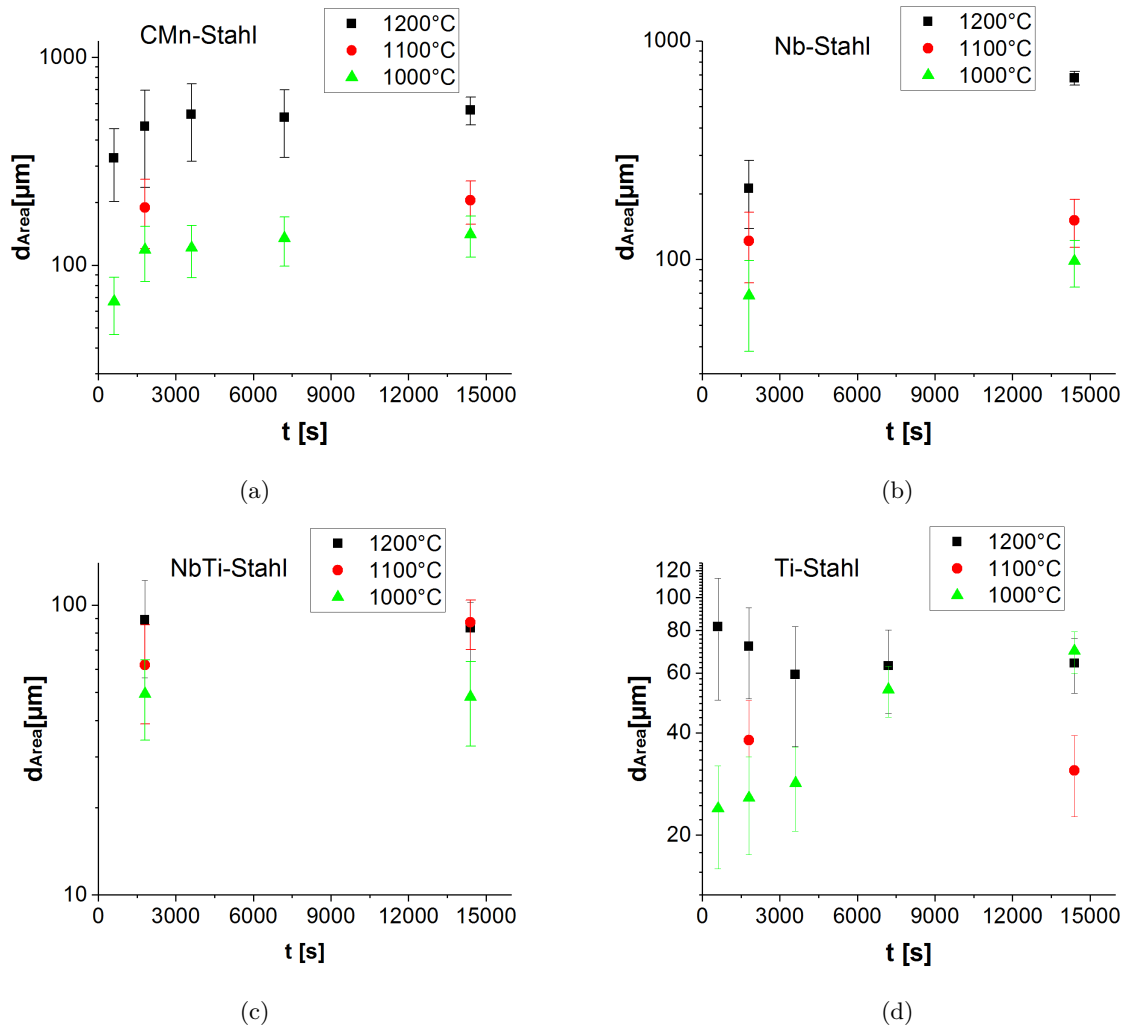
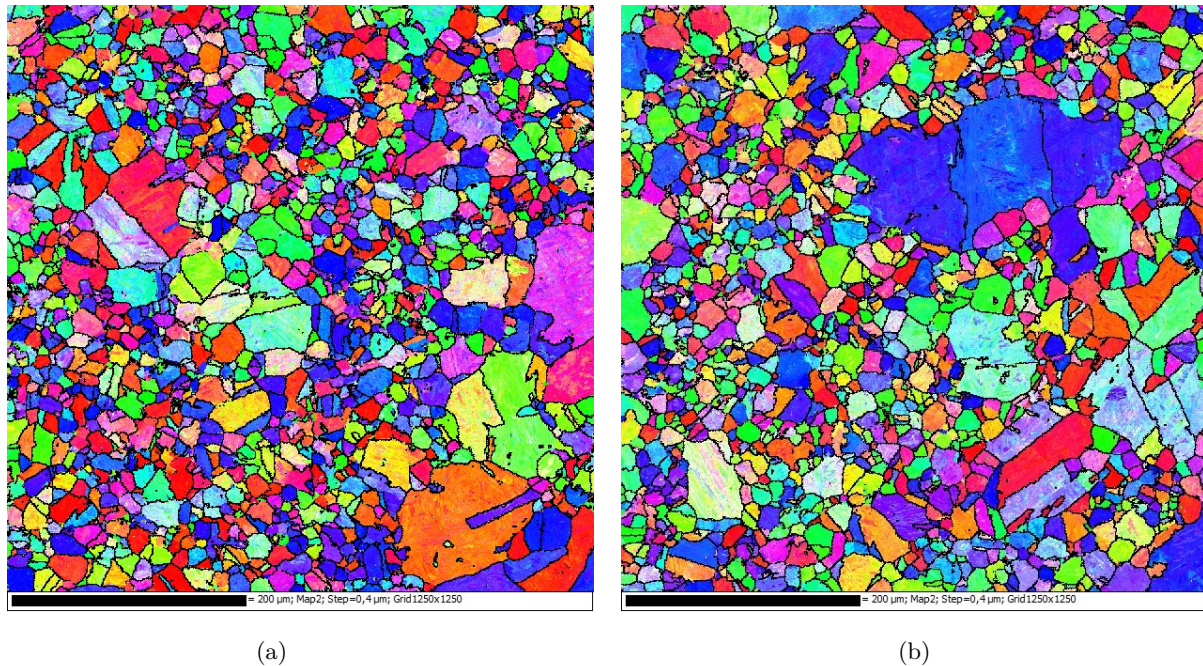


Abb. 4.12: Entwicklung der Austenitkorngröße der verschiedenen Stahlsorten abhängig von der Austenitisierungsdauer für unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen.

der Probe vor der Wärmebehandlung liegen. Da die Proben aus dem fertig gewalzten Blech entnommen werden, wird davon ausgegangen, dass eine weitestgehend homogene Mikrostruktur zu Beginn der Versuche vorliegt. Trotzdem kann es auch im gewalzten Blech zu lokalen Inhomogenitäten kommen, welche durchaus eine inhomogene Verteilung des Kornwachstumsverhaltens bewirken könnten und somit in teilweise geringeren mittleren Korndurchmessern trotz längerer Austenitisierungszeit resultieren.

Während der Auswertung der Korngrößenverteilung wurden in dieser Arbeit auch immer die rekonstruierten EBSD-Maps mit betrachtet. Einige dieser resultierenden PAG-Maps sind im Folgenden dargestellt. Für verschiedene Titan-Proben der Kornwachstumsversuche ergab sich aus diesen Maps, dass es zu abnormalem Kornwachstum während der Versuche gekommen sein muss. Zwei Beispiel-Maps für rekonstruiertes Gefüge mit abnormalem Kornwachstum sind in Abbildung 4.13 dargestellt. Trotz der höheren Temperatur ergibt sich für (b) optisch die gleiche Korngrößenverteilung wie für die niedrigere Temperatur (a). Betrachtet man den mittleren Korndurchmesser, so ist dieser für eine Austenitisierungszeit von 60 Minuten fast identisch. Zum



(a)

(b)

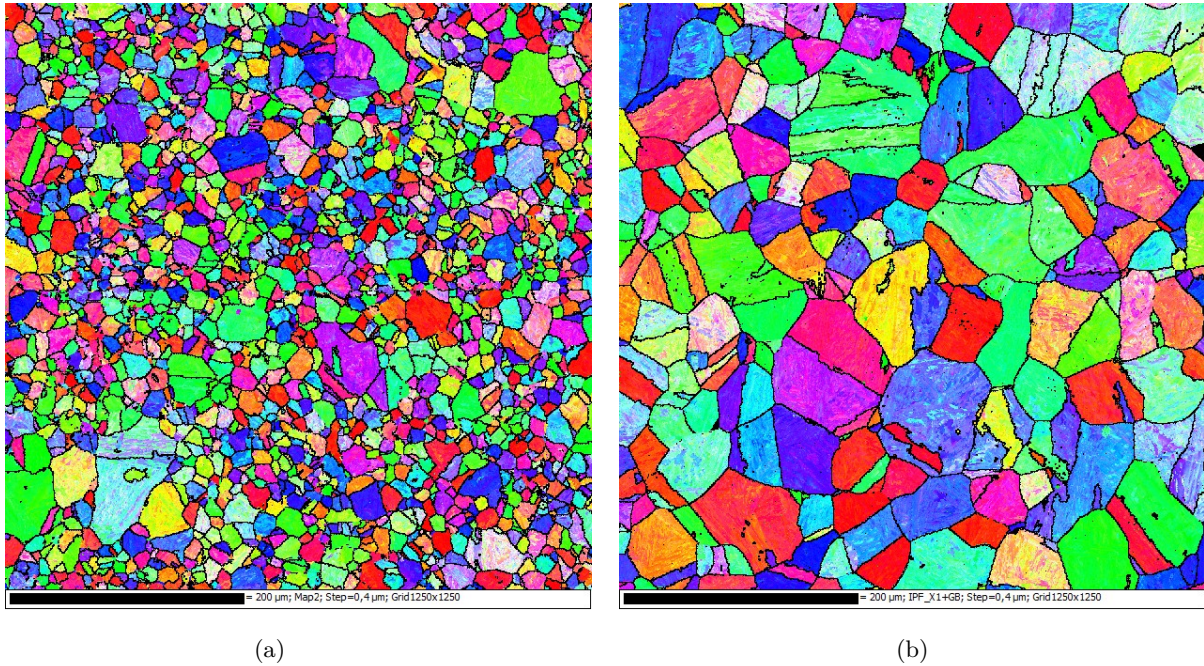
Abb. 4.13: Rekonstruierte Maps des Ti-Stahls mit stark ausgeprägtem abnormalem Wachstum einzelner Körner (a) $T_a=1000$ °C, $t_a=3600$ s und (b) $T_a=1200$ °C, $t_a=3600$ s.

Vergleich sind in Abbildung 4.14 außerdem zwei rekonstruierte Maps mit normalem Kornwachstum für die niedrigste und die höchste Austenitisierungstemperatur jeweils für eine Austenitisierungszeit von 10 Minuten dargestellt. Für die geringere Austenitisierungstemperatur von 1000 °C ist dabei schon eine Tendenz zum abnormalem Kornwachstum erkennbar (a). Die erwarteten Korngrößenunterschiede zwischen 1000 °C und 1200 °C sind durch den Vergleich beider Maps deutlich erkennbar und spiegeln sich ebenfalls in der Auswertung des mittleren Korndurchmessers wieder.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass aufgrund der Kornwachstumsexperimente dieser Arbeit der Einfluss der Prozessparameter und der Legierungszusammensetzungen insbesondere des MLE-Gehalts deutlich gezeigt werden konnte. Eine detaillierte Untersuchung der Bedingungen unter welchen es zu abnormalem Kornwachstum kommt können zukünftig sinnvoll sein, um das Kornwachstumsverhalten insbesondere des Ti-Stahls und in Abhängigkeit des Ausscheidungs Zustandes vollständig zu verstehen und zu erfassen.

4.2.3 Vergleich der experimentellen Ergebnisse des Kornwachstums mit Modellen der Literatur

Zur Validierung der experimentell bestimmten Zusammenhänge werden im Folgenden die Ergebnisse des CMn- und des Ti-Stahls mit zwei Modellen der Literatur verglichen. Zunächst zeigt sich im Vergleich der zeitabhängigen Kornwachstumskinetik des CMn-Stahls (Abbildung 4.15 (a)) mit den beiden Modellen von Sellars/Whiteman [SELLARS und WHITEMAN, 1979] und Hodgson [HODGSON und GIBBS, 1992], dass das Model von Sellars/Whiteman die experimen-

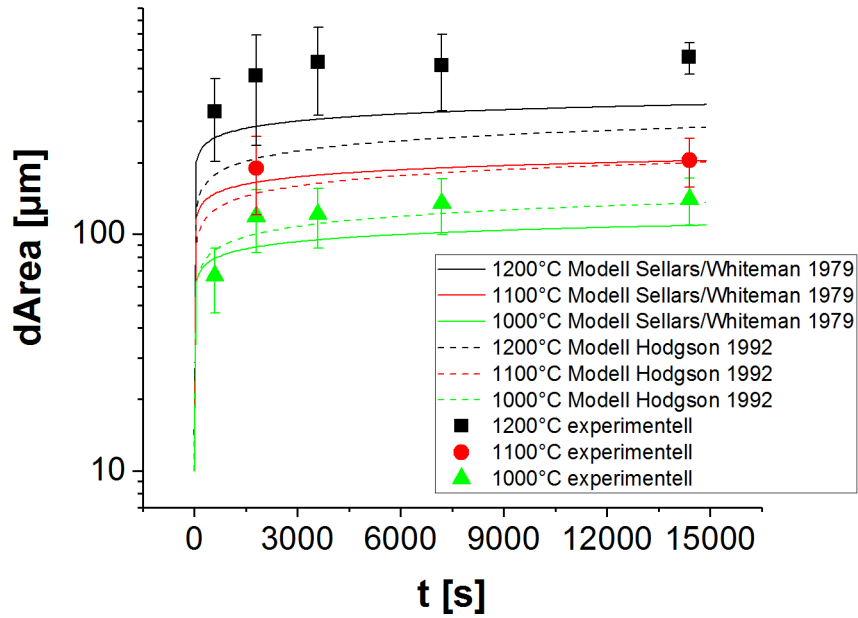


(a)

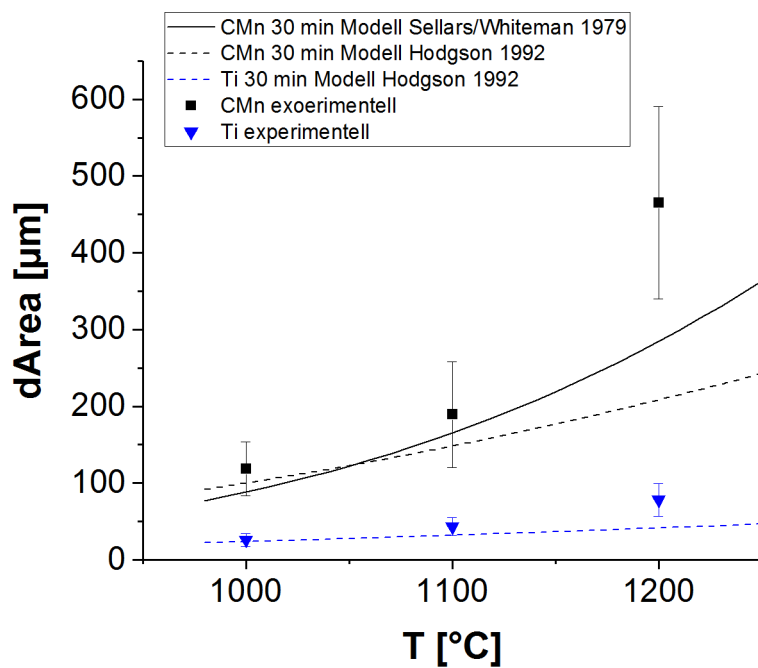
(b)

Abb. 4.14: Rekonstruierte Maps des Ti-Stahls mit normalem Wachstum (a) $T_a=1000$ °C, $t_a=600$ s und (b) $T_a=1200$ °C, $t_a=600$ s.

tellen Ergebnisse deutlich besser vorhersagt als das andere Modell. Dieses Modell wurde speziell für niedrig-kohlenstofflegierte Manganstähle entwickelt. Das Modell von Hodgson kann allerdings durch die Veränderung mancher Formelparameter auch für mikrolegierte Stähle verwendet werden. Die verwendete Formel gilt zudem genauso auch für Vanadium-mikrolegierte Stähle. Dies erklärt die großen Unterschiede zwischen beiden Modellen und die Tatsache, dass das Modell von Sellars/Whiteman deutlich besser zu den experimentellen Daten dieser Arbeit passt. Betrachtet man nun die temperaturabhängige Kornwachstumskinetik (Abbildung 4.15 (b)) zeigt sich für den CMn-Stahl ebenfalls wieder, dass das Modell von Sellars/Whiteman besser zu den experimentell bestimmten Abhängigkeiten dieser Arbeit passt und das Modell von Hodgson vor allem bei größeren Temperaturen deutlich abweicht. Die temperaturabhängige Kornwachstumskinetik des Ti-Stahls kann durch die in [HODGSON und GIBBS, 1992] angegebenen Formeln des Modells entsprechend der experimentellen Ergebnisse berechnet werden. Die Abweichungen zwischen experimentellen und berechneten Werten liegen für den Ti-Stahl im Bereich der Standardabweichung der experimentellen Daten. Es kann also festgehalten werden, dass der Einfluss der Mikrolegierung mit Titan durch das Modell von Hodgson sehr gut beschrieben werden kann und sich für die Beschreibung des Kornwachstums des CMn-Stahl das andere Modell besser eignet. Der Nachteil beider Modelle besteht darin, dass sie rein empirische Modelle sind, welche durch die Anpassung der Modellparameter an den jeweiligen Stahl angepasst werden und keine physikalisch basierten Mechanismen der Korngrößenentwicklung beinhalten.



(a)



(b)

Abb. 4.15: Vergleich der experimentellen Kornwachstumsergebnisse mit Modellen der Literatur: (a) zeitabhängige Kornwachstumskinetik des CMn-Stahls, (b) temperaturabhängige Kornwachstumskinetik des CMn- und des Ti-Stahls [SELLARS und WHITEMAN, 1979, HODGSON und GIBBS, 1992].

4.2.4 Partikelanalysen

Im Folgenden werden die Ergebnisse der automatischen Partikelanalyse an Kohlenstoffreplika beispielhaft für drei Austenitisierungszustände des Nb-mikrolegierten Stahls verglichen und in Bezug zu den Ergebnissen der Kornwachstumsexperimente gesetzt.

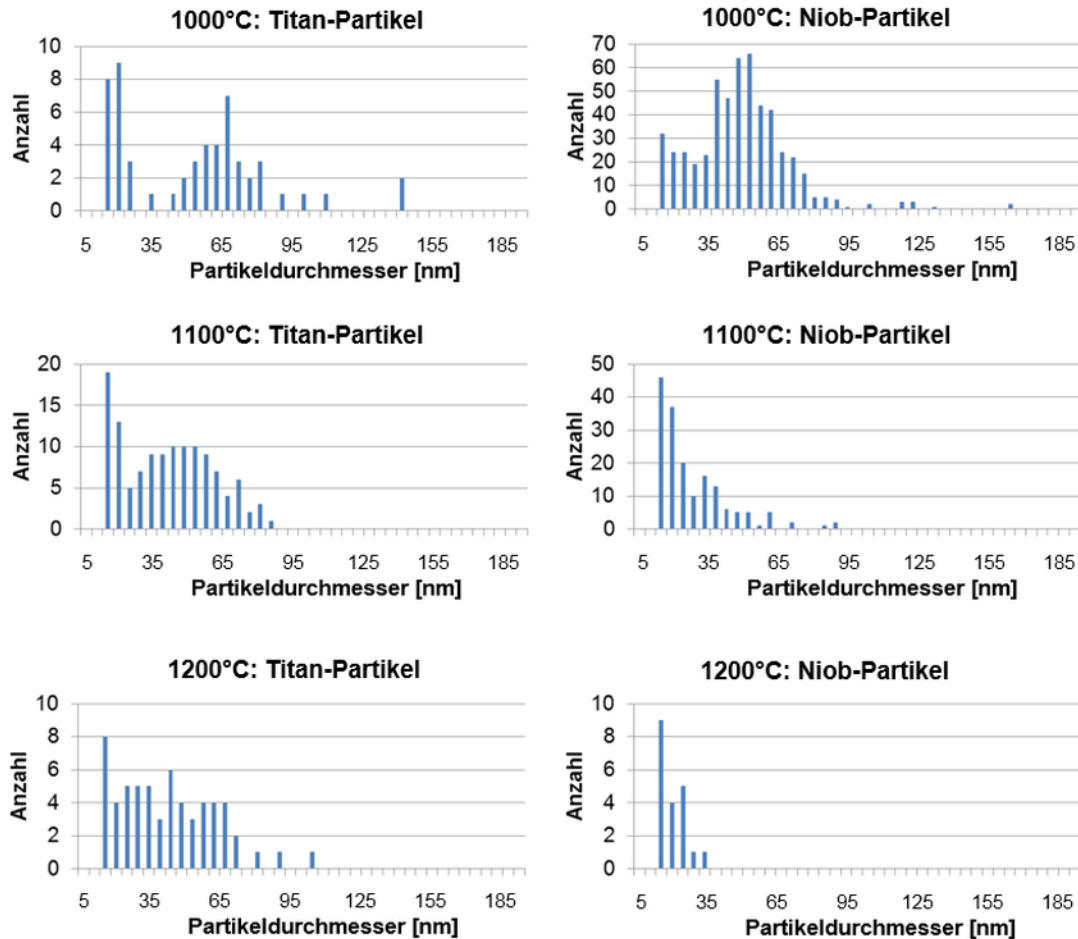


Abb. 4.16: Häufigkeitsverteilungen der mit automatischer Partikelanalyse gemessenen Titan- und Niob-Ausscheidungen des Nb-Stahls für verschiedene Austenitisierungstemperaturen bei 30 Minuten Austenitisierungszeit [ROTH, 2016].

Abbildung 4.16 zeigt jeweils die gemessene Partikelgrößenverteilung für Titan- und Niob-Partikel in Abhängigkeit der Wärmebehandlungstemperatur der untersuchten Proben des Niob-Stahls aus der im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Masterarbeit von Thomas Roth [ROTH, 2016]. Das Kriterium für die Unterscheidung der zwei Partikelklassen wird durch die Definition eines minimalen Konzentrationswertes von Niob oder Titan realisiert, welcher für eine Zuteilung eines Partikels zu der jeweiligen Klasse überschritten werden muss. Durch das aufsteigende Auftragen der gemessenen Elementkonzentrationen über die Teilchenzahl kann das Rauschen von der tatsächlichen Messung einer Ausscheidungen durch die Definition eines Schwellwerts getrennt werden. Der durch diese Auftragung deutlich erkennbare Wechsel in der

Steigung der Konzentration wird als Schwellwert definiert.

Während sich die Verteilung der Titan-Ausscheidungen durch eine Erhöhung der Austenitisierungstemperatur nur geringfügig verändert, reduzieren sich Partikelanzahl und die gemessenen Partikeldurchmesser der Niob-Partikel durch die Erhöhung der Austenitisierungstemperatur deutlich. Diese Reduktion des Partikeldurchmessers der Niob-Partikel zeigt sich auch in der Betrachtung des Mittelwertes beziehungsweise Medians der Partikelgröße für die verschiedenen Austenitisierungstemperaturen (Abbildung 4.17). Der Radius der Titan-Partikel nimmt im Mittel dagegen nur wenig und bei einer Erhöhung von 1100 °C auf 1200 °C nicht mehr ab. Grund für die Abnahme des Durchmessers von Niob-Partikeln und den relativ gleichbleibenden Durchmesser der Titan-Partikel sind die, in der Theorie erläuterten Unterschiede in der Löslichkeit der Ausscheidungen (Abbildung 2.7). Vor allem Titan-Nitride weisen eine sehr niedrige Löslichkeit im Stahl auf, weshalb sie auch bei einer Erhöhung der Austenitisierungstemperatur nicht gelöst werden, sondern weiterhin als stabile Ausscheidungen vorliegen. Die Reduktion des Durchmessers bei einer Erhöhung von 1000 °C auf 1100 °C resultiert dabei aus der Auflösung von, an die Titan-Ausscheidungen angelagerten Niob-Ausscheidungen. Die Löslichkeit der Niob-Ausscheidungen und dabei vor allem der Niob-Karbide ist dagegen schon bei geringen Austenitisierungstemperaturen deutlich höher. Dies begründet die kontinuierliche Abnahme des mittleren Partikeldurchmessers bei einer Erhöhung der Austenitisierungstemperatur ebenso wie die deutliche Abnahme der gemessenen Partikelanzahl. Diese bleibt im Vergleich dazu bei den gemessenen Titan-Partikeln relativ konstant.

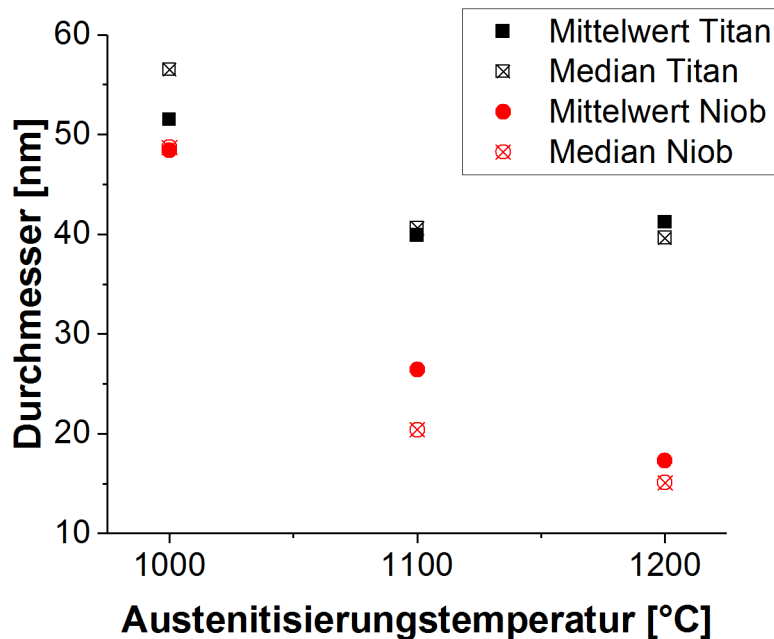


Abb. 4.17: Entwicklung von Mittelwert und Median der Ausscheidungsklassen im Nb-Stahl abhängig von der Austenitisierungstemperatur [ROTH, 2016].

Setzt man die Ergebnisse dieser Partikelanalysen in Bezug zu den Ergebnissen der Kornwachs-

tumsexperimente (Abbildung 4.11) stellt man fest, dass die mittlere Korngröße des Niob-Stahls bei einer Erhöhung der Austenitisierungstemperatur und damit der Abnahme der Anzahl der Niob-Partikel und des Partikeldurchmessers von $68,4 \mu\text{m}$ auf $211,2 \mu\text{m}$ deutlich zunimmt. Die wenigen Titan-Ausscheidungen aufgrund des geringen Titan-Gehalts reichen demnach nicht aus, um die Korngrenzen zu pinnen und somit das Kornwachstum gezielt zu unterbinden. Vergleicht man die Ergebnisse der automatischen Partikelanalyse des Niob-Stahls mit denen des Titan-Stahls aus der Arbeit von Thomas Roth [ROTH, 2016], so wird deutlich, dass das Kornwachstum des Titan-Stahls aufgrund von deutlich mehr Titan-Ausscheidungen (zwischen 400 - 800 Ausscheidungen pro Messung je nach Austenitisierungszustand) gehemmt wird und somit die resultierende mittlere Korngröße bei $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ Austenitisierungstemperatur mit $78,2 \mu\text{m}$ deutlich weniger zugenommen hat.

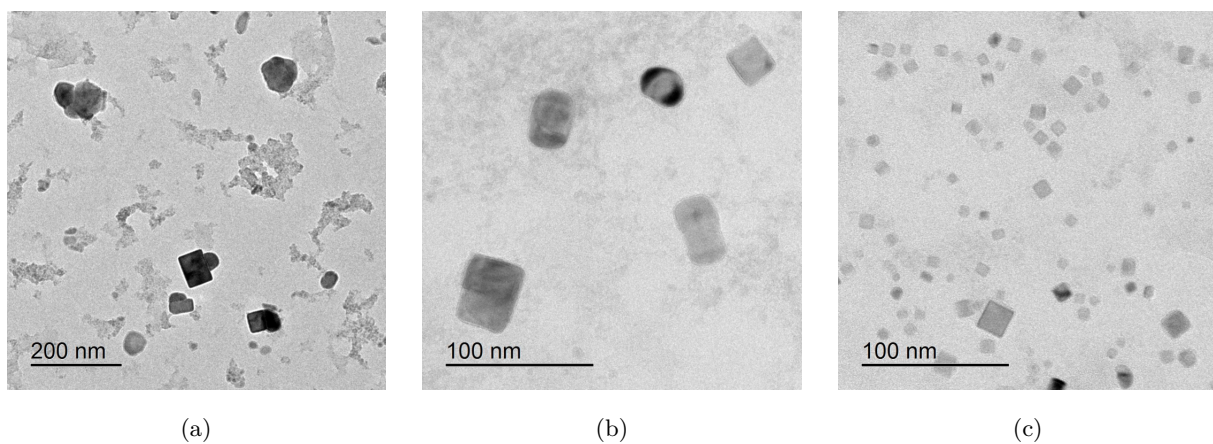


Abb. 4.18: TEM-Aufnahmen extrahierter Stahl-Ausscheidungen:
(a) NbTi-Ausscheidung, (b) Nb-Ausscheidung, (c) Ti-Ausscheidung. ⁶

Neben der automatischen Partikelanalyse wurden auch Messungen durch Transmissionselektronenmikroskopie (kurz: TEM) zur Bestimmung von Größenverteilungen von durch Matrixauflösung chemisch extrahierter Partikel durchgeführt⁷. Dabei wurden zunächst Bilder der extrahierten Partikel im TEM aufgenommen und anschließend die Größenverteilung durch Ausmessen der Durchmesser bzw. Kantenlängen der Partikel bestimmt. Abbildung 4.18 zeigt drei Beispiele dieser TEM-Aufnahmen für zusammengesetzte Partikel aus Titan-reichem Kern und angelagerten Niob-reichen Ausscheidungen (a), Niob-Partikeln (b) und den typisch quadratischen Titan-Ausscheidungen (c).

In Abbildung 4.19 werden nun die Ergebnisse der TEM-Messung mit den Ergebnissen zweier kolloidaler Methoden verglichen, bei denen die extrahierten Partikel in großer Anzahl in Lösung analysiert werden. Die Methoden der analytischen Ultrazentrifugation (AUZ) und der Feld-Fluss-Fraktionierung (FFF) sind in [ANDERSON et al., 1977] bzw. [GIDDINGS, 1993] detailliert erläutert. Für den Ti-Stahl (a) ergibt sich demnach für alle drei Methoden eine vergleichbare,

⁶Bilder aus der Kooperation mit dem INM Saarbrücken von Andreas Hegetschweiler [HEGETSCHWEILER, 2018].

⁷Daten aus der Kooperation mit dem INM Saarbrücken von Andreas Hegetschweiler [HEGETSCHWEILER, 2018].

monomodale Partikelgrößenverteilung und für den Nb-Stahl (b) eine bimodale Verteilung durch die kolloidalen Methoden. Während für den Ti-Stahl auch die Verteilung der händisch ausgemessenen Partikel der TEM Untersuchungen mit den anderen Verteilungen übereinstimmt, scheint der Anteil kleinerer Partikel unter 20 nm bei dem Niob-Stahl im TEM nicht detektiert worden zu sein. Der Nachteil der kolloidalen Methoden ist, dass keine Klasseneinteilung der Partikel aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung erfolgt und somit nur eine Größenverteilung aller Partikel erstellt werden kann. Im direkten Vergleich der Ergebnisse der automatischen Partikelanalyse und der kolloidalen bzw. TEM-Methode ergeben sich aber lediglich geringfügige Unterschiede in der Partikelgrößenverteilung [HEGETSCHWEILER, 2018].

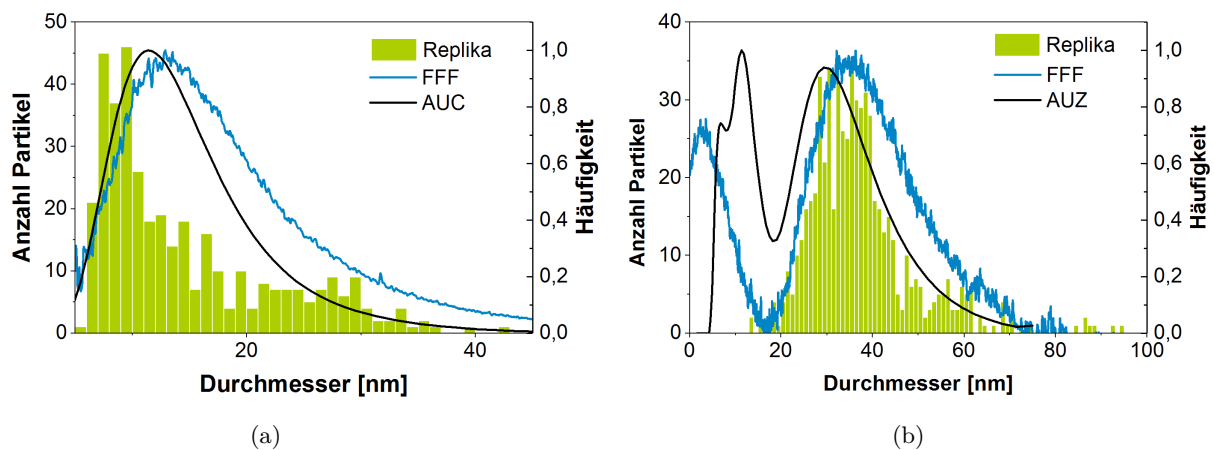


Abb. 4.19: Vergleich der Größenverteilung der Ausscheidungen im Ti-Stahl (a) und Nb-Stahl (b): automatische Partikelanalyse an Kohlenstoff-Replika vs. Analyse von Suspensionen von aus dem Stahl durch Matrixauflösung extrahierter Ausscheidungen mittels Feld-Fluss-Fraktionierung und analytischer Ultrazentrifuge.⁸

4.2.5 MatCalc Simulationen

Ziel der Simulationen des Kornwachstums mittels MatCalc (Version 6.00) ist die Trennung der Einflüsse auf das experimentelle Kornwachstumsverhalten der getesteten Stähle. Außerdem soll es durch die Festlegung eines einzelnen Parametersatzes für alle vier Stahlsorten möglich sein, zukünftig statt mit Hilfe vieler Experimente das Kornwachstumsverhalten auch für andere Zusammensetzungen durch Simulationen vorherzusagen.

Die Anpassung der Simulationsparameter an die experimentellen Ergebnisse und die Entwicklung eines, für alle vier Stähle geltenden universellen Parametersatzes wurde wie folgt durchgeführt:

- Grundlegende Bestimmung der Pre-Mobilitätsfaktoren durch Anpassung der Simulation des CMn-Stahls an die experimentellen Werte. Durch die Simulation des CMn-Stahls können die Einflüsse durch pinnende Ausscheidungen und den Solute-Drag Effekt auf das Kornwachstum ausgeschlossen werden.

⁸Daten aus der Kooperation mit dem INM Saarbrücken von Andreas Hegetschweiler [HEGETSCHWEILER, 2018].

- Anpassung der resultierenden Simulation an die experimentellen Werte des Nb-Stahls unter Berücksichtigung des Solute-Drag Effekts und Vernachlässigung des Pinnings von Ausscheidungen.
- Zusätzliche Berücksichtigung des Pinning-Effekts von TiN-Ausscheidungen durch Simulation des NbTi-Stahls.
- Verifikation des Pinning-Effekts anhand der Simulation des Ti-Stahls.
- Verifikation des resultierenden Parametersatzes inklusive Pinning und Solute-Drag Effekt anhand der erneuten Simulation des CMn-Stahls, bei der keine großen Unterschiede trotz Berücksichtigung der zusätzlichen Effekte im Vergleich zur ersten angepassten Simulation zu erwarten sein sollten.

Grundlage aller Simulationen ist die Auswahl der richtigen Datenbanken und die Definition der wichtigen chemischen Elemente der Zusammensetzung sowie der aus diesen Elementen möglichen entstehenden Phasen. Für die Berechnungen für Stahlzusammensetzungen wird die thermodynamische Datenbank "*ME - Fe1.1.tdb*" sowie die Diffusionsdatenbank "*ME - Fe1.1.ddb*" verwendet. Von der gesamten Zusammensetzung der Stähle werden nur die Elemente Al, C, Fe, Mn, N, Nb, Si, Ti und Va (Leerstellen) in der Simulation betrachtet. Die kubische Phasen BCC_A2, FCC_A1, die Schmelzphase Liquid und die Ausscheidungsphase AlN können anschließend vordefiniert werden. Für alle Elemente wird dann im Folgenden die chemische Zusammensetzung in gew-% entsprechend der wahren chemischen Analysen der Stähle definiert.

Neben den bereits definierten Phasen werden dann die Phasen der Ausscheidungen TiN und NbC als sogenannte composition sets aus der FCC_A1-Phase definiert. Während die FCC_A1-Phase alle vordefinierten chemischen Elemente enthält, werden in den beiden composition sets nun nur die relevanten Elemente Ti und N bzw. Nb und C eingeschlossen. Aus den beiden composition sets und der AlN Phase werden dann die Ausscheidungen (MatCalc: "precipitate") TiN_P0, NbC_P0 und AlN_P0 erstellt. Für diese Ausscheidungsphasen werden folgende Einstellungen vorgenommen:

- Klassenanzahl: default-Wert 25. In der, in dieser Arbeit verwendeten Version von MatCalc ist es nicht möglich, experimentelle Daten und Verteilungen der Ausscheidungen vorzugeben bzw. einzulesen. Somit ist nur die Definition der Klassenanzahl in diesem Falle möglich. Eine Erhöhung der Klassenanzahl resultiert in einer deutlichen Erhöhung der Rechenzeit, weshalb in diesem Fall der initiale default-Wert von 25 Klassen übernommen wurde.
- Diffuse Grenzflächen-Effekte ("diffuse interface effects") werden durch die Definition einer kritischen Lösungstemperatur ("regular solution T_crit") für jede Ausscheidungsklasse berücksichtigt.
- Als Keimbildungsstellen der Ausscheidungen ("nucleation sites") werden Versetzungen angegeben. Außerdem wird die Bedingung angegeben, dass sich die jeweiligen Ausscheidungen nur aus den vordefinierten Hauptbestandteilen ("major constituents") bilden dürfen. Ansonsten würden im Falle des Auftretens von TiN und NbC die Niob-Ausscheidungen

aufgelöst und es lediglich zur Bildung des Wachstums von Ausscheidungen mit dem Hauptanteil Titan kommen.

- Der Volumen-Misfit zwischen den Ausscheidungen und der Matrix wird für NbC und TiN als 0,11 und für AlN als 0,27 aus Gründen der Vollständigkeit definiert. Die Misfit-Spannungen sollen während der Verformung allerdings ignoriert werden und müssen daher nicht unbedingt definiert werden. Wird kein Volumen-Misfit definiert, so ist keine merkliche Veränderung des Kornwachstumsverhaltens erkennbar.
- Der Pinning-Faktor für TiN beträgt entsprechend [RADIS, 2010] 4,8 und für NbC 5,64. Für AlN wird der Pinning-Faktor bei dem default-Wert 1 belassen. Eine Veränderung oder ein Belassen der Werte auf dem default-Wert von 1 reduziert die pinnende Wirkung der Ausscheidungen deutlich, wodurch das Kornwachstum ebenfalls deutlich beeinflusst wird. Der resultierende Korndurchmesser der Simulation ist in diesem Fall um ein vielfaches größer.

Neben den verschiedenen Phasen werden auch die Ausscheidungsgebiete ("precipitation domains") Ferrit und Austenit durch die Zuordnung der Phasen BCC_A2 bzw. FCC_A1 definiert. Da für die Simulationen nur die Mikrostrukturentwicklung im Austenitgebiet von Interesse ist, wird für das Ferritgebiet lediglich die Ausgangskorngröße von 10 μm definiert und für alle anderen Einstellungen die default-Werte übernommen. Für den Austenit werden folgende weitere Einstellungen für die Simulation der Brammenerwärmung vorgenommen:

- Die Entwicklung der Austenitkorngröße wird im multi class Modell berechnet. Für die Ausgangskorngrößenverteilung werden mit 50 Klassen eine Log-Normal-Verteilung mit dem Minimum von 1 μm , dem Mittelwert 10 μm , dem Maximum 40 μm und der Standardabweichung 0,5 des Kornradius generiert. Bei einer Erhöhung der Klassenanzahl um den Faktor 2, muss mit einer Erhöhung der Berechnungszeit um den Faktor 3 gerechnet werden (von 30 min auf 90 min pro Rechnung im Fall der Erhöhung von 50 auf 100 Klassen). Das Berechnungsergebnis ist jedoch das selbe. Lediglich resultiert eine Erhöhung der Klassenanzahl in einer Glättung der Kurve. Die Anzahl der Klassen sollte jedoch aus statistischen Gründen nicht geringer als 25 sein.
- Der initiale mittlere Korndurchmesser beträgt 20 μm . Eine Variation des initialen mittleren Korndurchmessers im Bereich von 5-40 μm zeigte keinen Einfluss auf die resultierende Korngröße durch die Wärmebehandlung der Brammenerwärmungsphase.
- Der E-Modul der Phase wird temperaturabhängig definiert zu $(210000 - 75 * T\text{\$C}) * 1e6$ ($T\text{\$C}$ = aktueller Temperaturwert der Wärmebehandlung). Dieser Wert wird für die Brammenerwärmungsphase ebenfalls nur der Vollständigkeit halber definiert. Er spielt erst bei den späteren Simulationen, welche eine Umformung beinhalten eine Rolle.
- Die Faktoren, welche das Kornwachstumsverhalten bestimmen, werden wie folgt eingestellt: $k_d = 2$, $k_r = 1,5$. Beide Faktoren sind reine Fit-Faktoren mit einem deutlichen Einfluss auf die resultierende mittlere Korngröße. Verdoppelt man beispielsweise den Faktor der treibenden Kräfte k_d , so ist mit einem deutlich stärkeren Kornwachstum zu rechnen.

Entsprechend der Gleichung 3.6.5 wird durch die beiden Vorfaktoren der gesamte Anteil der jeweils treibenden bzw. rücktreibenden Kraft beeinflusst. Eine Verdopplung der Werte resultiert also auch in einer Verdopplung der treibenden bzw. rücktreibenden Kraft. Aufgrund dieses starken Einflusses und der fehlenden physikalischen Bedeutung dieser Parameter, wurden ihre Werte bei ihren default-Werten belassen.

- Für die Entwicklung der Substruktur und Subkörner wird für den Brammenerwärmungsprozess kein Modell angenommen.
- Um den Solute-Drag Effekt zu berücksichtigen, wird die Grenzflächenenergie ("interfacial energy") für Niob auf 17000 J/mol und für Titan auf 10000 J/mol festgelegt. Außerdem wird der Faktor "CB diff factor" für Niob auf 0,005 eingestellt. Die Grenzflächenenergien basieren auf den empirisch bestimmten Werten von Andrade et al. [ANDRADE et al., 1983] und den in [BUKEN et al., 2017] bereits für Simulationen mit MatCalc verwendeten Werten. Verändert man diese Werte oder fügt gar Werte $\neq 0$ für andere Elemente ein, so wird das Kornwachstum deutlich beeinflusst und in diesem Fall dadurch gehemmt werden. Daher werden in den Simulationen im Rahmen dieser Arbeit lediglich die experimentell bestimmten Werte der Literatur verwendet und diese nicht verändert.
- Die Korngrenzenenergie wird temperaturabhängig definiert durch $(1,3111 - 0,0005 \cdot T)$ und die Subkorngrenzenenergie durch $0,5 \cdot (1,3111 - 0,0005 \cdot T)$. Diese Definition wird aus der wissenschaftlichen Arbeit von Buken et al. [BUKEN et al., 2017] übernommen.
- Der intrinsische Pre-Mobilitätsfaktor der Großwinkelkorngrenzen und gepinnter Korngrenzen wird definiert als 0,005 und ist damit deutlich geringer als der in MatCalc angegebene default-Wert. Lediglich durch diesen Parameter ist es möglich, das grundlegende Wachstumsverhalten des CMn-Stahls auf das richtige Niveau zu bringen. Betrachtet man erneut die Gleichung 3.6.5, so ist der intrinsische Pre-Mobilitätsfaktor der Großwinkelkorngrenzen in diesem Falle wiederum nichts anderes, als ein Fit-Faktor zum Skalieren des gesamten Kornwachstumsverhaltens.

Um die Simulation durchführen zu können, muss zunächst noch die thermomechanische Behandlung aufgesetzt werden. Diese besteht für den Prozess der Brammenerwärmung aus den folgenden Schritten:

- Aufheizphase aus dem Ferritgebiet von Raumtemperatur 25 °C bis 800 °C mit der Aufheizrate 5 °C/s.
- Wechsel vom Ferrit- in das Austenitgebiet ab 800 °C und weiteres Aufheizen von 800 °C auf die jeweilige Austenitisierungstemperatur (1000 °C, 1100 °C und 1200 °C).
- Halten auf Austenitisierungstemperatur im Austenitgebiet für eine Zeit von 14400 s.

Abbildung 4.20 zeigt die Ergebnisse der Berechnungen für alle vier Stähle nach der Anpassung der Simulationen und unter Verwendung des finalen universellen Parametersatzes im Vergleich zu den experimentell bestimmten Datenpunkten. Betrachtet man die Anpassungen für den CMn-Stahl (a), den Nb-Stahl (b) und den NbTi-Stahl (c) für alle kurzen Zeiten, so stimmen diese

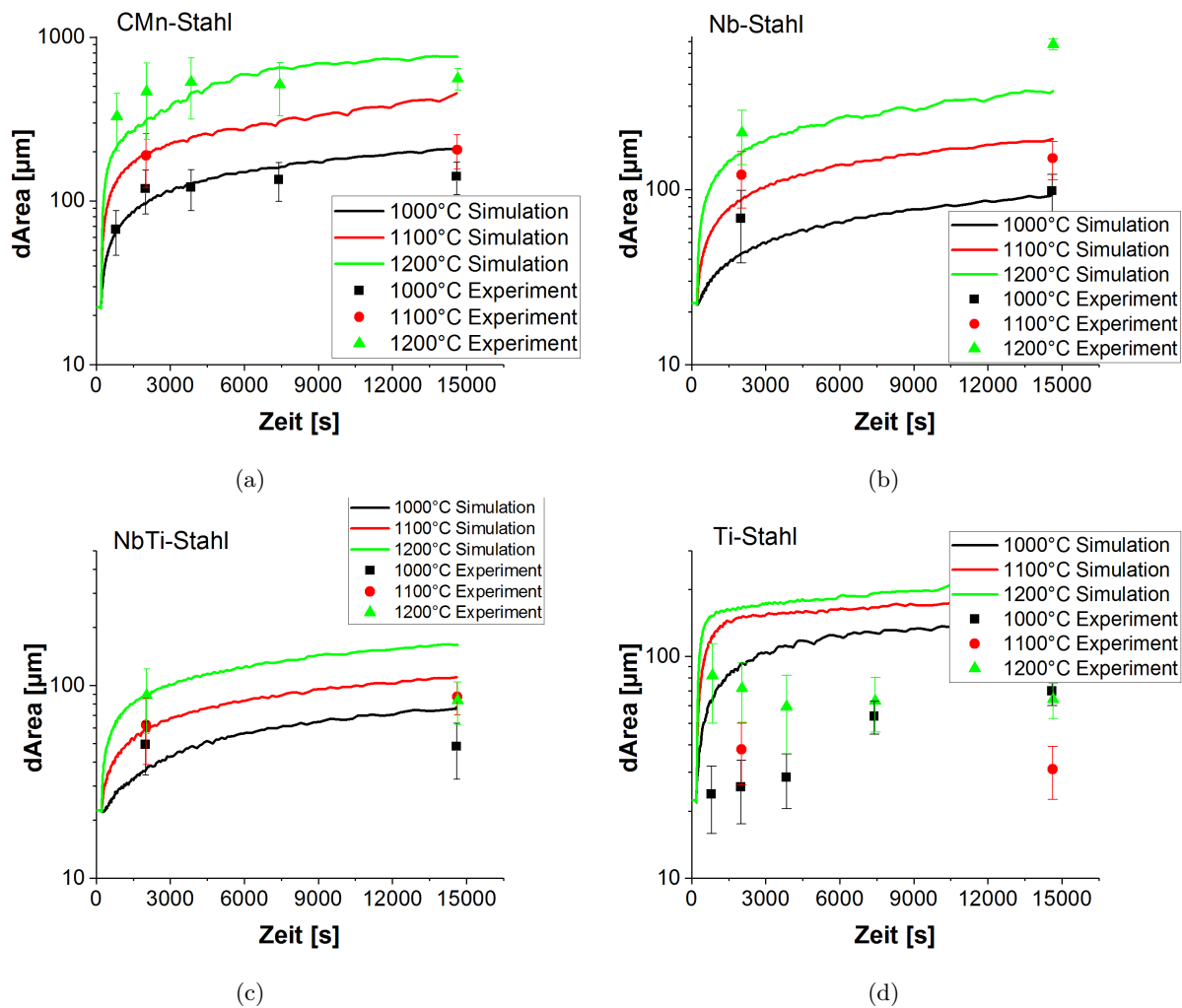


Abb. 4.20: Vergleich experimentell bestimmter und simulierter Entwicklung der Austenitkorngröße aller Stahlsorten abhängig von der Austenitisierungsdauer für unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen.

sehr gut mit den experimentellen Werten überein. Die resultierenden Kurven liegen alle im Bereich der Standardabweichungen der experimentellen Daten. Nur für lange Zeiten von 14400 s zeigt sich die Tendenz, dass die experimentellen Werte durch die Simulation oftmals überschritten werden. Dies kann sowohl an der Simulation, als auch an der mangelnden Statistik der Kornwachstumsexperimente vor allem bei hohen Temperaturen und langen Zeiten liegen. Dabei werden trotz einer Vergrößerung der untersuchten Fläche des EBSD-Scans und der Rekonstruktion deutlich weniger Körner detektiert und rekonstruiert.

Das experimentelle Kornwachstumsverhalten des Titan-Stahls wurde in Kapitel 4.2.2 bereits diskutiert. Die Simulationen zeigen im Gegensatz zu den Experimenten den erwarteten Verlauf in Abhängigkeit der Prozessparameter (d), wobei die mittlere Korngröße teilweise deutlich überschritten wird. Diese Abweichung liegt im Bereich der Abweichungen der anderen Berechnungen im Vergleich zu den Simulationen und wirkt aufgrund der kleineren Größenskala deutlich größer. Trotzdem kann zukünftig eine weitere Anpassung der Parameter in MatCalc, welche das pinnende Verhalten der TiN beschreiben als sinnvoll angesehen werden. Eine Erhöhung des bis-

her verwendeten Wertes für den Pinning-Faktor der TiN von 4,8 aus [RADIS, 2010] sollte dafür sorgen, dass das Kornwachstum bei Vorhandensein von TiN noch weiter reduziert wird, da der Anteil der pinnenden Kräfte nach Gleichung 3.6.5 dadurch zunimmt.

Zusammenfassend kann die Anpassung der Simulationsparameter an die experimentellen Werte des Kornwachstums als erfolgreich angesehen werden. Es hat sich als sinnvoll erwiesen, zunächst die Grundanpassung anhand des intrinsischen Pre-Mobilitätsfaktors vorzunehmen, um das Grundniveau des Kornwachstumsverhaltens der betrachteten Stähle zu simulieren. Werden alle anderen Parameter aber physikalisch sinnvoll eingestellt, so bleibt dies eine Anpassung, welche rein durch einen Fit-Parameter erfolgt und keinerlei physikalische Bedeutung in diesem Falle besitzt. Dies kann als größter Nachteil in der Simulation des Kornwachstumsverhaltens mittels MatCalc angesehen werden. Dennoch ist es nur durch diesen Fit-Parameter möglich mit diesem einen, daraus resultierenden Parametersatz das Kornwachstumsverhalten aller vier Stähle ohne eine Variation der Parameter zu berechnen, was letztendlich Ziel der Simulationen in dieser Arbeit war.

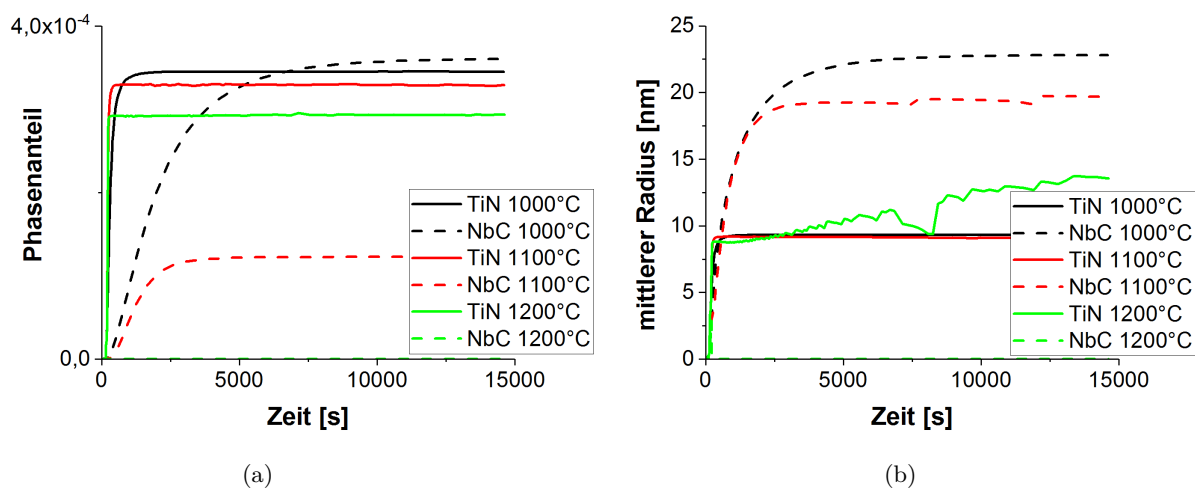


Abb. 4.21: Entwicklung des Phasenanteils (a) und des mittleren Partikelradius (b) von Niob-Karbiden und Titan-Nitriden im NbTi-mikrolegierten Stahl abhängig vom simulierten Temperatur-Zeit-Verlauf.

Neben der Betrachtung der bereits diskutierten Entwicklung der Mikrostruktur können aus den Simulationsergebnissen auch Rückschlüsse auf die Ausscheidungskinetik getroffen werden. Abbildung 4.21 zeigt die Entwicklung des Phasenanteils (a) sowie des mittleren Partikelradius (b) der beiden Ausscheidungsorten im NbTi-Stahl abhängig von der Austenitisierungszeit für verschiedene Austenitisierungstemperaturen. Der Phasenanteil beider Ausscheidungsorten unterscheidet sich dabei deutlich. Während der Phasenanteil der TiN für alle Wärmebehandlungen auf einem ähnlichen Niveau liegt, ist der Phasenanteil der NbC stark von der Austenitisierungstemperatur abhängig. Bei niedrigen Austenitisierungstemperaturen ist die Löslichkeit der NbC so gering, dass sich nahezu der gleiche Phasenanteil wie der der TiN bildet, wobei die Bildungsgeschwindigkeit trotzdem geringer ist als die der TiN. Wird die Temperatur der Wärmebehandlungssimulation auf 1100 °C erhöht, so ist der Phasenanteil der NbC durch die höhere Löslichkeit

bei der Temperatur deutlich reduziert und es dauert deutlich länger bis der maximale Phasenanteil erreicht wird. Bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200 °C bilden sich schließlich keine NbC mehr und Niob liegt nur noch gelöst in der austenitischen Matrix vor. Auch der mittlere Partikelradius der NbC reduziert sich bei einer Erhöhung der Austenitisierungstemperatur, bis schließlich keine NbC mehr vorhanden sind. Der Partikeldurchmesser der TiN dagegen ist dagegen für alle Temperaturen weitestgehend stabil. Lediglich bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200 °C beginnt der mittlere Partikelradius der TiN zu schwanken und im Mittel anzusteigen, auch wenn der Beginn des Plateaus mit dem Niveau der Kurven der anderen Temperaturen übereinstimmt. Bei diesen hohen Temperaturen kommt es zu Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung der TiN und diese werden je nach Zusammensetzung teilweise an- oder sogar aufgelöst, wohingegen die größeren, stabilen Ausscheidungen wachsen. Durch die geringe Anzahl der definierten Klassen spiegeln sich diese Schwankungen in der Auswertung des mittleren Partikelradius wieder. Die simulierten Zusammenhänge passen trotz unterschiedlicher Grundzusammensetzung auch zu den experimentell beobachteten Zusammenhängen des Nb-Stahls (Abbildung 4.16).

Abbildung 4.22 zeigt die entsprechenden Häufigkeitsverteilungen der beiden Ausscheidungsklassen für den Endzustand der verschiedenen Simulationen des NbTi-Stahls. Durch die Definition von lediglich 25 Größenklassen mit immer gleicher Breite ergeben sich im Vergleich zu den experimentellen Daten keine realistischen Verteilungsformen. Um die Veränderung der Verteilung abhängig von der Wärmebehandlung oder im Vergleich zu anderen Zusammensetzungen zu beschreiben, reichen die Daten jedoch aus. Die Korngrößenverteilungen spiegeln den ermittelten Wert des mittleren Partikelradius am Ende der Berechnungen wieder. So ist beispielsweise die Häufigkeitsverteilung der NbC bei 1100 °C im Vergleich zu der bei 1000 °C nach links verschoben, was zu dem niedrigeren mittleren Partikelradius aus Abbildung 4.21(b) passt. Der Unterschied zwischen dem mittleren Radius der TiN bei niedrigeren Austenitisierungstemperaturen im Vergleich zu dem Radius bei 1200 °C ist ebenfalls deutlich durch größere Partikelradien bei 1200 °C in der Häufigkeitsverteilung zu erkennen. Die Häufigkeitsverteilungen der anderen beiden Temperaturen sehen dagegen für die TiN fast identisch aus.

Für eine detailliertere Betrachtung der Entwicklung der Größenverteilung ist es sinnvoll, mindestens 50 oder mehr Klassen zu definieren, wodurch die Berechnungszeit der Simulation aber auch deutlich erhöht wird.

Für die Modellbildung eines physikalisch-basierten Modells, welches auf die Stähle von Dillinger angepasst wird, ist es neben der experimentell bestimmten Kornwachstumskinetik und der Partikelgrößen wichtig, die Bildungs- und Auflösungsbedingungen, wie Lösungstemperaturen und Bildungsgeschwindigkeiten der verschiedenen Ausscheidungsklassen zu kennen. Da eine genaue Bestimmung dieser Werte experimentell sehr aufwendig ist, soll dabei auch auf die Simulation mit MatCalc zurückgegriffen werden. In Kapitel 3.6.7 wurden die drei Temperaturen T_{max} , T_{min} und T_{lsg} definiert. Die T_{lsg} aus den Gleichgewichtsberechnungen von MatCalc überschreitet experimentell bestimmte Werte der Lösungstemperaturen meistens deutlich. T_{max} , die Temperatur mit deutlich kleineren Temperaturwerten und oberhalb der die Auflösung der Ausscheidungen

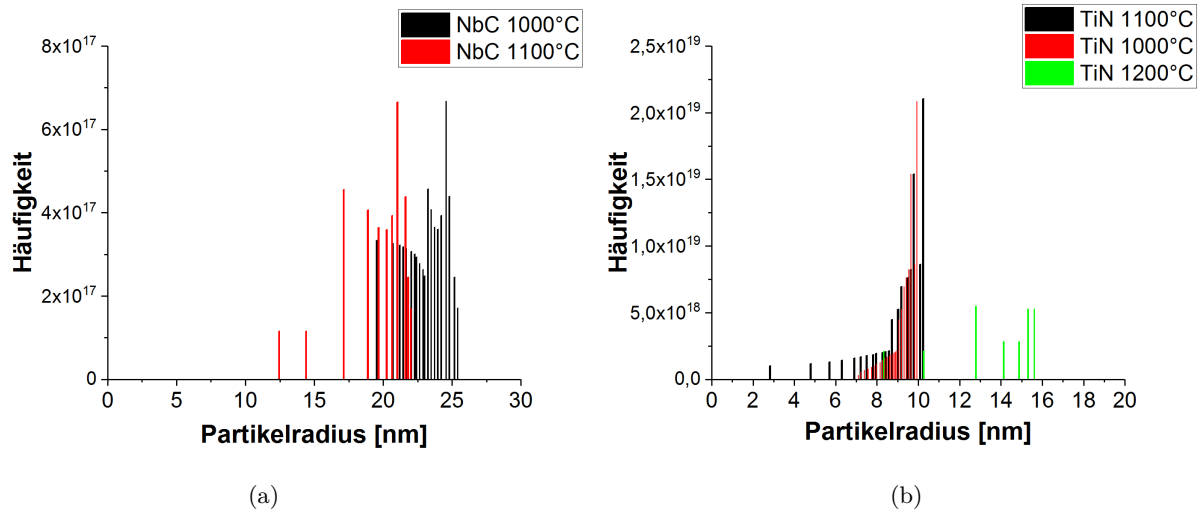


Abb. 4.22: Häufigkeitsverteilung des Partikelradius der Niob-Karbide (a) und Titan-Nitride (b) im NbTi-mikrolegierten Stahl für unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen.

beginnt, ergibt sich als sinnvollster Wert für die Modellbildung. Hält man eine Probe also bei nur geringfügig höheren Temperaturen für eine lange Zeit, werden sich irgendwann alle Ausscheidungen aufgelöst haben.

Die verschiedenen Lösungstemperaturen können in Abhängigkeit der Zusammensetzung der Stähle simuliert werden. Beispielhaft für die Ergebnisse dieser Simulationen ist eine Map der Lösungstemperatur T_{lsg} für TiN abhängig vom Stickstoff- und Titangehalt der Legierungszusammensetzung in Abbildung 4.23 (a) dargestellt. Anhand der Temperaturlinien ist zu erkennen, dass die Lösungstemperatur mit sinkendem Stickstoffgehalt und mit sinkendem Titangehalt ebenfalls absinkt. Die Ausscheidungen sind also umso temperaturstabiler, je höher der Gehalt beider Elemente. Der Vergleich der drei verschiedenen Lösungstemperaturen abhängig von der chemischen Zusammensetzung des Stahls ist ebenfalls in Abbildung 4.23 (b) gezeigt. Dabei ist zu sehen, dass die Lösungstemperatur T_{max} in jedem Fall unter den beiden anderen Temperaturen liegt. Aufgrund der Erkenntnisse dieser Simulationen ist die Temperatur T_{max} der sinnvollste auszuwertende Wert der Auflöungs- und Bildungskinetik der verschiedenen Ausscheidungsarten. T_{max} sollte daher in die zukünftige Bildung eines Mikrostrukturmodells mit einfließen, um dadurch den Zeitpunkt und die Geschwindigkeit der Ausscheidungsbildung und -auflösung mit zu berücksichtigen.

Neben der Bestimmung der Auflösungstemperatur abhängig von der chemischen Zusammensetzung wurden im Rahmen dieser Arbeit auch einige Simulationen zur Bestimmung der Bildungs- und Auflösungsgeschwindigkeit der verschiedenen Ausscheidungen für die vier Stahlkonzepte durchgeführt. Als Beispiel für die Auswertung der Zeitabhängigkeit des Partikelradius ist in Abbildung 4.24 der Verlauf der Bildungsgeschwindigkeit abhängig von der Temperatur der Wärmebehandlung für die TiN der Simulation des Ti-Stahls aufgetragen. Man erkennt an den negativen Werten der Bildungsgeschwindigkeit, dass die Ausscheidungen beginnen sich ab 1270 °C aufzulösen und dass die Auflösungsgeschwindigkeit mit zunehmender Temperatur ebenfalls

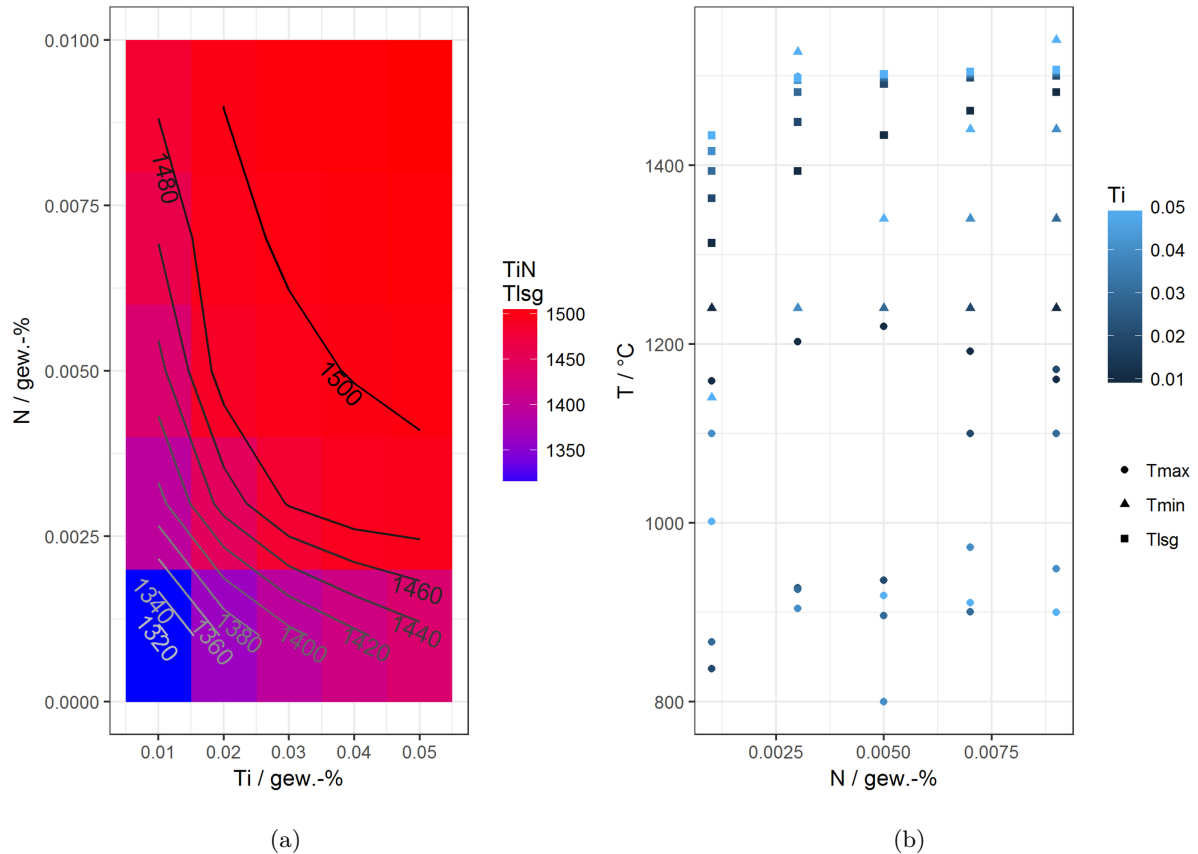


Abb. 4.23: (a) Abhängigkeit der T_{lsg} der Titan-Nitride von den hinzu legierten gew.-% Stickstoff und Titan, (b) Abhängigkeit der T_{max} , T_{min} und T_{lsg} der Titan-Nitride von den hinzu legierten gew.-% Stickstoff und Titan sowie der Austenitisierungstemperatur.

stark zunimmt. Das Maximum der Bildung bzw. des Wachstums der Ausscheidungen befindet sich bei 1130 °C.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Simulationen mit MatCalc als Möglichkeit der Datengenerierung für die eigene Modellbildung genutzt werden kann. Die Erstellung von Matrizen aus Parameterkombinationen, welche die Zusammensetzung des Stahls und unterschiedliche Wärmebehandlungsszenarien beinhalten werden als sinnvoll angesehen, um die Bildungskinetik der Ausscheidungen vollständig beschreiben zu können und die Erkenntnisse daraus in die eigene Modellbildung zu übernehmen. Des Weiteren kann der optimierte Parametersatz der Kornwachstumsberechnungen zukünftig genutzt werden, um weitere Wärmebehandlungen an anderen Legierungszusammensetzungen zu simulieren, statt jeweils Experimente durchführen zu müssen.

4.2.6 Modellbildung

Ein weiteres Ziel der Arbeit ist die modellhafte Zusammenfassung der experimentell und durch die Simulation bestimmten Zusammenhänge. Im Folgenden soll anhand der in Abbildung 4.25 dargestellten Zusammenhänge die grundlegende Funktionsweise des gebildeten Modells erläutert

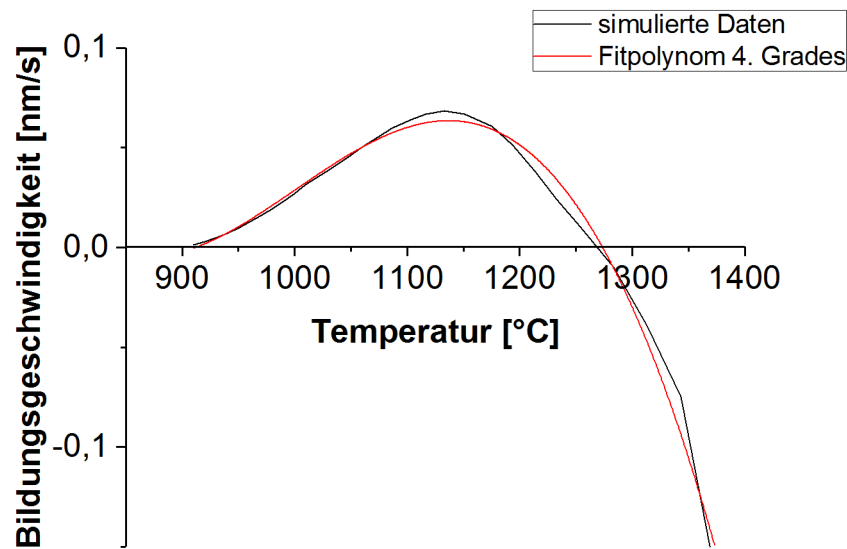


Abb. 4.24: Verlauf der simulierten Bildungsgeschwindigkeit der TiN-Ausscheidungen des Ti-Stahls.

werden.

Zunächst wird neben der chemischen Zusammensetzung des Stahls eine Ausgangskorngrößenverteilung mit einem definierten mittleren Korndurchmesser in Form einer Log-normal-Verteilung erzeugt. Aus diesen Körnern wird dann zufällig ein Korn ausgewählt, welches entsprechend der in der Theorie erläuterten Wachstumsgleichungen und abhängig von der definierten thermischen Behandlung wachsen soll. Unter Einhaltung der Volumenkonstanz muss demnach ein anderes, kleineres Korn um den gleichen Betrag schrumpfen. Diese Wachstums- und Schrumpfungsprozesse werden für andere Körner wiederholt. Der Kornwachstumsschritt wird iterativ so lange durchgeführt, bis das finale Zeitinkrement erreicht ist.

Neben den treibenden Kräften des Kornwachstums werden auch die rücktreibenden Kräfte bei der Entwicklung der Austenitkorngröße durch das Zener-Pinning, den Solute-Drag Effekt und die eigentliche Partikelkinetik berücksichtigt.

Abbildung 4.26 zeigt die Korngrößenverteilungen der experimentellen Daten (a) und der Daten aus der eigenen Modellbildung (b), welche aus der Wärmebehandlung von $T_a = 1000\text{ °C}$ für $t_a = 14400\text{ s}$ des CMn-Stahls resultieren. Bei den Graphen der eigenen Modellrechnungen stellt die blaue Kurve die definierte Ausgangskorngrößenverteilung dar. Die orangefarbene Kurve repräsentiert die Korngrößenverteilung nach Beendigung der Berechnung. Vergleicht man den Korngrößenbereich der experimentellen und berechneten Korngrößenverteilung, so liegt dieser in einem ähnlichen Bereich von ca. 0 - 250 μm . Die Korngrößenverteilung der Berechnung beginnt jedoch erst bei 100 μm und sieht von der Verteilungsform deutlich sinnvoller aus. Dies liegt daran, dass für die experimentelle Bestimmung nicht genügend Körner für eine ausreichend

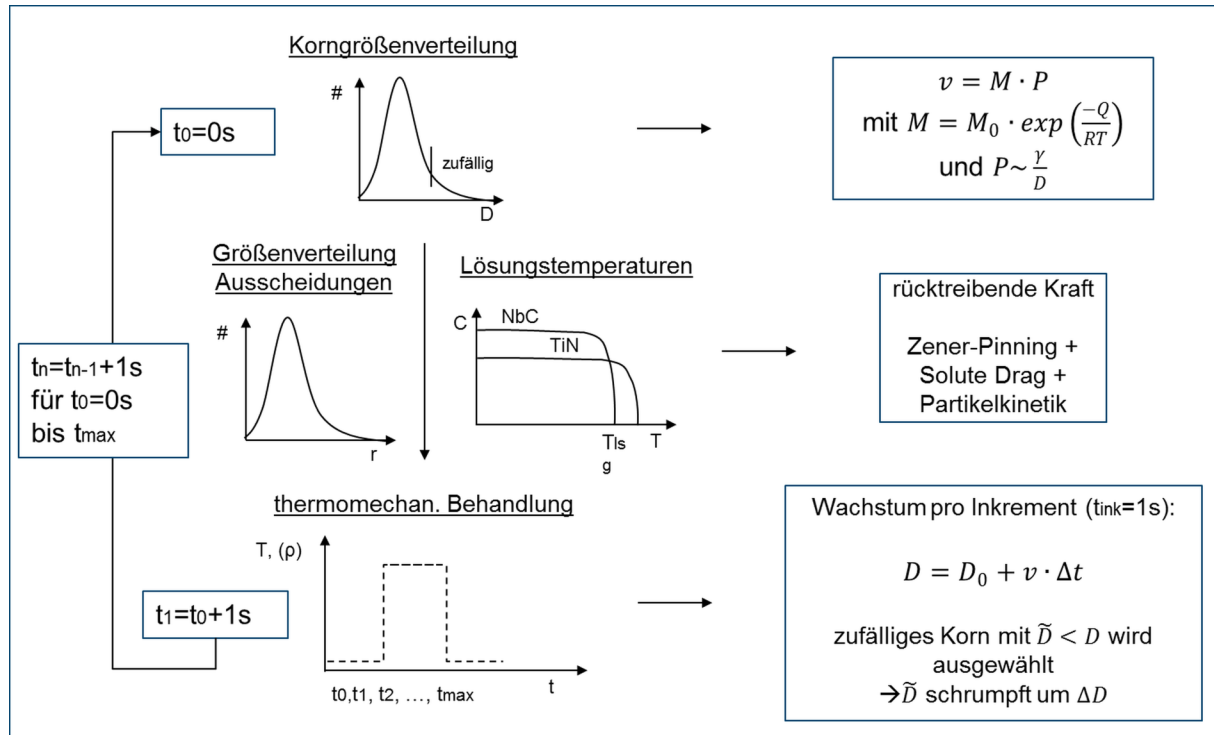


Abb. 4.25: Flow-Chart zur Abbildung der Funktionsweise des entwickelten Modells zur Beschreibung der Austenitkorngrößenentwicklung während der Brammenerwärmung.

statistisch abgesicherte Charakterisierung bei den großen Korngrößen möglich ist, durch die Berechnung aber 1000 Körner in der Ausgangskorngrößenverteilung definiert werden. Durch den programmierten Wachstumsprozess einzelner Körner auf Kosten anderer kommt es zwar dazu, dass die Gesamtzahl der Körner durch die Volumenkonstanz reduziert wird, allerdings liegt die Gesamtzahl der Körner der resultierenden Verteilung trotzdem über der der experimentellen Bestimmung. In erster Näherung liefert ein grundlegendes Programm zur Berechnung der Korngrößenentwicklung während des Brammenerwärmungsprozesses also zu den experimentellen Daten konsistente Werte. Gerade der Einfluss der Ausscheidungen auf das Kornwachstumsverhalten der Nb- und Ti-mikrolegierten Stähle muss jedoch noch weiter angepasst werden.

4.3 Warmumformung

Nachdem die Ergebnisse der Kornwachstumsversuche und der dazugehörigen Simulationen und Modellbildung der Brammenerwärmungsphase bereits erläutert wurden, beschäftigt sich das folgende Kapitel mit den Ergebnissen dieser Arbeit zur Prozessphase des Warmwalzens. Dabei werden ebenfalls die experimentellen Ergebnisse dargestellt und erklärt und mit Simulationen und Modellen in Verbindung gebracht.

4.3.1 T_{nr} -Bestimmungen

Als Beispiel für die Vorgehensweise zur Bestimmung der Rekristallisationsstoptemperatur T_{nr} ist in Abbildung 4.27 die Auswertung der T_{nr} -Bestimmung des Ti-mikrolegierten Stahls nach

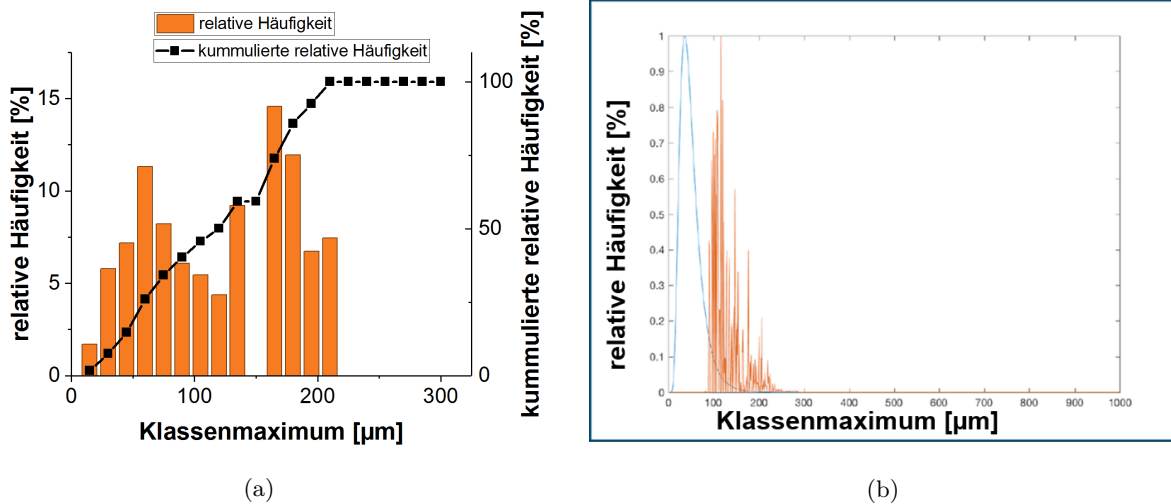


Abb. 4.26: (a) Experimentell bestimmte Korngrößenverteilung für den CMn-Stahl und (b) simulierte Korngröße, wärmebehandelt bei $T_a = 1000$ °C für $t_a = 14400$ s.

einer Austenitisierungswärmebehandlung von 10 Minuten bei 1200 °C dargestellt. Durch die dargestellte Auswertung der T_{nr} bei 20 % Entfestigungsanteil, um Anteile der Erholung und dynamischen Rekristallisation auszuschließen, ergibt sich in diesem Fall ein Wert von 827 °C.

Je mehr Datenpunkte für diese Art der Auswertung der T_{nr} zur Verfügung stehen, desto genauer ist der bestimmte Wert der T_{nr} . Um eine Aussage über den Einfluss der verschiedenen Mikrolegierungskonzepte und der austenitischen Ausgangskorngröße auf die T_{nr} treffen zu können, sind jedoch, ähnlich wie im dargestellten Beispiel, 6 -7 Datenpunkte für die Bestimmung ausreichend.

Die T_{nr} wurde für alle vier Mikrolegierungskonzepte zunächst mit gleicher Ausgangswärmebehandlung bestimmt. Abbildung 4.28 (a) verdeutlicht den Einfluss der chemischen Zusammensetzung, insbesondere des Niob-Gehaltes, auf die resultierende T_{nr} . Steigt der Niob-Gehalt an, so steigt auch die T_{nr} deutlich an. Dieser Einfluss wurde auch durch Bai et al. und Borrato et al. [BAI et al., 1993, BORATTO et al., 1988] festgestellt und in Formeln zur Beschreibung dieser Abhängigkeit festgehalten. Die für diese Abhängigkeiten bereits in der Theorie beschriebenen Modelle wurden auch auf die gezeigten Versuche angewandt. Unter Berücksichtigung der chemischen Zusammensetzung und der Prozessparameter konnten die experimentellen Ergebnisse, wie in Abbildung 4.28 (b) dargestellt, mit den berechneten Werten verglichen werden. Bei diesem Vergleich fällt auf, dass die experimentellen Ergebnisse meist zwischen den Werten beider Modelle liegen. Der Verlauf der Abhängigkeit der T_{nr} vom Niob-Gehalt gleicht dabei aber mehr dem des Modells von Bai et al., welches neben der chemischen Zusammensetzung auch den Umformgrad, die Umformgeschwindigkeit und die Zwischenstichzeit berücksichtigt. Dass Bai et al. das Modell ursprünglich für Niob-mikrolegierte Stähle entwickelt haben, wird durch die größere Abweichung des experimentellen Wertes des CMn-Stahls von dem berechneten Wert nach Bai et al. deutlich. Für den CMn-Stahl passt der errechnete Wert nach Borrato et al. am besten zu dem experimentell bestimmten Wert. Die Abweichungen der experimentellen Werte von den Werten, welche nach Bai et al. berechnet wurden, liegt an der Definition der T_{nr} , welche sich

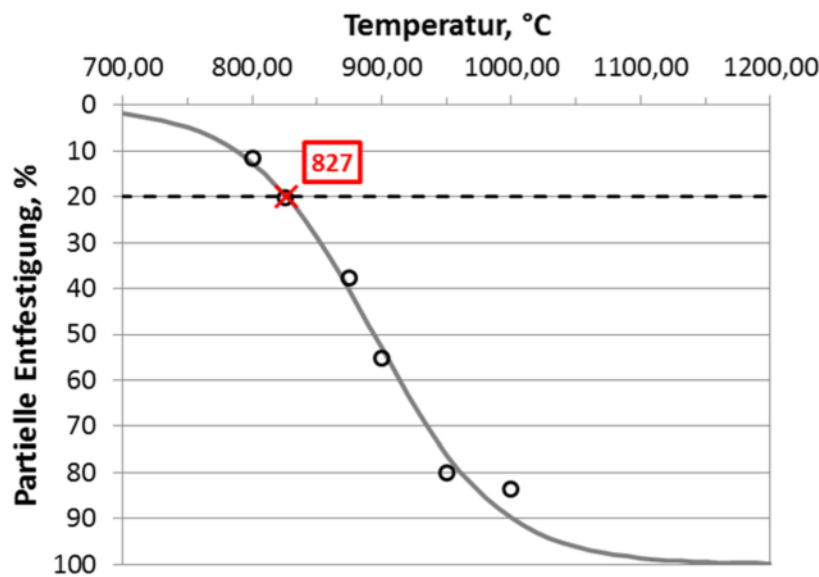


Abb. 4.27: T_{nr} -Bestimmung für den Ti-mikrolegierten Stahl.

von den Annahmen in dieser Arbeit unterscheidet. Die T_{nr} nach Bai et al. entspricht nach der in der Theorie erläuterten Definition theoretisch einem Entfestigungsanteil von 100 %, weshalb die berechneten Werte die experimentell bestimmten Werte von 20 % Entfestigung teilweise deutlich überschreiten.

Berücksichtigt man mögliche Schwankungen der experimentellen Werte, so kann die Abhängigkeit der T_{nr} vom Niob-Gehalt und Prozessparametern auf Basis des Modells von Bai et al. wie folgt für die untersuchten Stähle beschrieben werden:

$$T_{nr} = 50 \left[(88, 1 \log([Nb] + 0, 31[Ti] + 0, 15[Al]) + 1156) \epsilon^{-0,12} \dot{\epsilon}^{-0,01} t_{ip}^{-0,1} \right] \quad (90)$$

Neben den in den Modellen berücksichtigten Einflussfaktoren hat aber auch die Ausgangs-Austenitkorngröße einen deutlichen Einfluss auf die resultierende T_{nr} . Je kleiner die Ausgangskorngröße, desto geringer ist die resultierende T_{nr} . Aufgrund der geringeren Austenitkorngröße ist die Versetzungsdichte bei gleichem Umformgrad höher als bei größerer mittlerer Korngröße. Zudem ist die Korngrenzendichte bei kleinerer mittlerer Korngröße erhöht, wodurch die, bevorzugt an Korngrenzen stattfindende, Keimbildung neuer rekristallisierter Körner ebenfalls begünstigt wird. Dadurch ist die Triebkraft für die Rekristallisation erhöht und findet schon bei geringeren Temperaturen statt. Diese Abhängigkeit wurde beispielhaft für den CMn-Stahl experimentell untersucht, um weitere Einflüsse der Mikrolegierung mit Niob und Titan auszuschließen (Abbildung 4.29).

Die Ergebnisse der T_{nr} -Bestimmungen machen deutlich, dass bereits existierende Modell sehr gute Abschätzungen der realen T_{nr} liefern. Dabei spiegelt insbesondere das Modell, welches neben der chemischen Zusammensetzung auch Prozessparameter wie den Umformgrad berücksichtigt,

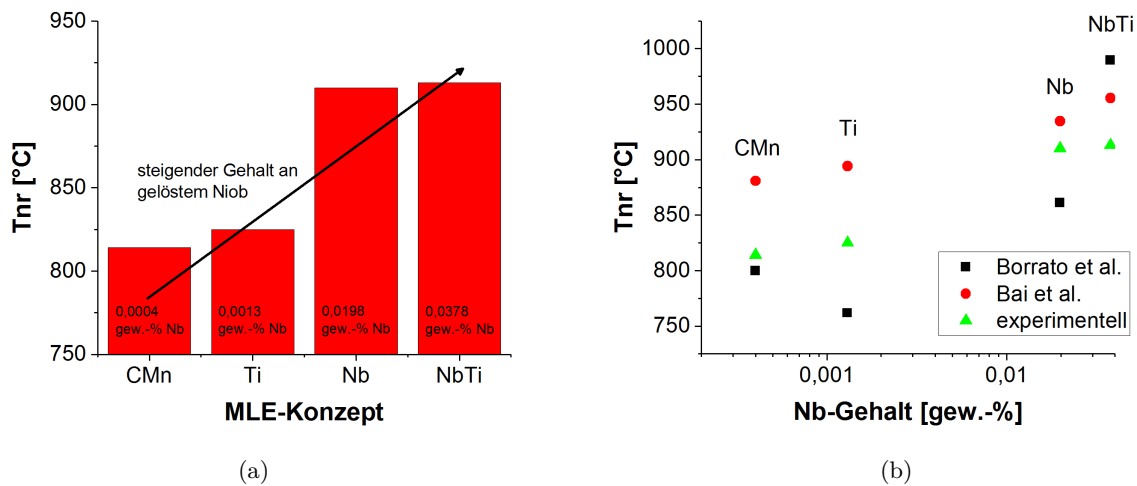


Abb. 4.28: (a) Abhängigkeit der T_{nr} vom Mikrolegierungskonzept bzw. dem Gehalt an gelöstem Niob, (b) Vergleich der experimentell bestimmten T_{nr} mit berechneten Werten nach den Modellen nach Borrato et al. [BORATTO et al., 1988] und Bai et al. [BAI et al., 1993].

den Verlauf der Abhängigkeit der T_{nr} vom Niob-Gehalt des Stahls sehr gut wieder.

4.3.2 Korngrößenentwicklung durch Warmumformung ohne Rekristallisation

Um den Einfluss des Umformgrades auf die resultierende Austenitkorngröße zu untersuchen, wurden 7 Umformversuche am NbTi-Stahl für je zwei Umformtemperaturen durchgeführt, bei denen der Umformgrad zwischen 0,05 und 1 variiert wurde. Die beiden Umformtemperaturen wurden so gewählt, dass die niedrigere Temperatur im Nichtrekristationsbereich (unter der $T_{nr} = 913$ °C) liegt. Da das Gefüge direkt nach der Umformung abgeschreckt wird, ist die resultierende Korngröße zum größten Teil von dem Umformgrad abhängig. Die Ergebnisse beider Umformtemperaturen unterscheiden sich daher kaum. Wie zu erwarten, nimmt der durchschnittliche Durchmesser der Austenitkörner durch die Erhöhung des Umformgrades ab (Abbildung 4.30). Ausgehend von einer mittleren Korngröße nach 10 Minuten bei 1200 °C von 110 - 140 μm sinkt die Korngröße durch Umformung bis auf 25 - 40 μm bei einem Umformgrad von 1 ab.

4.3.3 Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels Doppelschlagversuch

Die Rekristallisationskinetik während und nach der Warmumformung ist, wie in der Theorie beschrieben, von vielen verschiedenen Parametern abhängig (Gleichung 39 und 40). Die Rekristallisationskinetik wird dabei zumeist durch die Abhängigkeit des rekristallisierten Anteils von der Zwischenstichzeit beschrieben. Abbildung 4.31 verdeutlicht, welchen Einfluss die Zwischenstichzeit auf den Verlauf der Fließkurve des Doppelschlagversuches hat. Da nach einer sehr kurzen Zwischenstichzeit von 1,3 Sekunden praktisch keine Zeit für die statische Rekristallisation zwischen den Umformungen bleibt, entspricht die Fließkurve des zweiten Schlags einer Extrapolation des Spannungsverlaufs des ersten Schlags. Nach der in der Theorie beschriebenen Auswertung ergibt sich für diesen Fall ein rekristallisierter Anteil von ≈ 0 . Erhöht man die Zeit

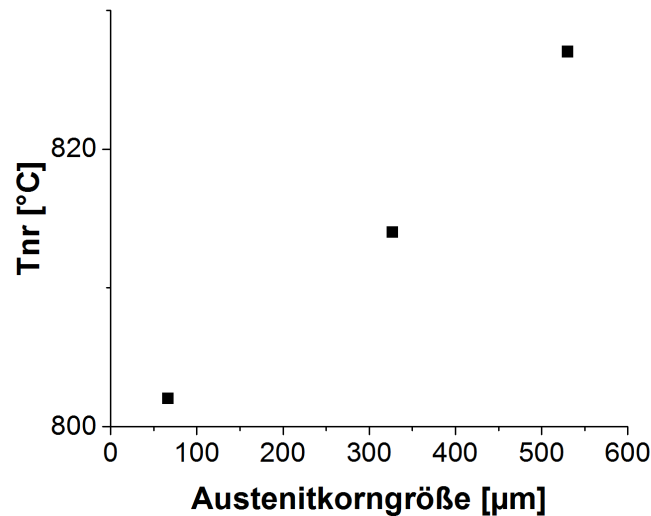


Abb. 4.29: Abhängigkeit der T_{nr} von der Ausgangs-Austenitkorngröße nach der Brammenerwärmung.

zwischen den zwei Stichen, so nimmt das Niveau der zweiten Fließkurve sukzessive ab. Bei einer ausreichend hohen Zwischenstichzeit, in dem vorliegenden Fall schon nach 30,3 Sekunden, entspricht die Fließkurve des zweiten Schlags der des ersten Schlags. Der rekristallisierte Anteil ergibt sich durch die Auswertung dabei zu ≈ 1 .

In der im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Masterarbeit von Krämer [KRÄMER, 2016] wurden die so bestimmten Rekristallisationskinetiken des CMn-Stahls und des NbTi-Stahls für zwei verschiedene Umformtemperaturen verglichen (Abbildung 4.32). Der Vergleich zeigt deutlich die Unterschiede der Rekristallisationskinetiken für verschiedene Umformtemperaturen, aber auch die Unterschiede durch die chemische Zusammensetzung. Durch die Verringerung der Umformtemperatur wird die Rekristallisationskinetik des CMn-Stahls deutlich verlangsamt, da die Prozesse der Keimbildung und des Keimwachstums thermisch aktivierte Prozesse sind. Je geringer die Umformtemperatur ist, desto geringer ist die thermisch aktivierte Versetzungsbewegung und Versetzungsumordnung, welche die Grundlage der Rekristallisations- und Erholungsvorgänge bildet.

Der Vergleich der Rekristallisationskinetiken beider Werkstoffe bei gleicher Umformtemperatur von 1000 °C ergibt ebenfalls eine deutliche Reduktion der Rekristallisationsgeschwindigkeit für den NbTi-Stahl, da die Triebkraft der Rekristallisation durch das Mikrolegieren mit Niob durch den Solute-Drag Effekt reduziert wird. Bei geringer Umformtemperatur kommt bei Nb-mikrolegierten Stählen zudem die Bildung dehnungsinduzierter Ausscheidungen hinzu, welche die Rekristallisation weiter hemmen. Deren rücktreibende Kraft kann sogar so groß werden, dass die treibende Kraft überschritten wird und es zu einer Plateaubildung, wie im dargestellten Fall (NbTi, 915 °C) kommt. Durch Vergrößerung reduziert sich die rücktreibende Kraft der Partikel anschließend wieder, wodurch die treibende Kraft der Rekristallisation wieder dominierend ist und sich der Rekristallisationsprozess fortsetzen kann. Abbildung 4.33 zeigt die ermittelten Re-

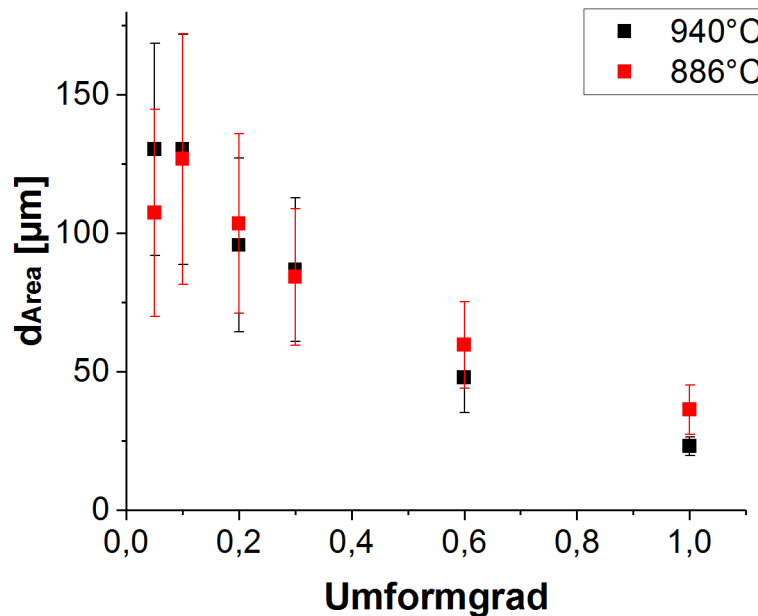


Abb. 4.30: Austenitkorngrößenentwicklung des NbTi-Stahls durch Erhöhung des Umformgrades.

kristallisationskinetiken für den Ti- und den Nb-mikrolegierten Stahl für jeweils drei verschiedene Umformtemperaturen. Dabei ist vor allem der Einfluss des Niobs auf die Rekristallisationskinetik erneut deutlich erkennbar. Vergleichbar zu den bereits erläuterten Ergebnissen des NbTi-Stahls wird auch hier die Rekristallisation durch die Bildung dehnungsinduzierter Ausscheidungen teilweise verzögert oder sogar komplett gehemmt. Je höher dabei die Umformtemperatur ist, desto früher setzt die Plateaubildung ein und desto höher ist das Niveau der Plateaubildung. Das Plateau bildet sich bei höheren Umformtemperaturen schneller, da die Rekristallisationskinetik an sich deutlich schneller abläuft und die Bildung und das Wachstum der dehnungsinduzierten Ausscheidungen ein zeitabhängiger Prozess ist. Bei hohen Temperaturen rekristallisiert also ein vergleichsweise größerer Anteil des Gefüges, bevor es zur Hemmung der Rekristallisation durch dehnungsinduzierte Ausscheidungen kommt. Bei niedrigeren Temperaturen ist die Rekristallisationskinetik deutlich verlangsamt und es dauert länger bis die Rekristallisation durch die dehnungsinduzierten Ausscheidungen und aufgrund ihres ebenfalls verlangsamteten Wachstumsverhaltens gehemmt wird. Im Vergleich zum Nb-Stahl fehlt bei dem Titan-Stahl die Bildung der Plateaus. Demnach kann nur das Hinzulegieren des Niobs ausschlaggebend für die Bildung eines solchen Plateaus sein. Auch sind die benötigten Zwischenstichzeiten für eine vollständige Rekristallisation des Ti-Stahls deutlich geringer als für den Nb-Stahl. Dies ist wiederum ein Indiz für die durch die chemische Zusammensetzung grundlegend reduzierte Triebkraft der Rekristallisation durch den Solute-Drag Effekt der Nb-Atome.

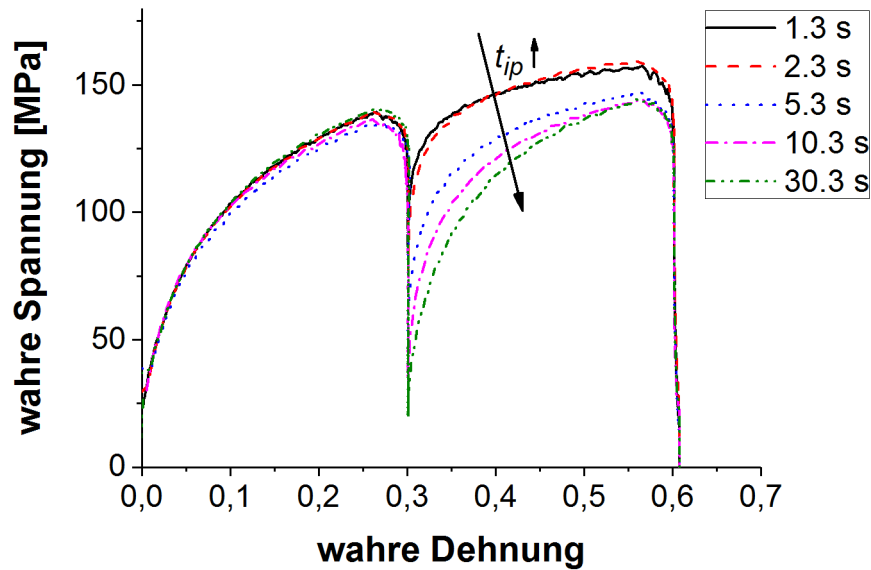


Abb. 4.31: Änderung der Fließkurve des Doppelschlagversuchs durch Erhöhung der Zwischenstichzeit [KRÄMER et al., 2018].

Neben der chemischen Zusammensetzung wurde der Einfluss der Umformtemperatur auf das Rekristallisationsverhalten bereits erläutert. Betrachtet man nun den Einfluss schon geringer Schwankungen der angenommenen Umformtemperatur, so sieht man, dass bereits eine Änderung der Umformtemperatur von $\pm 4 \text{ }^\circ\text{C}$ den rekristallisierten Anteil um bis zu 10 % erhöhen oder verringern kann (Abbildung 4.34). Dieses Ergebnis liefert vor allem für die Prozessführung der Gleeble-Experimente die wichtige Erkenntnis, dass für die ermittelten Ergebnisse der Doppelschlagversuche bezüglich des rekristallisierten Anteils stets eine Abweichung der Umformtemperatur von der Soll-Temperatur mit betrachtet und in der Auswertung und Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt werden muss. Durch eine Anpassung der Regelparameter konnten die Schwankungen der Umformtemperatur bereits im Laufe der vorliegenden Arbeit verringert werden. Auch für den realen Walzprozess ist die Erkenntnis und die Berücksichtigung der starken Auswirkung schon geringer Umformtemperaturschwankungen auf den resultierenden rekristallisierten Anteil essentiell, gerade unter der Berücksichtigung der Temperaturinhomogenität über die Blechdicke.

Durch die Gleichung 40 wird außerdem deutlich, dass auch der Umformgrad und die Umformgeschwindigkeit der Warmumformung einen Einfluss auf die Rekristallisationskinetik haben. Durch die Ergebnisse der Versuche, welche in Abbildung 4.35 zusammengefasst sind, wird diese Abhängigkeit ebenfalls deutlich. Durch die Erhöhung des Umformgrades werden mehr Versetzungen benötigt und gebildet und die durch die Verformung resultierende Versetzungsdichte steigt deutlich an. Die Anzahl der Rekristallisationskeime nimmt dabei mit dem Verformungsgrad durch die Erhöhung der Versetzungsdichte zu und die Rekristallisationszeit wird verkürzt. Die Experimente zeigen, dass die Rekristallisation bei einem Umformgrad von 0,6 bereits nach sehr kurzen Zwischenstichzeiten vollständig abgelaufen ist. Dagegen dauert es bei einem Umform-

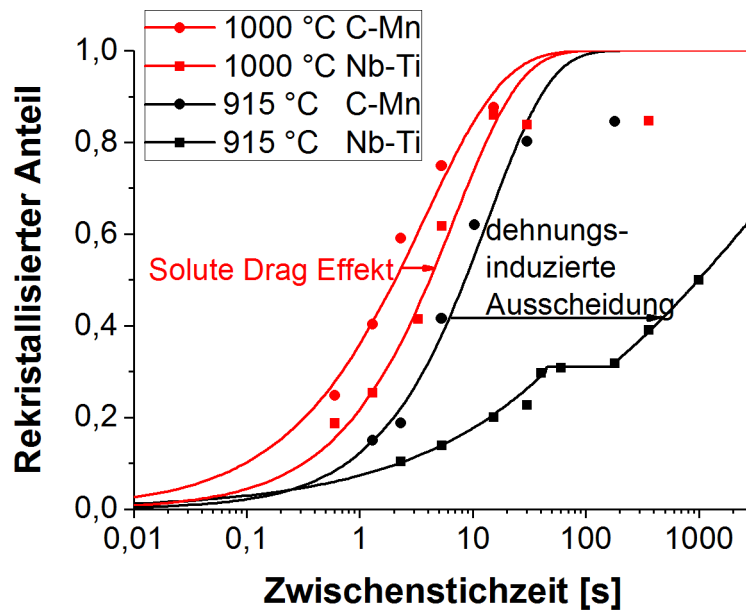


Abb. 4.32: Vergleich der Rekristallisationskinetiken von CMn und NbTi-Stahl für zwei verschiedene Umformtemperaturen.

grad von 0,1 deutlich länger bis ein Großteil des Gefüges rekristallisiert ist. Einen vergleichbaren Einfluss zeigt auch die Erhöhung der Umformgeschwindigkeit. Durch eine Erhöhung der Umformgeschwindigkeit auf 10 steigt auch der rekristallisierte Anteil im Vergleich zu geringeren Umformgeschwindigkeiten an, der Einfluss ist dabei aber deutlich geringer als der des Umformgrades.

Durch die Versuchsreihen dieser Arbeit konnten die in der Literatur beschriebenen, funktionellen Zusammenhänge zwischen verschiedensten Prozessparametern und dem aus ihnen resultierenden, rekristallisierten Anteil aufgezeigt und beschrieben werden. Die in der Theorie beschriebenen "Regeln der Rekristallisation" spiegeln das Rekristallisationsverhalten der Stähle in den Versuchen dieser Arbeit wieder. Beispielsweise kann durch die Versuchsreihe der Erhöhung der aufgebrachtten Dehnung bestätigt werden, dass die Rekristallisationstemperatur bzw. in dem Fall die Rekristallisationsstoptemperatur T_{nr} für einen gegebenen Umformgrad durch eine größere Ausgangskorngröße ansteigt (Abbildung 4.29).

Durch die Wahl kleiner Dehnraten und vergleichsweise geringer Umformtemperaturen nach Uranga et al. [URANGA et al., 2003] konnte der Einfluss möglicher metadynamischer und dynamischer Rekristallisation auf die erstellten Rekristallisationskinetiken reduziert werden. Durch die Wahl der "5 % Total Strain"-Methode als Methode zur Auswertung der Doppelschlagversuche, wurde der Empfehlung nach Fernandez et al. [FERNÁNDEZ et al., 1999] nachgekommen und somit der Einfluss der Erholung auf den Anteil der Entfestigung bestmöglich ausgeschlossen. Die so resultierenden Ergebnisse zeigen somit bestmöglich die Abhängigkeit der statischen Rekristallisation von verschiedenen Prozessparametern. Die Genauigkeit der Doppelschlagversuche und ihrer Auswertung kann durch die angefitte Avrami-Form der Rekristallisationskinetik verifi-

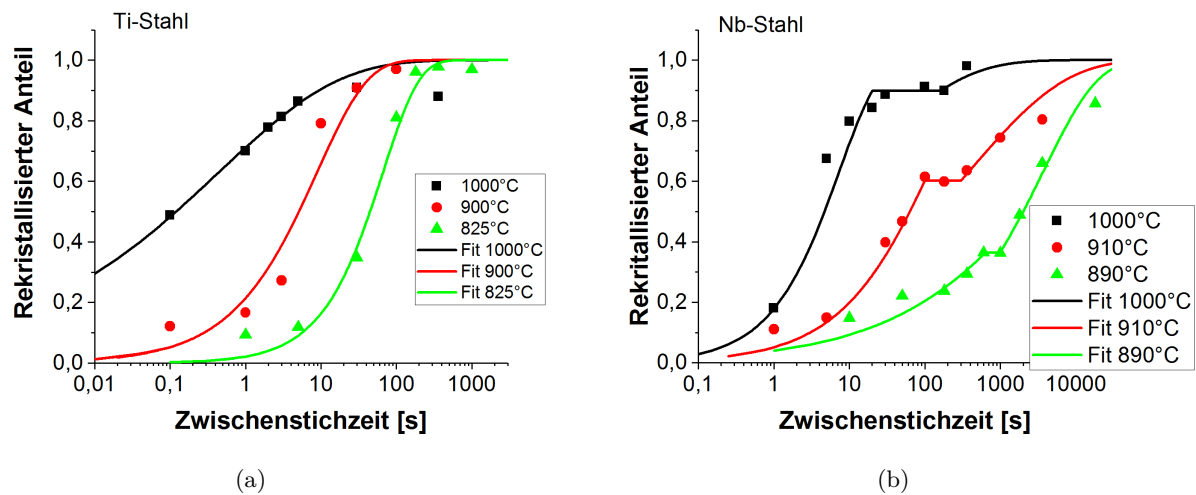


Abb. 4.33: (a) Experimentell bestimmte Rekristallisationskinetiken des Ti-mikrolegierten Stahls und (b) des Nb-mikrolegierten Stahls für jeweils drei verschiedene Umformtemperaturen.

ziert werden. Die Werte des Avrami-Koeffizienten und der $t_{0,5}$ wurden dabei durch die Methode der kleinsten Quadrate bestimmt. Für alle untersuchten Zustände lag der Korrelationskoeffizient dabei bei mindestens 0,954. Dieser Wert zeigt, dass die angefitzten Avrami-Kurven die Entwicklung des wahren rekristallisierten Anteils sehr gut beschreiben und steht gleichzeitig für die große Präzision der Methode des Doppelschlagversuchs. Der Fit der Kurven durch Avrami-Kurven ist natürlich nur sinnvoll möglich, solange es zu keinem Plateau durch dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung kommt. Die Lage des Plateaus und Positionierung der Avrami-Kurven vor und im Anschluss an das Plateau sind dabei rein subjektiv festgelegt, da dieser Fit keine Plateaubildung berücksichtigt bzw. beinhaltet. Umso wichtiger ist die Entwicklung eines, auf die verwendeten Stähle angepassten physikalisch basierten Modells, welches auch die Plateaubildung bei dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung berücksichtigt und somit sinnvolle Kurvenverläufe liefert.

4.3.4 Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels *GOS*-Methode

Eine weitere, in der Theorie erläuterte Möglichkeit zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils einer Probe ist die *GOS*-Methode. Abbildung 4.36 zeigt beispielhaft die Ergebnisse des Vergleichs der Rekristallisationskinetik des Nb-Stahls, bestimmt durch den Doppelschlagversuch und die *GOS*-Methode. Für die Auswertung wurde der *GOS*-Schwellwert hierbei auf 3° festgelegt. Die Fehlerbalken der *GOS*-Werte zeigen die Abweichung des *GOS*-Wertes bei einer Variation des Schwellwertes um $\pm 0,5^\circ$.

Abbildung 4.37 zeigt diesen Vergleich ebenfalls mit den jeweiligen rekonstruierten *GOS*-Maps für den CMn-Stahl und eine Umformtemperatur von 1000 °C. In allen gezeigten Fällen sind die Abweichungen zwischen den Ergebnissen des Doppelschlagversuches und der *GOS*-Methode sehr gering.

Abbildung 4.38 zeigt nun den direkten Vergleich aller in der vorliegenden Arbeit durchgeführ-

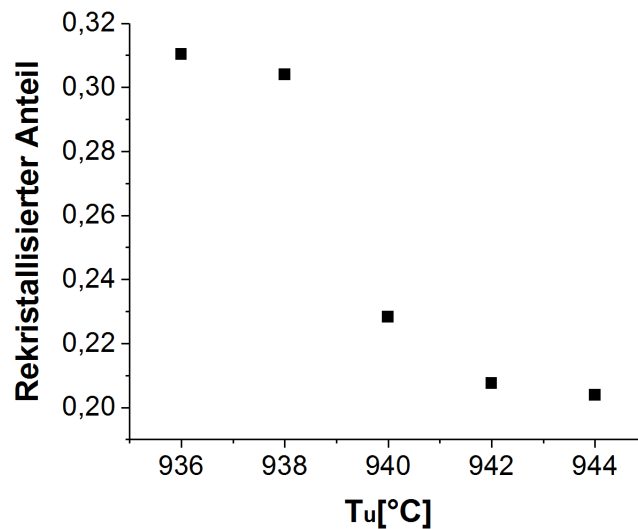


Abb. 4.34: Änderung des experimentell bestimmten rekristallisierten Anteils bei einer Änderung der Umformtemperatur T_U um ± 4 °C.

ten Bestimmungen des rekristallisierten Anteils mittels *GOS*-Methode sowie ergänzende Punkte der Masterarbeit von Krämer [KRÄMER, 2016]. Auch hier ist die große Übereinstimmung der Ergebnisse beider Methoden deutlich sichtbar, wobei die Unterschiede beider Methoden für den Titan-Stahl am größten sind. Dies lässt vermuten, dass eine materialabhängige Definition des Schwellwerts zur Unterscheidung zwischen rekristallisierten und nicht rekristallisierten Körnern anhand des *GOS*-Wertes sinnvoll wäre.

Die Ergebnisse zeigen, dass es mittels der *GOS*-Methode möglich ist, im Anschluss an die Austenitkornrekonstruktion zwischen rekristallisierten und verformten Gefügebestandteilen zu unterscheiden. Es ergeben sich plausible Zusammenhänge zwischen dem Rekristallisationsgrad und dem austenitischen Gefügestand. Die rekristallisierten Gefügeanteile, welche im Anschluss an den Doppelschlagversuch und mit der *GOS*-Methode bestimmt werden, zeigen sehr gute Übereinstimmungen. Mit der *GOS*-Methode können auch die anderen Rekonstruktionsergebnisse mit Merengue 2 indirekt verifiziert werden. Die Ergebnisse *GOS*-Methode in dieser Arbeit zeigen, dass die *GOS*-Methode, unter Berücksichtigung der bereits beschriebenen Bedingungen für eine optimale Qualität der EBSD-Messung, der Rekonstruktion und der Auswertung des rekristallisierten Anteils, als verlässliche Methode für die Bestimmung des rekristallisierten Anteils angesehen werden kann. Die Rekonstruktion der rekristallisierten Anteile durch EBSD-Messung und Rekonstruktionsmethoden hat im Vergleich zum konventionellen Doppelschlagversuch außerdem den Vorteil, dass auch mit der Rekristallisation verbundene mikrostrukturelle Phänomene, wie die dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung im Anschluss an das Experiment durch die automatische Partikelanalyse im REM oder die Partikelanalyse im AFM (siehe Kapitel 5.1) charakterisiert und mit der Mikrostruktur korreliert werden kann. Neben dem rekristallisierten Anteil können so Aussagen über die Kornform, die Korngröße, das Verformungs- und Rekristallisationsverhalten einzelner Körner sowie den bereits erwähnten Ausscheidungszustand in Korrelation mit der Mikrostruktur getroffen werden. Außerdem ist es theoretisch möglich sogar

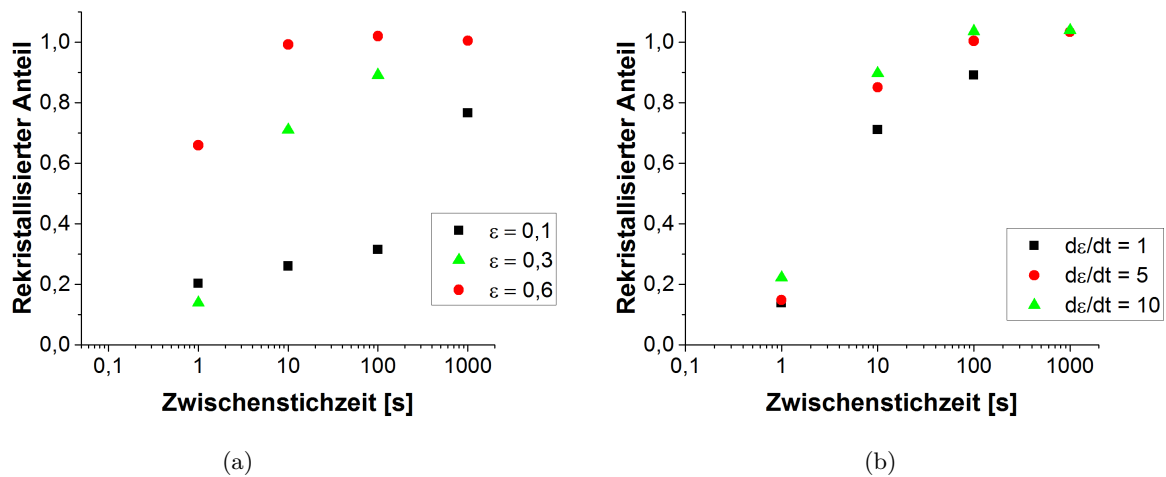


Abb. 4.35: (a) Abhängigkeit des rekristallisierten Anteils vom Umformgrad und (b) der Umformgeschwindigkeit.

zwischen Erholungs- und Rekristallisationsprozessen zu unterscheiden, indem man den Entfestigungsanteil der *GOS*-Methode mit denen anderer Parametern der EBSD-Analyse wie dem des *KAM* vergleicht. Ein solcher Vergleich wurde im Rahmen dieser Arbeit für den austenitischen V2a-Stahl durchgeführt und wird in Kapitel 4.4 näher erläutert.

4.3.5 *SRCT*-Bestimmungen

Die bereits erläuterten Ergebnisse der Rekristallisationskinetiken des Nb- und NbTi- mikrolegierten Stahls zeigen, dass gerade Niob einen deutlichen Einfluss auf die Ausprägung möglicher Plateaus im Verlauf der Rekristallisationskinetik haben kann. Gerade bei der geringeren Umformtemperatur des NbTi-Stahls zeigt sich ein deutlicher Unterschied zur Form der Kurve der Rekristallisationskinetik im Vergleich zu der höheren Umformtemperatur von 1000 °C. Das entstehende Plateau resultiert aus den, bei Umformung bei geringerer Umformtemperatur entstehenden, dehnungsinduzierten Ausscheidungen und deren Wachstumsverhalten. Die Ermittlung der kritischen Umformtemperatur *SRCT*, unterhalb der es zu dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung und einer Erhöhung der Aktivierungsenergie der Rekristallisation kommt, wurde im Rahmen dieser Arbeit beispielhaft für den NbTi-Stahl durchgeführt.

Abbildung 4.39 zeigt die Bestimmung der $t_{0,5}$ für alle untersuchten Umformtemperaturen. Dabei wurde für jede Umformtemperatur eine eigene Rekristallisationskinetik bestimmt und aus diesen Punkten die jeweilige $t_{0,5}$ abgelesen. Entsprechend der Literatur ([MEDINA und FABREGUE, 1991]) wurden die Werte der $t_{0,5}$ dann über $1/T_U$ aufgetragen und die *SRCT* als Schnittpunkt zweier linearer Fits der Datenpunkte bestimmt (Abbildung 4.40 (links)). Im Fall des NbTi-Stahls beträgt die *SRCT* demnach 945 °C. Das heißt für den gegebenen Austenitisierungszustand und die gegebene chemische Zusammensetzung kommt es durch Umformung unterhalb dieser Temperatur zu dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung und zum Erliegen der Rekristallisation, sobald und solange die rücktreibende Kraft der Ausscheidungen die Triebkraft übersteigt.

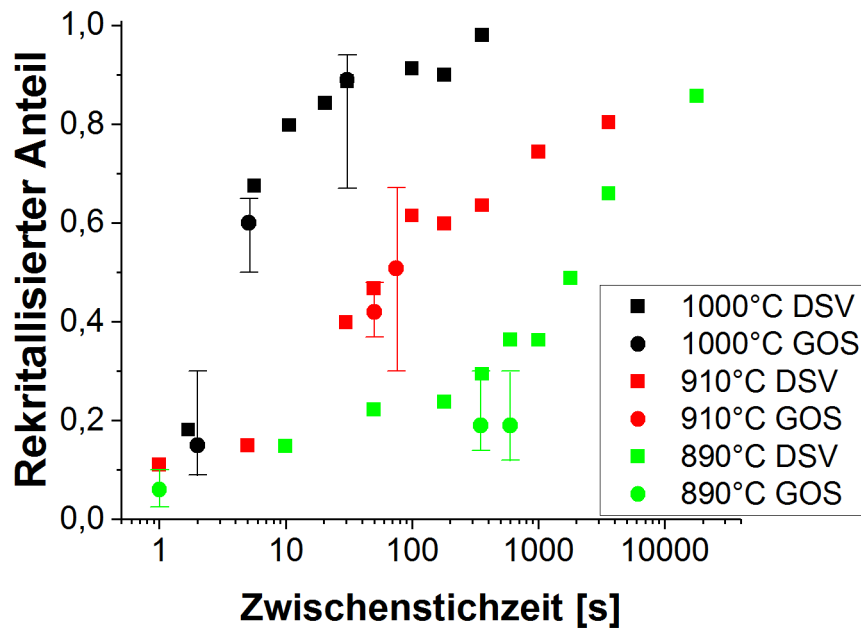


Abb. 4.36: Vergleich der mittels Doppelschlagversuch ermittelten Rekristallisationskinetik des Nb-mikrolegierten Stahls mit dem rekristallisierten Anteil bestimmt durch EBSD-Messungen und Rekonstruktion.

Anschließend an die Bestimmung der $SRCT$ kann die Aktivierungsenergie der Rekristallisation oberhalb anhand der experimentellen Daten bestimmt und unterhalb nach Formel 43 nach [MEDINA und MANCILLA, 1996] berechnet werden. Abbildung 4.40 (rechts) spiegelt deutlich die Zunahme der Aktivierungsenergie unterhalb der $SRCT$ durch die Hemmung der Rekristallisation durch die dehnungsinduzierten Ausscheidungen wieder.

Die $SRCT$ und die temperaturabhängige Aktivierungsenergie stellen Werte dar, die in die zukünftige Modellbildung unbedingt mit einfließen sollten, da durch sie der Einfluss des Mikrolegierungselements Niob auf die Rekristallisation am deutlichsten charakterisiert und dargestellt werden kann. Außerdem wäre es sinnvoll in zukünftigen Untersuchungen auch den Einfluss des Umformgrades auf die $SRCT$ und die Aktivierungsenergie zu untersuchen, da die Ausscheidungsbildung durch einen erhöhten Umformgrad und damit eine höhere Versetzungsdichte begünstigt wird und die Temperatur der Hemmung der Rekristallisation durch dehnungsinduzierte Ausscheidungen dadurch verringert werden sollte.

4.3.6 Vergleich der experimentellen Ergebnisse der Rekristallisationskinetiken mit Modellen der Literatur

Entsprechend der Ergebnisse der Kornwachstumskinetik können die Ergebnisse der Rekristallisationskinetik ebenfalls mit einem Modell der Literatur validiert werden. Dazu wird das empirische Modell zur Beschreibung der Rekristallisationskinetik von Medina et al. [MEDINA und

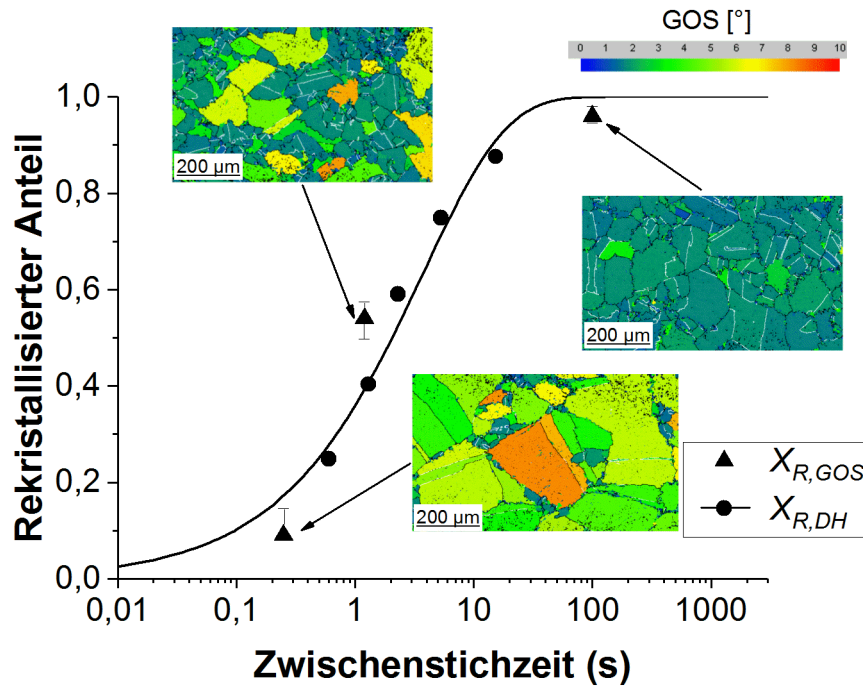


Abb. 4.37: Vergleich der mittels Doppelschlagversuch ermittelten Rekristallisationskinetik des nicht mikrolegierten Stahls mit dem rekristallisierten Anteil bestimmt durch EBSD-Messungen und Rekonstruktion [KRÄMER et al., 2018].

MANCILLA, 1996] auf die verwendete Zusammensetzung und die Prozessparameter angewandt. Das Ergebnis des Vergleichs der experimentellen und berechneten Werte ist in 4.41 dargestellt. Man erkennt nur geringfügige Unterschiede zwischen den Avrami-Kurven der experimentellen Werte dieser Arbeit und der Berechnungen nach dem Modell von Medina et al. Jedoch kann dieser Vergleich nur für die Fälle herangezogen werden, in denen es zu keiner Plateaubildung durch dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung kommt, in diesem Fall für den Ti-Stahl. Ähnlich wie im Fall des Fits der Rekristallisationskinetiken durch die Avrami-Kurven, ist es durch die Modelle von Medina et al. nicht möglich, eine Plateaubildung durch dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung, wie sie bei Nb-mikrolegierten Stählen auftritt, zu berücksichtigen. Durch ein selbst entwickeltes, physikalisch basiertes Modell, welches die Triebkräfte und rücktreibenden Kräfte der Rekristallisation bei der Berechnung der Rekristallisationskinetik berücksichtigt, soll es zukünftig möglich sein, die Plateaubildung ebenfalls sinnvoll darstellen zu können.

4.3.7 MatCalc Simulationen

Ziel der Simulationen der Warmumformung mittels MatCalc (Version 6.00) ist die Trennung der Einflüsse auf die Rekristallisationskinetiken der getesteten Stähle. Außerdem soll es durch die Festlegung eines einzelnen Parametersatzes für alle vier Stahlsorten möglich sein, zukünftig statt mit Hilfe vieler Experimente Rekristallisationskinetiken auch für andere Zusammensetzungen durch Simulationen vorherzusagen.

Die Anpassung der Simulationsparameter an die experimentellen Ergebnisse und die Entwicklung eines, für alle vier Stähle geltenden, universellen Parametersatzes wurde wie folgt durchge-

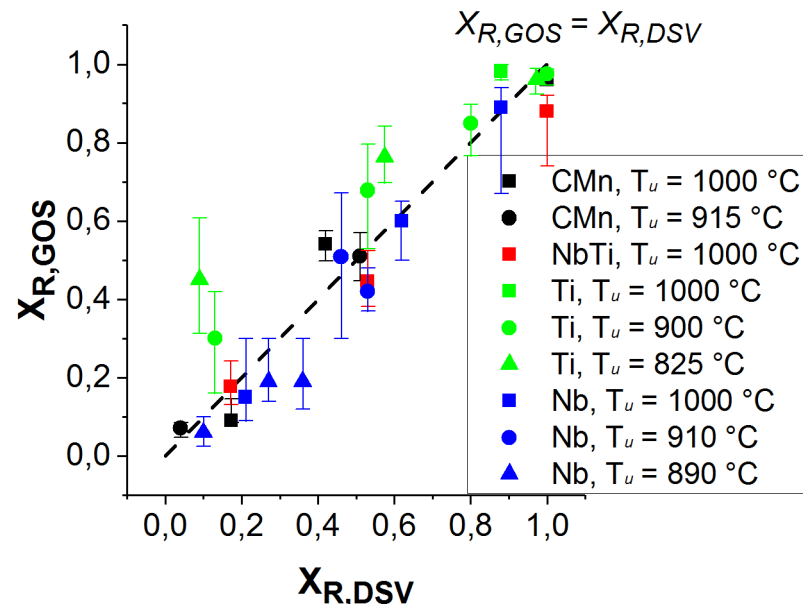


Abb. 4.38: Vergleich des mittels Doppelschlagversuch ermittelten rekristallisierten Anteils aller Mikrolegierungskonzepte und Umformtemperaturen mit dem rekristallisierten Anteil bestimmt durch EBSD-Messungen und Rekonstruktion.

führt:

- Grundlegende Bestimmung der Pre-Mobilitätsfaktoren sowie Substrukturmodell-Parameter durch Anpassung der Simulation des CMn-Stahls an die experimentellen Werte. Durch die Simulation des CMn-Stahls können die Einflüsse durch pinnende Ausscheidungen und den Solute-Drag Effekt auf das Kornwachstum ausgeschlossen werden.
- Anpassung der resultierenden Simulation an die experimentellen Werte des Nb-Stahls unter Berücksichtigung des Solute-Drag Effekts und Vernachlässigung des Pinnings von Ausscheidungen.
- Zusätzliche Berücksichtigung des Pinning-Effekts von TiN-Ausscheidungen durch Simulation des NbTi-Stahls.
- Verifikation des Pinning-Effekts anhand der Simulation des Ti-Stahls.
- Verifikation des resultierenden Parametersatzes inklusive Pinning und Solute-Drag Effekt anhand der erneuten Simulation des CMn-Stahls, bei der keine großen Unterschiede trotz Berücksichtigung der zusätzlichen Effekte im Vergleich zur ersten angepassten Simulation zu erwarten sein sollten.

Bis auf wenige Unterschiede ergibt sich durch die beschriebene Anpassung der Simulation an die experimentellen Daten ein universeller Parametersatz für alle vier Stähle, welcher dem der Kornwachstumssimulationen entspricht (siehe Kapitel 4.2.5). Die Unterschiede werden im Folgenden erläutert:

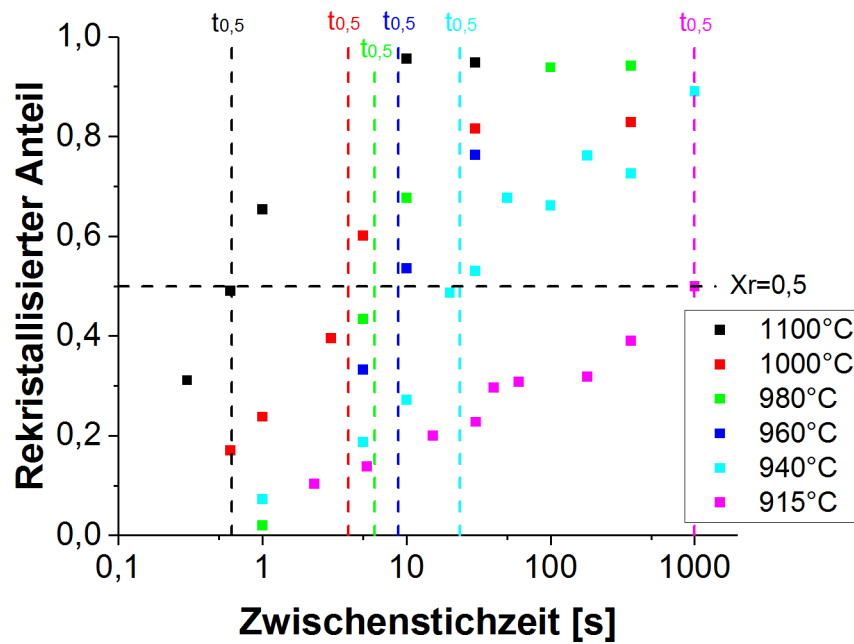


Abb. 4.39: Rekristallisationskinetiken des NbTi-mikrolegierten Stahls als Grundlage der *SRCT*-Bestimmung.

- Die Simulationen der Rekristallisationskinetik werden im Gegensatz zu den Kornwachstumssimulationen im single class Modus durchgeführt. Daher entfällt die Definition der Ausgangskorngrößenverteilung und es wird nur die Entwicklung einer definierten Korngröße betrachtet. Die Zeit pro Simulation reduziert sich durch diese Betrachtungsweise erheblich (ungefähr Faktor 10). Die Ausgangskorngröße vor der Umformung ergibt sich durch die voran geschaltete Simulation des Austenitkornwachstums und speichern des Ergebnisses als Startpunkt der Warmumformungssimulation. Die Parameter des Kornwachstumsschrittes werden dabei entsprechend der multi class Rechnungen der Kornwachstumsrechnungen, bis auf einen Parameter identisch definiert.
- Der, den Solute-Drag Effekt betreffende Parameter "CB diff factor" = 2 wird anders definiert als für die Kornwachstumssimulationen. Diese Anpassung ist nötig, um die single class Berechnungen an die mittlere Korngröße der multi class Rechnungen der Kornwachstumssimulationen anzupassen. Diese Anpassung unterliegt keiner physikalischen Grundlage und geschieht somit als reiner Fit der Daten. Die resultierende Korngröße ist der Ausgangspunkt der anschließenden Simulation der Verformung.
- Damit die Rekristallisationskinetik ausgewertet werden kann, wird außerdem die Rekristallisation des Gefüges in der precipitation domain des Austenits aktiviert und die Parameter "C_gb" = 1,5 , "impingement exp. growth" = 1,5 und "coarsening" = 1 eingestellt. Diese Faktoren entsprechen damit den default-Werten von MatCalc. Eine Variation der Werte hat einen deutlichen Einfluss auf die resultierende Rekristallisationskinetik, ergibt aber in keinem Fall die Bildung eines Plateaus, so wie es in den experimentellen Daten der Fall ist. Da die (physikalische) Bedeutung aus Literatur und Anleitung des Simulationsprogramms

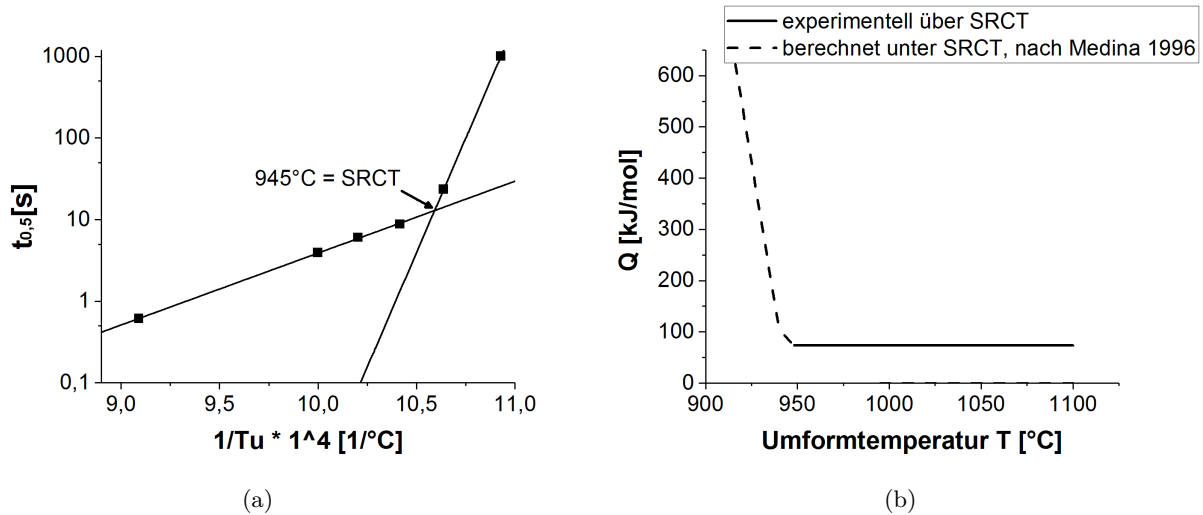


Abb. 4.40: (a) Bestimmung der *SRCT* durch einen linearen Fit der Datenpunkte und (b) Bestimmung der Aktivierungsenergie oberhalb und unterhalb der *SRCT*.

nicht klar ersichtlich ist, werden diese Parameter im Rahmen dieser Arbeit nicht verändert, um die Simulationen anzupassen.

- Die Berechnung der Rekristallisationskinetik basiert auf der Definition eines Substrukturmodells. Dafür wird für die precipitation domain des Austenits das "1-param-Sherstnev-Lang-Kozeschnik-'ABC' Modell" angenommen und die Parameter $A = 55$, $B = 0,001$, $C = 5 \cdot e^{-5}$, $A' = 70$ eingestellt. Die formellen Zusammenhänge dieses Substrukturmodells sind in der Beschreibung der Grundlagen des Simulationsprogramms näher beschrieben. Durch sie wird der Einfluss der Verformung und Versetzungsentstehung, der Versetzungsannihilation (dynamisch und statisch) sowie der Einfluss des Subkornwachstums gesteuert. Die Gleichungen zur Beschreibung dieser Phänomene unterliegen zwar physikalischen Zusammenhängen, jedoch sind die darin enthaltenen Parameter A , B , C und A' reine Fit-Parameter. Eine Anpassung der physikalischen Grundgrößen der verschiedenen Phänomene, welche das Rekristallisationsverhalten ergeben, sind durch die verwendete Version des Programms MatCalc nicht möglich. Die oben genannte Kombination ergibt die beste Anpassung an die experimentellen Daten. Die Simulation eines Plateaus, wie es experimentell bei Nb-mikrolegierten Stählen auftritt, ist durch eine Anpassung des Modells aber ebenfalls nicht möglich.
- Die thermomechanische Behandlung besteht zunächst aus dem Schritt der Abkühlung von Austenitisierungstemperatur auf die Umformtemperatur. Danach schließt sich eine Umformung von 0,3 mit der Umformgeschwindigkeit 1 an. Anschließend wird eine Haltezeit von bis zu 10000 Sekunden festgelegt.

Abbildung 4.42 fasst die Ergebnisse der angepassten Simulationen der Rekristallisationskinetik aller vier Stähle zusammen. Dabei fällt auf, dass die experimentellen Ergebnisse der mit Niob mikrolegierten Stähle, welche eine Plateaubildung in der Rekristallisationskinetik durch dehnungsinduzierte Ausscheidungsbildung aufweisen, nicht simuliert werden können ((b) und (d)). Es ist dabei nur möglich, das Niveau der Rekristallisationskinetiken ohne Plateaubildung bei

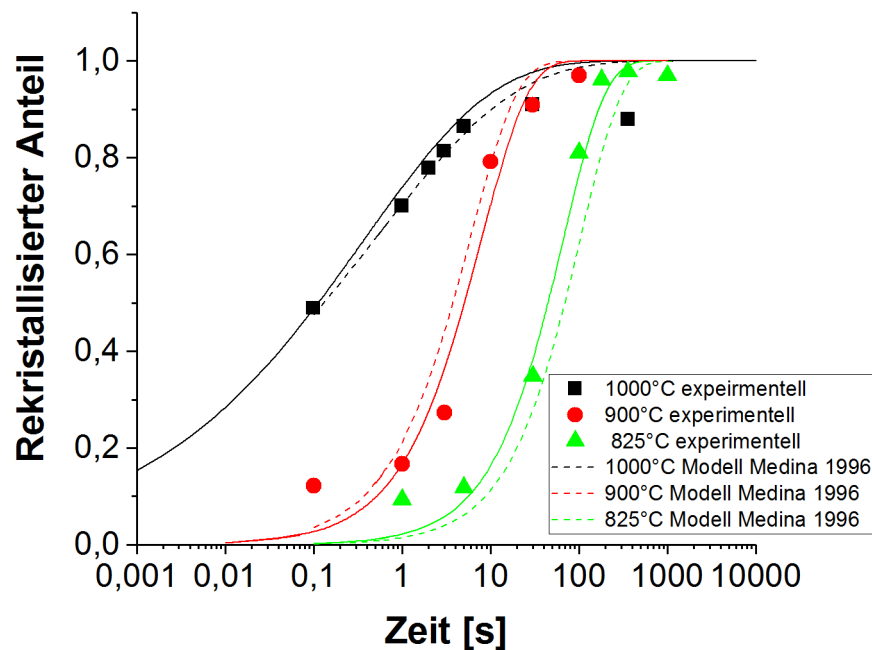


Abb. 4.41: Vergleich der experimentell bestimmten Rekristallisationskinetik des Ti-Stahls mit berechneten Werten mit dem Modell von Medina [MEDINA und MANCILLA, 1996].

hohen Temperaturen sowie das Anfangsniveau der Rekristallisationskinetiken mit Plateaubildung sinnvoll zu simulieren. Durchaus sinnvoll sehen die angepassten Simulationen des CMn- und Ti-Stahls aus ((a) und (c)). Sowohl der Beginn als auch der Verlauf der Rekristallisationskinetiken konnten in den beiden Fällen simuliert werden. Die Abweichungen zwischen Simulation und Experiment sind unter der Berücksichtigung möglicher Schwankungen der experimentellen Werte sehr gering. Lediglich für den CMn-Stahl zeigt das experimentelle Ergebnis der langen Zwischenstichzeit von 1000 s für eine Umformtemperatur von 815 °C eine deutliche Abweichung, welche jedoch als Ausreißer der experimentellen Daten angesehen werden kann.

Die Anpassung der Simulationen der Rekristallisationskinetik basiert weitestgehend auf der Anpassung der Parameter des Substrukturmodells. Da diese Parameter sich aus dem funktionellen Zusammenhang als reine Fit-Parameter ergeben, ergibt sich auch die daraus resultierende Anpassung als reiner Fit und besitzt somit keine physikalische Grundlage.

Entscheidend für die Ausbildung eines Plateaus in der Rekristallisationskinetik ist, wie in der Theorie beschrieben, dass die rücktreibende Kraft die Triebkraft der Rekristallisation übersteigt. Überprüft man diese Gegebenheit in MatCalc für die Niob-mikrolegierten Stähle, so ist dieser Fall durch keine Parameterkombination realisierbar.

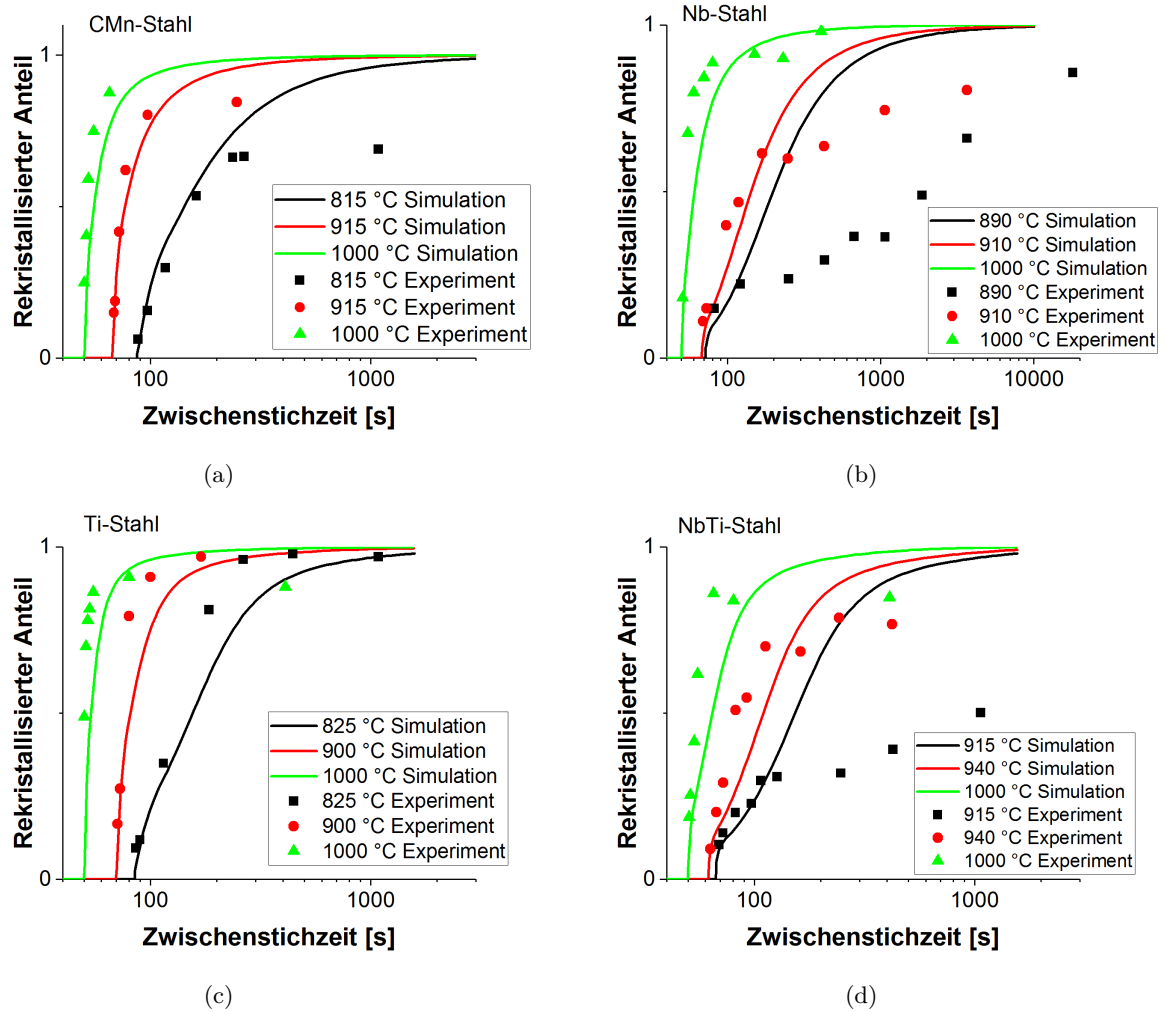


Abb. 4.42: Vergleich experimentell bestimmter und simulierter Entwicklung der Rekristallisationskinetik aller Stahlsorten abhängig für jeweils drei verschiedene Umformtemperaturen.

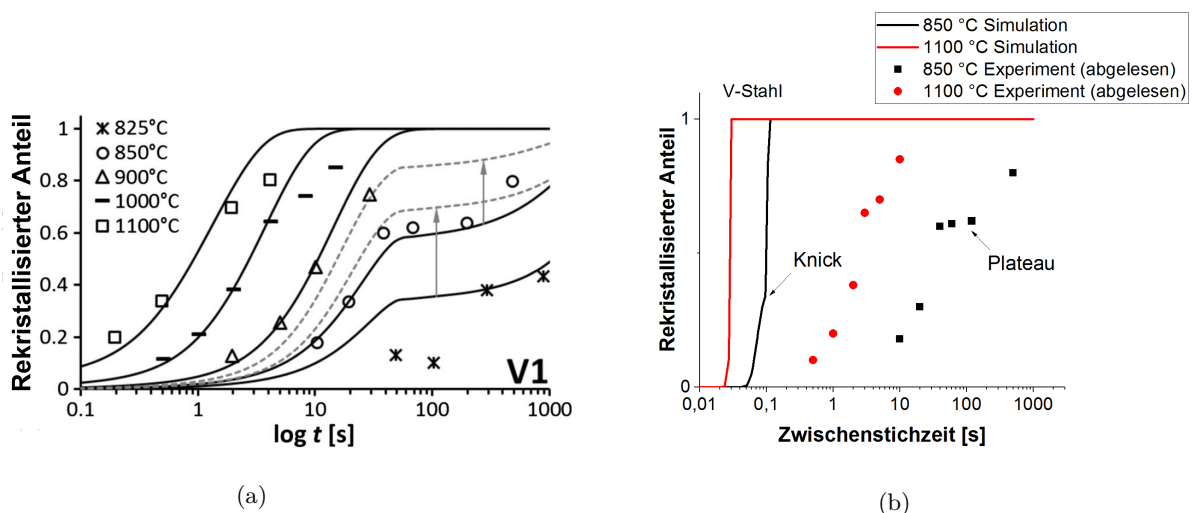


Abb. 4.43: (a) Simulierte und experimentell bestimmte Rekristallisationskinetik aus [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017], (b) mit Angaben aus [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017] mit MatCalc nachsimulierte Rekristallisationskinetiken.

Trotzdem sind in der Literatur Fälle dargestellt, in denen die Rekristallisationsverzögerung durch Plateaubildung sinnvoll für verschiedene Stähle simuliert werden konnte [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017, BUKEN et al., 2017]. Zur Verifizierung der eigenen Ergebnisse und zur Einschätzung der Grenzen des Simulationsprogramms MatCalc wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit auch die Simulationen der Literatur unter Annahme der in der Literatur angegebenen Parameter nach simuliert. Abbildung 4.43 zeigt den in der Literatur angegebenen Verlauf der Rekristallisationskinetik eines Vanadium-mikrolegierten Stahls (a), bei dem es ebenfalls zur dehnungsinduzierten Ausscheidungsbildung kommt, sowie die Ergebnisse zweier Simulationen unter Verwendung der aus der Literatur entnommenen Parameter (b). Es ist deutlich ersichtlich, dass mit der verwendeten aktuellsten Version von MatCalc 6.01 auch in dem, in der Literatur beschriebenen Fall, eine sinnvolle Berechnung der Rekristallisationskinetik und des Ausmaßes des Einflusses der rücktreibenden Kräfte dehnungsinduzierter Ausscheidungen nicht möglich ist. Statt eines Plateaus, wie in der Literatur oder den experimentellen Daten ersichtlich, bildet sich lediglich ein kleiner Knick bei kleineren rekristallisierten Anteilen. Beide Rekristallisationskinetiken sind zudem zu deutlich kürzeren Zeiten verschoben. Dies liegt daran, dass das Programm MatCalc dauerhaft weiterentwickelt und damit komplexer wird. Die Simulationen aus der Literatur wurden mit einer früheren Version von MatCalc durchgeführt mit der es durch Anpassung der Parameter möglich war die Rekristallisationskinetiken sinnvoll nachzusimulieren.

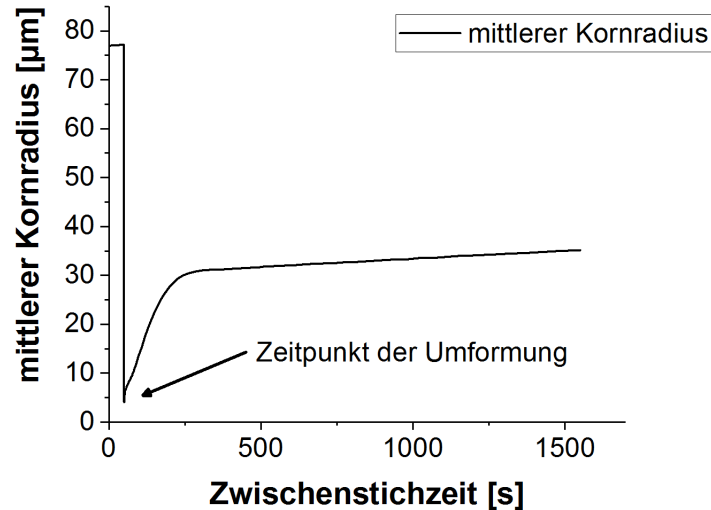


Abb. 4.44: Mittlerer Kornradius des NbTi-Stahls unter Verformungseinfluss.

Auch wenn die Simulation der Rekristallisationsverzögerung bisher nicht sinnvoll mit MatCalc möglich ist, so kann aber beispielsweise die Entwicklung des mittleren Kornradius durch den Verformungseinfluss ausgewertet werden. Abbildung 4.44 zeigt die Entwicklung des mittleren Kornradius des NbTi-mikrolegierten Stahls nach einer Austenitisierung von 10 Minuten bei 1200 °C durch eine anschließende Umformung bei 890 °C mit $\epsilon = 0,3$. Die Austenitkorngröße nimmt demnach durch die Verformung von 76 μm auf unter 10 μm ab. Anschließend wird erneutes Austenitkornwachstum abhängig von der Haltedauer bei der Umformtemperatur beobachtet.

Des Weiteren kann der mittlere Partikelradius der verschiedenen Ausscheidungsklassen TiN und NbC ausgewertet werden (Abbildung 4.45 (a)). Die Ausscheidungsklasse TiN wird bezüglich des mittleren Radius nur geringfügig durch die Umformung beeinflusst. Dagegen bilden sich ab dem Zeitpunkt der Umformung neue Ausscheidungen der Klasse NbC, welche demnach den dehnungsinduzierten Ausscheidungen zugeordnet werden können. Durch die Umformung kommt es zu einer deutlichen Erhöhung der Versetzungsdichte und damit möglicher Keimbildungsstellen für die NbC. Im Anschluss der Bildung der Ausscheidungen an den Versetzungen können diese aufgrund des Haltens bei Umformtemperatur wachsen und der mittlere Partikelradius nimmt zu. Wertet man die Größenverteilung des Partikelradius nach der Haltezeit von 1500 s aus, so ergibt sich die in Abbildung 4.45 (b) dargestellte Verteilung. Der Größenbereich des Partikelradius liegt dabei in einem sinnvollen Wertebereich.

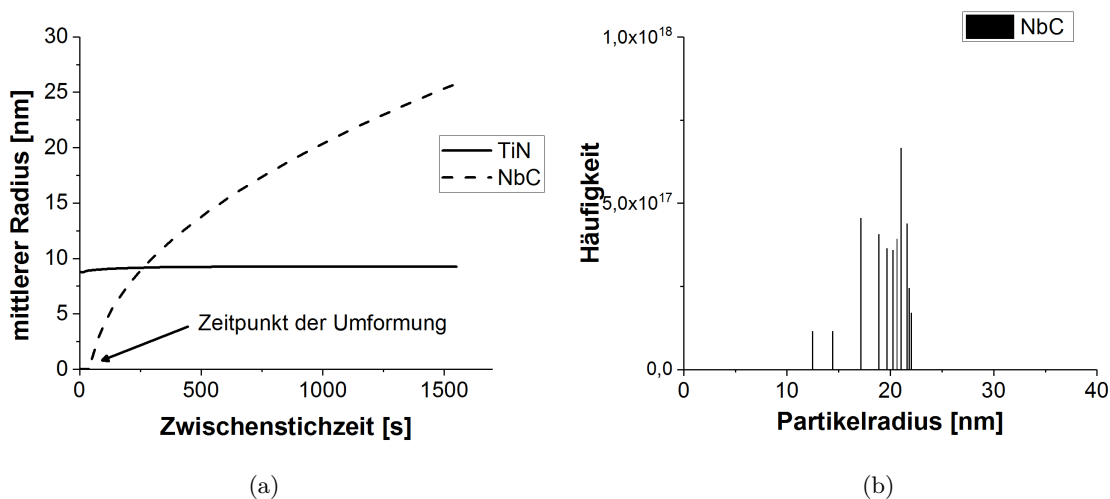


Abb. 4.45: (a) Mittlerer Partikelradius von NbC und TiN des NbTi-Stahls und (b) resultierende Häufigkeitsverteilung der dehnungsinduzierten NbC des NbTi-Stahls.

Zusammenfassend kann für alle Simulationen mit MatCalc in dieser Arbeit festgehalten werden, dass eine teilweise Anpassung der Simulationen an reales experimentell bestimmtes Verhalten, sowohl das Kornwachstum als auch die Rekristallisation betreffend, möglich ist. Dennoch handelt es sich dabei um eine überwiegende Fit-Anpassung und keine physikalisch basierte Anpassung. Das zukünftige, selbst entwickelte physikalisch-basierte Modell zur Beschreibung und Berechnung der Mikrostrukturentwicklung während der Grobblecherzeugung sollte sich, wenn möglich, vor allem in diesem Punkt deutlich von dem Simulationsprogramm MatCalc unterscheiden

4.3.8 Modellbildung

Das physikalisch basierte Modell konnte im Bereich des Austenitkornwachstums bereits zur Berechnung von Korngrößenentwicklungen verwendet werden. Für den Prozessabschnitt der Warmumformung wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit lediglich ein Grundgerüst für die zukünftige Programmierung erstellt. Abbildung 4.46 zeigt den grundlegenden Aufbau des Modells.

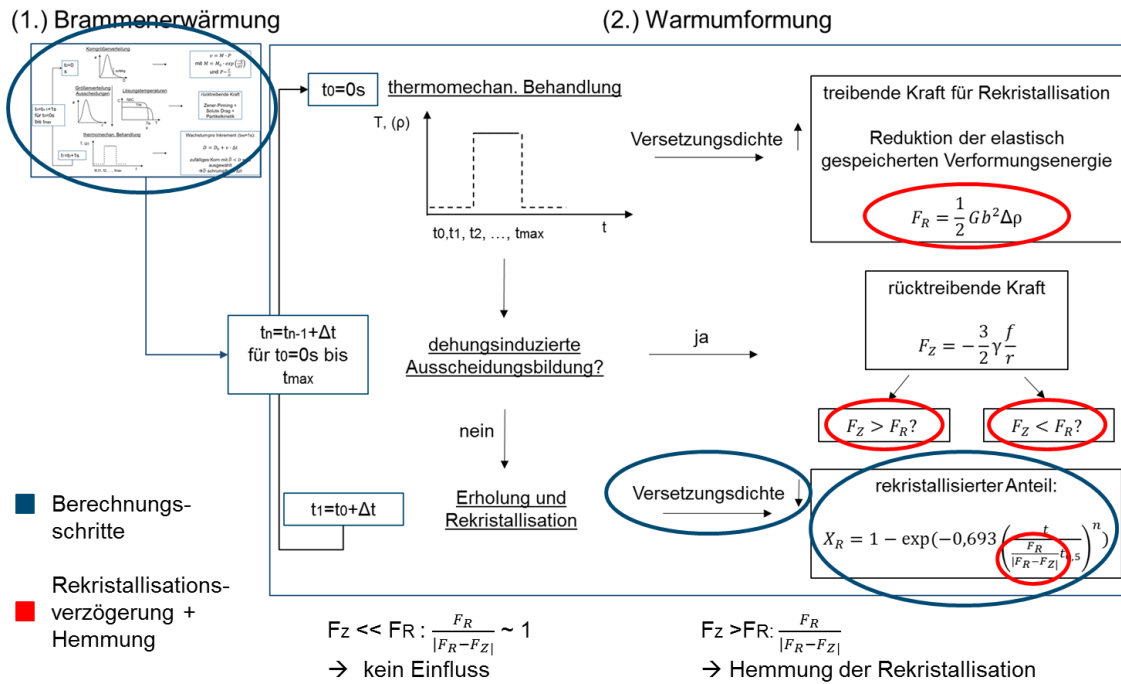


Abb. 4.46: Flow-Chart zur Abbildung der Funktionsweise des entwickelten Modells zur Beschreibung der Rekristallisationskinetik während der Warmumformung.

Neben dem bereits erläuterten Programmabschnitt der Brammenerwärmung und des Kornwachstum soll somit ein weiterer Programmabschnitt hinzukommen, welcher im Folgenden erläutert wird. Zunächst wird dabei die thermomechanische Behandlung definiert. Dafür werden die Umformtemperatur, der Umformgrad und die Umformgeschwindigkeit festgelegt. In Abhängigkeit von der definierten thermomechanischen Behandlung steigt die Versetzungsdichte an. Die Reduktion der elastisch gespeicherten Verformungsenergie bildet dann die Grundlage der treibenden Kraft der Rekristallisation. Kommt es je nach chemischer Zusammensetzung und Umformbedingungen zu dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung, wird neben der treibenden Kraft auch eine rücktreibende Kraft berechnet, welche von dem Volumenanteil und dem Radius der Partikel abhängig ist. Anschließend kann der rekristallisierte Anteil im zweiten Schritt berechnet werden. Durch den Vorfaktor $\frac{F_R}{|F_R - F_Z|}$ vor $t_{0,5}$ wird dabei festgelegt, ob es zur Hemmung der Rekristallisation bei hohen Werten der rücktreibenden Kraft F_Z und zur Verschiebung der $t_{0,5}$ zu längeren Zeiten kommt. Ist F_Z dagegen klein, so ergibt sich der Vorfaktor zur ≈ 1 und hat somit keinen Einfluss auf den rekristallisierten Anteil. Bereits rekristallisierte Körner können anschließend in einem dritten Berechnungsschritt entsprechend des programmierten Modells des Kornwachstums wachsen. Die Basis des Programms kann also durch die drei Berechnungsschritte des Kornwachstums, der Reduktion der Versetzungsdichte und der Berechnung des rekristallisierten Anteils zusammengefasst werden. Je nach Zusammensetzung werden diese Berechnungsschritte dann noch zusätzlich durch Ausscheidungen beeinflusst.

4.4 Validierung der *GOS*-Methode am austenitischen Stahl V2a

Um den Einfluss einer Austenitkornrekonstruktion auf die mittels *GOS*-Methode bestimmte Rekristallisationskinetik auszuschließen und die, im Rahmen dieser Arbeit verwendete *GOS*-Methode zu validieren, wurden *in-situ* Zugversuche am V2a Stahl mit anschließenden Wärmebehandlungen durchgeführt. Durch diese Versuche ist die im folgenden Kapitel erläuterte und diskutierte Korrelation lokaler Dehnungen mittels DIC sowie die Auswertung des rekristallisierten Anteils mittels *GOS*-Methode möglich. In diesem Abschnitt wird zunächst auf die Charakterisierung des unverformten Zustands eingegangen. Daran schließen sich die Ergebnisse des *in-situ* Zugversuchs und der digitalen Bildkorrelation an, welche mit den Orientierungsmessungen des verformten Zustands korreliert werden. Die an den Zugversuch angeschlossenen Wärmebehandlungen und die daraus resultierende Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels *GOS*-Methode werden zum Abschluss dieser Arbeit dargestellt und diskutiert.

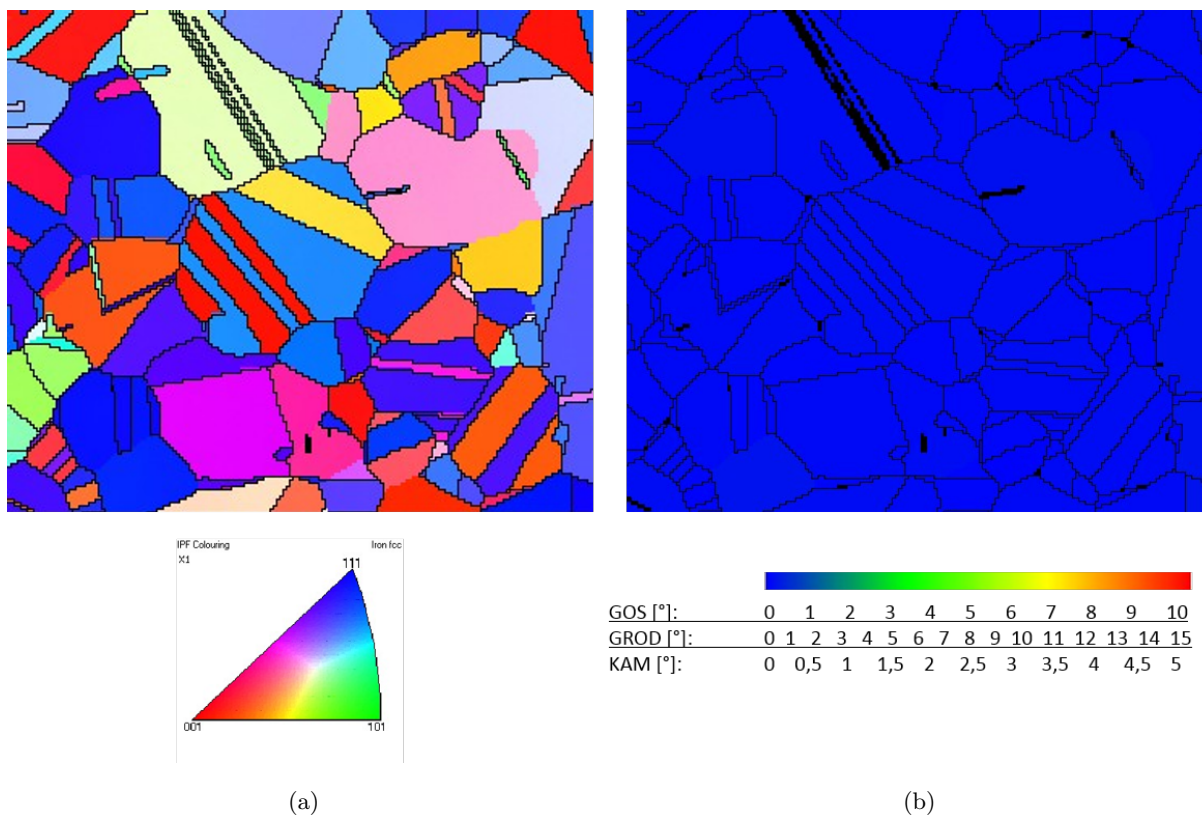


Abb. 4.47: Auswertung des EBSD der unverformten Probe: (a) EBSD-Map, (b) *GOS*-Map.

Von der metallographisch präparierten V2a-Zugprobe wird im ersten Schritt zunächst ein EBSD-Scan eines, durch Indentation festgelegten Bereichs aufgenommen, um den unverformten Zustand der Probe festzuhalten und zu charakterisieren. Das Ergebnis in Form einer EBSD-Map ist in Abbildung 4.47 (a) dargestellt. Die vorangegangene Wärmebehandlung der Probe bei 1050 °C für eine Stunde resultiert in einer mittleren Korngröße von 51,5 µm und hat somit den gewünschten Zweck der Steigerung des mittleren Korndurchmessers im Vergleich zum Ausgangszustand des Materials (ca. 15 µm) erfüllt. Neben der Auswertung der mittleren Korngröße ist auch die Betrachtung der *GOS*-Werte, der *GROD*-Werte und der *KAM*-Werte des unverformten Zu-

stands vor Beginn des *in-situ* Zugversuchs sinnvoll. Abbildung 4.47 (b) zeigt die resultierende Map der *GOS*-Werte (jeweils ein Wert pro Korn). Auf die Darstellung der Auswertungen der *GROD*-Werte und der *KAM*-Werte des unverformten Zustands wird an dieser Stelle verzichtet, da sie ebenfalls in vollkommen blauen Maps resultieren. Die lokale Variation der *GROD*- und *KAM*-Werte innerhalb eines Kornes ist in diesen Maps durch die verwendete Farbskalierung, welche aus Gründen der Vergleichbarkeit der verschiedenen Gefügestände auch für die noch folgenden Auswertungen verwendet wird, nicht ersichtlich.

Vergleichbar zu der Anwendung der *GOS*-Methode in Kapitel 4.3.4 wird auch für den V2a-Stahl anhand der unverformten Probe der *GOS*-Schwellwert festgelegt. Abbildung 4.48 zeigt die Auftragung aller durch den EBSD-Scan ermittelten *GOS*-Werte für den unverformten Referenzzustand der V2a-Probe. Der Schwellwert für die Unterscheidung von rekristallisierten und verformten Körnern wird anhand dieser Auftragung bei 2° festgelegt. Dieser Schwellwert ist im Vergleich zu den Schwellwerten der Proben aus Kapitel 4.3.4 etwas geringer. Durch die Austenitkornrekonstruktion kommt es, wie in der Theorie bereits erläutert, zu einer Streuung der *GOS*-Werte um $1-2^\circ$ und damit zu einer Verbreiterung der Verteilung und einer Verschiebung des Schwellwertes zu höheren Werten. Durch die Streuung, die abhängig von der Qualität der EBSD-Scans und der Rekonstruktionen ist, kann es in der anschließenden Unterscheidung von rekristallisierten und verformten Bereichen zu Fehlern kommen, welche im Fall des V2a-Stahls nun ausgeschlossen werden können.

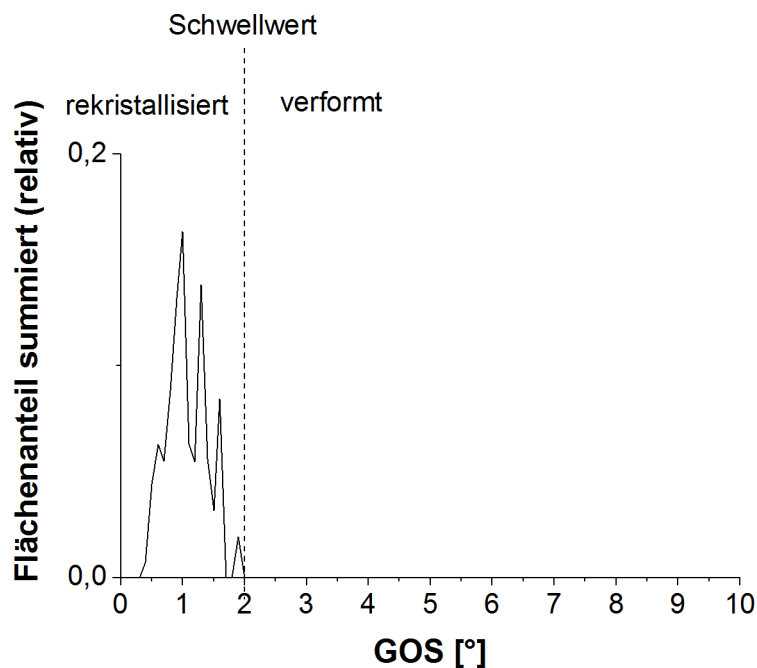


Abb. 4.48: Festlegung des *GOS*-Schwellwerts anhand der unverformten Probe.

4.4.1 Bestimmung lokaler Dehnungen mittels digitaler Bildkorrelation

An die Charakterisierung des Referenzzustandes schließt sich die Kontrastierung der Probenoberfläche und daran der *in-situ* Zugversuch im REM an. Abbildung 4.49 zeigt die Spannungs-Dehnungskurve des Zugversuchs, dessen Auswertung im folgenden Kapitel erläutert wird. Für jeden Punkt der Kurve wurde für den entsprechenden Zustand der Oberfläche der Probe ein SE-Bild des markierten Bereichs aufgenommen. Diese Bilder stellen die Grundlage für die anschließende digitale Bildkorrelation zur Ermittlung lokaler Dehnungen dar. Die Schritte der Kraft- und damit verbundenen Dehnungserhöhung werden so gleichmäßig wie möglich mit einer Steigerung der Dehnung um 1-3 % durchgeführt. Somit liegen nach dem *in-situ* Versuch insgesamt 9 Bilder für 9 verschiedene Dehnungszustände bis zu einer maximalen Dehnung von 14,4 % vor. Das Bild vor dem ersten Aufbringen einer Kraft wird für die digitale Bildkorrelation als Referenzbild aufgenommen.

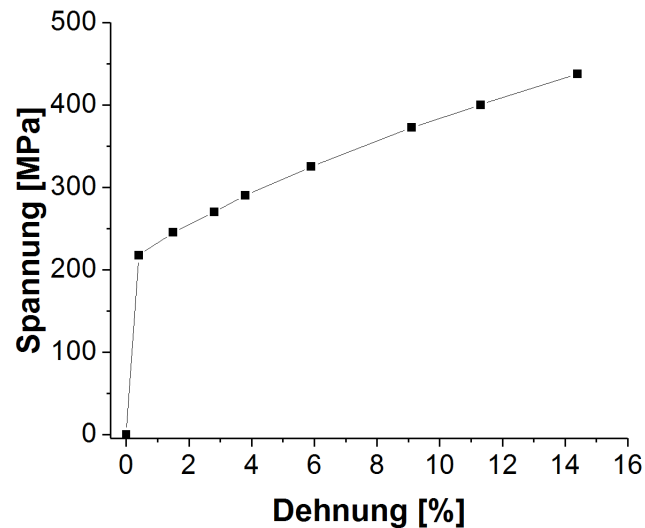


Abb. 4.49: Spannungs-Dehnungskurve des *in-situ* Zugversuchs.

Die digitale Bildkorrelation wird mit den in Tabelle 20 beschriebenen Parametern durchgeführt. Im Anschluss daran wird eine Verschiebungskorrektur durchgeführt, um den Einfluss möglicher Probenrotationen auf das Ergebnis auszuschließen. Ein weiterer Bestandteil der Aufbereitung der resultierenden Daten besteht darin einen Median-Filter auf die Daten anzuwenden. Durch den Median-Filter werden die Grauwerte der Pixel zunächst in einer definierten Umgebung des Pixels (in diesem Fall 100 x 100 Pixel) aufgelistet und anschließend der Größe nach sortiert. Der mittlere Grauwert dieser Liste wird gewählt und der aktuelle Grauwert des Pixels durch den gewählten Grauwert ersetzt. Anschließend wird eine Gauss-Glättung, ebenfalls in einem Bereich von 100 x 100 Pixeln, durchgeführt. Durch diese Gauss-Glättung wird das Bildrauschen vermindert, kleinere Strukturen gehen verloren, wohingegen größere erhalten bleiben.

Nach der Bearbeitung der Daten auf diese Weise erhält man eine Map des in der Theorie beschriebenen Korrelationskoeffizienten, der als Ähnlichkeitsmaß in der DIC herangezogen wird.

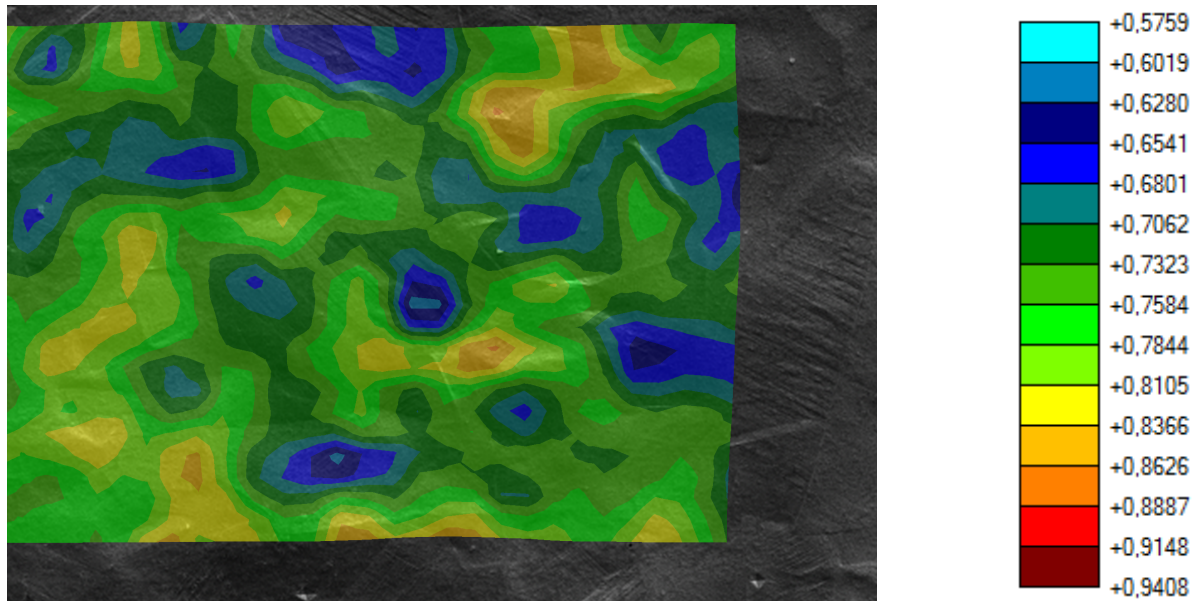


Abb. 4.50: Aus der DIC des *in-situ* Zugversuchs resultierende Verteilung des Korrelationskoeffizienten.

Eine solche Map ist in Abbildung 4.50 dargestellt. Anhand der Skala ist zu erkennen, dass der Korrelationskoeffizient für jeden ganzzahligen Pixel mindestens bei 0,57 und in einigen Bereichen sogar in sehr guten Wertebereichen um 0,8 liegt.

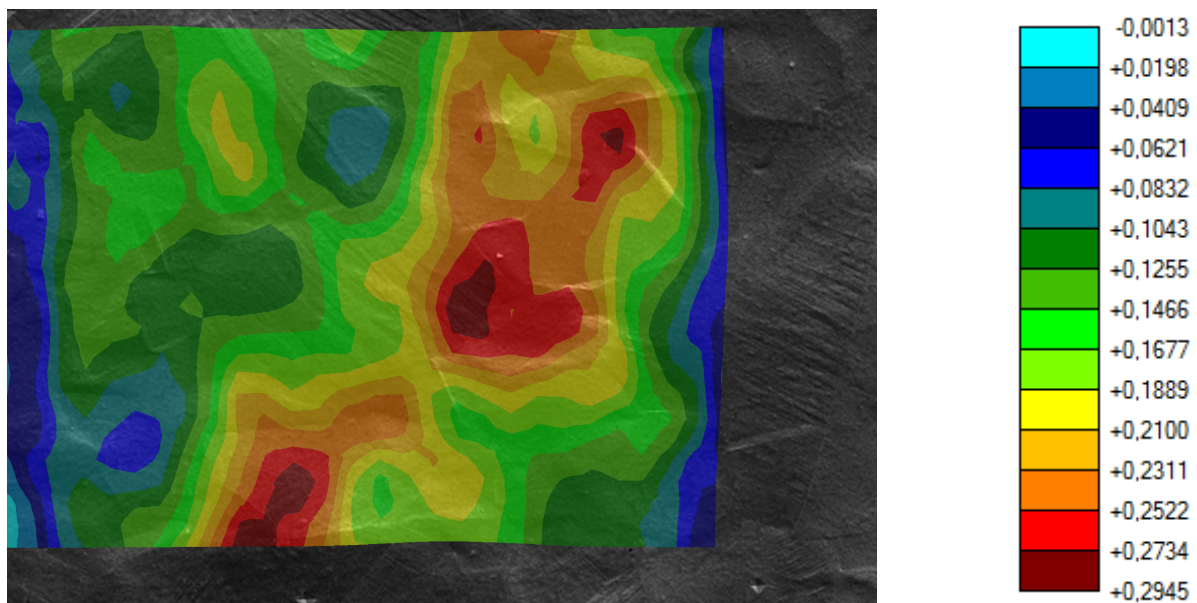


Abb. 4.51: Aus der DIC des *in-situ* Zugversuchs resultierende Verteilung lokalen Dehnungen.

Auf der Basis dieser Auswertungen können nun die lokalen Dehnungen in Zugrichtung der Probe bestimmt werden. Dies liefert eine Map, wie sie in Abbildung 4.51 dargestellt ist. Anhand dieser Abbildung sind deutliche Unterschiede in der lokalen Dehnung zu erkennen. Insgesamt liegen die resultierenden Werte zwischen 0 und ca. 30 % Dehnung. Im Mittel liegen die Dehnungen bei einem Wert von ca. 14,5 % und passen somit zu den global gemessenen Dehnungswerten

während des Versuchs. Eine deutlich erhöhte lokale Dehnung ist in den roten Bereichen erkennbar, welche auch im Zusammenhang mit einem lokal geringeren Korrelationskoeffizienten gebracht werden können. Die sehr geringen Dehnungen am Rand der resultierenden Map sind ein Artefakt der digitalen Bildkorrelation und werden in den folgenden Auswertungen nicht mitbetrachtet. Eine Übersicht der auftretenden mittleren Dehnungsverteilung aller Körner ist durch Abbildung 4.52 für drei verschiedene Dehnungszustände des Versuchs gegeben. Die dort dargestellten Verteilungen weisen jeweils die Form einer Log-Normalverteilung auf. Bestimmt man für alle drei Zustände die Halbwertsbreite der Verteilung, so ergeben sich die in Tabelle 22 zusammengefassten Werte. Es ist deutlich zu sehen, dass die Halbwertsbreite der Verteilung mit zunehmender Dehnung ebenfalls deutlich zunimmt (von 3 % bei 2,5 % Dehnung auf 12,3 % bei 14,4 % Dehnung). Wie zu erwarten nimmt also die Streuung der Dehnungswerte um den mittleren Dehnungswert jedes Zustands mit steigender Gesamtumformung zu und die Anzahl der Körner pro resultierendem Dehnungswert ab.

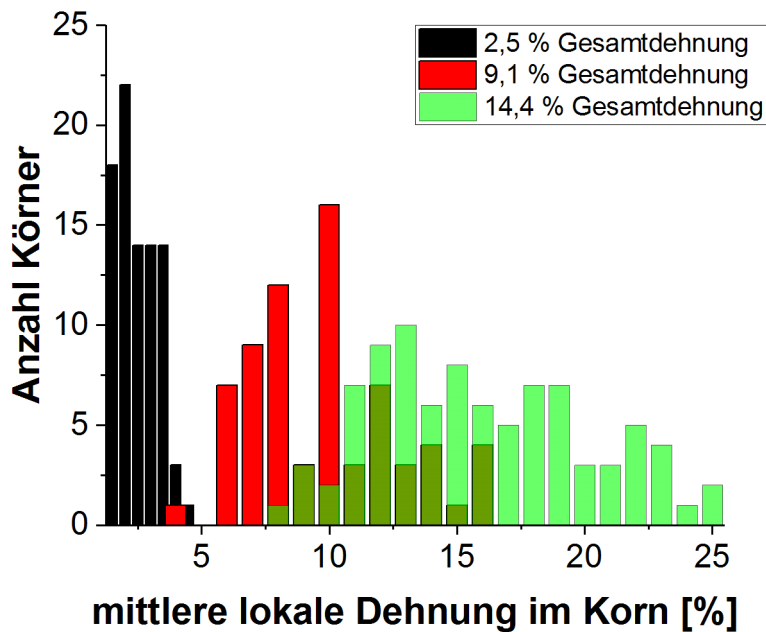


Abb. 4.52: Histogramm der durch DIC bestimmten mittleren Dehnungen pro Korn für verschiedene Dehnungszustände.

Tabelle 22: Halbwertsbreiten der lokalen Dehnungsverteilungen pro Korn für verschiedene globale Dehnungszustände.

globale Dehnung [%]	Halbwertsbreite [%]
2,5	3
9,1	6
14,4	12,3

4.4.2 Analyse des Verformungszustandes durch Korrelation von EBSD und DIC

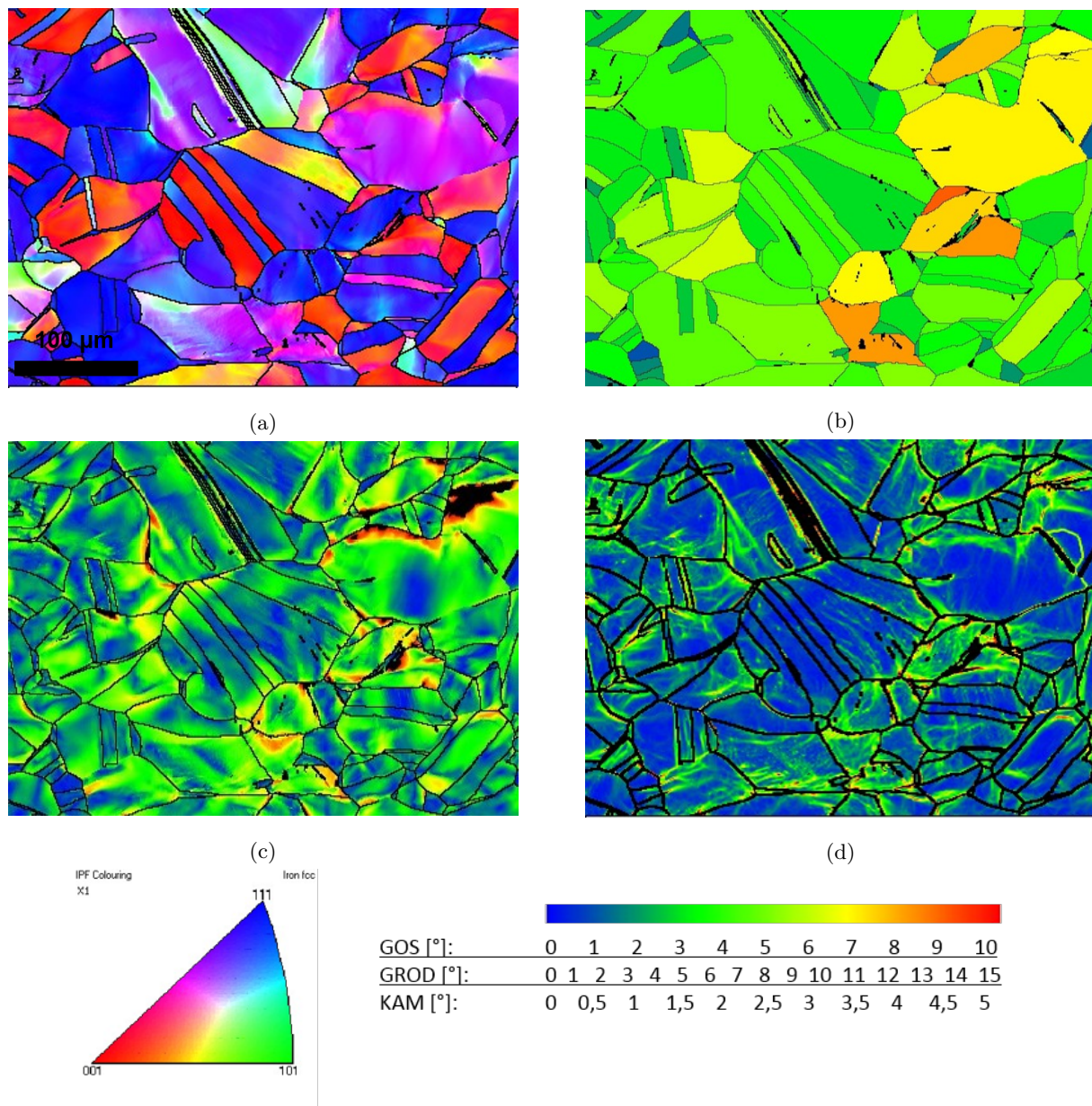


Abb. 4.53: Auswertung der EBSD-Messung der verformten Probe: (a) EBSD-Map, (b) *GOS*-Map, (c) *GROD*-Map, (d) *KAM*-Map.

In dem folgenden Abschnitt sollen nun die Ergebnisse der EBSD-Nachbearbeitung des verformten Zustandes direkt für jedes Korn mit dem Ergebnis der digitalen Bildkorrelation verglichen werden. Um den mittels *GOS*-Methode charakterisierten Verformungszustand mit den lokalen Dehnungen der DIC vergleichen zu können, wird im Anschluss an den *in-situ* Versuch eine EBSD-Messung des vorher markierten Bereichs an der verformten Probe durchgeführt. Das Ergebnis dieser EBSD-Messung ist in Abbildung 4.53 (a) dargestellt. Die Verformung der Körner ist anhand der Orientierungsunterschiede innerhalb der Körner deutlich erkennbar. Durch Nachbearbeitung der EBSD-Daten können Maps der *GOS*-, *GROD*- und *KAM*-Werte erstellt werden (Abbildung 4.53 (b-d)). Wichtig ist dabei, dass die Korndetektion bei jeder Erstellung

einer Parameter-Map identisch ist, damit diese untereinander vergleichbar bleiben.

Betrachtet man für den vorliegenden Fall der verformten Probe die *GOS*-Map und die *GROD*-Map, so fällt auf, dass für die Körner mit einem hohen *GOS*-Wert auch die *GROD*-Werte innerhalb der Körner vergleichsweise hoch sind. Die *GROD*-Werte nehmen dabei vor allem im Bereich der Korngrenzen tendenziell zu. Vergleicht man die *KAM*-Map mit den *GOS*- und *GROD*-Maps, so können hohe *KAM*-Werte ebenfalls mit hohen *GOS*- bzw. *GROD*-Werten korreliert werden. Auffällig ist auch, dass die deutlich erkennbaren Orientierungsunterschiede innerhalb mancher Körner in der IPF-Darstellung der EBSD-Map ebenfalls mit hohen *KAM*-Werten korreliert werden können.

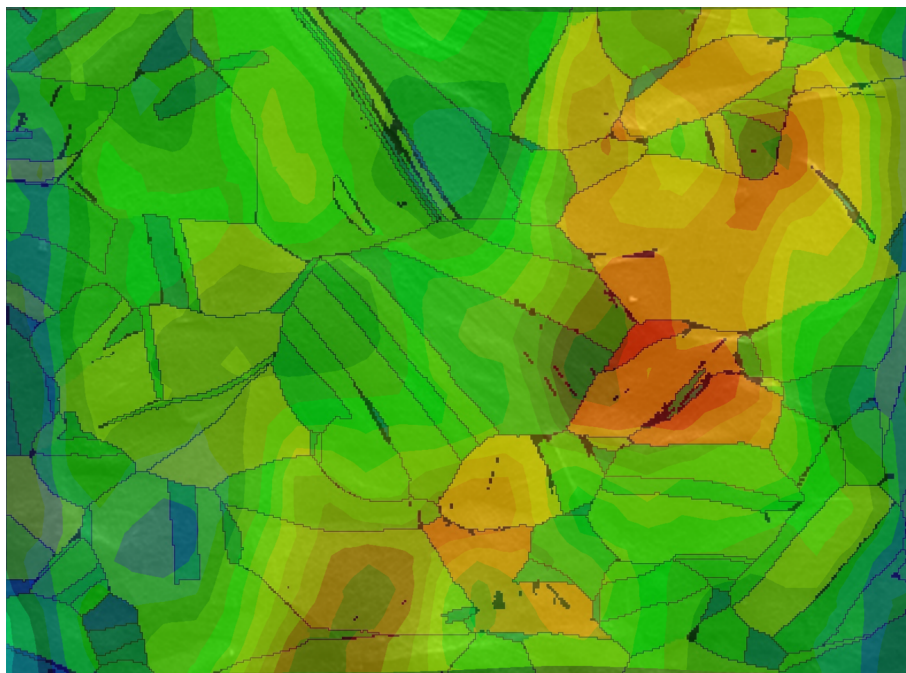


Abb. 4.54: Graphische Korrelation von *GOS* und lokalen Dehnungen der DIC.

Abbildung 4.54 zeigt das Resultat der Überlappung der DIC-Ergebnisse mit der dazugehörigen *GOS*-Map der verformten Probe. Trotz geringer Abweichungen fällt deutlich auf, dass an den Stellen, an denen eine hohe lokale Dehnung durch den Zugversuch und anschließende DIC bestimmt wurde, auch der resultierende *GOS*-Wert hoch ist. Lediglich an den Rändern zeigen sich Unterschiede durch die Artefakte der DIC. Auf Basis dieses optischen Vergleichs wurden die in Abbildung 4.55 (a) gezeigten Werte des *GOS* und des dazugehörigen Mittelwerts der lokalen Dehnung für jedes einzelne Korn bestimmt. Auch wenn die Daten teilweise stark streuen, so ist doch deutlich die zu erwartende Tendenz erkennbar. Der resultierende *GOS*-Wert ist somit für höhere mittlere lokale Dehnungen eines Kornes ebenfalls erhöht. Da die Randartefakte und damit die Randkörner der Map ausgeschlossen wurden und da die mittlere lokale Dehnung im Korn durch Mittelwertbildung aus maximaler und minimaler Dehnung bestimmt wurde, fehlen die kleinen Dehnungswerte ($< 8\%$) bei dieser Auswertung.

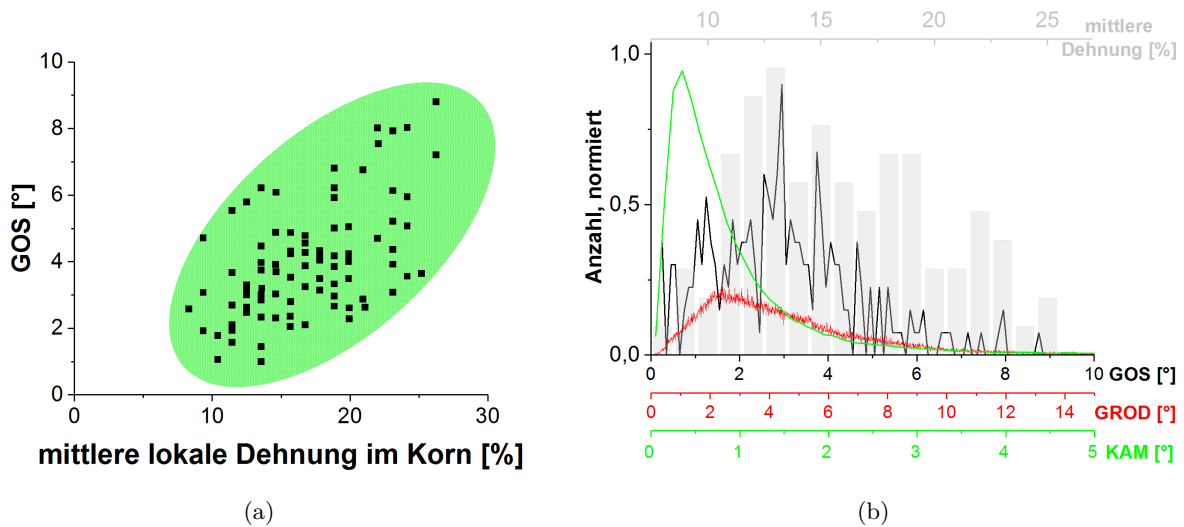


Abb. 4.55: (a) Korrelation von GOS und lokalen Dehnungen pro Korn und (b) Vergleich der Verteilung für Dehnungs-, GOS -, $GROD$ - und KAM -Werte der *in-situ* verformten Probe.

Neben diesem Vergleich der GOS - und Dehnungswerte pro Korn, lässt sich zudem die Form der Verteilungen aller Werte der EBSD-Auswertung sowie der Dehnungswerte miteinander vergleichen. Dieser Vergleich ist in Abbildung 4.55 (b) dargestellt. Dort sind die Verteilungen entsprechend ihrer Wertebereiche gezeigt. Rein optisch passen demnach die Form der GOS -Verteilung am Besten zu der Form der lokalen Dehnungsverteilung, was für die Charakterisierung des Verformungs- bzw. auch des Rekristallisationsverhaltens mit Hilfe der GOS -Methode spricht. Allen Verteilungen ist gleich, dass sie die Form einer Log-Normalverteilung aufweisen. Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die zu erwartenden Zusammenhänge zwischen lokalen Dehnungen und Werten der Orientierungsmessung hergestellt werden konnten. Der Vergleich der GOS -, $GROD$ - und KAM -Werte validiert zudem die Ergebnisse der Anwendung der GOS -Methode bei den TM-Stählen. Zukünftig wäre es sinnvoll, den Vergleich der Halbwertsbreiten verschiedener Dehnungszustände des *in-situ*-Versuchs, wie in Abbildung 22 dargestellt, auch für GOS -, $GROD$ - und KAM -Werteverteilungen durchzuführen und diese mit der Veränderung der Halbwertsbreite der Dehnungsverteilung zu korrelieren. Dadurch könnte zusätzlich abgeschätzt werden, welcher Wert der EBSD-Auswertung den Verformungs- und Rekristallisationszustand am besten beschreibt. In den Versuchen dieser Arbeit wäre eine solche gleichzeitige Bestimmung lokaler Dehnungen und gleichzeitige Bestimmung von GOS -, $GROD$ - und KAM -Werten durch EBSD-Messungen nicht möglich gewesen. Durch das aufgebrachte Muster der Oxidpartikel, welche für die DIC unabdingbar sind, ist die Reinigung der Probe vor einem EBSD-Scan unbedingt notwendig. Dadurch geht jedoch das aufgebrachte Muster verloren und es ist keine DIC mehr durchführbar. Die Verbindung von *in-situ*-Versuch und EBSD-Messung durch die Verwendung von EBSD-Daten zur lokalen Dehnungsbestimmung mittels CrossCourt dagegen könnte diese Korrelation in zukünftigen Experimenten ermöglichen.

4.4.3 Bestimmung der Rekristallisationskinetik mittels *GOS*-Methode

An die EBSD-Messung der verformten Probe schließen sich mehrere Wärmebehandlungen an, um aus daran anschließenden EBSD-Aufnahmen die Rekristallisationskinetik anhand der *GOS*-Werte zu bestimmen. Abbildung 4.56 zeigt die Maps der EBSD-Messung einer Probe, welche drei mal bei 800 °C für 30 Minuten wärmebehandelt wurde. Im Vergleich zu den Maps aus Abbildung 4.53 ergeben sich für die Körner, welche nach der Verformung die höchsten *GOS*-Werte aufzeigten deutlich geringere *GOS*-Werte nach der dritten Wärmebehandlung. Dies ist ein Indiz für den Beginn von Erholungs- und Rekristallisationsprozessen. Die Kornform hat sich jedoch vergleichsweise kaum geändert.

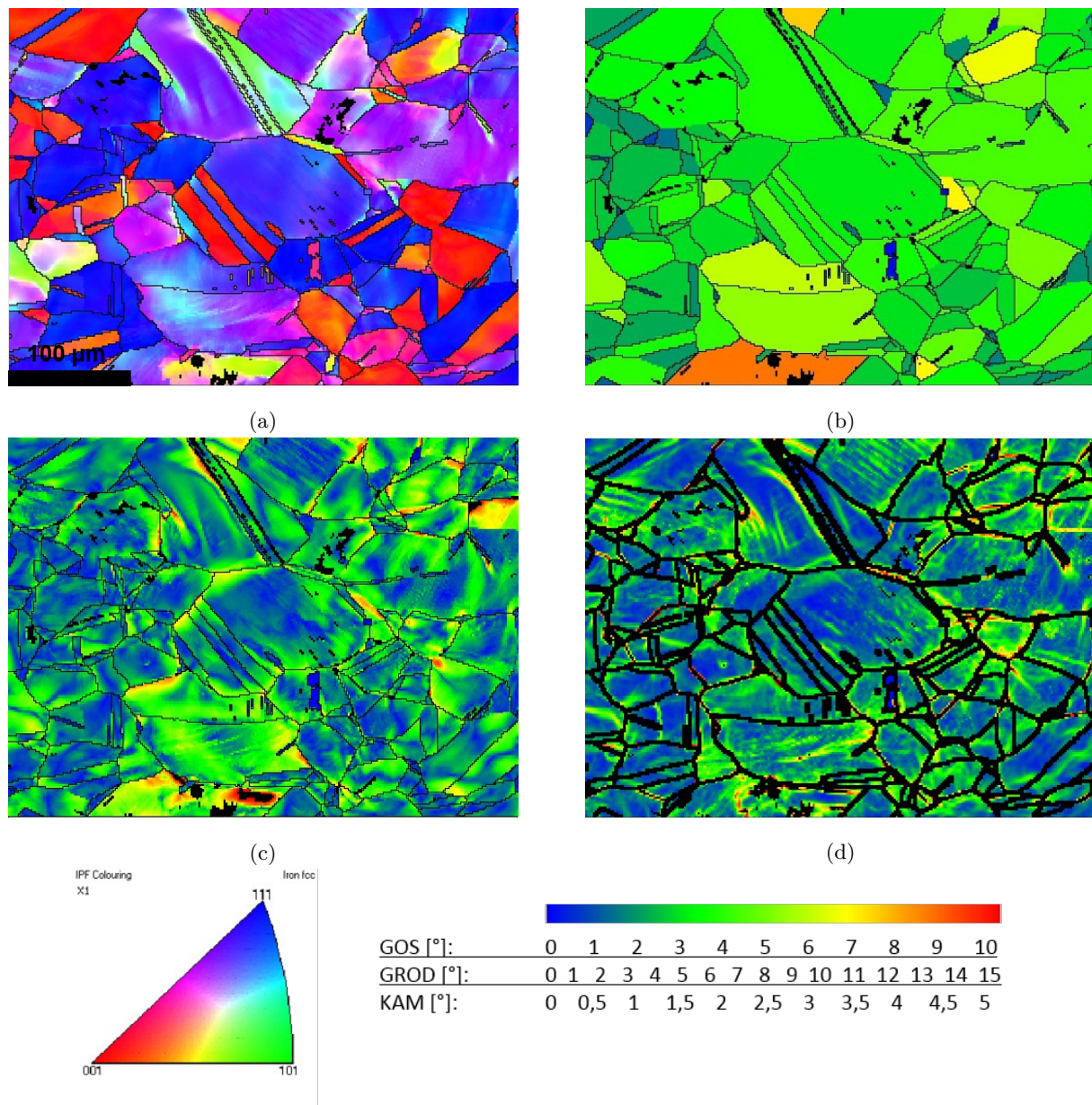


Abb. 4.56: Auswertung der EBSD-Messung der verformten Probe nach einer Wärmebehandlung von 90 min bei 800 °C: (a) EBSD-Map, (b) *GOS*-Map, (c) *GROD*-Map, (d) *KAM*-Map.

Durch ein Artefakt der Präparation kommt es in einem Korn am unteren Bildrand zu einer starken Erhöhung des *GOS*-Wertes (orangefarbenes Korn). Aufgrund der Wärmebehandlung ist es an dieser Stelle zu einer Verzunderung der Probe gekommen, welche durch die anschließende Nachpräparation vor der darauf folgenden EBSD-Messung nicht vollständig entfernt wurde und somit die resultierenden *GOS*-, *GROD*- und *KAM*-Werte beeinflusst. Dieser Fall zeigt, wie sensibel die Werte, welche die Versetzungsdichte in einer Mikrostruktur beschreiben können, bezüglich der vorherigen Probenpräparation sind.

Es wird davon ausgegangen, dass nur ein sehr geringer Teil der Körner bereits erholt bzw. rekristallisiert sind, da der Prozess der Rekristallisation auch immer mit dem Prozess der Kornneubildung und daher einer Veränderung der Kornstruktur einhergeht. Vergleicht man den verformten Zustand mit dem dritten Wärmebehandlungszustand, bei dem eine deutliche Veränderung der *GOS*-Werte zu erkennen ist, sieht man, dass die Verringerung der *GOS*-Werte und damit der resultierenden Versetzungsdichte bevorzugt an hoch verformten Körnern beginnt. Der *GOS*-Wert ändert sich dagegen in geringerer Weise bei Körnern, welche direkt nach der Verformung ebenfalls einen vergleichsweise geringen *GOS*-Wert aufweisen.

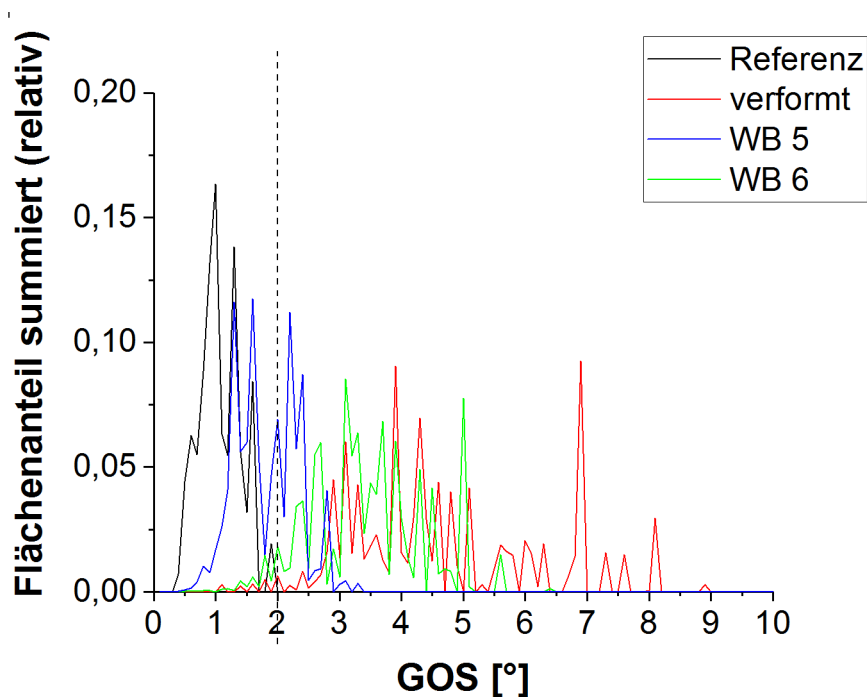
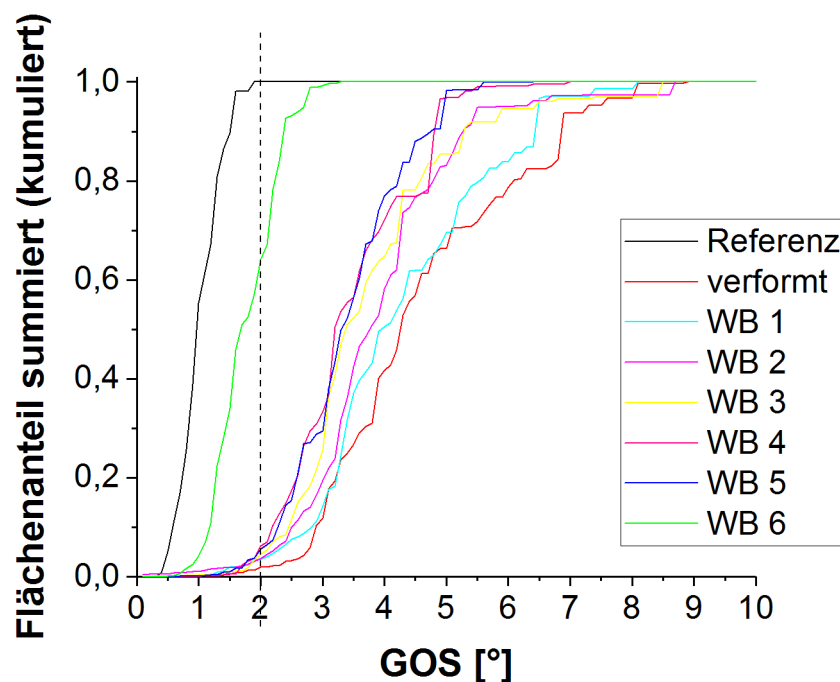


Abb. 4.57: Vergleich der *GOS*-Verteilungen ausgewählter Probenzustände.

Aufgrund dieser Ergebnisse schließen sich weitere Wärmebehandlungen an, deren Ergebnisse im Folgenden erläutert werden. Nach einer Wärmebehandlung von 5 mal 30 Minuten bei 800 °C zeigt sich durch die anschließende EBSD-Messung nicht nur ein deutlicher Unterschied in der Farbgebung der resultierenden Maps, sondern auch in den resultierenden Kornformen bei gleichen Korndetektionsparametern und Skalierungen. Auch die Höhe der *GOS*-, *GROD*- und *KAM*-Werte hat erneut abgenommen. Die Veränderung der *GOS*-Werte bleibt aber vergleichsweise gering. Der bestimmte rekristallisierte Anteil liegt immer noch unterhalb von 10 %. Durch

Tabelle 23: Rekristallisierte Anteile der verschiedenen Wärmebehandlungsstufen der V2a-Probe.

Wärmebehandlung	Dauer insg. [min]	rekristallisierter Anteil [%]
1	30	3,5
2	60	3,6
3	90	4,5
4	120	5,5
5	150	6
6	390	63

**Abb. 4.58:** Kumulierte *GOS*-Verteilungen für alle Probenzustände.

eine weitere, deutlich längere Wärmebehandlung bei 800 °C für 240 Minuten stellt sich schließlich ein beinahe vollkommen rekristallisiertes Gefüge ein. Vergleicht man nun alle *GOS*-Werte bezüglich des ermittelten Schwellwerts, so ergeben sich für alle durchgeführten gezeigten Wärmebehandlungen jeweils ein bestimmter rekristallisierter Anteil. Die Zusammenfassung dieser rekristallisierten Anteile abhängig von der Wärmebehandlungsdauer sind in Tabelle 23 und die dazugehörigen *GOS*-Verteilungen in Abbildung 4.57 dargestellt. In dieser Abbildung werden aus Gründen der Übersichtlichkeit nur die *GOS*-Verteilungen der unverformten, der verformten sowie der letzten beiden wärmebehandelten Proben verglichen. Die kumulierten *GOS*-Verteilungen aller Proben sind dagegen in Abbildung 4.58 zusammengefasst, wodurch der Einfluss jeder Wärmebehandlung auf die resultierenden Werte deutlich wird. Durch die Verformung verschieben sich die resultierenden *GOS*-Werte, wie zu erwarten, hin zu größeren *GOS*-Werten, um durch die angeschlossenen Wärmebehandlungen in jedem Schritt wieder in geringeren Werten zu resultieren.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass durch die verschiedenen Wärmebehandlungen verschiedene Gefügestände hergestellt werden konnten. Bei der Auswertung dieser Zustände kann es aber lokal zu deutlichen Unterschieden in den resultierenden Maps kommen. Da alle Werte theoretisch mit steigender Versetzungsdichte zunehmen, sollten solche Unterschiede theoretisch nicht auftreten. Der *GOS*-Wert ist aber beispielsweise extrem abhängig von der definierten minimalen Korngröße und der Qualität der vorherigen Probenpräparation und damit der EBSD-Messung, wie in [WRIGHT et al., 2011] beschrieben. Dadurch kann es durchaus zu Abweichungen im Vergleich zu den anderen Parametern oder der einzelnen Wärmebehandlungsschritte kommen, wie im Falle des oben diskutierten orangefarbenen Kornes. Außerdem ist die Höhe des definierten Misorientierungswinkels zur Korndetektion entscheidend dafür, welche Körner einen hohen und welche Körner einen niedrigen *GOS*-Wert zugeordnet bekommen. Bei der Durchführung und Anwendung der *GOS*-Methode sollte also genau darauf geachtet werden, dass die EBSD-Aufnahmen, die Nachbearbeitung sowie die zugrunde gelegten Parameter verschiedener Messungen identisch bleiben, damit die Ergebnisse untereinander vergleichbar sind.

Abbildung 4.59 zeigt zum Abschluss dieser Arbeit den rein optischen Vergleich der verformten und der zu 63 % rekristallisierten Mikrostruktur. Eine deutliche Änderung der Kornstruktur ist dabei zu erkennen. Trotz Gemeinsamkeiten, wie die Körner oben links, gibt es doch deutliche Unterschiede, welche nicht nur aus der erneuten Präparation der Oberfläche resultieren können. Es zeigt sich gerade im mittleren Bereich des rechten Bildes deutlich, dass es zur Bildung neuer Körner und damit zu Rekristallisationsvorgängen gekommen sein muss, was wiederum die Auswertung des rekristallisierten Anteils durch die *GOS*-Methode bestätigt.

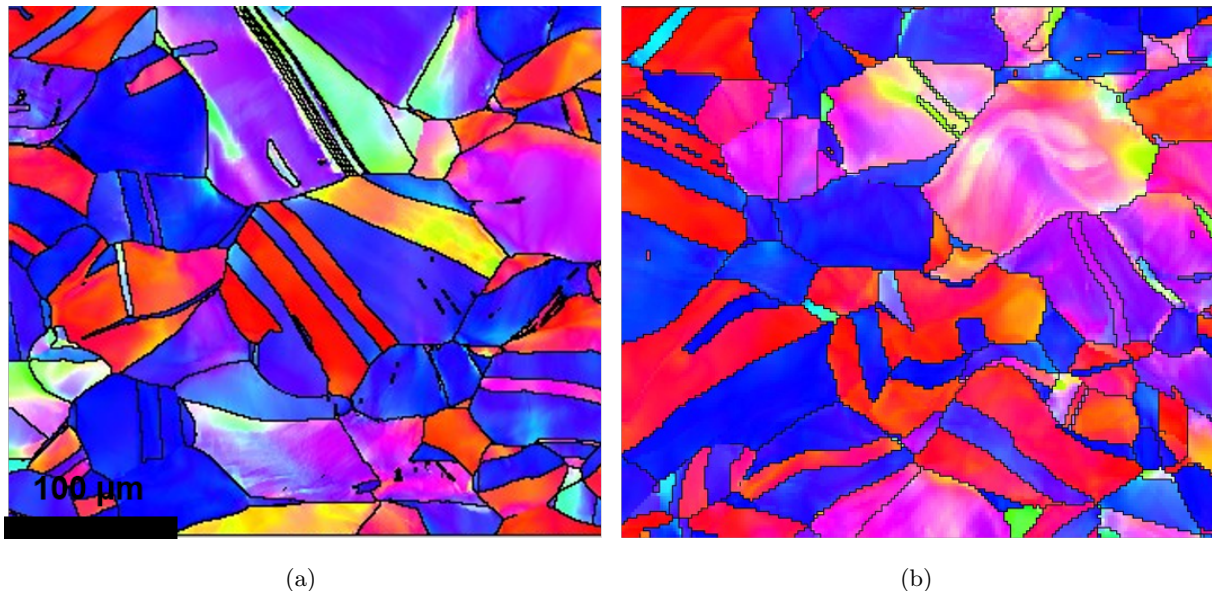


Abb. 4.59: Vergleich der IPF-Maps (a) der verformten und (b) der zu 63 % rekristallisierten Mikrostruktur.

5 Zusammenfassung und Ausblick

5.1 Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung der Mikrostrukturentwicklung während der Prozessschritte der Brammenerwärmung und des Warmwalzens der Grobblechherstellung mit der Motivation zukünftig ein physikalisch basiertes Materialmodell zu entwickeln. Dieses Modell soll dazu dienen, neue Prozessfenster zur Herstellung und Weiterentwicklung neuer und vorhandener Stahlsorten zu finden, deren Endprodukte optimale mechanische Eigenschaften aufweisen. Die vorliegende Arbeit kann dabei in vier Punkten zusammengefasst werden:

Methodenentwicklung zur Rekonstruktion ehemaliger Austenitkorngrenzen

Um die Austenitkorngrößenentwicklung bei hohen Temperaturen der Brammenerwärmung und des Warmwalzens überhaupt charakterisieren zu können, mussten zunächst Methoden entwickelt und weiterentwickelt werden, mit welchen die Rekonstruktion ehemaliger Austenitkorngrenzen aus dem abgeschreckten, martensitischen Zustand möglich sind.

Es wurden die drei metallografischen Methoden der chemischen, thermischen und ionischen Ätzungen anhand verschiedener Stahlproben und in Kombination mit thermischen Anlassbehandlungen weiterentwickelt und verglichen. Der große Vorteil der metallografischen Methoden liegt dabei in der hohen Statistik durch eine große auswertbare Fläche mit entsprechend vielen Körnern sowie der schnellen Durchführbarkeit vor allem des chemischen Ätzens. Nachteilig kann für diese Methoden zusammengefasst werden, dass die Ergebnisse abhängig von vielen Umwelteinflüssen wie Luftfeuchtigkeit und Umgebungstemperatur nur schwer reproduzierbar durchführbar sind. Eine automatische Segmentierung der geätzten Korngrenzen und eine automatische Auswertung war daher nicht möglich. Für den Vergleich mit den Rekonstruktionen aus Orientierungsbeziehungen zwischen Martensit und Austenit und deren Validierung wurden einige der metallografischen Darstellungen der PAGs aber händisch ausgewertet und die Korngrößenverteilung bestimmt.

Die Rekonstruktion durch Orientierungsmessung und Rekonstruktion mittels ARPGE 1.7 und Merengue 2 wurde im Rahmen der Arbeit sowohl für unverformte als auch für verformte Gefüge durchgeführt und die Grenzen der Methodik erprobt. Dabei zeigte sich, dass die Rekonstruktion mit Merengue 2 vor allem für verformte Mikrostrukturen deutlich sinnvollere Ergebnisse liefert und diese durch den direkten Eingriff in den Rekonstruktionsprozess erheblich verlässlicher sind. Dies lässt sich allein rein optisch an den rekonstruierten EBSD-Maps erkennen. Vorteilhaft an der Rekonstruktion mit ARPGE 1.7 ist dagegen die hohe Praktikabilität der vollautomatischen Rekonstruktion. Die Ergebnisse der Rekonstruktion aus Orientierungsbeziehungen konnten durch einige Ergebnisse der metallographischen Rekonstruktion für unverformte Proben im Rahmen dieser Arbeit verifiziert werden.

Physikalische Prozesssimulation der Brammenerwärmung, Simulation und Modellbildung

Durch die physikalische Prozesssimulation der Brammenerwärmungsphase konnte die Mikrostrukturentwicklung des Austenits abhängig von den Prozessparametern Temperatur und Zeit und abhängig von dem gewählten Legierungskonzept dargestellt werden. Dabei zeigten sich deutlich die Einflüsse der verschiedenen MLE und damit verbundene Effekte, wie das Korngrenzenpinning und der Solute-Drag Effekt, konnten deutlich voneinander getrennt werden. Die in den Experimenten beobachteten Zusammenhänge spiegelten die in der Literatur in diversen Modellen festgehaltenen Zusammenhänge wieder.

Durch Anpassung von Simulationen mit der kommerziellen Software MatCalc konnte das experimentell beobachtete Kornwachstumsverhalten mit nur einem einzigen Parametersatz für alle 4 Legierungen ebenfalls dargestellt werden. Dies ermöglicht es zukünftig, Variationen der getesteten Prozessparameter und chemischen Zusammensetzungen der Stähle zunächst mit MatCalc zu simulieren und dann anhand der Simulation weitere geeignete Versuchsreihen der physikalischen Prozesssimulation durchzuführen. Trotz dieser gelungenen Anpassung der Werte sollte die fehlende physikalische Grundlage der verwendeten Fit-Parameter als wohl größter Nachteil der Simulationen mit MatCalc nicht vernachlässigt werden.

Mithilfe des Aufbaus eines eigenen physikalisch basierten Modells auf Basis der experimentellen Ergebnisse und der Simulationen konnten bereits erste Berechnungen der Korngrößenentwicklung der Austenitphase durchgeführt und mit den experimentellen Ergebnissen verglichen werden.

Physikalische Prozesssimulation des Warmwalzens, Simulation und Modellbildung

Die Mikrostrukturentwicklung der Phase des Warmwalzens wurde in der Arbeit durch zahlreiche Versuchsreihen an der Gleeble charakterisiert. Dabei konnte der Einfluss der wichtigsten Prozessparameter wie Umformgrad, Umformtemperatur und Umformgeschwindigkeit dargestellt werden. Es wurden für alle untersuchten Stähle Rekrystallisationskinetiken für jeweils drei verschiedene Umformtemperaturen erstellt. Untersuchungen zu wichtigen Temperaturwerten wie der T_{nr} und der $SRCT$ lieferten Ergebnisse, welche die in der Literatur beschriebenen Zusammenhänge zwischen den Temperaturen und der chemischen Zusammensetzung sowie verschiedener Prozessparameter bestätigen. Durch den Vergleich von Rekrystallisationskinetiken basierend auf dem DSV mit denen der GOS -Methode, konnten beide Methoden verifiziert werden sowie Vor- und Nachteile beider Methoden erarbeitet werden.

Auch die Ergebnisse der physikalischen Prozesssimulation konnten mit Hilfe von MatCalc simuliert werden. Es zeigte sich jedoch, dass die Plateaubildung der Rekrystallisationskinetik der Nb- und V-mikrolegierten Stähle nicht mit der verwendeten Version von MatCalc simulierbar sind. Die Anpassung des Substrukturmodells ist vergleichbar zu den Simulationen des Kornwachstums erneut nur durch die Anpassung von nicht physikalisch basierten Werten geschehen. Das zukünftige Modell sollte sich demnach vor allem in diesem Punkt von MatCalc unterscheiden.

Für die Programmierung dieses physikalisch basierten Modells wurde außerdem das Gerüst des Aufbaus des Modells entwickelt, auf Basis dessen in Zukunft die Berechnung der Rekristallisationskinetik inklusive der Plateaubildung möglich werden soll.

Korrelation von DIC und GOS-Methode an V2a

Die GOS-Methode konnte anhand der Korrelation mit DIC-Ergebnissen und daraus resultierenden lokalen Dehnungsverteilungen verifiziert werden. Für diese Verifikation wurden die Experimente an V2a durchgeführt, damit ein Einfluss der Rekonstruktion auf das Ergebnis der GOS-Methode ausgeschlossen werden kann. Diese Korrelation lieferte konsistente Ergebnisse bezüglich der lokalen Verteilung der Dehnungsüberhöhungen und erhöhter Versetzungsdichte. Außerdem konnte die Rekristallisationskinetik der verformten Zugprobe durch die Durchführung mehrerer Wärmebehandlungen bestimmt und ebenfalls mikrostrukturell ausgewertet werden.

5.2 Ausblick

Im Anschluss an die Prozesssimulationen dieser Arbeit bietet es sich an, auch die folgenden Prozessschritte der Kaltumformung und der Umwandlung bzw. beschleunigten Abkühlung der Grobbleche durch physikalische Prozesssimulation und die Kombination mit Simulationen zu charakterisieren und somit das Modell auf den gesamten Prozess zu erweitern.

Die experimentell bestimmte Entwicklung der Mikrostruktur dieser Arbeit basiert zudem lediglich auf der Betrachtung von Korngrößenmittelwerten. In der Simulation und der eigenen Modellbildung werden jedoch bereits Korngrößenverteilungen betrachtet. Daher ist es sinnvoll, zukünftig auch experimentell den Einfluss der verschiedenen Parameter und Zusammensetzungen auf die Form der Korngrößenverteilung zu bestimmen. Daraus können dann Rückschlüsse gezogen werden, wann und unter welchen Umständen abnormales und normales Kornwachstum auftreten und diese Erkenntnisse in die Entwicklung des physikalisch basierten Modells mit aufgenommen werden.

Das bisherige Modell sollte vor allem bezüglich der Rolle der Ausscheidungen erweitert und verfeinert werden. Durch den Vergleich mehrerer nur mit Niob-mikrolegierter Stähle kann beispielsweise der Einfluss dehnungsinduzierter Ausscheidungsbildung auf die resultierende Rekristallisationskinetik eindeutiger bestimmt werden. Durch weitere Simulationen mit neueren Versionen von MatCalc kann außerdem die durch die dehnungsinduzierten Ausscheidungen bedingte Plateaubildung während der Rekristallisationskinetik beschrieben und die bisherigen experimentellen Ergebnisse verifiziert werden.

Die Basis für die Weiterentwicklung des Modells ist außerdem die lokale Charakterisierung von Ausscheidungszuständen und deren Korrelation mit der Austenitkornstruktur. Dazu ergaben sich durch die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführte Masterarbeit von Jonas Fell bereits erste Ergebnisse. Die Ausscheidungsdetektion findet dabei im Rasterkraftmikroskop (AFM,

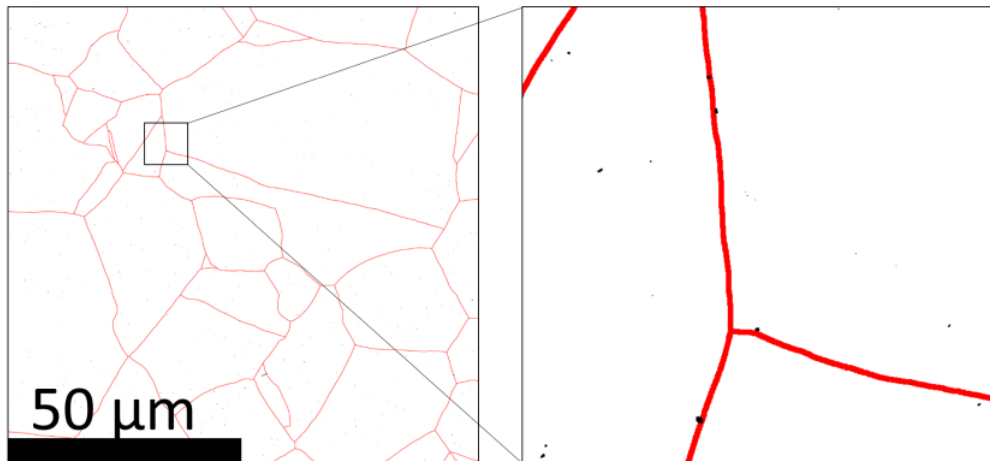


Abb. 5.1: Ergebnis der Korrelation von, mit AFM detektierten Ausscheidungen und rekonstruierten PAGs.

engl., Atomic Force Microscope) statt. Die Untersuchung einer Fläche von $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ liefert dabei die Größenverteilung von ca. 2000 Ausscheidungen. Vorteil der Methode ist damit neben der Ortsauflösung auch die statistische Absicherung der Messung der Größenverteilung. Außerdem können mit dem AFM auch kleinste Ausscheidungen unter 10 nm charakterisiert werden, was mit dem REM beispielsweise nicht möglich ist. Abbildung 5.1 zeigt ein Ergebnis der Segmentierung von Ausscheidungen im NbTi-Stahl, welche mittels AFM detektiert wurden sowie deren Korrelation mit der entsprechenden Austenitkornstruktur aus der Masterarbeit von Jonas Fell.

Literatur

- [ACEVEDO et al., 2008] ACEVEDO, D., M. PEREZ, T. EPICIER, E. KOZESCHNIK, F. PERRARD und T. SOURMAIL (2008). *Kinetics of precipitation and dissolution in model FeCV and FeCVNb alloy, and a microalloyed ultra high strength spring steel*. In: *New developments on metallurgy and applications on high strength steels, TMS Conference*.
- [ANDERSON et al., 1977] ANDERSON, D. W., A. V. NICHOLS, T. M. FORTE und F. T. LINDGREN (1977). *Particle distribution of human serum high density lipoproteins*. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Protein Structure*, 493(1):55–68.
- [ANDRADE et al., 1983] ANDRADE, H. L., M. G. AKBEN und J. J. JONAS (1983). *Effect of molybdenum, niobium, and vanadium on static recovery and recrystallization and on solute strengthening in microalloyed steels*. *Metallurgical Transactions A*, 14(10):1967–1977.
- [ANELLI, 1992] ANELLI, E. (1992). *Application of Trolled Cooling Mathematical of Wire Rods Modelling and Bars*. *IsJJ Int*, 32:p440–449.
- [AVRAMI, 1939] AVRAMI, M. (1939). *Kinetics of phase change. I General theory*. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12):1103–1112.
- [BÄCKE, 2009] BÄCKE, L. (2009). *Modeling the microstructural evolution during hot deformation of microalloyed steels*. Doktorarbeit, KTH.
- [BÄCKE, 2010] BÄCKE, L. (2010). *Modeling the effect of solute drag on recovery and recrystallization during hot deformation of Nb microalloyed steels*. *ISIJ international*, 50(2):239–247.
- [BAE et al., 2004] BAE, Y. H., J. S. LEE, J.-K. CHOI, W.-Y. CHOO und S. H. HONG (2004). *Effects of austenite conditioning on austenite/ferrite phase transformation of HSLA steel*. *Materials Transactions*, 45(1):137–142.
- [BAI et al., 1993] BAI, D. Q., S. YUE, W. P. SUN und J. J. JONAS (1993). *Effect of deformation parameters on the*. *Metallurgical Transactions A*, 24(10):2151–2159.
- [BAI et al., 2006] BAI, MINGZHUO, D. LIU, Y. LOU, X. MAO, L. LI und X. HUO (2006). *Effects of Ti addition on low carbon hot strips produced by CSP process*. *Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material*, 13(3):230–234.
- [BARRACLOUGH, 1973] BARRACLOUGH, D. R. (1973). *Etching of prior austenite grain boundaries in martensite*. *Metallography*, 6(6):465–472.
- [BAUER, 1974] BAUER, C. L. (1974). *Influence of resistive forces on grain boundary motion*. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 13(1):303–308.
- [BECHET und BEAUJARD, 1955] BECHET, S. und L. BEAUJARD (1955). *Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austénitique des aciers trempés ou trempés-revenus*. *Revue de Metallurgie*, 52(10):830–836.
- [BECK et al., 1948] BECK, P. A., M. L. HOLZWORTH und H. HU (1948). *Instantaneous rates of grain growth*. *Physical Review*, 73(5):526.

- [BECK et al., 1947] BECK, P. A., J. C. KREMER und L. DEMER (1947). *Grain growth in high purity aluminum*. Physical Review, 71(8):555.
- [BÉREŠ et al., 2004] BÉREŠ, M., T. E. WEIRICH, K. HULKA und J. MAYER (2004). *TEM investigations of fine niobium precipitates in HSLA steel*. steel research international, 75(11):753–758.
- [BERGMANN, 2008] BERGMANN, W. (2008). *Werkstofftechnik 1: Struktureller Aufbau von Werkstoffen-Metallische Werkstoffe-Polymerwerkstoffe-Nichtmetallisch/anorganische Werkstoffe*. 5. Münschen: Hanser Verlag.
- [BERNIER et al., 2014] BERNIER, N., L. BRACKE, L. MALET und S. GODET (2014). *An alternative to the crystallographic reconstruction of austenite in steels*. Materials characterization, 89:23–32.
- [BERNS und THEISEN, 2008] BERNS, H. und W. THEISEN (2008). *Eisenwerkstoffe-Stahl und Gusseisen*. Springer.
- [BEYNON und SELLARS, 1992] BEYNON, J. H. und C. M. SELLARS (1992). *Modelling microstructure and its effects during multipass hot rolling*. ISIJ international, 32(3):359–367.
- [BHADOSHIA, 1983] BHADOSHIA, H. K. D. H. (1983). *Considerations of solute-drag in relation to transformations in steels*. Journal of materials science, 18(5):1473–1481.
- [BLAINEAU et al., 2010] BLAINEAU, P., L. GERMAIN, M. HUMBERT und N. GEY (2010). *A new approach to calculate the γ orientation maps in steels*. In: *Solid State Phenomena*, Bd. 160, S. 203–210. Trans Tech Publ.
- [BLUMBACH, 2006] BLUMBACH, M. (2006). *Laseroptische Fließkurvenermittlung im hydraulischen Tiefungsversuch*. Shaker.
- [BORATTO et al., 1988] BORATTO, F., R. BARBOSA, S. YUE und J. J. JONAS (1988). *Effect of chemical composition on the critical temperatures of microalloyed steels*. In: *International Conference on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals. THERMEC-88.*, Bd. 1, S. 383–390.
- [BRÜHL et al., 2010] BRÜHL, F., S. T. DZIALLACH und A. I. FÜR EISENHÜTTENKUNDE (2010). *Werkstoffkunde stahl für studium und praxis*. Mainz.
- [BUKEN und KOZESCHNIK, 2017] BUKEN, H. und E. KOZESCHNIK (2017). *A Model for Static Recrystallization with Simultaneous Precipitation and Solute Drag*. Metallurgical and Materials Transactions A, 48(6):2812–2818.
- [BUKEN et al., 2017] BUKEN, H., P. SHERSTNEV und E. KOZESCHNIK (2017). *Simultaneous Precipitation and Recrystallization during Hot Deformation of Ti, Nb and V Microalloyed Steel*. In: *Materials Science Forum*, Bd. 879.
- [BÜRCEL, 1998] BÜRCEL, R. (1998). *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik α Grundlagen, Werkstoffbeanspruchung, Hochtemperaturolegierungen [Handbook of High-Temperature*

- Materials Technology & Fundamentals, Material Stress, High-Temperature Alloys; in German*]. Friedr. Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft mbH, Braunschweig/Wiesbaden.
- [BURKE, 1949] BURKE, J. E. (1949). *Some factors affecting the rate of grain growth in metals*. AIME TRANS, 180:73–91.
- [BURKE und TURNBULL, 1952] BURKE, J. E. und D. TURNBULL (1952). *Recrystallization and grain growth*. Progress in metal physics, 3:220–292.
- [CAHN, 1962] CAHN, J. W. (1962). *The impurity-drag effect in grain boundary motion*. Acta metallurgica, 10(9):789–798.
- [CAYRON, 2007a] CAYRON, C. (2007a). *ARPGÉ: a computer program to automatically reconstruct the parent grains from electron backscatter diffraction data*. Journal of applied crystallography, 40(6):1183–1188.
- [CAYRON, 2007b] CAYRON, C. (2007b). *GenOVa: a computer program to generate orientational variants*. Journal of applied crystallography, 40(6):1179–1182.
- [CAYRON, 2014] CAYRON, C. (2014). *EBSD imaging of orientation relationships and variant groupings in different martensitic alloys and Widmanstätten iron meteorites*. Materials Characterization, 94:93–110.
- [CAYRON et al., 2006] CAYRON, C., B. ARTAUD und L. BRIOTTET (2006). *Reconstruction of parent grains from EBSD data*. Materials characterization, 57(4-5):386–401.
- [CHEMNITZER WERKSTOFFMECHANIK, 2012] CHEMNITZER WERKSTOFFMECHANIK, GMBH (2012). *Veddac 6 Handbuch*.
- [CUDDY, 1982] CUDDY, L. J. (1982). *The effect of microalloy concentration on the recrystallization of austenite during hot deformation*. The Metallurgical Society/AIME,, S. 129–140.
- [DILLINGER, Abgerufen: 07.05.2018] DILLINGER, VOM ERZ ZUM GROBBLECH (Abgerufen: 07.05.2018). <https://www.dillinger.de/d/de/corporate/dillinger/produktion/index.shtml>.
- [DOHERTY und RAJAB, 1989] DOHERTY, R. D. und K. E. RAJAB (1989). *Kinetics of growth and coarsening of faceted hexagonal precipitates in an fcc matrix—II. Analysis*. Acta Metallurgica, 37(10):2723–2731.
- [DSI, GLEEBLE 3800, 2010] DSI, GLEEBLE 3800 (2010). *Gleeble Users Training 2010 - Gleeble Systems and Applications, New York, USA*.
- [DSI, Abgerufen: 18.04.2018] DSI, GLEEBLE 3800 (Abgerufen: 18.04.2018). <https://www.bleeble.com/products/gleeble-systems/gleeble-3800.html%2018042018>.
- [DUDENREDAKTION, 2017] DUDENREDAKTION (2017). *Duden - Die deutsche Rechtschreibung*. Dudenverlag.

- [DUTTA et al., 2001] DUTTA, B., E. J. PALMIERE und C. M. SELLARS (2001). *Modelling the kinetics of strain induced precipitation in Nb microalloyed steels*. Acta Materialia, 49(5):785–794.
- [DUTTA und SELLARS, 1987] DUTTA, B. und C. M. SELLARS (1987). *Effect of composition and process variables on Nb (C, N) precipitation in niobium microalloyed austenite*. Materials Science and Technology, 3(3):197–206.
- [DZIALLACH et al., 2007] DZIALLACH, S., W. BLECK, M. BLUMBACH und T. HALLFELDT (2007). *Sheet metal testing and flow curve determination under multiaxial conditions*. Advanced engineering materials, 9(11):987–994.
- [EURO-NORM, November 1971] EURO-NORM, 103-71 (November 1971). *Mikroskopische Ermittlung der Ferrit- oder Austenitkorngröße von Stählen..*
- [EVANS und SCHARNING, 2001] EVANS, R. W. und P. J. SCHARNING (2001). *Axisymmetric compression test and hot working properties of alloys*. Materials science and technology, 17(8):995–1004.
- [FELL, 2016] FELL, J. (2016). *Vergleich von Bramme und Blech als Ausgangsmaterial in der physikalischen Prozesssimulation der Grobblechentwicklung*. Bachelorthesis, Universität des Saarlandes.
- [FERNÁNDEZ et al., 1999] FERNÁNDEZ, A. I., B. LOPEZ und J. M. RODRIGUEZ-IBABE (1999). *Relationship between the austenite recrystallized fraction and the softening measured from the interrupted torsion test technique*. Scripta Materialia, 40(5):543–549.
- [FERNÁNDEZ et al., 2000] FERNÁNDEZ, A. I., P. URANGA und B. LÓPEZ (2000). *Static recrystallization behaviour of a wide range of austenite grain sizes in microalloyed steels*. ISIJ international, 40(9):893–901.
- [FERNÁNDEZ et al., 2007] FERNÁNDEZ, J., S. ILLESCAS und J. M. GULEMANY (2007). *Effect of microalloying elements on the austenitic grain growth in a low carbon HSLA steel*. Materials Letters, 61(11-12):2389–2392.
- [FIELD et al., 2007] FIELD, D. P., L. T. BRADFORD, M. M. NOWELL und T. M. LILLO (2007). *The role of annealing twins during recrystallization of Cu*. Acta materialia, 55(12):4233–4241.
- [FRITZ und SCHULZE, 1998] FRITZ, A. H. und G. SCHULZE (1998). *Fertigungstechnik*, Bd. 8. Springer.
- [GARCIA DE ANDRÉS et al., 2001] GARCIA DE ANDRÉS, C., M. J. BARTOLOMÉ, C. CAPDEVILA, D. SAN MARTIN, F. G. CABALLERO und V. LÓPEZ (2001). *Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels*. Materials characterization, 46(5):389–398.
- [GARCIA DE ANDRÉS et al., 2002] GARCIA DE ANDRÉS, C., F. G. CABALLERO, C. CAPDEVILA und D. SAN MARTIN (2002). *Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages*. Materials Characterization, 49(2):121–127.

- [GERMAIN, 2014] GERMAIN, L. (2014). *Mémoire d'habilitation à diriger des recherches, Dissertation, Metz, Frankreich.*
- [GERMAIN et al., 2012a] GERMAIN, L., P. BLAINEAU, N. GEY und M. HUMBERT (2012a). *Current Approaches for Reconstructing the Parent Microtexture from that Inherited by Phase Transformation.* In: *Materials Science Forum*, Bd. 702, S. 846–849. Trans Tech Publ.
- [GERMAIN et al., 2012b] GERMAIN, L., N. GEY, R. MERCIER, P. BLAINEAU und M. HUMBERT (2012b). *An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: application to steels.* *Acta Materialia*, 60(11):4551–4562.
- [GERMAIN et al., 2014] GERMAIN, L., D. KRATSCH, M. SALIB und N. GEY (2014). *Identification of sub-grains and low angle boundaries beyond the angular resolution of EBSD maps.* *Materials Characterization*, 98:66–72.
- [GIDDINGS, 1993] GIDDINGS, J. C. (1993). *Field-flow fractionation: analysis of macromolecular, colloidal, and particulate materials.* *Science*, 260(5113):1456–1465.
- [GLADMAN, 1966] GLADMAN, T. (1966). *On the theory of the effect of precipitate particles on grain growth in metals.* *Proc. R. Soc. Lond. A*, 294(1438):298–309.
- [GLADMAN, 1992] GLADMAN, T. (1992). *Abnormal grain growth during the heat treatment of steel.* In: *Materials Science Forum*, Bd. 94, S. 113–128. Trans Tech Publ.
- [GLADMAN, 1997] GLADMAN, T. (1997). *The physical metallurgy of microalloyed steels*, Bd. 615. Maney Pub.
- [GLODOWSKI, 2000] GLODOWSKI, R. J. (2000). *Effect of V and N on processing and properties of HSLA strip steels produced by thin slab casting.* In: *42 nd Mechanical Working and Steel Processing Conference*, S. 441–451.
- [GLODOWSKI, 2002] GLODOWSKI, R. J. (2002). *Experience in Producing Vanadium-Microalloyed Steels.* In: *The International Symposium on Thin-Slab Casting and Rolling, Guangzhou, China*, S. 3–5.
- [GÓMEZ et al., 2002] GÓMEZ, M., S. F. MEDINA, A. QUISPE und P. VALLES (2002). *Static recrystallization and induced precipitation in a low Nb microalloyed steel.* *ISIJ international*, 42(4):423–431.
- [GOTTSTEIN, 2013] GOTTSTEIN, G. (2013). *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen.* Springer-Verlag.
- [GRENINGER und TROIANO, 1949] GRENINGER, A. B. und A. R. TROIANO (1949). *The mechanism of martensite formation.* *JOM*, 1(9):590–598.
- [HALL, 1951] HALL, E. O. (1951). *The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results.* *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64(9):747.
- [HEGETSCHWEILER, 2018] HEGETSCHWEILER, A. (2018). *Colloidal Analysis of Particles Extracted from Microalloyed Steels.* Doktorarbeit, Saarland University.

- [HEGETSCHWEILER et al., 2017] HEGETSCHWEILER, A., T. KRAUS und T. STAUDT (2017). *Colloidal analysis of particles extracted from microalloyed steel*. METALLURGIA ITALIANA, 3:23–28.
- [HIGGINS, 1993] HIGGINS, R. A. (1993). *Engineering metallurgy*. E. Arnold,.
- [HILLERT, 1965] HILLERT, M. (1965). *On the theory of normal and abnormal grain growth*. Acta metallurgica, 13(3):227–238.
- [HILLERT, 1979] HILLERT, M. (1979). *Grain boundary mobility in solid solution alloys*. Metal Science, 13(3-4):118–124.
- [HILLERT, 1988] HILLERT, M. (1988). *Inhibition of grain growth by second-phase particles*. Acta Metallurgica, 36(12):3177–3181.
- [HILLERT und SUNDMAN, 1976] HILLERT, M. und B. SUNDMAN (1976). *A treatment of the solute drag on moving grain boundaries and phase interfaces in binary alloys*. Acta Metallurgica, 24(8):731–743.
- [HITACHI, Abgerufen: 18.04.2018] HITACHI, IONENSTRAHLANLAGE (Abgerufen: 18.04.2018). <https://www.hitachi-hightech.com/global/science/products/microscopes/sample-preparation/tem-stem/im4000plus.html>.
- [HODGSON und GIBBS, 1992] HODGSON, P. D. und R. K. GIBBS (1992). *A mathematical model to predict the mechanical properties of hot rolled C-Mn and microalloyed steels*. ISIJ international, 32(12):1329–1338.
- [HOLZER et al., 2010] HOLZER, I., C. SOMMITSCH, K. REICHMANN und F. HOFER (2010). *Modelling and Simulation of Strengthening in Complex Martensitic 9-12% Cr Steel and a Binary Fe-Cu Alloy*. Verlag der Technischen Universität Graz.
- [HOMSHER und VAN TYNE, 2015] HOMSHER, C. N. und C. J. VAN TYNE (2015). *Comparison of Two Physical Simulation Tests to Determine the No-Recrystallization Temperature in Hot Rolled Steel Plates*. Materials Performance and Characterization, 4(3):293–306.
- [HORNBOGEN und WARLIMONT, 2006] HORNBOGEN, E. und H. WARLIMONT (2006). *Metalle*. Springer.
- [HULKA, 2003] HULKA, K. (2003). *The role of niobium in multi-phase steel*. METAL 2003, S. 1–9.
- [HULKA und KLINKENBERG, 2005] HULKA, K. und C. KLINKENBERG (2005). *Technik+ Trends-Werkstoff Stahl-Nioblegierte Stähle–Stand und Entwicklungstendenzen*. Stahl und Eisen, 125(7):19–24.
- [HUMBERT et al., 2011] HUMBERT, M., P. BLAINEAU, L. GERMAIN und N. GEY (2011). *Refinement of orientation relations occurring in phase transformation based on considering only the orientations of the variants*. Scripta Materialia, 64(2):114–117.

- [HUMBERT et al., 2015] HUMBERT, M., L. GERMAIN, N. GEY und E. BOUCARD (2015). *Evaluation of the orientation relations from misorientation between inherited variants: Application to ausformed martensite*. Acta Materialia, 82:137–144.
- [HUMBERT et al., 1994] HUMBERT, M., H. MOUSTAHDID, F. WAGNER und M. J. PHILIPPE (1994). *Evaluation of the high temperature texture of the [Beta] phase of a TA6V sample from the individual orientations of grains of the low temperature [alpha] phase*. Scripta Metallurgica et Materialia;(United States), 30(3).
- [HUMBERT et al., 1995] HUMBERT, M., F. WAGNER, H. MOUSTAHDID und C. ESLING (1995). *Determination of the orientation of a parent β grain from the orientations of the inherited α plates in the phase transformation from body-centred cubic to hexagonal close packed*. Journal of applied crystallography, 28(5):571–576.
- [HUMPHREYS, 1997] HUMPHREYS, F. J. (1997). *A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—II. The effect of second-phase particles*. Acta materialia, 45(12):5031–5039.
- [HUMPHREYS und HATHERLY, 2012] HUMPHREYS, F. J. und M. HATHERLY (2012). *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier.
- [JANSSENS et al., 2010] JANSSENS, K. G. F., D. RAABE, E. KOZESCHNIK, M. A. MIODOWNIK und B. NESTLER (2010). *Computational materials engineering: an introduction to microstructure evolution*. Academic Press.
- [JOHNSON und MEHL, 1939] JOHNSON, W. A. und R. F. MEHL (1939). *Trans*. In: AIME, Bd. 135, S. 416.
- [KAMMRATH + WEISS, Abgerufen: 23.05.2018] KAMMRATH + WEISS, ZUG-DRUCK-MODUL (Abgerufen: 23.05.2018). <https://www.kammrath-weiss.com/de/produkte/material/zug-druck-modul.html>.
- [KAMPMANN und WAGNER, 1984] KAMPMANN, R. und R. WAGNER (1984). *Kinetics of precipitation in metastable binary alloys-theory and application to Cu-1.9 at% Ti and Ni-14 at% Al*. In: *Decomposition of alloys: the early stages*, S. 91–103. Elsevier.
- [KATRAKOVA, 2002] KATRAKOVA, D. (2002). *Anwendungen der orientierungsabbildenden Mikroskopie zur Gefügecharakterisierung kristalliner Werkstoffe*. Doktorarbeit, Uni Saarbrücken.
- [KEJIAN und BAKER, 1993] KEJIAN, HE und T. BAKER (1993). *The effects of small titanium additions on the mechanical properties and the microstructures of controlled rolled niobium-bearing HSLA plate steels*. Materials Science and Engineering: A, 169(1-2):53–65.
- [KELLY et al., 1990] KELLY, P. M., A. JOSTSONS und R. G. BLAKE (1990). *The orientation relationship between lath martensite and austenite in low carbon, low alloy steels*. Acta Metallurgica et Materialia, 38(6):1075–1081.

- [KIRUGULIGE et al., 2007] KIRUGULIGE, M. S., H. V. TIPPUR und T. S. DENNEY (2007). *Measurement of transient deformations using digital image correlation method and high-speed photography: application to dynamic fracture*. Applied optics, 46(22):5083–5096.
- [KLINKENBERG et al., 2004] KLINKENBERG, C., K. HULKA und W. BLECK (2004). *Niobium carbide precipitation in microalloyed steel*. steel research international, 75(11):744–752.
- [KOLLER, 2014] KOLLER, D. (2014). *Untersuchung der Rekristallisationskinetik beim thermomechanischen Walzen von Grobblech*, Masterthesis, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen.
- [KOLMOGOROV, 1937] KOLMOGOROV, A. N. (1937). *On the statistical theory of the crystallization of metals*. Bull. Acad. Sci. USSR, Math. Ser, 1:355–359.
- [KOWALSKI und PIETRZYK, 2000] KOWALSKI, B. und M. PIETRZYK (2000). *Development of a computer code for the interpretation of results of hot plane strain compression tests*. ISIJ international, 40(12):1230–1236.
- [KOZESCHNIK et al., 2005] KOZESCHNIK, E., J. SVOBODA und F. D. FISCHER (2005). *On the choice of chemical composition in multi-component nucleation*. In: *International Conference on Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials*.
- [KOZESCHNIK et al., 2004] KOZESCHNIK, E., J. SVOBODA, P. FRATZL und F. D. FISCHER (2004). *Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates: II: numerical solution and application*. Materials Science and Engineering: A, 385(1-2):157–165.
- [KOZESCHNIK et al., 2009] KOZESCHNIK, E., J. SVOBODA, R. RADIS und F. D. FISCHER (2009). *Mean-field model for the growth and coarsening of stoichiometric precipitates at grain boundaries*. Modelling and simulation in materials science and engineering, 18(1):015011.
- [KRÄMER et al., 2018] KRÄMER, T., L. EISENHUT, L. GERMAIN, D. RUPP, E. DETEMPLE und C. MOTZ (2018). *Assessment of EBSD Analysis and Reconstruction Methods as a Tool for the Determination of Recrystallized Fractions in Hot-Deformed Austenitic Microstructures*. Metallurgical and Materials Transactions A, 49(7):2795–2802.
- [KRÄMER, 2016] KRÄMER, T. (2016). *Rekonstruktion des Austenitgefüges anhand kristallographischer Daten zur Beschreibung der mikrostrukturellen Entwicklung beim thermomechanischen Walzen*, Masterthesis, Universität des Saarlandes.
- [KURDJUMOW und SACHS, 1930] KURDJUMOW, G. und G. SACHS (1930). *Über den mechanismus der stahlhärtung*. Zeitschrift für Physik, 64(5-6):325–343.
- [KWON und DEARDO, 1991] KWON, O. und A. J. DEARDO (1991). *Interactions between recrystallization and precipitation in hot-deformed microalloyed steels*. Acta metallurgica et materialia, 39(4):529–538.
- [LEE und AARONSON, 1980] LEE, Y. W. und H. I. AARONSON (1980). *Anisotropy of coherent interphase boundary energy*. Acta Metallurgica, 28(4):539–548.

- [LI et al., 1996] LI, G., T. M. MACCAGNO und J. J. JNAS (1996). *Effect of initial grain size on the static recrystallization kinetics of Nb microalloyed steels*. ISIJ international, 36(12):1479–1485.
- [LÜCKE und DETERT, 1957] LÜCKE, K. und K. DETERT (1957). *A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities*. Acta Metallurgica, 5(11):628–637.
- [LÜCKE und STÜWE, 1971] LÜCKE, K. und H. P. STÜWE (1971). *On the theory of impurity controlled grain boundary motion*. Acta metallurgica, 19(10):1087–1099.
- [LUKAS et al., 2007] LUKAS, H. L., S. G. FRIES, B. SUNDMAN et al. (2007). *Computational thermodynamics: the Calphad method*, Bd. 131. Cambridge university press Cambridge.
- [MEDINA und FABREGUE, 1991] MEDINA, S. F. und P. FABREGUE (1991). *Activation energy in the static recrystallization of austenite*. Journal of materials science, 26(20):5427–5432.
- [MEDINA und MANCILLA, 1993] MEDINA, S. F. und J. E. MANCILLA (1993). *Determination of static recrystallization critical temperature of austenite in microalloyed steels*. ISIJ international, 33(12):1257–1264.
- [MEDINA und MANCILLA, 1994a] MEDINA, S. F. und J. E. MANCILLA (1994a). *The influence of titanium on the static recrystallization of hot deformed austenite and on induced precipitation kinetics*. Scripta Metallurgica et Materialia;(United States), 30(1).
- [MEDINA und MANCILLA, 1994b] MEDINA, S. F. und J. E. MANCILLA (1994b). *Static recrystallization of hot deformed austenite and induced precipitation kinetics in vanadium microalloyed steels*. ISIJ international, 34(8):689–696.
- [MEDINA und MANCILLA, 1996] MEDINA, S. F. und J. E. MANCILLA (1996). *Static Recrystallization Modelling of Hot Deformed Microalloyed Steels at Temperatures below the Critical Temperature*. ISIJ international, 36(8):1077–1083.
- [MEDINA und QUISPE, 2001] MEDINA, S. F. und A. QUISPE (2001). *Improved model for static recrystallization kinetics of hot deformed austenite in low alloy and Nb/V microalloyed steels*. ISIJ international, 41(7):774–781.
- [MEDINA et al., 2014] MEDINA, S. F., A. QUISPE und M. GOMEZ (2014). *Model for strain-induced precipitation kinetics in microalloyed steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, 45(3):1524–1539.
- [MEDINA et al., 1999] MEDINA, S. F., A. QUISPE und P. VALLES (1999). *Recrystallization-precipitation interaction study of two medium carbon niobium microalloyed steels*. ISIJ international, 39(9):913–922.
- [MEHL, 1948] MEHL, R. F. (1948). *Recrystallization*. Metals Handbook, S. 259.
- [MENDELEV und SROLOVITZ, 2002] MENDELEV, M. I. und D. J. SROLOVITZ (2002). *Impurity effects on grain boundary migration*. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 10(6):R79.

- [MIODOWNIK et al., 2000] MIODOWNIK, M., E. A. HOLM und G. N. HASSOLD (2000). *Highly parallel computer simulations of particle pinning: Zener vindicated*. Scripta materialia, 42(12):1173–1177.
- [MIRZADEH et al., 2012] MIRZADEH, H., J. M. CABRERA, A. NAJAFIZADEH und P. R. CALVILLO (2012). *EBSD study of a hot deformed austenitic stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 538:236–245.
- [MIYAMOTO et al., 2009] MIYAMOTO, G., N. TAKAYAMA und T. FURUHARA (2009). *Accurate measurement of the orientation relationship of lath martensite and bainite by electron backscatter diffraction analysis*. Scripta Materialia, 60(12):1113–1116.
- [MOON et al., 2008] MOON, J., S. KIM, J. JANG, J. LEE und C. LEE (2008). *Orowan strengthening effect on the nanoindentation hardness of the ferrite matrix in microalloyed steels*. Materials Science and Engineering: A, 487(1-2):552–557.
- [MOON et al., 2007] MOON, J., J. LEE und C. LEE (2007). *Prediction for the austenite grain size in the presence of growing particles in the weld HAZ of Ti-microalloyed steel*. Materials Science and Engineering: A, 459(1-2):40–46.
- [MUOJEKWU et al., 1995] MUOJEKWU, C. A., D. Q. JIN, I. V. SAMARASEKERA und J. K. BRIMACOMBE (1995). *Thermomechanical History of Steel Strip during Rolling-A Comparison of Conventional Cold-Charge Rolling and Hot Direct Rolling of Thin Slabs*. In: *37th MWSP Conf. Proc. ISS*, Bd. 33, S. p617–633.
- [NES et al., 1985] NES, E., N. RYUM und O. HUNDERI (1985). *On the Zener drag*. Acta Metallurgica, 33(1):11–22.
- [NESTER und POHLANDT, 1982] NESTER, W. und K. POHLANDT (1982). *Determination of stress-strain curves in different forms of execution of the upsetting test*. Rheologica Acta, 21(4-5):409–412.
- [NISHIYAMA, 1934] NISHIYAMA, Z. (1934). *X-ray investigation of the mechanism of the transformation from face centered cubic lattice to body centered cubic*. Sci. Rep. Tohoku Univ., 23:637.
- [NISHIZAWA, 1984] NISHIZAWA, T. (1984). *Grain growth in single-and dual-phase steels*. Tetsu-to-hagané, 70(15).
- [ONSAGER, 1931a] ONSAGER, L. (1931a). *Reciprocal relations in irreversible processes. I.* Physical review, 37(4):405.
- [ONSAGER, 1931b] ONSAGER, L. (1931b). *Reciprocal relations in irreversible processes. II.* Physical review, 38(12):2265.
- [OROWAN, 1947] OROWAN, E. (1947). *Discussion in Symposium on Internal Stresses*. Institute of Metals, London, 145.

- [OXFORD INSTRUMENTS, Abgerufen: 07.05.2018] OXFORD INSTRUMENTS, EBSD PATTERN (Abgerufen: 07.05.2018). <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/pattern-formation>.
- [PERTTULA und KARJALAINEN, 1998] PERTTULA, J. S. und L. P. KARJALAINEN (1998). *Recrystallisation rates in austenite measured by double compression and stress relaxation methods*. Materials science and technology, 14(7):626–630.
- [PETCH, 1953] PETCH, N. J (1953). *The cleavage strength of polycrystals*. J. of the Iron and Steel Inst., 174:25–28.
- [PUDAR et al., 2008] PUDAR, M., E. KOZESCHNIK, A. SORMANN und E. PARTEDER (2008). *Numerical analysis of the Nb (C, N) precipitation kinetics in microalloyed steels*. steel research international, 79(8):660–664.
- [PUSSEGODA et al., 1990] PUSSEGODA, L. N., S. YUE und J. J. JONAS (1990). *Laboratory simulation of seamless tube piercing and rolling using dynamic recrystallization schedules*. Metallurgical Transactions A, 21(1):153–164.
- [RADIS, 2010] RADIS, R. (2010). *Numerical simulation of the precipitation kinetics of nitrides and carbides in microalloyed steel*. Doktorarbeit, Graz University of Technology.
- [RAGHUNATHAN und SHEPPARD, 1989] RAGHUNATHAN, N. und T. SHEPPARD (1989). *Microstructural development during annealing of hot rolled Al–Mg alloys*. Materials science and technology, 5(6):542–547.
- [RAJAB und DOHERTY, 1989] RAJAB, K. E. und R. D. DOHERTY (1989). *Kinetics of growth and coarsening of faceted hexagonal precipitates in an fcc matrix—I. Experimental observations*. Acta Metallurgica, 37(10):2709–2722.
- [RATH und KOZESCHNIK, 2013] RATH, M. und E. KOZESCHNIK (2013). *Coupled grain growth and precipitation modeling in multi-phase systems*. In: *Materials Science Forum*, Bd. 753, S. 357–360. Trans Tech Publ.
- [ROEBUCK et al., 2006] ROEBUCK, B., J. D. LORD, M. BROOKS, M. S. LOVEDAY, C. M. SELLARS und R. W. EVANS (2006). *Measurement of flow stress in hot axisymmetric compression tests*. Materials at High Temperatures, 23(2):59–83.
- [ROTHERING et al., 2012] ROTHERING, J., P. VON HOCHBERG, N. NAUJOK und T. SCHMIDT-BROCKHOFF (2012). *Die Stahlindustrie in Deutschland „Rückgrat des Industriestandorts Deutschland“*. Booz & Company.
- [ROTH, 2016] ROTH, T. (2016). *Charakterisierung des Ausscheidungsverhaltens mikrolegierter Stähle mittels Rasterelektronenmikroskopie und Simulation*, Masterthesis, Universität des Saarlandes.
- [RUSSELL, 1980] RUSSELL, K. C. (1980). *Nucleation in solids: the induction and steady state effects*. Advances in Colloid and Interface Science, 13(3-4):205–318.

- [SAUTTER et al., 1977] SAUTTER, H., H. GLEITER und G. BÄRO (1977). *The effect of solute atoms on the energy and structure of grain boundaries*. Acta Metallurgica, 25(4):467–473.
- [SELLARS, 1990] SELLARS, C. M. (1990). *Modelling microstructural development during hot rolling*. Materials Science and technology, 6(11):1072–1081.
- [SELLARS und DAVIES, 1980] SELLARS, C. M. und G. J. DAVIES (1980). *Hot working and forming processes: proceedings of an International Conference on Hot Working and Forming Processes*, Bd. 264. Maney Pub.
- [SELLARS und WHITEMAN, 1979] SELLARS, C. M. und J. A. WHITEMAN (1979). *Recrystallization and grain growth in hot rolling*. Metal Science, 13(3-4):187–194.
- [SHANMUGAM et al., 2005] SHANMUGAM, S., M. TANNIRU, R. D. K. MISRA, D. PANDA und S. JANSTO (2005). *Precipitation in V bearing microalloyed steel containing low concentrations of Ti and Nb*. Materials science and technology, 21(8):883–892.
- [SHIRAIWA et al., 1970] SHIRAIWA, T., N. FUJINO und J. MURAYAMA (1970). *Electron probe microanalysis of titanium and zirconium carbonitride inclusions in steel*. Trans Iron Steel Inst Jap, 10(5):406–412.
- [SINHA, 2003] SINHA, A. K. (2003). *Physical metallurgy handbook*, Bd. 8. McGraw-Hill New York.
- [SMITH, 1948] SMITH, C. S. (1948). *Grains, Phases and Interphases: An Interpretation of Microstructure*. Trans. Met. Soc. AIME, 175:15–51.
- [SONDEREGGER und KOZESCHNIK, 2009] SONDEREGGER, B. und E. KOZESCHNIK (2009). *Generalized nearest-neighbor broken-bond analysis of randomly oriented coherent interfaces in multicomponent fcc and bcc structures*. Metallurgical and Materials Transactions A, 40(3):499–510.
- [SOSHINA et al., 2013] SOSHINA, T. V., A. A. ZISMAN und E. I. KHLUSOVA (2013). *Revelation of former austenite grains by thermal etching in a vacuum with low-carbon steel TMT simulation*. Metallurgist, 57(1-2):128–136.
- [STAHL-ONLINE, Abgerufen: 08.05.2018] STAHL-ONLINE, WELT-ROHSTAHLPRODUKTION NACH REGIONEN (Abgerufen: 08.05.2018). <http://www.stahl-online.de/index.php/statistiken/3/>.
- [SUN und HAWBOLT, 1995] SUN, W. P. und E. B. HAWBOLT (1995). *Prediction of the onset of static recrystallization after hot deformation*. ISIJ international, 35(7):908–913.
- [SUN und HAWBOLT, 1997] SUN, WP und E. B. HAWBOLT (1997). *Comparison between static and metadynamic recrystallization-an application to the hot rolling of steels*. ISIJ international, 37(10):1000–1009.
- [SUTTON et al., 2007] SUTTON, M. A., N. LI, D. C. JOY, A. P. REYNOLDS und X. LI (2007). *Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part*

- I: SEM imaging at magnifications from 200 to 10,000*. *Experimental mechanics*, 47(6):775–787.
- [SVOBODA et al., 2004] SVOBODA, J., F. D. FISCHER, P. FRATZL und E. KOZESCHNIK (2004). *Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates: I: Theory*. *Materials Science and Engineering: A*, 385(1-2):166–174.
- [URANGA et al., 2003] URANGA, P., A. I. FERNANDEZ, B. LOPEZ und J. M. RODRIGUEZ-IBABE (2003). *Transition between static and metadynamic recrystallization kinetics in coarse Nb microalloyed austenite*. *Materials Science and Engineering: A*, 345(1-2):319–327.
- [VERBEKEN et al., 2009] VERBEKEN, K., L. BARBÉ und D. RAABE (2009). *Evaluation of the crystallographic orientation relationships between FCC and BCC phases in TRIP steels*. *ISIJ international*, 49(10):1601–1609.
- [VERVYNCKT et al., 2011] VERVYNCKT, S., K. VERBEKEN, P. THIBAUX und Y. HOUBAERT (2011). *Recrystallization–precipitation interaction during austenite hot deformation of a Nb microalloyed steel*. *Materials Science and Engineering: A*, 528(16-17):5519–5528.
- [WIEDERMANN et al., 1988] WIEDERMANN, J., J. WOJTAS und J. STEPIEEN (1988). *Etchant for revealing prior austenite grain in alloy steel*. *Prakt. Metallogr.*, 25(9):449–455.
- [WRIGHT et al., 2011] WRIGHT, S. I., M. M. NOWELL und D. P. FIELD (2011). *A review of strain analysis using electron backscatter diffraction*. *Microscopy and microanalysis*, 17(3):316–329.
- [YUE et al., 1990] YUE, S., J. J. JONAS und K. R. BARNES (1990). *Effect of dynamic recrystallization on microstructural evolution during strip rolling*. *ISIJ international*, 30(3):216–225.
- [YUE et al., 1996] YUE, S., T. MACCAGNO und J. J. JONAS (1996). *Static recrystallization of Nb and Nb-B steels under continuous cooling conditions*. *ISIJ international*, 36(8):1084–1093.
- [YUE et al., 1995] YUE, S., C. ROUCOULES, T. M. MACCAGNO und J. J. JONAS (1995). *37th Mechanical Working and Steel Processing Conf. Proc.*, ISS, Hamilton, Ontario, Canada, 651.
- [ZENER, 1949] ZENER, C. (1949). *Private communication to CS Smith*. *Trans. AIME*, 175(15):11.